

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4662201号
(P4662201)

(45) 発行日 平成23年3月30日(2011.3.30)

(24) 登録日 平成23年1月14日(2011.1.14)

(51) Int.Cl. F I
B05D 1/26 (2006.01) B O 5 D 1/26 Z
B05D 3/00 (2006.01) B O 5 D 3/00 B

請求項の数 9 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2004-287793 (P2004-287793)	(73) 特許権者	306037311 富士フイルム株式会社 東京都港区西麻布2丁目26番30号
(22) 出願日	平成16年9月30日(2004.9.30)	(74) 代理人	100083116 弁理士 松浦 憲三
(65) 公開番号	特開2006-95492 (P2006-95492A)	(72) 発明者	岩瀬 英二郎 静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真フイルム株式会社内
(43) 公開日	平成18年4月13日(2006.4.13)	(72) 発明者	小川 朋成 静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真フイルム株式会社内
審査請求日	平成19年2月21日(2007.2.21)	(72) 発明者	能條 和彦 静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真フイルム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 塗布方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

塗布液をポンプにより送液配管を経てスロットダイに圧送し、連続走行する支持体上に前記スロットダイにより前記塗布液を塗布する塗布方法において、

前記塗布液の粘度を $0.01 \text{ N} \cdot \text{s} / \text{m}^2$ 以下とし、前記塗布液の流量を $300 \text{ ml} / \text{分}$ 以下とし、前記送液配管中に流量調節機構を設け、前記ポンプと前記流量調節機構の間の前記送液配管内の圧力を前記流量調節機構により $0.02 \sim 0.5 \text{ MPa}$ に制御することを特徴とする塗布方法。

【請求項2】

前記スロットダイ出口における前記塗布液の脈動幅を5%以下に制御することを特徴とする請求項1に記載の塗布方法。 10

【請求項3】

前記送液配管中に流量計を設け、該流量計による測定結果を前記ポンプにフィードバックすることを特徴とする請求項1又は2に記載の塗布方法。

【請求項4】

前記送液配管中に気液分離膜を備えた脱泡装置を設けることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の塗布方法。

【請求項5】

前記送液配管に振動測定手段を設け、該振動測定手段による測定結果を前記ポンプにフィードバックすることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の塗布方法。 20

【請求項 6】

前記送液配管に防振材を設けることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の塗布方法。

【請求項 7】

前記ポンプ直後の前記送液配管中に第 1 の流量調節機構を設けるとともに、前記スロットダイ直前の前記送液配管中に第 2 の流量調節機構を設け、前記第 1 の流量調節機構直後の配管内圧力と前記第 2 の流量調節機構直前の配管内圧力との差圧を $0 \sim 0.3 \text{ MPa}$ に制御することを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の塗布方法。

【請求項 8】

前記ポンプが 2 連式以上の正流型ダイヤフラムポンプであることを特徴とする請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の塗布方法。 10

【請求項 9】

前記送液配管の一部又は全部に、ゴム材料又は樹脂材料を使用することを特徴とする請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の塗布方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、塗布方法及び光学フィルムに係り、特に、連続走行する可撓性支持体（以下「ウェブ」という）に塗布液をスロットダイにより塗布する塗布装置において、塗布液の送液脈動を減少させるのに効果的な塗布方法、及び該塗布方法による塗布層を有する光学フィルムに関する。 20

【背景技術】

【0002】

従来より、ウェブの面に所望の厚さの塗布膜を塗布する塗布装置として、バーコート方式、リバースロールコート方式、グラビアロールコート方式、エクストルージョンコート等のスロットダイコート方式等の各種塗布装置がある。この中でもスロットダイコート方式の塗布装置は、他の方式の塗布装置と比較して、高速かつ薄層の塗布が可能であることから多用されている。

【0003】

エクストルージョンコート等のスロットダイ方式は、ウェブとスロットダイとの間にビードを形成し、塗布を行う方式であるが、このビード形状が安定化しないと、塗布欠陥（段ムラ等）を生じる原因となる。このビードの形状不安定化の原因として、スロットダイへ塗布液を送る際の送液の脈動現象が挙げられる。 30

【0004】

特に、エクストルージョンコート方式で薄層塗布を行う場合、送液脈動の影響は大きくなる。このような送液脈動がある状態でも、塗布量が多い場合には、乾燥時のレベリング効果で膜厚の均一化が図れるが、薄層（ 10 ml/m^2 ）、低流量（ 300 ml/分 以下）の塗布では、乾燥が早いために、塗布された瞬間の膜厚均一性が重要であり、送液脈動の影響を受けやすい。

【0005】

これに対し、特許文献 1 のように、スロットダイコートにおいて、引き抜き方法を用いて薄層化を実現するとともに、引き抜きポンプの吸引側圧力が極端な負圧にならないようにすることによって送液の脈動を回避し、面状欠陥をなくす方法が提案されている。 40

【特許文献 1】特開 2002 - 45761 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、特許文献 1 の方法では、引き抜きのためのポンプなど設備の大型化を考慮しなければならなくなる。また、塗布液内の溶存空気を除去するための脱泡装置をつけた時の影響は考慮されていない。したがって、このような方法では、設備が大型化すると 50

