



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0139751
(43) 공개일자 2023년10월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 5/18 (2006.01) B29C 41/26 (2006.01)
B29C 55/04 (2006.01) G02B 1/04 (2006.01)
G02B 5/30 (2022.01)
(52) CPC특허분류
C08J 5/18 (2021.05)
B29C 41/26 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0090342
(22) 출원일자 2022년07월21일
심사청구일자 2022년07월21일
(30) 우선권주장
111111669 2022년03월28일 대만(TW)

(71) 출원인
장 춘 페트로케미컬 컴퍼니 리미티드
대만 타이페이 시티 104 종산 디스트릭트 송지양
로드 넘버 301 7층
(72) 발명자
치옌, 샤오 원
대만, 타이페이 시티 104, 종산 디스트릭트, 송지
양 로드, 넘버 301, 7층
천, 지아-잉
대만, 타이페이 시티 104, 종산 디스트릭트, 송지
양 로드, 넘버 301, 7층
(74) 대리인
특허법인 티앤아이

전체 청구항 수 : 총 15 항

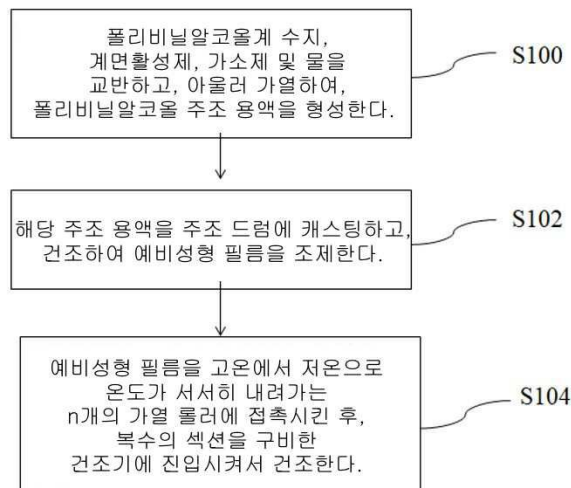
(54) 발명의 명칭 폴리비닐알코올 필름, 그것에 의해 제조된 광학 필름 및 그 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 폴리비닐알코올 필름, 그것에 의해 제조된 광학 필름 및 그 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

본 발명은 폴리비닐알코올 필름, 그것에 의해 제조된 광학 필름 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 해당 폴리비닐알코올 필름을 폭 방향으로 균등하게 차단하여 복수매로 한 후, 수중에서 4.3 cm/min의 속도로 연신하고, 길이를 2배로 하여 건조하고 나서, 연신하여 건조한 후의 폴리비닐알코올 필름의 칭량값은 W3이고, 연신하여 건조한 후의 폴리비닐알코올 필름을 순수 내에서 5분간 교반하고 나서 추가로 절건한 후의 칭량값은 W4이고, $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 의 값의 표준 편차는 0.05 내지 0.60이다. 해당 폴리비닐알코올 필름에 의해 조제된 광학 필름은 양호한 염색 균일성을 구비한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B29C 55/04 (2013.01)

G02B 1/04 (2013.01)

G02B 5/30 (2022.01)

C08J 2329/04 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

폴리비닐알코올 필름에 있어서, 폭 방향으로 균등하게 재단하여 복수매의 폴리비닐알코올 필름으로 하고, 팽윤·연신한 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차가 0.05 내지 0.60이고, 상기 팽윤·연신은 상기 복수매의 폴리비닐알코올 필름을 수중에서 4.3 cm/min의 속도로 연신하고, 길이를 2배로 하는 것이고, 상기 첨가제 잔류량은 계산식 $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 에 의해 취득하고, 그 중, W3은 상기 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후의 중량이고, W4는 상기 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후에, 순수 내에 넣고 5분간 교반하고 나서 추가로 절건한 후의 중량인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량 평균값은 1.40 내지 4.15 wt%인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 지상축 각도의 표준 편차는 0.30 내지 2.79인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 지상축 각도의 평균값은 89.00 내지 91.00인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 폴리비닐알코올 필름은 6 내지 15 wt% 사이의 첨가제 초기 함유량을 갖는, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 폴리비닐알코올 필름의 중합도는 1800 내지 3000 사이인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 폴리비닐알코올 필름의 함수율은 1.0 내지 5.0 wt% 사이인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 따른 폴리비닐알코올 필름에 의해 제조된 것인, 광학 필름.

청구항 9

제8항에 있어서,

편광 필름인, 광학 필름.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 편광 필름이 갖는 편광도는 99.8% 이상인, 광학 필름.

청구항 11

(a) 폴리비닐알코올계 수지, 가소제, 계면활성제 및 물을 교반하고, 아울러 100℃ 초과와 용해 온도까지 가열하여 2 내지 4시간 온도를 유지하고, 아울러 교반 방향을 1시간에 적어도 3회 반전시켜서, 폴리비닐알코올 주조 용액을 형성하는 공정;

(b) 상기 폴리비닐알코올 주조 용액을 주조 드럼에 캐스팅하고, 건조하여 예비성형 필름을 조제하는 공정; 및

(c) 상기 예비성형 필름을 고온에서 저온으로 온도가 서서히 내려가는 복수개의 가열 롤러에 접촉시킨 후, 복수의 섹션을 구비한 건조기에 진입시켜서 열처리를 수행하는 공정을 포함하고, 그 중, 상기 건조기의 온도의 표준 편차(폭 방향을 따른)는 0.93 내지 3.00이고, 아울러 상기 건조기 내에 있어서의 상기 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차는 5℃ 이하인, 제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 따른 폴리비닐알코올 필름의 제조 방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 공정 (a)의 용해 온도는 130 내지 140℃인, 제조 방법.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 공정 (a)의 상기 폴리비닐알코올 주조 용액 중의 상기 폴리비닐알코올계 수지 농도는 20.0 내지 40.0%인, 제조 방법.

청구항 14

제11항에 있어서,

상기 계면활성제의 최종 함유량은 0.10 내지 0.20 wt%인, 제조 방법.

청구항 15

제11항에 있어서,

상기 공정 (c)의 건조기는 플로팅형 드라이어인, 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 광학 필름의 제조, 특히 편광 필름의 제조에 이용할 수 있는, 폴리비닐알코올(polyvinyl alcohol PVA) 필름에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 폴리비닐알코올(polyvinyl alcohol, PVA) 필름은 폴리비닐알코올 폴리머와 가소제가 포함된 수용액을 도포, 건조하여 얻어지는 일종의 친수성 재료이고, 높은 투명성, 기계적 강도, 수용성, 양호한 가공성 등의 성능을 가지며, 포장 재료나 편광 필름 등의 전자 제품의 광학 필름에 있어서 널리 이용되고 있다.

[0003] 폴리비닐알코올 필름을 편광 공정으로 가공하여 얻어지는 편광 필름은 특정 방향의 광선만을 통과시키는 특성을 가지며, 이에 따라 통과하는 광선의 명암도를 컨트롤할 수 있다. 이러한 특성에 근거하여, 편광 필름은 각종 디스플레이나 안경, 웨어러블 디바이스에 사용되고 있다. 편광 필름을 제조하는 공정에는 팽윤, 연신 및 염색 등이 포함된다. 구체적으로는, 폴리비닐알코올 필름을 용액 중에 넣고 상술한 공정을 수행하는데, 염료 분자를 폴리비닐알코올 필름의 폴리비닐알코올 분자 사이에 확산 진입시켜서 규칙적으로 배열함으로써, 편광 필름이 그

배열 방향에 평행한 광 성분을 흡수할 수 있도록 하고, 수직 방향의 광 성분은 투과시켜서, 편광을 갖는 특성이 생기도록 한다.

