

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-261068

(P2007-261068A)

(43) 公開日 平成19年10月11日(2007.10.11)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B29C 55/02 (2006.01)	B29C 55/02	2H049
B29C 41/24 (2006.01)	B29C 41/24	3F104
B29C 41/52 (2006.01)	B29C 41/52	4F205
G02B 5/30 (2006.01)	G02B 5/30	4F210
B65H 23/028 (2006.01)	B65H 23/028	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-88766 (P2006-88766)	(71) 出願人	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18年3月28日 (2006.3.28)	(74) 代理人	100075281 弁理士 小林 和憲
		(74) 代理人	100095234 弁理士 飯嶋 茂
		(74) 代理人	100117536 弁理士 小林 英了
		(72) 発明者	谷村 健太郎 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写 真フイルム株式会社内
		Fターム(参考)	2H049 BB49 BC01 BC03 BC09 3F104 AA03 BA13

最終頁に続く

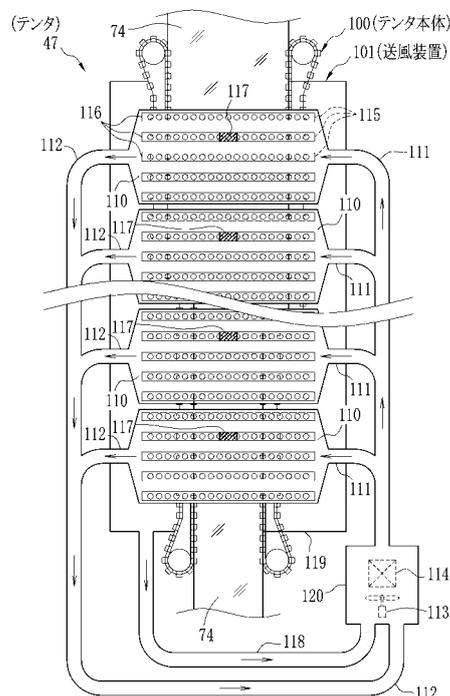
(54) 【発明の名称】 テンタの送風装置及びポリマーフィルムの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 テンタでフィルムを把持して延伸・乾燥させる際に乾燥ムラの発生を抑える。

【解決手段】 テンタ47をテンタ本体100及び送風装置101から構成する。送風装置101を多数の送風ヘッド110と、送風ダクト111と、循環ダクト112と、送風ファン113と、温調機114とから構成する。送風ヘッド110に複数のノズル115を設ける。フィルム搬送方向におけるノズル115に一定ピッチで遮風板117を設ける。遮風板117によりノズル115のフィルム幅方向中央部を塞ぐ。テンタ47内におけるフィルム膜面温度を略一定にすることができ、光学特性が良好で膜厚の均一なフィルム82が得られる。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フィルムの側縁部を把持手段により把持し搬送する間に、前記把持手段で把持されたフィルムに乾燥風を吹き付けて、フィルムを幅方向に延伸しながら乾燥させるテナタの送風装置において、

前記把持手段により把持されるフィルム面に平行に配置される送風ヘッドと、

前記送風ヘッドのフィルム面に対向する面に、配置される複数の送風ノズルと、

前記複数の送風ノズルからの乾燥風を選択的に遮風し前記フィルムのテナタ内における温度分布をほぼ均一にする遮風部材とを有することを特徴とするテナタの送風装置。

【請求項 2】

前記送風ノズルは、前記送風ヘッドのフィルム面に対向する面に、フィルムの幅方向にフィルムの幅よりも長く形成され、且つフィルム搬送方向に一定ピッチで配置されており、

前記遮風部材は、前記複数の送風ノズルの一部に対し、該送風ノズルの中央部を塞ぐことを特徴とする請求項 1 記載のテナタの送風装置。

【請求項 3】

前記遮風部材は、前記送風ノズルのフィルム幅方向長さ L_1 に対し $10 \sim 40\%$ の範囲を覆うことを特徴とする請求項 2 記載のテナタの送風装置。

【請求項 4】

前記遮風部材は前記フィルムの搬送方向に対して一定ピッチで取り付けられることを特徴とする請求項 3 記載のテナタの送風装置。

【請求項 5】

前記送風ヘッドはフィルム搬送方向に複数設けられることを特徴とする請求項 1 ないし 4 いずれか 1 項記載のテナタの送風装置。

【請求項 6】

走行する支持体の上にポリマーと有機溶媒とを含むドープを流延して流延膜を形成し、この流延膜を前記支持体から剥ぎ取ってフィルムとし、このフィルムをテナタの把持手段により把持し搬送し、前記フィルムを幅方向に延伸しながら乾燥させてポリマーフィルムを製造するポリマーフィルムの製造方法において、