ともに、送液の脈動を回避し、面状欠陥をなくすことは困難である。

【0007】

本発明は、このような事情に鑑みてなされたもので、エクストルージョンコータ等のスロットダイコータ方式の塗布装置を使用した高速かつ薄層の塗布において、塗布液の脈動を抑止して、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥のない塗布を行うことができる塗布方法、及び該塗布方法による塗布層を有する光学フィルムを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

前記目的を達成するために、本発明は、塗布液をポンプにより送液配管を経てスロットダイに圧送し、連続走行する支持体上に前記スロットダイにより前記塗布液を塗布する塗布方法において、前記塗布液の粘度を $0.01 \text{ N} \cdot \text{s} / \text{m}^2$ 以下とし、前記塗布液の流量を $300 \text{ ml} / \text{分}$ 以下とし、前記送液配管中に流量調節機構を設け、前記ポンプと前記流量調節機構の間の前記送液配管内の圧力を前記流量調節機構により $0.02 \sim 0.5 \text{ MPa}$ に制御することを特徴とする塗布方法を提供する。

10

【0009】

本発明によれば、低粘度の塗布液を薄層に塗布するに当り、送液配管内の圧力を通常の送液手段による条件よりも意識的に高く設定して制御する。これにより、塗布液の脈動や泡の発生がなく、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

【0010】

塗布液の脈動を生じさせる原因は、以下の3つの要因と考えられる。

20

【0011】

1) 送液ポンプ：たとえば、定量ポンプとしてゲイヤフラムポンプを使用する場合、低流量の状態では、チャッキ弁にかかる圧力(背圧)が小さく、動作性が悪くなり脈動を生じやすい。

【0012】

2) 配管中の他の部材：たとえば、配管中に配される膜脱気装置は、気液分離膜を有する装置であり、真空ポンプによって減圧することにより、塗布液中の溶存空気を減少させる働きがある。しかし、減圧によって気液分離膜の体積が変化し、その変化により脈動を生じやすい。

30

【0013】

3) 外乱：外部からの振動等。塗布装置自体が発生させる振動や、塗布装置が接する壁、床からの振動)によって配管が振動し、配管内部の塗布液も振動してしまう。

【0014】

本発明は、上記の構成及び以下に述べる各構成により、この要因を排除し、塗布液の脈動をなくすとともに、泡の発生をなくし、塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布実現させるものである。

【0015】

本発明において、前記スロットダイ出口における前記塗布液の脈動幅を5%以下に制御することが好ましい。このように塗布液の脈動幅を5%以下、すなわち、脈動を塗布液の平均流量の $\pm 2.5\%$ 以下に抑制することにより、一層塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

40

【0016】

また、本発明において、前記送液配管中に流量計を設け、該流量計による測定結果を前記送液手段にフィードバックすることが好ましい。このように、流量計による測定結果が送液手段にフィードバックできれば、塗布液の脈動を抑制することが容易になる。

【0017】

また、本発明において、前記送液配管中に気液分離膜を備えた脱泡装置を設けることが好ましい。このように、脱泡装置を設けることにより、一層泡の発生がなくなり、塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

50

【0018】

また、本発明において、前記送液配管に振動測定手段を設け、該振動測定手段による測定結果を前記送液手段にフィードバックすることが好ましい。このように、振動測定手段による測定結果が送液手段にフィードバックできれば、塗布液の脈動を抑制することが容易になる。

【0019】

また、本発明において、前記送液配管に防振材を設けることが好ましい。このように、送液配管に防振材を設ければ、送液配管の振動が抑制でき、塗布液の脈動を抑制することが容易になる。

【0020】

また、本発明において、前記送液手段直後の前記送液配管中に第1の流量調節機構を設けるとともに、前記スロットダイ直前の前記送液配管中に第2の流量調節機構を設け、前記第1の流量調節機構直後の配管内圧力と前記第2の流量調節機構直前の配管内圧力との差圧を0～0.3MPaに制御することが好ましい。

【0021】

このように、送液配管中に流量調節機構を2個設け、これらの間の差圧を適正に調整することにより、より一層塗布液の脈動や泡の発生がなく、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

【0022】

また、本発明において、前記送液手段が2連式以上の正流型ダイヤフラムポンプであることが好ましい。このようなポンプが、低粘度の塗布液を薄層に塗布する際の塗布液の精密な流量安定化に効果的である。

【0023】

また、本発明において、前記送液配管の一部又は全部に、ゴム材料又は樹脂材料を使用することが好ましい。このように送液配管にゴム材料又は樹脂材料を使用すれば、これらの部材が変形することにより、塗布液の脈動を効果的に防止できる。

【発明の効果】

【0024】

以上説明したように、本発明によれば、塗布液の脈動や泡の発生がなく、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

以下、添付図面に従って、本発明に係る塗布方法の好ましい実施の形態(第1実施形態)について詳説する。

【0026】

図1は、本発明に係る塗布方法に使用されるコーター(塗布装置)10の全体構成図である。図2は、コーター10のスロットダイ13及びその周辺を示す斜視図である。図3は、スロットダイ13の周辺部を示すコーター10の部分断面図である。なお、図1及び図3では、減圧チャンバー40の図示を省略してある。