- [0004] 양호한 광학 특성을 제공하는데 있어서 이상적인 편광 필름은 색이 균일하고, 색얼룩이 적고, 주름이 없고, 색상 효과가 양호한 등의 특성을 가져야만 한다. 이 때문에, 종래 기술에서는 폴리비닐알코올의 구조를 조절하거나, 관능기(예를 들면 양이온기)를 부가하는 등의 방법을 이용하여, 점도나 검화도를 바꾸는 것이나, 가소제 함유량을 조절함으로써 광학 성질을 향상시키는 것이 일반적이었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 종래 기술에서는 폴리비닐알코올 필름으로부터 광학 필름을 제조할 때, 완성품에 염색 얼룩이 발생하는 문제가 흔히 생기고 있었다. 본원 발명자는 상술한 문제가 초래되는 원인은 아마, 폴리비닐알코올 필름을 광학 필름의 제조에 이용할 때에 첨가제를 혼합해야 하는데, 첨가제가 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 공정 후에 석출되고, 일부가 필름 위에 잔류하기 때문이라는 것을 알게 되었다. 예를 들면, 첨가제가 석출되는 양의 분포가 불균일한 경우에는 이후의 염색 시에 요오드화물 이온이 필름 위에 균일하게 부착될 수 없고, 염색이 불균일해지는 상태를 초래하게 된다.

- [0006] 또한, 본원 발명자는 특정 이론에 한정되는 것은 아니지만, 상술한 상황에는 수많은 요소가 관계되어 있으며, 예를 들면, 폴리비닐알코올 필름의 제조 과정 중, 예비성형 필름이 가열 롤러를 거친 후에 건조를 수행하는 건조기의 온도의 표준 편차나, 건조기 내에 있어서의 예비성형 필름의 상하 표면의 온도차 등의 요소는 모두 필름체가 팽윤을 거친 후에 첨가제가 석출되어 잔류하는 양에 적어도 부분적으로는 영향을 준다는 것을 알게 되었다.

- [0007] 또한, 본원 발명자는 폴리비닐알코올 필름으로부터 광학 필름을 제조할 때의, 팽윤·연신 후의 지상축 각도가 편광 필름 완성품의 편광도와 관계되어 있다는 것을 알게 되었다. 또한, 특정 이론에 한정되는 것은 아니지만, 본 발명자는 폴리비닐알코올 필름의 조제 과정 중에는 상술한 상황에 영향을 주는 복수의 요소가 있다고 생각하였다. 예를 들면, 폴리비닐알코올계 수지, 가소제 및 물을 가열하여 용해할 때의 교반 온도, 교반 방향의 전환 빈도, 및 계면활성제의 첨가 등의 요소이다.

과제의 해결 수단

- [0008] 따라서, 상술한 문제를 해결하기 위해, 본 발명은 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 첨가제 잔류량의 표준 편차를 일정 범위 내로 조절함으로써 폴리비닐알코올 필름을 제공하는데, 그것은 염색이 균일한 광학 필름의 제조에 이용된다. 또한, 본 발명은 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 지상축 각도를 일정한 범위 내로 조절함으로써 폴리비닐알코올 필름을 얻는데, 그것에 의해 조제된 편광 필름은 양호한 편광도를 구비한다.

- [0009] 구체적으로는, 본 발명의 일 양태에 있어서 제공하는 폴리비닐알코올 필름은 폭 방향으로 균등하게 재단한 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차가 0.05 내지 0.60이다. 상술한 팽윤·연신에 대해서는 복수매의 폴리비닐알코올 필름을 수중에서 4.3 cm/min의 속도로 연신하여, 길이를 2배로 하였다. 상술한 첨가제 잔류량은 계산식 $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 에 의해 얻어졌다. 그 중, W3은 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후의 중량이고, W4는 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후에, 순수 내에 넣고 5분간 교반하고 나서 추가로 절건한 후의 중량이다.

- [0010] 바람직한 실시예에 있어서, 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 첨가제 잔류량 평균값은 1.40 내지 4.15 wt%이다.

- [0011] 바람직한 실시예에 있어서, 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 지상축 각도의 표준 편차는 0.30 내지 2.79이다.

- [0012] 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 지상축 각도의 평균값은 89.00 내지 91.00이다.

- [0013] 바람직한 실시예에 있어서, 폴리비닐알코올 필름은 6 내지 15 wt% 사이의 첨가제 초기 함유량을 갖는다.

- [0014] 바람직한 실시예에 있어서, 폴리비닐알코올 필름의 중합도는 1800 내지 3000 사이이다.

- [0015] 바람직한 실시예에 있어서, 폴리비닐알코올 필름의 함수율은 1.0 내지 5.0 wt% 사이이다.
- [0016] 본 발명의 다른 양태에 있어서 제공하는 광학 필름은 상술한 폴리비닐알코올 필름으로 제조된 것이다.
- [0017] 바람직한 실시예에 있어서, 광학 필름은 편광 필름이다. 바람직하게는, 편광 필름은 99.8% 이상의 편광도를 갖는다.
- [0018] 본 발명의 또 하나의 양태에 있어서 제공하는 폴리비닐알코올 필름의 제조 방법은 이하의 공정을 포함한다. (a) 폴리비닐알코올계 수지, 계면활성제, 가소제 및 물을 교반하고, 아울러 100℃ 초과 용해 온도까지 가열하여 2 내지 4시간 온도를 유지하고, 아울러 교반 방향을 1시간에 적어도 3회 반전시켜서, 폴리비닐알코올 주조 용액을 형성한다. (b) 폴리비닐알코올 주조 용액을 주조 드럼에 캐스팅하고, 건조하여 예비성형 필름을 조제한다. (c) 예비성형 필름을 고온에서 저온으로 온도가 서서히 내려가는 복수개의 가열 롤러에 접촉시킨 후, 복수의 섹션을 구비한 건조기에 진입시켜서 열처리를 수행한다. 그 중, 건조기의 온도의 표준 편차(폭방향을 따른)는 0.93 내지 3.00이고, 아울러 건조기 내에 있어서의 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차는 5℃ 이하이다.
- [0019] 바람직한 실시예에 있어서, 공정 (a)의 용해 온도는 130 내지 140℃이다.
- [0020] 바람직한 실시예에 있어서, 공정 (b)의 폴리비닐알코올 주조 용액 중의 폴리비닐알코올계 수지 농도는 20.0 내지 40.0%이다.
- [0021] 바람직한 실시예에 있어서, 계면활성제의 최종 함유량은 0.10 내지 0.20 wt%이다.
- [0022] 바람직한 실시예에 있어서, 공정 (c)의 건조기는 플로팅형 드라이어이다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명의 상술한 획정에 근거하여 제공하는 폴리비닐알코올 필름은 균일하게 염색할 수 있고, 한층 양호한 편광도를 구비한다. 또한, 본 발명의 획정 내용은 상술한 폴리비닐알코올 필름을 보다 정확하게 조절·제조하는데 이용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 본 발명의 상술한 및 다른 목적, 특징, 우위점 및 실시예를 보다 명확히 하기 위해, 도면에 대하여 이하와 같이 설명한다.

도 1은 본 발명의 일실시예에 근거하는 폴리비닐알코올 필름 제조 공정의 개념도이다.

도 2는 본 발명의 일실시예에 근거하는 폴리비닐알코올 필름 제조 장치의 개념도이다.

한편, 도면에 있어서의 각종 특징이나 구성요소의 비율에 대해서는 실제 비율이 아니라, 본 발명에 관한 구체적인 특징이나 구성요소를 최적의 방식으로 나타내기 위해, 관례의 작업 방식을 기초로 한 작도 방식에 의해 도시하고 있다. 또한, 별개의 도면에서, 동일 또는 유사한 구성요소 부호는 유사한 구성요소나 부재를 가리키고 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 본 발명을 보다 상세히 불비 없이 서술하기 위해, 이하에 본 발명의 실시형태 및 구체적인 실시예에 대하여 설명한 기술을 제출하지만, 이는 본 발명을 실시 또는 응용하는 구체적인 실시예의 유일한 형태가 아니다. 본 명세서 및 첨부하는 청구항에 있어서, 별도 문맥에 기재가 없는 한, 용어 "하나" 및 "해당"은 복수로 해석할 수 있다. 또한, 본 명세서 및 첨부하는 청구항에 있어서, 별도로 기재가 없는 한, "어떤 것 위에 설치된다"란 직접 또는 간접적으로 어떤 것의 표면과 접촉되거나, 그 밖의 형태로 접촉한다고 간주할 수 있고, 표면의 획정은 명세서의 내용 전후/단락의 함의 및 본 명세서가 속하는 분야에 있어서의 통상의 지식에 의해 판단되는 것으로 한다.