【0027】

図3に示されるように、コーター10はバックアップローラ11に支持されて連続走行するウェブWに対して、スロットダイ13から塗布液14をビード14aにして塗布することにより、ウェブW上に塗膜14bを形成する塗布装置である。

【0028】

スロットダイ13の内部にはポケット15、スロット16が形成されている。ポケット15は、その断面が曲線及び直線で構成されており、たとえば、図3に示されるような略円形でもよいし、又は半円形でもよい。ポケット15は、スロットダイ13の幅方向にその断面形状をもって延長された塗布液の液溜め空間で、その有効延長の長さは、塗布幅と同等か若干長めにするのが一般的である。

【0029】

ポケット15への塗布液14の供給は、スロットダイ13の側面から、又はスロット開口部16aとは反対側の面の中央から行う。また、ポケット15の反対側の端部には、塗布液14が漏れ出ることを防止する栓が設けられている。

【0030】

スロット16は、ポケット15からウェブWへの塗布液14の流路であり、ポケット15と同様にスロットダイ13の幅方向にその断面形状をもち、ウェブ側に位置する開口部16aは、一般に、図示しない幅規制板のようなものを用いて、概ね塗布幅と同じ長さになるように調整する。このスロット16のスロット先端における、バックアップローラ11のウェブ走行方向の接線とのなす角は、30°以上90°以下が好ましい。

【0031】

スロット16の開口部16aが位置するスロットダイ13の先端リップ17は、先細り状に形成されており、その先端はランドと呼ばれる平坦部18とされている。このランド18であって、スロット16に対してウェブWの走行方向の上流側を上流側リップランド18a、下流側を下流側リップランド18bと称する。上流側リップランド18aと下流側リップランド18bのウェブWとの距離は等しくなっている。

【0032】

上流側リップランド18aのランド長さIUPは特に限定はされないが、500µm～1mmの範囲が好ましく採用される。下流側リップランド18bのランド長さILOは30µm以上100µm以下であり、好ましくは30µm以上80µm以下、更に好ましくは30µm以上60µm以下である。

【0033】

下流側リップのランド長さILOが30µmよりも短い場合は、先端リップ17のエッジ又はランドが欠けやすく、塗膜にスジが発生しやすくなり、結果的には塗布が不可能になる。また、下流側の濡れ線位置の設定が困難になり、塗布液が下流側で広がりやすくなるという問題も発生する。この下流側での塗布液の濡れ広がり、濡れ線の不均一化を意味し、塗布面上にスジなどの不良形状を招くという問題につながるものが従来より知られている。

【0034】

一方、下流側リップのランド長さILOが100µmよりも長い場合は、ビードそのものを形成することができないために、薄層塗布を行うことは不可能である。

【0035】

スロットダイ13の先端部分である上流側リップランド18a及び下流側リップランド18bは、超硬部材で形成されている。スロットダイ13の先端部分にステンレス鋼等のような材質を用いると、ダイ加工の段階でだれてしまい、先端リップの加工精度を満足できない場合が多い。したがって、高い加工精度を維持するためには、特許第2817053号公報に記載されているような超硬材質のものをを用いることが好ましい。

【0036】

具体的には、スロットダイ13の少なくとも先端リップを、平均粒径5µm以下の炭化物結晶を結合してなる超硬合金にすることが好ましい。超硬合金としては、タングステンカーバイド（以下、WCと称す）等の炭化物結晶粒子をCo（コバルト）等の結合金属によって結合したものなどがあり、結合金属としては他にTi（チタン）、Ta（タンタル）、Nb（ニオブ）及びこれらの混合金属を用いることもできる。WC結晶の平均粒径としては、粒径3µm以下が更に好ましい。

【0037】

また、スロットダイ13の先端において、上流側リップランド18a及び下流側リップランド18bの先端エッジの曲率半径を10µm以下とすることが好ましい。また、スロットダイ13の先端部分（上流側リップランド18a及び下流側リップランド18b）の表面粗さRaを0.4µm以下とすることが好ましい。このようなスロットダイ13の先端部分とすることにより、ビードの形状を一定に保つことが容易にできる。

【0038】

10

20

30

40

50

図2において、スロットダイ13に対し、ウェブWの走行方向側とは反対側に、ビード14aに対して十分な減圧調整を行えるよう、接触しない位置に減圧チャンバー40が設置されている。減圧チャンバー40は、その作動効率を保持するためのバックプレート40aとサイドプレート40bを備えており、バックプレート40aとウェブWの間、サイドプレート40bとウェブWの間にはそれぞれ隙間GB、GSが設けられている。

【0039】

次に、図1によって、スロットダイ13に塗布液14を供給する液供給系20について説明する。液供給系20は、ストックタンク22と塗布ヘッド13のポケット15とを繋ぐ送液配管である供給配管24を有し、供給配管24にはストックタンク22側から順に、送液手段である給液ポンプ26、塗布液14を濾過するフィルタ28、脱泡装置30、振動測定手段32、圧力計34、流量調節機構36、流量計38が設けられている。

10

【0040】

これらのうち、給液ポンプ26、振動測定手段32、圧力計34及び流量計38は制御手段20A（パソコン等が採用できる）に接続されており、この制御手段20Aに検出結果を送ったり、制御手段20Aにより制御されたりできるようになっている。

【0041】

給液ポンプ26としては、2連式の正流型ダイヤフラムポンプが採用されている。なお、これ以外の形式のポンプ、たとえばギアポンプも採用できる。ただし、高分子ポリマーを含む塗布液の場合には、ダイヤフラムポンプが好ましい。高分子ポリマーを含む塗布液にギアポンプを使用した場合には、分子のせん断や、ギアつまり等が起こる場合があるからである。

20

【0042】

フィルタ28としては、塗布液14の組成に応じて公知の各種フィルタが採用できる。

【0043】

脱泡装置（膜脱気装置）30は、気液分離膜を備えた装置であり、真空ポンプによって減圧することにより、塗布液中の溶存空気を減少させるものである。脱泡装置30として、エンドレスハウザー社製の16m品が使用されており、真空ポンプとして、アズワン社製マルチエアポンプが使用されている。

【0044】

振動測定手段32として、加速度ピックアップ（PCB社製の加速度ピックアップ）を使用した。圧力計34としては、公知の各種圧力計が使用できる。本装置においては、ブルドン管式の圧力計を使用した。

30

【0045】

流量調節機構36としては、制御信号（電気信号）等により制御可能なタイプも、手動式のタイプも採用できるが、本装置においては、手動式のニードルバルブを使用した。流量計38は、塗布液14の組成に応じて公知の各種流量計が採用できるが、本装置においては、コリオリ式の流量計を使用した。

【0046】

供給配管24の一部にはゴム材料（又は樹脂材料でもよい）が使用されており、塗布液14の脈動を吸収できるようになっている。また、供給配管24は、防振材（防振ゴム）を介して躯体（装置架台）に支持されており、振動を吸収できるようになっている。

40

【0047】

以上の液供給系20において、制御手段20Aが、振動測定手段32、圧力計34及び流量計38からの検知信号に基づいて給液ポンプ26を制御するように構成される。これにより、液供給系20からスロットダイ13に所望量の塗布液14を極めて正確に供給することができる。

【0048】

本発明の塗布方法においては、公知の各種溶媒を用いた塗布液を使用することができる。たとえば、水、各種ハロゲン化炭化水素、アルコール、エーテル、エステル、ケトンなどを単独又は複数混合して使用することができる。

50

【0049】

ウェブWとしては、公知の各種ウェブを用いることができる。一般的にはポリエチレンテレフタレート、トリアセチルセルロース、ポリエチレン-2,6-ナフタレート、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリアミド等の公知の各種プラスチックフィルム、紙、紙にポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンブテン共重合体等の炭素数が2~10の - ポリオレフィン類を塗布又はラミネートした各種積層紙、アルミニウム、銅、スズ等の金属箔等、又は帯基材の表面に予備的な加工層を形成させたものが含まれる。

【0050】

本発明の塗布方法に用いる塗布液として、光学補償シート塗布液、反射防止フィルム塗布液、防眩性付与液磁性塗布液、写真感光性塗布液、磁性塗布液、視野角拡大塗布液、表面保護液、帯電防止液、滑性用塗布液、カラーフィルター用顔料液等が使用できるが、これらに限定される訳ではない。

【0051】

また、湿潤膜厚が100 μ m以下の薄層を塗布する系に有効であるが、特に20 μ m以下の精密塗布を行う系が好ましく、単層の1回塗布のみならず、重層逐次塗布に対しても、特に各層の湿潤膜厚が20 μ m以下の高精度の薄膜塗布の場合に有効である。塗布液の粘度としては、0.01N \cdot s/m²以下であることが求められ、0.0001~0.005N \cdot s/m²の範囲が好ましい。また、塗布液の表面張力としては20~70mN/mの範囲が好ましい。

【0052】

塗布速度は概ね100m/分程度までの領域で適用可能である。また、一般に塗布するのが困難といわれる領域や湿潤膜厚がより薄い塗布系、粘度が高い領域で、より効果を発揮する。

【0053】

次に、上記の塗布装置10を使用した塗布方法について説明する。

【0054】

バックアップローラ11にウェブWを巻き掛けるとともに、減圧チャンバ40を減圧状態に維持することによりウェブWに張力を与え、バックアップローラ11を回転させてウェブWを連続走行させる。そして、ウェブWの表面にスロットダイ13を使用して塗布液14を塗布して、ウェブW上に塗膜14bを形成する。

【0055】

その際、塗布液14の粘度を0.01N \cdot s/m²以下とする。そして、塗布液14の流量を300ml/分以下とし、供給配管24内の圧力が0.02~0.5MPaになるように液供給系20を制御する。これにより、スロットダイ13出口における塗布液14の脈動幅を5%以下にでき、塗布液14の脈動や泡の発生がなく、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