- [0026] 본 발명을 획정하는 수치의 범위나 파라미터는 모두 대략의 수치이지만, 구체적인 실시예에 있어서의 관련 수치는 가능한 한 정확하게 나타내고 있다. 그러나, 어떠한 수치이든지, 개별 시험 방법에 기인하는 표준 편차를 포함하는 것은 본질적으로 불가피하다. 이 때, "약"은 일반적으로, 실제 수치가 특정 수치 또는 범위의 $\pm 10\%$, 5% , 1% 또는 0.5% 이내인 것을 가리킨다. 또는 용어 "약"은 본 발명이 속하는 분야의 당업자에 의해 고려·판단되는 경우, 실제 수치가 평균치의 허용 가능한 표준 오차 내에 있는 것을 의미한다. 따라서, 반대되는 설명이

없는 한, 본 명세서 및 첨부하는 청구항이 개시하는 수치의 파라미터는 모두 근사값이고, 필요에 따라 변화된다고 간주할 수 있다. 적어도, 이들 수치의 파라미터는 지시되는 유효한 자리수와 통상의 자리 올림 방법을 적용함으로써 얻어진 수치라고 해석되어야 한다.

[0027] 본 발명이 제공하는 폴리비닐알코올 필름은 폭 방향으로 균등하게 재단하여 복수매로 하고, 팽윤·연신한 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차가 0.05 내지 0.60이다. 상술한 팽윤·연신에 대해서는 폭 방향으로 균등하게 재단한 복수매의 폴리비닐알코올 필름을 수중에서 4.3 cm/min의 속도로 연신하고, 길이를 2배로 하였다. 상술한 첨가제 잔류량은 계산식 $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 에 의해 얻어졌다. 그 중, W3은 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후의 중량이고, W4는 폴리비닐알코올 필름을 팽윤·연신하고, 건조한 후에, 순수 내에 넣고 5분간 교반하고 나서 추가로 절건한 후의 중량이다. 상술한 첨가제 잔류량의 표준 편차는 예를 들면, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25, 0.30, 0.35, 0.40, 0.45, 0.50, 0.55, 0.60 또는 상술한 임의의 2개의 수치 사이지만, 이에 한정되지 않는다. 폴리비닐알코올 필름의 팽윤 과정에서는 첨가제가 석출되는데, 석출량이 적은 장소는 요오드화물 이온이 폴리비닐알코올과 착물을 형성하기 어려워지고, 반대로, 석출량이 많은 장소는 아마 착물이 많이 형성되기 때문에, 석출량이 불균일하면 편광 필름의 염색 얼룩이 생기게 된다.

[0028] 본 발명의 바람직한 실시예에 따르면, 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 첨가제 잔류량 평균값은 1.40 내지 4.15 wt%이고, 예를 들면, 1.44, 1.71, 1.92, 1.93, 2.91, 3.89 또는 4.12 wt% 등이다.

[0029] 본 발명은 팽윤·연신 후의 폴리비닐알코올 필름의 첨가제 잔류량의 표준 편차를 조절하는 것, 즉 편광 필름에 염색을 수행하기 전의 조건을 모방하여, 그것이 염색조에 진입하기 전의 첨가제 잔류량의 표준 편차를 컨트롤함으로써, 편광 필름의 염색 얼룩의 문제를 해결한다. 발명자는 실제로 편광 필름의 제조 공정을 수행할 때에, 폴리비닐알코올 필름은 팽윤·연신 처리를 거치는데, 그 과정에서 폴리비닐알코올 중의 첨가제나 다른 불순물이 석출되고, 최종적으로 편광 필름으로 제조되는 폴리비닐알코올 필름의 각 부분의 첨가제 함유량을 상이하게 하기 때문에, 폴리비닐알코올 필름의 첨가제 초기량 또는 첨가제 초기량의 차분을 측정하는 것만으로는 실제로 편광판의 제조 공정을 수행하였을 때의 첨가제의 잔류 상태를 나타낼 수 없고, 편광 필름의 염색 얼룩의 문제를 해결할 수 없다는 것을 알게 되었다. 구체적으로는, 상술한 파라미터는 폴리비닐알코올 필름을 광학 필름, 특히 편광 필름으로 조제하는 공정에 근거하여 획득한 것이다. 폴리비닐알코올 필름을 편광 필름으로 조제하는 방법은 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는, 폴리비닐알코올 필름을 수중에 넣고 연신하는 팽윤·연신 처리, 이색성 색소로 염색하는 염색 처리, 및 필름체에 1축 연신을 수행하는 연신 처리가 포함된다. 그 중, 필요에 따라 봉산 가교 처리, 고정 처리, 세정 처리, 가열 처리 등의 방법을 추가로 실시할 수도 있다. 그 경우, 각 처리의 순서는 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는, 팽윤 처리, 염색 처리 및 연신 처리의 순으로 실시한다. 당업계에서는 일반적으로, 편광 필름을 조제할 때는 2배의 길이로 연신하는 것이 팽윤조에 있어서의 대략의 연신 배율로 되어 있다.

[0030] 상술한 첨가제 잔류량은 팽윤·연신하고, 건조한 후의 폴리비닐알코올 필름을 순수 내에서 5분간 교반하여, 필름 중의 첨가제를 석출한 것이다. 구체적으로는, 첨가제 잔류량의 계산식은 $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 이고, 바람직하게는, 폭 방향으로 균등하게 절단한 복수의 필름(예를 들면 5매 또는 그 이상)의 평균값이다. 그 밖에, 폴리비닐알코올 필름의 평가나 컨트롤, 선별에 이용되는 이 파라미터의 정밀도를 보다 높이기 위해, 본원에서는 첨가제 잔류량의 표준 편차의 수치 범위를 채용하는 것이 바람직하다. 본 명세서에서 이용하는 "표준 편차 (Standard Deviation)"는 시료의 표준 편차를 가리키고 있으며, 시료군 중의 데이터의 분산 정도를 평가하는데 이용된다. 구체적으로는, 그 표준 편차 s의 계산식은 이하의 식으로 나타낸 바와 같다.

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

[0031] 식중, x는 시료의 평균값이고, n은 시료의 사이즈이다.

[0032] 본 명세서에서 이용하는 "첨가제"는 초기 첨가제, 계면활성제, 백탁제, 유화제 또는 기포제 중에서 적어도 1개를 포함하지만, 이에 한정되지 않는다. 그 중, "가소제"는 재료의 유연성 증가나, 재료의 액화가 가능하고, 예를 들면, 프탈산 에스테르(Phthalate), 프탈산 비스(2-에틸헥실)(DEHP), 글리세린, 프탈산 디부틸(DBP), 프탈산 디이소노닐(DINP), 프탈산 디이소데실(DIDP), 프탈산 부틸벤질(BBP), 프탈산 디옥틸(DOP), 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 디글리세린, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜 또는 트리메틸올프로판 등이지만, 이에 한정되지 않는다. 바람직하게는, 가소제는 글리세린, 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 디글리세린, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜 또는 트리메틸올프로판이다. "계면활성제"는 양이온,

음이온 또는 비이온형 계면활성제에 한정되지 않고, 그것은 예를 들면, 라우린산 칼륨 등의 카르복산염형, 라우레스 황산나트륨 등의 황산에스테르염형, 도데실벤젠설포산염 등의 설포산염형, 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 등의 알킬페닐에테르형, 폴리에틸렌글리콜모노옥틸페닐에테르 등의 알코올계 페닐에테르형, 폴리옥시에틸렌라우레이트 등의 알킬에스테르형, 폴리옥시에틸렌라우릴아민 등의 알킬아민형, 폴리옥시에틸렌라우린산 아마이드 등의 알킬아미드형, 폴리옥시에틸렌폴리옥시프로필렌에테르 등의 폴리프로필렌글리콜에테르형, 라우린산 디에탄올아미드, 올레일디에탄올아미드 등의 알칸올아미드형, 폴리옥시에틸렌알릴페닐에테르 등의 알릴페닐에테르 형, 또는 폴리옥시에틸렌라우릴에테르 황산나트륨 등이지만, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 바람직한 실시예에 따르면, 폴리비닐알코올 필름은 6 내지 15 wt% 사이의 첨가제 초기 함유량을 가지며, 그것은 예를 들면, 7 내지 14, 8 내지 13, 9 내지 12 또는 10 내지 11 wt% 등이다.

[0034] 본 발명의 바람직한 실시예에 따르면, 폴리비닐알코올 필름이 갖는 첨가제는 주로 가소제와 계면활성제이거나, 또는 가소제뿐이다. 가소제와 계면활성제는 저분자량 화합물이고, 폴리머와 배합하면 재료의 자유 부피가 증가한다. 이들 첨가제는 팽윤 과정에서 특히 용이하게 석출되고, 염색 공정에 있어서 첨가제 잔류량을 불균일하게 만든다. 구체적으로는, 폴리비닐알코올 필름의 팽윤 과정에서는 첨가제가 폴리비닐알코올 필름 내에 일부 잔류하지만, 잔류량이 너무 많으면 자유 공동(free cavity)이 첨가제에 점유되게 되고, 폴리비닐알코올 필름이 염색조에 들어갔을 때, 요오드화물 이온이 자유 공동에 있어서 폴리비닐알코올과 착물을 형성할 수 없고, 반대로, 첨가제 잔류량이 너무 적으면 분자 배열에 영향을 미치고, 착물이 과도하게 형성되고, 편광 필름 전체적으로 염색 얼룩의 문제가 생기게 된다.

[0035] 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 따르면, 폭 방향으로 균등하게 재단한 복수매의 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 지상축 각도는 0.30 내지 2.79이고, 예를 들면, 0.30, 0.35, 0.43, 0.75, 0.91, 1.25 또는 2.78 등이다. 바람직하게는, 상술한 지상축 각도의 평균값은 89.00 내지 91.00이고, 예를 들면, 89.22, 89.90, 90.16, 90.17, 90.27, 90.29 또는 90.64 등이다.

[0036] 본 명세서에서 이용하는 "지상축"은 면 내에서 굴절률이 최대가 되는 축 방향을 가리키고 있으며, 일반적으로는 시료 중의 분자 배열의 방향을 나타내는데 이용되고 있다. 분자 배열의 방향에 편차가 있는 경우, 시료의 편광도 분석에 있어서 직교 투과율이 부분적으로 상승하는 상태가 생기고, 이에 따라 편광도가 저하되게 된다. 폴리비닐알코올 필름의 지상축이란, 복굴절 값이 큰 축을 가리키고, 통상은 분자 배열의 방향이다. 배열 방향에 편차가 생기면, 편광도 분석을 수행할 때에 직교 투과율이 부분적으로 증가하는 상태가 생기고, 편광도의 저하를 초래하게 된다. 이 때문에, 본원에서는 위상차 해석 장치를 이용하여 팽윤·연신 후에 있어서의 복수매의 폴리비닐알코올 필름 시료의 지상축 각도의 표준 편차를 측정하고, 또한 그것을 일정 범위 내로 컨트롤함으로써, 양호한 편광도를 구비하는 폴리비닐알코올 필름을 취득한다.

[0037] 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 따르면, 폴리비닐알코올 필름의 중합도는 1800 내지 3000 사이이고, 예를 들면, 1800, 1900, 2000, 2100, 2200, 2300, 2400, 2500, 2600, 2700, 2800, 2900 또는 3000 등이지만, 이에 한정되지 않는다. 또한, 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 따르면, 폴리비닐알코올 필름의 함수율은 1.0 내지 5.0 wt% 사이이고, 예를 들면, 1, 1.1, 1.3, 1.5, 1.7, 1.9, 2.0, 2.1, 2.3, 2.5, 2.7, 2.9, 3.0, 3.1, 3.3, 3.5, 3.7, 3.9, 4.0, 4.1, 4.3, 4.5, 4.7, 4.9 또는 5.0 wt% 등이지만, 이에 한정되지 않는다. 그 밖에, 본 발명의 적어도 하나의 실시예에 따르면, 폴리비닐알코올 필름의 두께는 20 내지 100 μm 이고, 바람직하게는, 60 내지 75 μm 이고, 예를 들면, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74 또는 75 μm 이다.

[0038] 또한, 본 발명은 광학 필름을 제공하는데, 그것은 상술한 폴리비닐알코올 필름으로부터 조제된 것이다. 본 명세서에 기재된 "광학 필름"이란 편광 필름, 블루라이트 컷 필름, 필터 렌즈 등을 가리킬 수 있지만, 본 발명은 이에 한정되지 않는다. 바람직하게는, 본 발명의 폴리비닐알코올 필름은 편광 필름이다. 또한, 본 발명이 제공하는 바람직한 실시예의 편광 필름의 편광도는 99.8% 이상이고, 바람직하게는, 99.9%이다.

[0039] 다른 양태에 있어서, 본 발명은 폴리비닐알코올 필름의 제조 방법도 제공하는데, 그 공정 및 제조 장치에 대해서는 모두 도 1과 도 2에 나타난 내용을 참조할 수 있다. 해당 제조 방법은 이하를 포함한다. 공정 S100: 폴리비닐알코올계 수지, 계면활성제, 가소제 및 물을 교반하고, 아올러 가열하여, 폴리비닐알코올 주조 용액을 형성한다. 공정 S102: 폴리비닐알코올 주조 용액을 주조 드럼에 캐스팅하고, 건조하여 예비성형 필름을 조제한다. 공정 S104: 예비성형 필름을 고온에서 저온으로 온도가 서서히 내려가는 n개의 가열 롤러에 접촉시킨 후, 복수의 섹션을 구비한 건조기에 진입시켜서 열처리한다.

[0040] 구체적으로는, 공정 S100에서는 폴리비닐알코올계 수지, 계면활성제, 가소제 및 물을 용해조(110) 내에 넣고 교반하고, 아올러 100℃ 초과 용해 온도까지 가열하여 2 내지 4시간 온도를 유지하고, 아올러 교반 방향을 1시