【0056】

次に、本発明に係る塗布方法の他の実施形態(第2実施形態)について説明する。

【0057】

図4は、本発明に係る塗布方法に使用されるコーター(塗布装置)10'の全体構成図であり、第1実施形態の図1に対応するものである。なお、図1と同一、類似の部材については、同様の符号を附し、その説明を省略する。

【0058】

コーター10'の液供給系20'は、図1(第1実施形態)の液供給系20に加え、給液ポンプ26とフィルタ28との間に圧力計35と流量調節機構37が設けられている。この流量調節機構37は、第1の流量調節機構に該当し、既述の流量調節機構36は、第2の流量調節機構に該当する。また、圧力計35は、既述の圧力計34と同様には制御手段20Aに接続されている。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 9 】

以上の液供給系 2 0 ' の構成において、流量調節機構 3 6 と流量調節機構 3 7 とを適正に操作することにより、圧力計 3 5 で検出する配管内圧力と圧力計 3 4 で検出する配管内圧力との差圧を 0 ~ 0 . 3 M P a に制御することが容易に行える。これにより、液供給系 2 0 からスロットダイ 1 3 に所望量の塗布液 1 4 を極めて正確に供給することができる。

【 0 0 6 0 】

以上に説明したコーター 1 0 又はコーター 1 0 ' を使用した本発明に係る塗布方法によれば、塗布液 1 4 に脈動が発生するのを抑止できるので、薄層で且つ塗布ムラ等の塗布欠陥が発生しない塗布を安定的に行うことができる。

【 0 0 6 1 】

以上、本発明に係る塗布方法及び光学フィルムの実施形態について説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、各種の態様が採り得る。

【 0 0 6 2 】

たとえば、上記実施形態において、コーター 1 0 及びコーター 1 0 ' がエクストルージョン型の塗布装置となっているが、本発明は、エクストルージョン型に限定されるものではなく、スロットダイ 1 3 のポケット 1 5 に供給された塗布液 1 4 を、スロット 1 6 を介してスロット先端から吐出させるタイプのものであればよく、たとえばスロット先端から吐出した塗布液 1 4 をスライド面にスライドさせて塗布するスライド塗布型の塗布装置にも適用できる。

【 0 0 6 3 】

また、上記実施形態において、スロットダイ 1 3 に対向する箇所において、ウェブ W がバックアップローラ 1 1 に巻き掛けられて支持され、連続走行する態様となっているが、他の態様、たとえば、スロットダイ 1 3 を挟んだ上流側と下流側に設けられる一対のパスローラにウェブ W が装架され、このパスローラによりウェブ W が塗布スロットダイ 1 3 に押圧された状態で連続走行する態様も採り得る。

【実施例】

【 0 0 6 4 】

実施例全般において、以下の反射防止膜用の塗布液を使用した。

【 0 0 6 5 】

屈折率が 1 . 4 2 であり、熱架橋性合フッ素ポリマーを 6 重量%含有するメチルエチルケトン溶液 (J N - 7 2 2 8 、 J S R (株) 製) 9 3 g に、M E K - S T (平均粒径 1 0 n m ~ 2 0 n m 、固形分濃度 3 0 重量%の S i O ₂ ゴルのメチルエチルケトン分散物、日産化学 (株) 製) 8 g 、メチルエチルケトン 9 4 g 及びシクロヘキサノン 6 g を添加、攪拌の後、孔径 1 μ m のポリプロピレン製フィルタ (P P E - 0 1) で濾過して、低屈折率層用塗布液を調製した。

【 0 0 6 6 】

この塗布液の粘度は 0 . 0 0 1 N . s / m² であり、表面張力は 0 . 0 2 4 N / m であった。

【 0 0 6 7 】

ウェブ W として、厚さ 8 0 μ m で幅が 1 4 0 0 m m のトリアセチルセルロースフィルム (T A C) を使用した。

【 0 0 6 8 】

以下、コーター 1 0 又はコーター 1 0 ' を使用した本発明に係る塗布方法の実施例、及び後述するコーター 1 0 0 を使用した比較例について説明する。

(実施例 1)

図 1 に示されるコーター 1 0 を使用してウェブ W に上記の反射防止膜用の塗布液を塗布した。なお、以下の 9 条件 (例 1 ~ 9) のうち、例 2 及び例 9 においては、脱泡装置 3 0 (膜脱気装置) を外して実施した。塗布液の流量を 1 0 0 m l / 分とし、ウェブ W への塗布量を 3 . 5 m l / m² (厚さ 3 . 5 μ m) とした。脱泡装置 3 0 の減圧値は - 7 0 k P a に設定した。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 9 】

流量調節機構 3 6 (ニードルバルブ) の開度を調整して、圧力計 3 4 に示される送液配管内の圧力を 0 . 0 1 以下 ~ 0 . 5 M P a まで変化させた。流量計 3 8 により測定され、制御手段 2 0 A に記録された供給流量の変動を読み出し、脈動幅として評価した。実施例 1 の条件及び結果を図 5 の表に示す。