간에 적어도 3회 반전시켜서, 폴리비닐알코올 주조 용액을 형성한다. 용해 온도는 바람직하게는, 130 내지 140℃이고, 예를 들면, 130, 131, 132, 133, 134, 135, 136, 137, 138, 139 또는 140℃ 등이다. 가소제의 첨가량은 통상적으로 폴리비닐알코올계 수지 100 중량부에 대하여 3 내지 30 중량부 사이이고, 바람직하게는, 7 내지 20 중량부 사이이고, 예를 들면, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29 또는 30 중량부 등이다. 가소제의 함유량이 부족하면, 형성되는 폴리비닐알코올 필름에 결정이 생기기 쉬워지고, 후속 가공에 있어서의 염색 효과에 영향을 미치게 된다. 반대로, 가소제의 함유량이 너무 높으면, 폴리비닐알코올 필름의 기계적 성질이 손상되게 된다. 계면활성제의 최종 함유량은 0.10 내지 0.20 wt%이고, 예를 들면, 0.10 wt%, 0.15 wt%, 0.20 wt% 또는 상술한 임의의 2개의 수치 사이지만, 이에 한정되지 않는다. 바람직하게는, 계면활성제의 최종 함유량은 0.15 wt%이다. 적어도 하나의 실시예에 따르면, 공정 S100은 용해조 내에서 수행된다. 또한, 폴리비닐알코올 주조 용액을 조제할 때의 폴리비닐알코올계 수지 농도는 10.0 내지 60.0 중량%이고, 바람직하게는, 15.0 내지 40.0 중량%, 보다 바람직하게는, 20.0 내지 40.0 중량%이고, 예를 들면, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.0, 40.0, 45.0, 50.0, 55.0 또는 60.0 중량% 등이다. 상술한 폴리비닐알코올계 수지 농도의 계산 방법은 폴리비닐알코올계 수지 / (폴리비닐알코올계 수지 + 물 + 가소제 + 계면활성제)이다. 폴리비닐알코올계 수지의 함유량이 부족하면, 폴리비닐알코올 주조 용액의 점도가 너무 낮아져서, 건조 부하가 과도하게 커지고, PVA 필름 조제에 있어서의 성막 효율이 나빠지게 된다. 반대로, 폴리비닐알코올 수지의 함유량이 너무 높으면, 폴리비닐알코올계 수지가 전체적으로 균일하게 용해되기 어려워지고, 클러스터가 남기 쉬워지게 된다.

[0041] 구체적으로는, 공정 S102에서는, 폴리비닐알코올 주조 용액은 선택적으로 필터로 여과를 수행하고, 폴리비닐알코올 주조 용액을 정량 방법으로 T형 슬릿 다이에 도입하고, 토출하여 주조 드럼(120) 위에 유연하여 예비성형 필름(M)을 조제한다. 상세하게 말하자면, 주조 드럼(120)의 회전 속도는 약 5 내지 30 m/min이고, 바람직하게는, 5 내지 7 m/min이다. 주조 드럼(120)의 속도가 너무 느리면, 생산성이 저하될 우려가 있다. 반대로, 주조 드럼(120)의 속도가 너무 빠르면, 주조 용액의 건조가 불충분하게 되고, 박리성이 저하되게 된다. 또한, 바람직한 실시형태에 있어서, 주조 드럼(120)의 온도는 90 내지 95℃로 설정하고, 구체적으로는, 예를 들면 90, 91, 92, 93, 94, 95℃ 또는 상술한 임의의 2개의 수치 사이이고, 주조 드럼(120)의 온도가 너무 높으면, 주조 용액에 기포 현상이 생기기 쉬워진다.

[0042] 구체적으로는, 공정 S104에서는 예비성형 필름(M)은 주조 드럼(120)로부터 박리한 후, 복수의 가열 롤러(130)에 접촉시켜서, 필름체의 상하 양면을 건조한다. 여기서, 복수의 가열 롤러(130) 중의 1개는 모든 가열 롤러(130) 중에서 가장 고온이고, 후속 가열 롤러(130)의 온도는 서서히 내려가도록 조절한다. 복수의 가열 롤러(130)의 개수는 10 내지 20 사이이고, 예를 들면, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 또는 20이다. 계속해서, 복수의 섹션을 구비한 건조기(140)에서 열처리를 수행한다. 그 중, 복수의 섹션을 구비한 건조기(140)의 온도 간의 표준 편차(폭 방향에 따른)는 0.93 내지 3.00이고, 바람직하게는, 0.93 내지 2.5 사이이고, 예를 들면, 0.93, 1.0, 1.3, 2.3 또는 2.5 등이다. 복수의 섹션을 구비한 건조기의 온도의 표준 편차란, 각 섹션의 건조기 공간 중의 온도의 표준 편차(폭 방향을 따른)가 모두 0.93 내지 3.00인 것을 가리키고, 그 표준 편차는 폭 방향으로 균등하게 3점을 측정하여 취득한 것이고, 건조기의 평균 온도는 45 내지 130℃ 사이이다. 또한, 복수 섹션의 건조기에 대해서는 구체적으로는, 2 내지 10 섹션의 건조기일 수 있고, 바람직하게는, 3 내지 8 섹션이고, 예를 들면, 3, 4, 5, 6, 7 또는 8이다. 또한, 건조기(140) 내의 상하 캐비티의 온도는 열풍량에 의해 조절할 수 있고, 이에 따라 건조기(140) 내에서 열처리 중의 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차를 5℃ 이하로 만드는데, 바람직하게는, 0.5 내지 3.4℃이고, 예를 들면, 0.51, 1.52, 1.87 또는 3.4℃ 등이다. 적어도 하나의 실시예에 따르면, 공정 S104의 건조기는 플로팅형 드라이어이다. 건조기의 온도 조절은 예를 들면 상하 캐비티의 열풍량을 조절함으로써 온도를 컨트롤할 수 있다. 다른 실시예에 따르면, 열처리는 가열 롤러를 이용하여 수행할 수도 있다.

[0043] 본원 발명자는 복수의 섹션을 구비한 건조기(140)의 온도 간의 표준 편차(폭방향을 따른)와, 건조기(140) 내에서 열처리 중의 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차를 특정 범위 내로 조절함으로써, 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량 범위를 유효하게 컨트롤할 수 있고, 이에 따라 염색을 균일하게 만드는 효과가 달성된다는 것을 알게 되었다. 또한, 본원 발명자는 용해조(110)에 있어서 폴리비닐알코올계 수지, 가소제 및 물을 가열하여 용해할 때의 교반 온도, 교반 방향의 전환 빈도를 조절함으로써, 용해가 보다 균일하게 되고, 이후에 형성되는 필름체의 분자 배열 방향을 보다 규칙적으로 만들 수 있는 것이나, 계면활성제의 첨가 유무가 예비성형 필름(M)의 이형성에 영향을 주고 있으며, 박리 시의 분자 배열 방향의 변화 방지로 이어진다는 것을 알게 되었다. 상술한 분자 배열 방향에 영향을 주는 특정 요소는 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 지상축 각도의 표준 편차 범위를 실질적으로 컨트롤하는 것이고, 이에 근거하여 폴리비닐알코올 필름의 편

광도를 개선할 수 있다.

[0044] 상술한 폴리비닐알코올계 수지는 비닐 에스테르계 수지 단량체의 중합에 의해 폴리비닐에스테르계 수지를 형성한 후, 검화 반응을 수행하여 얻어진 것이다. 그 중, 비닐 에스테르계 수지 단량체는 포름산 비닐, 아세트산 비닐, 프로피온산 비닐, 부틸산 비닐, 펜탄산 비닐 또는 옥탄산 비닐 등의 비닐 에스테르류를 포함하지만, 본 발명은 이에 한정되지 않고, 바람직하게는, 아세트산 비닐이다. 또한, 올레핀류 화합물 또는 아크릴레이트 유도체와 상술한 비닐 에스테르계 수지 단량체의 공중합에 의해 형성된 공중합체도 사용 가능하다. 올레핀류 화합물은 에틸렌, 프로필렌 또는 부틸렌 등을 포함하지만, 본 발명은 이에 한정되지 않는다. 아크릴레이트 유도체는 아크릴산, 아크릴산 메틸, 아크릴산 에틸, 아크릴산 n-프로필, 아크릴산 이소프로필 또는 아크릴산 n-부틸 등을 포함하지만, 본 발명은 이에 한정되지 않는다.

[0045] 상기에서 개시하는 폴리비닐알코올 수지의 검화도/알칼리화도는 바람직하게는, 99.00% 이상이고, 이에 따라 양호한 광학 특성이 얻어지지만, 구체적으로는, 예를 들면 99.00% 내지 100.00%, 99.00% 내지 99.99%, 99.00% 내지 99.95%, 99.00% 내지 99.90%, 99.00% 내지 99.85%, 99.00% 내지 99.80%, 99.00% 내지 99.75%, 99.00% 내지 99.70%, 99.00% 내지 99.65%, 99.00% 내지 99.60%, 99.00% 내지 99.55%, 99.00% 내지 99.50%, 99.00% 내지 99.45%, 99.00% 내지 99.40%, 99.00% 내지 99.35%, 99.00% 내지 99.30%, 99.00% 내지 99.25%, 99.00% 내지 99.20%, 99.00% 내지 99.15%, 99.00% 내지 99.10%, 99.00% 내지 99.05%, 99.20% 내지 100.00%, 99.20% 내지 99.99%, 99.20% 내지 99.95%, 99.20% 내지 99.90%, 99.20% 내지 99.85%, 99.20% 내지 99.80%, 99.20% 내지 99.75%, 99.20% 내지 99.70%, 99.20% 내지 99.65%, 99.20% 내지 99.60%, 99.20% 내지 99.55%, 99.20% 내지 99.50%, 99.20% 내지 99.45%, 99.20% 내지 99.40%, 99.20% 내지 99.35%, 99.20% 내지 99.30%, 99.20% 내지 99.25%, 99.40% 내지 100.00%, 99.40% 내지 99.99%, 99.40% 내지 99.95%, 99.40% 내지 99.90%, 99.40% 내지 99.85%, 99.40% 내지 99.80%, 99.40% 내지 99.75%, 99.40% 내지 99.70%, 99.40% 내지 99.65%, 99.40% 내지 99.60%, 99.40% 내지 99.55%, 99.40% 내지 99.50%, 99.40% 내지 99.45%, 99.60% 내지 100.00%, 99.60% 내지 99.99%, 99.60% 내지 99.95%, 99.60% 내지 99.90%, 99.60% 내지 99.85%, 99.60% 내지 99.80%, 99.60% 내지 99.75%, 99.60% 내지 99.70%, 99.60% 내지 99.65%, 99.80% 내지 100.00%, 99.80% 내지 99.99%, 99.80% 내지 99.95%, 99.80% 내지 99.90% 또는 99.80% 내지 99.85% 등이다.

[0046] [실시예]

[0047] 이하에서는 실시예와 함께 본 발명에 대하여 보다 상세하게 설명한다. 다만, 이들 실시예는 본 발명을 보다 용이하게 이해할 수 있도록 돕기 위한 것이고, 본 발명의 범위를 한정하는 것이 아니라는 것을 이해해야 한다.

[0048] 1. 폴리비닐알코올 필름의 조제

[0049] 이하, 폴리비닐알코올 필름의 비한정적인 조제 방법을 제공한다. 이하에 개시하는 방법과 마찬가지로의 방법에 근거하여, 비한정적인 실시예 폴리비닐알코올 필름을 7종류(실시예 1 내지 7), 및 비교예 폴리비닐알코올 필름을 5종류(비교예 1 내지 5) 조제하였다. 다만, 실시예 1 내지 7 및 비교예 1 내지 5를 조제하는 구체적인 방법은 통상적으로 하나 이상의 측면에서 이하에 개시하는 방법과 상이하다.

[0050] 구체적으로는, 폴리비닐알코올 필름의 조제 방법은 이하의 공정을 포함한다. 알칼리화도가 > 99.9%이고 아올리 중합도가 약 2400인 폴리비닐알코올계 수지 1800 kg, 물 4000 kg, 가소제 글리세린 207 kg 및 계면활성제를 부가하여, 교반하면서 140℃까지 승온시키고, 140℃로 유지하면서 180분간 용해를 수행하였다. 여기서, 용해 시의 교반 방향은 일정 빈도로 전환할 수 있고, 이에 따라 용해 효과를 증가시켜서, 클러스터가 남는 것을 막을 수 있다. 예를 들면, 교반 방향을 1시간에 3회 반전의 전환 빈도로 수행한다. 구체적으로는, 본 실시예 1 내지 4와 비교예 1에서 이용한 계면활성제는 폴리옥시에틸렌라우릴에테르이고, 실시예 5 내지 6과 비교예 3에서 이용한 계면활성제는 폴리옥시에틸렌라우릴에테르 황산나트륨이고, 이들의 최종 함유량은 0.15 wt%이다. 다음으로, 균일하게 용해한 폴리비닐알코올계 수지 용액에 물을 첨가하여 수지 농도가 30.0%가 될 때까지 조정하고, 폴리비닐알코올을 주조 용액을 얻었다. 폴리비닐알코올 주조 용액은 소포 후, T형 슬릿 다이로부터 토출하고, 회전하는 고온의 주조 드럼에 커튼 코팅하여 건조하고, 예비성형 필름을 조제하였다. 예비성형 필름을 주조 드럼으로부터 박리한 후, 복수의 가열 롤러와 접촉시켜서 필름의 상하 양면을 건조하고 나서, 플로팅형 드라이어를 이용하여 열처리를 수행하고, 아올리 드라이어 온도의 표준 편차(폭 방향을 따른)와 드라이어내에서 열처리 중의 필름체의 상하 표면의 온도차를 특정 범위 내로 컨트롤하였다.

[0051] 2. 분석 및 측정 방법

[0052] 이하에서는 폴리비닐알코올 필름의 성질을 판단하기 위해, 실시예 1 내지 7 및 비교예 1 내지 5에 관한 분석 및

측정 방법을 제공한다.

[0053] 2-1. 첨가제 초기 함유량의 분석

[0054] 가장 먼저, 시료의 조제 방법은 폴리비닐알코올 필름을 폭(Transverse Direction, TD) 방향을 따라 5등분하고, 등분 후의 폴리비닐알코올 필름의 중앙부를 컷 하였다. 각 조각의 컷 면적은 MD 5 cm * TD 10 cm으로 하였다(MD란 Machine Direction을 말한다. 즉 세로 방향 또는 기계 방향이다). 다음으로, 항온 항습기 내에서 23℃, 상대 습도(RH) 50%의 조건으로 24시간 방치하였다.

[0055] 측정 조건은 먼저, 폴리비닐알코올 필름을 105℃/10분간으로 건조·탈수하고, 건조 후에 측량하였다(W1). 다음으로, 폴리비닐알코올 필름을 30℃/2000 ml의 순수에 있어서 교반기(회전수 115 내지 120 rpm)로 5분간 교반하고, 글리세린을 석출시켜서, 완료 후에 폴리비닐알코올 필름 표면의 수분을 탈수하고, 건조기에 넣고 105℃/1시간으로 절건하고, 무게를 측정하였다(W2). 이 때, 첨가제 초기 함유량은 $(W1 - W2) / W1 * 100\%$ 가 된다.

[0056] 2-2. 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 분석

[0057] 가장 먼저, 시료의 조제 방법은 폴리비닐알코올 필름을 횡단 방향을 따라 5등분하고, 등분 후의 폴리비닐알코올 필름의 중앙부를 컷 하였다. 각 조각의 컷 면적은 MD 20 cm * TD 15 cm으로 하였다. 다음으로, 항온 항습기 내에서 23℃, 50% RH의 조건으로 24시간 방치하였다. 다음으로, 폴리비닐알코올 필름(MD 5 cm * TD 15 cm)을 고정하고, 30℃의 순수 중에서 폴리비닐알코올 필름을 4.3 cm/min의 방식으로 2배의 길이로 연신하고, 완료 후에 폴리비닐알코올 필름 표면의 수분을 빨아들이고, 항온 항습기에 23℃, 50% RH의 조건으로 24시간 방치하였다. 마지막으로, 연신된 부분으로부터 MD 5 cm * TD 10 cm의 폴리비닐알코올 필름을 잘라내었다.