【 0 0 7 0 】

図 5 の表によれば、流量調節機構 3 6 (ニードルバルブ) を全開にした例 1 及び例 2 では、送液配管内の圧力が 0 . 0 1 M P a 以下であり、流量変動はそれぞれ 8 . 4 、 5 . 4 % と大きかった。また、送液配管内の圧力を同一条件にした例 1 及び例 2 における、脱泡装置 3 0 の有無の影響を見ると、脱泡装置 3 0 の有る方の流量変動が大きくなっている。 10

【 0 0 7 1 】

一方、送液配管内の圧力を 0 . 0 2 ~ 0 . 5 M P a の範囲に調整した例 3 ~ 例 9 においては、流量変動は 3 ~ 3 . 3 % の範囲にあり、流量変動は少ない。また、この送液配管内の圧力と流量変動との相関関係は見られない。なお、流量変動が少ないこれらの例において、脱泡装置 3 0 の有無の影響を見た場合、同一圧力 (0 . 1 5 M P a) の例 5 と例 9 において、流量変動はいずれも 3 % であり、差は生じていない。

【 0 0 7 2 】

(実施例 2 及び比較例)

図 1 に示されるコーター 1 0 を使用してウェブ W に上記の反射防止膜用の塗布液を塗布した。塗布液の流量を 1 0 0 m l / 分とし、ウェブ W への塗布量を 3 . 5 m l / m² (厚さ 3 . 5 μ m) とした。なお、各例において、脱泡装置 3 0 (膜脱気装置) を外して実施した。 20

【 0 0 7 3 】

流量調節機構 3 6 (ニードルバルブ) の開度を調整して、圧力計 3 4 に示される送液配管内の圧力を 0 . 0 1 以下 ~ 0 . 1 5 M P a まで変化させた。また、供給配管 2 4 に外部より振動を与え、振動測定手段 3 2 による検出値が 1 2 μ m になるように調整した。なお、供給配管 2 4 には防振材が配されている。

【 0 0 7 4 】

流量計 3 8 により測定され、制御手段 2 0 A に記録された供給流量の変動を読み出し、脈動幅として評価した。実施例 2 の条件及び結果を図 6 (A) の表に示す。 30

【 0 0 7 5 】

図 6 (A) の表によれば、流量調節機構 3 6 (ニードルバルブ) を全開にした例 1 では、送液配管内の圧力が 0 . 0 1 M P a 以下であり、流量変動は 5 . 4 % と大きかった。一方、送液配管内の圧力を 0 . 1 及び 0 . 1 5 M P a の範囲に調整した例 2 、例 3 においては、流量変動はそれぞれ 3 . 3 % 、 3 . 1 % であり、流量変動は少ない。

【 0 0 7 6 】

上記結果から、送液配管内の圧力を適正值に設定することにより、脈動が減少したことが解る。また、送液配管内の圧力を適正值に設定することにより、外部からの振動があっても、この影響が塗布液 1 4 に伝わりにくくなっていると考えられる。

【 0 0 7 7 】

次に、比較例として、実施例 2 と同一の条件で防振材の有無の影響を見た。例 1 1 は、供給配管 2 4 に配されている防振材を取り外したものであり、例 1 2 は、供給配管 2 4 に配されている防振材をそのままにしたものである。流量調節機構 3 6 (ニードルバルブ) を全開にして、圧力計 3 4 に示される送液配管内の圧力を 0 . 0 1 以下にした。以上の条件及び結果を図 6 (B) の表に示す。 40

【 0 0 7 8 】

図 6 (B) の表によれば、防振材の有無により、振動測定手段 3 2 による検出値には大差を生じ (0 . 1 2 μ m と 0 . 0 3 μ m) 防振材の効果が確認できた。

(実施例 3)

図 4 に示されるコーター 1 0 ' を使用してウェブ W に上記の反射防止膜用の塗布液を塗 50

布した。なお、以下の8条件(例1~8)のうち、例8のみ図1に示されるコーター10を使用した。塗布液の流量を100ml/分とし、ウエブWへの塗布量を3.5ml/m²(厚さ3.5μm)とした。脱泡装置30の減圧値は-70kPaに設定した。

【0079】

流量調節機構36(ニードルバルブ)及び流量調節機構37の開度を調整して、圧力計34及び35に示される送液配管内の圧力を0.01以下~0.45MPaまで変化させた。流量計38により測定され、制御手段20Aに記録された供給流量の変動を読み出し、脈動幅として評価した。

【0080】

また、目視による官能検査により塗布面状を評価した。そして、評価結果を、○：面質良好、△：普通、×：悪い、の3段階にグレード分けした。実施例3の条件及び結果を図7の表に示す。

10

【0081】

図7の表によれば、流量調節機構36(ニードルバルブ)及び流量調節機構37を全開にした例1では、送液配管内の圧力が0.01MPa以下であり、流量変動は8.1%と大きかった。また、塗布面状の評価結果は×であった。

【0082】

流量調節機構36(ニードルバルブ)及び流量調節機構37を調整して、圧力計35に示される送液配管内の圧力(表では「圧力調整バルブ1」と表示)を圧力計34に示される送液配管内の圧力(表では「圧力調整バルブ2」と表示)よりも高く設定した例2及び例3では、塗布が実施できなかった。