[0058] 측정 조건: 먼저, 연신 후의 폴리비닐알코올 필름을 105℃/10분간으로 건조·탈수하고, 건조 후에 측량하였다(W3). 다음으로, 폴리비닐알코올 필름을 30℃/2000 ml의 순수에 있어서 교반기(회전수 115 내지 120 rpm)로 5분간 교반하고, 글리세린과 계면활성제를 석출시켜서, 완료 후에 폴리비닐알코올 필름 표면의 수분을 탈수하고, 건조기에 넣고 105℃/1시간으로 절건하고, 무게를 측정하였다(W4). 이 때, 팽윤 후의 가소제 잔류량은 $(W3 - W4) / W3 * 100\%$ 가 된다.

[0059] 2-3. 팽윤·연신 후의 지상축 각도의 분석

[0060] 가장 먼저, 시료의 조제 방법은 폴리비닐알코올 필름을 횡단 방향을 따라 5등분하고, 등분 후의 폴리비닐알코올 필름의 중앙부를 컷 하였다. 각 조각의 컷 면적은 MD 20 cm * TD 15 cm으로 하였다. 다음으로, 항온 항습기 내에서 23℃, 50% RH의 조건으로 24시간 방치하였다. 다음으로, 폴리비닐알코올 필름(MD 5 cm * TD 15 cm)을 고정하고, 30℃의 순수 중에서 폴리비닐알코올 필름을 4.3 cm/min의 방식으로 2배의 길이로 연신하고, 완료 후에 Photonic Lattice PA series의 위상차 해석 장치를 이용하여 연신 범위 내(MD 5 cm * TD 5cm)의 평균 지상축 각도와 그 표준 편차를 측정하였다. 여기서, 시료편은 팽윤·연신 방향(MD)이 위상차 해석 장치 중의 좌표축의 0도에 대하여 90도로 동일한 방향이 되도록 배치하였다.

[0061] 2-4. 편광도 표현의 측정

[0062] 가장 먼저, 시료의 조제 방법은 폴리비닐알코올 필름을 편광 필름으로 조제하는 공정이다. 폴리비닐알코올 필름을 편광 필름으로 조제하는 방법은 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는, 폴리비닐알코올 필름을 수중에 넣고 연신하는 팽윤 처리, 이색성 색소로 염색하는 염색 처리, 및 필름체에 1축 연신을 수행하는 연신 처리가 포함된다. 그 중, 필요에 따라 봉산 가교 처리, 고정 처리, 세정 처리, 가열 처리 등의 방법을 추가로 실시할 수도 있다. 그 경우, 각 처리의 순서는 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는, 팽윤 처리, 염색 처리 및 연신 처리의 순으로 실시한다.

[0063] 또한, 여기서 사용한 측정 장치는 Perkin Elmer Lambda 365이다. 측정 조건은 JIS Z 8722의 표준 방법에 근거하여, C 광원을 이용하여 2°의 가시광 영역의 시감도 보정을 수행하고, 다음으로 2매의 편광 필름을 배향 방향이 동일한 상태로 포개고, 파장 하에 있어서의 광투과율(H_0)을 측정하고, 별도로 2매의 편광 필름을 배향 방향이 수직인 상태로 포개고, 파장 하에 있어서의 광투과율(H_{90})을 측정하였다. 마지막으로, 편광도 데이터를 식: 편광도 = $[(H_0 - H_{90}) / (H_0 + H_{90})]^{1/2}$ 에 의해 계산하여 얻었다.

[0064] 2-5. 염색 균일성의 퍼포먼스 평가

[0065] 얻어진 편광 필름으로부터 길이 30 cm * 30 cm의 시료편을 잘라내고, 직교 편광 상태의 2매의 시료편(단체 투과율 43.5%, 편광도 99.9%) 사이에 45°의 각도로 끼우고 나서, 광원 조도가 14000 lx인 램프 하우스를 이용하여

시료편의 색 균일성을 투과 모드로 관찰하였다.

[0066]

3. 실시예와 비교예의 데이터 내용

[0067]

가장 먼저, 실시예와 비교예의 이하의 변수에 대하여 파라미터 설정을 수행하였다. 폴리비닐알코올 필름 조제 공정 중의 건조기의 온도의 표준 편차(폭 방향을 따름), 건조기 내에서 열처리 중의 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차, 폴리비닐알코올계 수지, 가소제 및 물을 가열·용해할 때의 용해 방법(교반 온도, 및 교반 방향의 전환 빈도), 계면활성제의 첨가 유무(V: 첨가 있음 / X: 첨가 없음). 설정 내용의 상세한 내용은 표 1에 나타낸 바와 같다. 한편, 표 1 중의 용해 방법의 부분에서 1로 표기되어 있는 경우는 "혼합교반식 용해, 교반 방향의 전환 빈도는 3(회/시간), 아올러 용해의 최고 온도는 130℃ 이상"을 나타내고, 2로 표기되어 있는 경우는 "혼합교반식 용해, 교반 방향의 전환 빈도는 1(회/시간), 아올러 용해의 최고 온도는 130℃ 미만"을 나타내고 있다.

표 1

항목	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5
건조기 온도의 표준 편차(TD 방향)	2.3	2.3	1.0	1.3	0.93	2.5	2.5	4.5	4.5	2.5	2.5	4.5
건조기 내 필름 조각의 상하 표면의 온도차(℃)	1.52	1.7	0.51	0.51	0.51	3.4	3.4	3.4	3.4	5.7	5.7	5.7
용해 방법	1	1	1	1	1	1	1	2	1	2	1	2
계면활성제	V	V	V	V	V	V	X	V	X	V	X	X

[0068]

[0069]

다음으로, 상술한 실시예 1 내지 7과 비교예 1 내지 5의 조건으로, 이들의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량(평균 및 표준 편차의 값)과 지상축 각도(평균 및 표준 편차의 값) 등의 특징 파라미터를 추가로 측정하고, 또한 그들에 관련된 효과를 추가로 측정하였다. 상세한 내용은 표 2에 나타낸 바와 같다. 한편, 표 2 중의 염색 균일성의 상태의 부분에서, "○"는 염색 얼룩이 없는 상태인 것을 나타내고, "×"는 면적의 20% 이상에 염색 얼룩이 있는 상태인 것을 나타내고 있다.

표 2

항목		실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5
첨가제 초기 함유량		9.91, 10.02, 10.13, 10.03, 10.10	10.11 9.89 10.23 10.15 10.17	9.98 10.23 10.15 10.27 9.87	9.89 10.16 10.05 10.07 9.98	10.25 10.17 10.10 10.26 9.97	10.13 10.29 10.10 9.88 9.91	10.23 9.92 9.87 9.98 10.15	10.15, 10.13, 10.09, 10.10, 10.16	10.10 10.21 9.90 10.13 10.17	10.05 10.08 10.21 10.11 10.18	9.95, 10.12, 10.13, 10.10, 10.09	10.01, 10.11, 10.19, 9.98, 10.05
팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량	군 데이터	1.76, 2.25, 2.04, 2.21, 1.70	3.20, 2.61, 3.00, 3.15, 2.57	1.51, 1.46, 1.36, 1.35, 1.50	1.97, 2.02, 1.84, 1.82, 1.98	1.67, 1.77, 1.66, 1.66, 1.78	4.70, 4.15, 3.65, 3.78, 3.16	4.89, 4.46, 4.09, 3.61, 3.55	4.36, 4.19, 2.77, 2.85, 3.11	4.71, 4.55, 2.88, 3.98, 3.15	4.64, 2.48, 2.72, 2.28, 4.15	4.48, 2.49, 2.75, 2.93, 4.67	4.68, 2.77, 4.35, 2.26, 4.88
	평균	1.92	2.91	1.44	1.93	1.71	3.89	4.12	3.46	3.86	3.25	3.46	3.79
팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차		0.25	0.30	0.08	0.09	0.06	0.58	0.57	0.76	0.82	1.07	1.03	1.19
지상축 각도	군 데이터	89.42, 89.41, 90.53, 91.16, 88.99	88.32, 89.05, 90.37, 89.37, 89.01	89.82, 90.61, 90.58, 90.37, 89.97	89.74, 90.58, 90.22, 90.55, 89.69	90.73, 90.12, 89.84, 90.23, 90.51	88.85, 91.08, 92.11, 91.18, 89.98	87.67, 88.16, 93.35, 93.01, 88.64	87.75, 92.10, 93.47, 93.10, 88.75	87.82, 88.91, 94.11, 93.47, 92.22	88.92, 88.81, 94.33, 93.77, 92.22	87.95, 88.95, 94.04, 93.47, 92.13	87.66, 88.91, 94.19, 93.76, 92.13
	평균	89.9	89.22	90.27	90.16	90.29	90.64	90.17	91.03	91.31	91.61	91.31	91.33
지상축 각도 표준 편차		0.91	0.75	0.30	0.43	0.35	1.25	2.78	2.61	2.80	2.62	2.72	2.92
염색 균일성의 상태		○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×
편광도		99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	99.7

[0070]

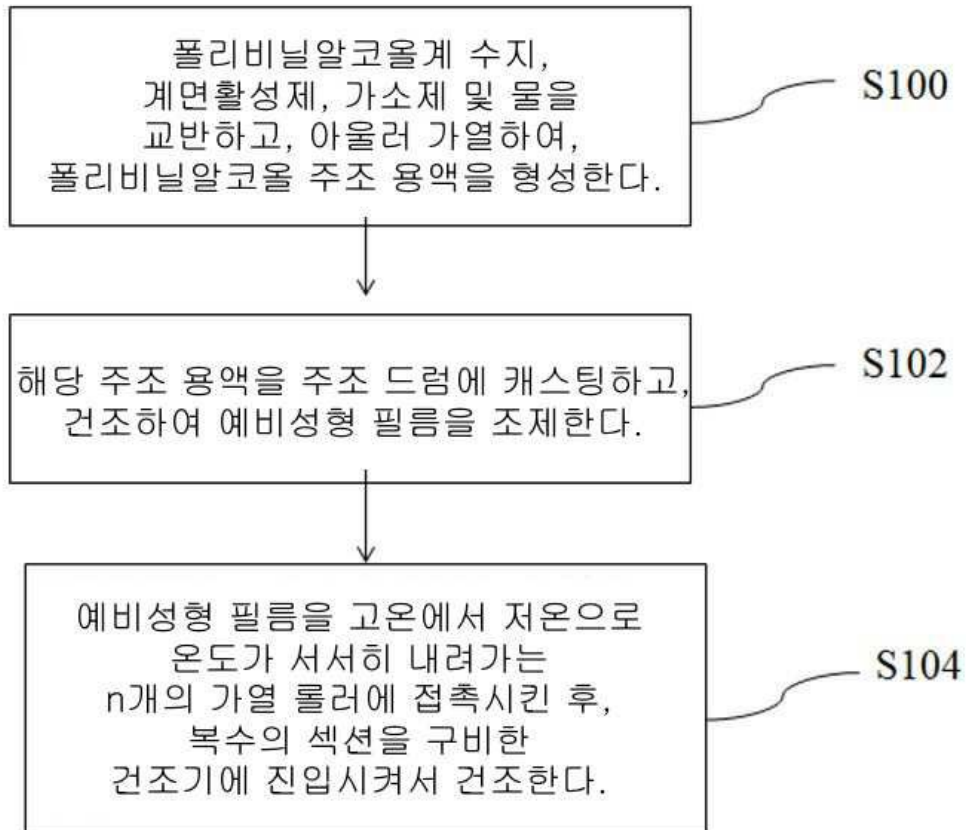
- [0071] 표 1과 표 2를 모두 참조하여, 실시예 1 내지 7의 조제 과정 중, 상술한 변수의 설정에 있어서, 실시예 1 내지 7의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차는 0.05 내지 0.60 사이이고, 이것이 실시예 1 내지 7에 의한 폴리비닐알코올 필름의 염색을 균일하게 만들고 있다는 것을 알 수 있다. 반대로, 비교예 1 내지 5의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차는 모두 바람직하지 않고, 이것이 염색 얼룩을 초래하고 있었다.
- [0072] 또한, 표 1과 표 2를 모두 참조하여, 상술한 변수의 설정에 있어서, 실시예 1 내지 7의 팽윤·연신 후의 지상축 각도의 표준 편차는 모두 0.30 내지 2.79 사이이고, 이것이 실시예 1 내지 7에 따라서 조제하여 얻어진 폴리비닐알코올 필름의 어느 것에 있어서도 99.8 이상의 편광도를 구비하게 하고 있는 것을 알 수 있다. 실시예 1 내지 6의 지상축 각도의 표준 편차는 모두 2 미만이고, 이것이 실시예 1 내지 6에 따라서 조제하여 얻어진 폴리비닐알코올 필름의 어느 것에 있어서도 99.9 이상의 한층 양호한 편광도를 구비하게 만들고 있었다. 반대로, 비교예 1 내지 5의 팽윤·연신 후의 지상축 각도의 표준 편차는 모두 2.6보다 크고, 이들 비교예에 따라서 조제하여 얻어진 폴리비닐알코올 필름은 모두 99.8의 편광도를 구비하고 있었다.
- [0073] 상술한 결과를 감안하여, 본 발명자는 건조기의 온도의 표준 편차(폭 방향을 따른)의 수치와, 건조기 내에서 열처리 중의 폴리비닐알코올 필름의 상하 표면의 온도차의 수치 범위를 조절함으로써, 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후의 첨가제 잔류량의 표준 편차 범위를 컨트롤할 수 있고, 조제된 폴리비닐알코올 필름의 염색을 균일하게 만드는 효과도 달성된다는 것을 알게 되었다. 또한, 본 발명자는 폴리비닐알코올계 수치, 가소제 및 물을 가열하여 용해할 때의 교반 온도, 교반 방향의 전환 빈도, 및 계면활성제의 첨가 유무가 모두 폴리비닐알코올 필름의 팽윤·연신 후에 있어서의 지상축 각도의 표준 편차 범위와 실질적으로 관계되어 있으며, 아울러 폴리비닐알코올 필름의 편광도에 영향을 준다는 것을 알게 되었다.
- [0074] 본 발명의 상술한 획정에 근거하여 제공하는 폴리비닐알코올 필름은 균일하게 염색할 수 있고, 한층 양호한 편광도를 구비할 수 있다. 또한, 본 발명의 획정 내용은 상술한 폴리비닐알코올 필름의 조절, 제조 및 선별을 보다 정확하게 수행하는데 이용할 수 있다.
- [0075] 본 명세서에 있어서 제공하는 모든 범위는 할당 범위 내에 있어서의 각 특정 범위 및 할당 범위 사이의 2차 범위의 조합을 포함한다는 의미이다. 또한, 특별한 설명이 없는 한, 본 명세서가 제공하는 모든 범위는 모두 범위의 엔드 포인트를 포함한다. 따라서, 범위 1 내지 5는 구체적으로는, 1, 2, 3, 4 및 5, 및 2 내지 5, 3 내지 5, 2 내지 3, 2 내지 4, 1 내지 4 등의 2차 범위를 포함한다.
- [0076] 본 명세서에 있어서 참조되는 모든 간행물 및 특허출원은 모두 참조에 의해 본 명세서에 편입되고, 또한 모든 목적에서, 각 간행물 또는 특허출원은 모두 각각 참조에 의해 본 명세서에 편입되는 것을 명확하고 개별적으로 나타내고 있다. 본 명세서와 참조에 의해 본 명세서에 편입되는 모든 간행물 또는 특허출원 사이에 불일치가 존재할 경우에는 본 명세서에 준한다.

부호의 설명

- [0077] 110: 용해조
120: 주조 드럼
130: 가열 롤러
140: 건조기
M: 예비성형 필름
S100 내지 S104: 공정

도면

도면1



도면2