20

【0083】

一方、流量調節機構36(ニードルバルブ)及び流量調節機構37を調整して、圧力計34に示される送液配管内の圧力(表では「圧力調整バルブ2」と表示)を圧力計35に示される送液配管内の圧力(表では「圧力調整バルブ1」と表示)よりも高く設定した例5~例7、同一にした例4、及び、コーター10を使用して圧力計34に示される送液配管内の圧力(表では「圧力調整バルブ1」と表示)を0.15MPaに調整した例8においては、流量変動は2.5~3%の範囲にあり、流量変動は少ない。また、これら(例4~例8)の塗布面状の評価結果は○であった。

(比較例1)

30

図8は、比較例における塗布装置100の全体構成図であり、第1実施形態の図1、第2実施形態の図4に対応するものである。なお、図1と同一、類似の部材については、同様の符号を附し、その説明を省略する。

【0084】

この塗布装置100の液供給系120において、図1(第1実施形態)の液供給系20と大きく相違するのは、流量調節機構が設けられず、送液配管内24の圧力を通常の送液手段による条件よりも意識的に高く設定して制御することができない点である。

【0085】

図8に示されるコーター100を使用してウエブWに上記の反射防止膜用の塗布液を塗布した。塗布液の流量を100ml/分とし、ウエブWへの塗布量を3.5ml/m²(厚さ3.5μm)とした。

40

【0086】

流量計38により測定された供給流量の変動を読み取り、脈動幅として評価したところ、8.4%であった。ウエブW上の乾燥後の塗布膜分布を膜厚計で評価したところ、略同様の7.3%の変動を示していた。また、塗布面状の評価結果は×であった。

【0087】

このように、本発明の各実施例と略同一の条件で塗布を行なっても、送液配管内24の圧力を通常の送液手段による条件よりも意識的に高く設定して制御していないので、良好な塗布結果が得られていない。

(比較例2)

50

図 8 に示されるコーター 100 を使用してウェブ W に上記の反射防止膜用の塗布液を塗布した。塗布液の流量を 100 ~ 1000 ml / 分まで変化させた。そして、ウェブ W への塗布量を 3.5 ml / m² (厚さ 3.5 μm) とした。

【0088】

このときの圧力計 34 に示される送液配管内の圧力 (表では「圧力指示計 1」と表示) と圧力計 35 に示される送液配管内の圧力 (表では「圧力指示計 2」と表示) を測定した。

【0089】

流量計 38 により測定された供給流量の変動を読み取り、脈動幅として評価した。また、塗布面状の評価を行った。比較例 2 の条件及び結果を図 9 の表に示す。

10

【0090】

低流量 (100 ml / 分) の例 1 においては、圧力計 34 及び 35 に示される送液配管内の圧力は、0.01 MPa 以下と低く、送液配管内の圧損も検出されなかった。そして、脈動幅は 8.4 % と大きく、塗布面状の評価結果も × であった。

【0091】

流量を増加させた (500 ml / 分) 例 2 においては、圧力計 34 及び 35 に示される送液配管内の圧力が、0.07 MPa と上昇した。しかし、実施例のように、送液配管内の圧力を通常の送液手段による条件よりも意識的に高く設定する構成ではないので、送液配管内の圧損は検出されなかった。そして、脈動幅は 6.4 % と依然大きく、塗布面状の評価結果も × であった。

20

【0092】

流量を更に増加させた (1000 ml / 分) 例 3 においては、圧力計 34 及び 35 に示される送液配管内の圧力が、0.15 MPa と更に上昇した。しかし、実施例のように、送液配管内の圧力を通常の送液手段による条件よりも意識的に高く設定する構成ではないので、送液配管内の圧損は検出されなかった。そして、脈動幅は 5.1 % とやや大きく、塗布面状の評価結果は ○ であった。

【図面の簡単な説明】

【0093】

【図 1】本発明に係る塗布方法に使用される塗布装置の全体構成図

【図 2】塗布装置のスロットダイ及び周辺を示す斜視図

30

【図 3】スロットダイの周辺部を示す塗布装置の部分断面図

【図 4】本発明の他の実施形態における塗布装置の全体構成図

【図 5】実施例 1 の条件及び結果を示す表

【図 6】実施例 2 の条件及び結果を示す表

【図 7】実施例 3 の条件及び結果を示す表

【図 8】比較例における塗布装置の全体構成図

【図 9】比較例 2 の条件及び結果を示す表

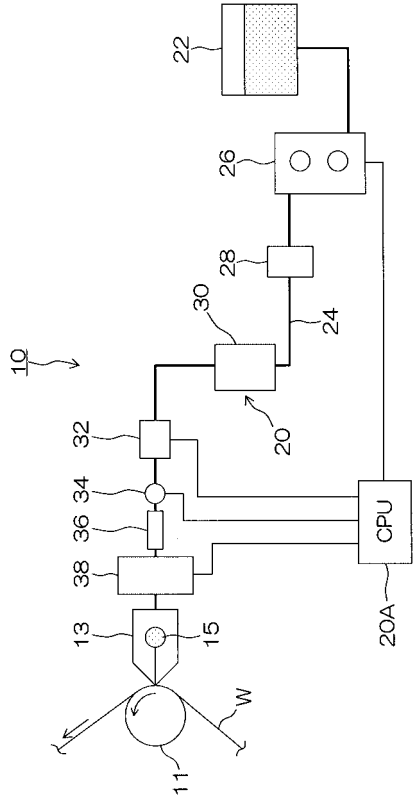
【符号の説明】

【0094】

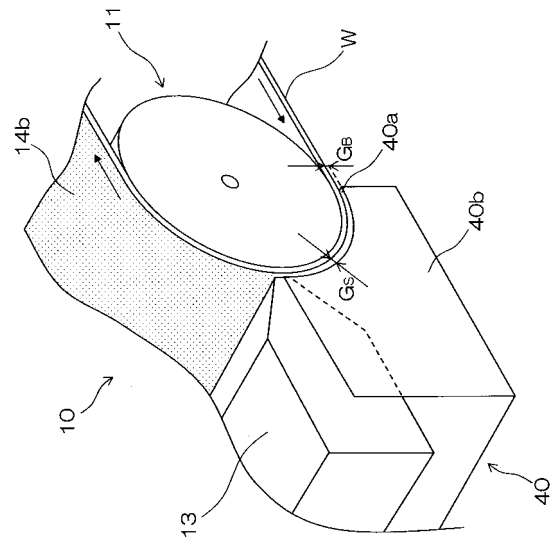
10 ... コータ、11 ... バックアップローラ、13 ... スロットダイ、14 ... 塗布液、14 a ... ビード、14 b ... 塗膜、15 ... ポケット、16 ... スロット、20 ... 液供給系、22 ... ストックタンク、24 ... 供給配管、26 ... 給液ポンプ、28 ... フィルタ、30 ... 脱泡装置、32 ... 振動測定手段、34 ... 圧力計、36 ... 流量調節機構、38 ... 流量計、W ... ウェブ

40

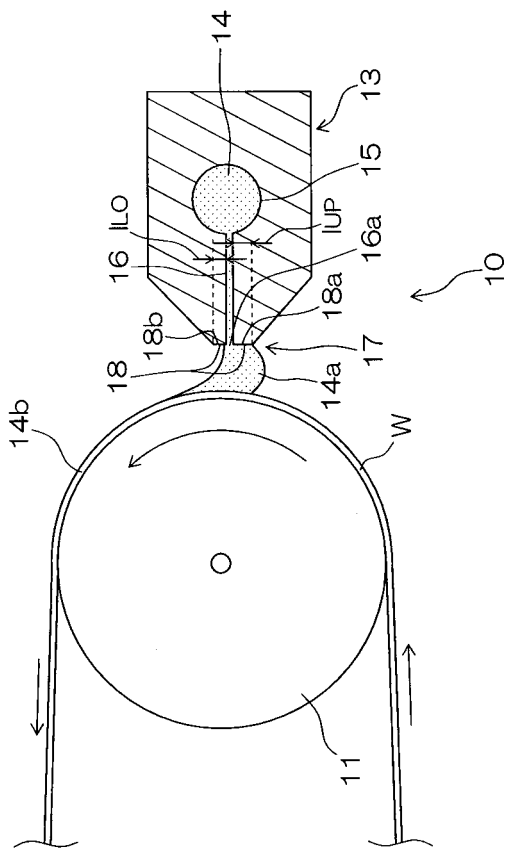
【 図 1 】



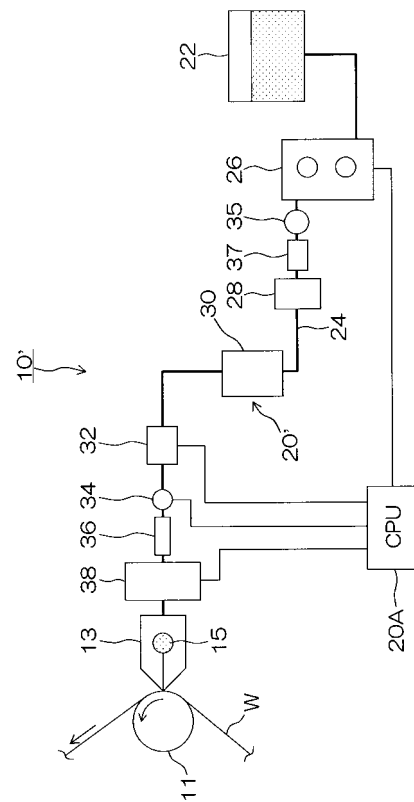
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



【 9 】

No	測定条件			測定結果	
	送液流量 (cc/min)	圧力指示計1 (MPa)	圧力指示計2 (MPa)	流量変動 (%)	漏れ部位
1	100	0.01以下	0.01以下	8.4	x
2	500	0.07	0.07	6.4	x
3	1000	0.15	0.15	5.1	△

フロントページの続き

審査官 横島 隆裕

- (56)参考文献 特開平10-128211(JP,A)
特開平11-188202(JP,A)
特開2003-224066(JP,A)
特開2003-117478(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B05D 1/00-7/26