前記テナタの把持手段により把持し搬送されるフィルムに対して、請求項 1 ないし 5 いずれか 1 項記載のテナタの送風装置を用いて乾燥風をフィルムに送り、乾燥させることを特徴とするポリマーフィルムの製造方法。

【請求項 7】

前記ポリマーはセルロースアシレートであり、前記テナタによる延伸開始から最大延伸点までの区間で、フィルム幅方向におけるフィルム膜面温度を ± 2 の範囲に抑えることを特徴とする請求項 6 記載のポリマーフィルムの製造方法。

【請求項 8】

前記テナタによる延伸開始から最大延伸点までの区間で、フィルム幅方向における前記溶媒の揮発分を $\pm 0.4 \text{ wt} \% \text{ W.B.}$ の範囲に抑えることを特徴とする請求項 7 記載のポリマーフィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、テナタの送風装置及びそれを用いたポリマーフィルムの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリマーフィルムは光学用途に広く用いられており、特にセルロースアシレートフィルムは、偏光板の保護膜に利用することができるなどの利点を有することから、安価で薄型の液晶表示装置を提供することができる光学用フィルムとして幅広く普及している。

【0003】

10

20

30

40

50

このようなポリマーフィルムは、主に溶液製膜方法により製造される。この溶液製膜方法とは、セルロースアシレートなどのポリマーと溶媒とを含むポリマー溶液（ドープ）を、走行する支持体の上に流延して形成した流延膜を支持体より剥ぎ取って湿潤フィルムとした後、この湿潤フィルムを乾燥してポリマーフィルムとする方法である。

【0004】

湿潤フィルムを乾燥する際には、複数のロールにより支持しながら搬送する間に乾燥させたり、テナ式乾燥機を用いて湿潤フィルムに乾燥風を送ることで乾燥させたりする。

【0005】

ところで光学用フィルムにおいては、これまでより遥かに均一なレタレーション値や膜厚の幅方向制御が要求されている。フィルムの乾燥時において要求される諸条件としては、例えば特許文献1などに示されている。これによれば、フィルムの乾燥時において幅方向にフィルムの温度を制御し、具体的には、両端部を中央部より1以上30以下高い温度にすることを条件として示している。

10

【特許文献1】特開2002-296422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、従来の給気装置を用いてフィルムを乾燥させる場合、フィルムの幅方向に均一な温度で均一な量の空気を吹き付けることを目的としており、結果として幅方向中央付近は両端部より高温となり過乾傾向となり、特許文献1で示すような諸条件でフィルムを乾燥させることは困難であった。そのため、このような諸条件により均一なレタレーション値や膜厚のフィルムを得ることのできる乾燥方法が模索されていた。

20

【0007】

本発明は、上記課題を解決するためのものであり、均一なレタレーション値や膜厚のフィルムを得ることのできるテナの送風装置と、それを用いたポリマーフィルムの製造方法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】

上記目的を達成するために、本発明のテナの送風装置は、フィルムの側縁部を把持手段により把持し搬送する間に、把持手段で把持されたフィルムに乾燥風を吹き付けて、フィルムを幅方向に延伸しながら乾燥させるテナの送風装置であって、把持手段により把持されるフィルム面に平行に配置される送風ヘッドと、送風ヘッドのフィルム面に対向する面に、配置される複数個の送風ノズルと、複数個の送風ノズルからの乾燥風を選択的に遮風しフィルムのテナ内における温度分布をほぼ均一にする遮風部材とを有することを特徴とする。

30

【0009】

なお、送風ノズルは、送風ヘッドのフィルム面に対向する面に、フィルムの幅方向にフィルムの幅よりも長く形成され、且つフィルム搬送方向に一定ピッチで配置されており、遮風部材は、複数個の送風ノズルの一部に対し、該送風ノズルの中央部を塞ぐことが好ましい。

40

【0010】

また、遮風部材は、送風ノズルのフィルム幅方向長さL1に対し10～40%の範囲を覆うことが好ましい。

【0011】

さらに、遮風部材は、フィルムの搬送方向に対して一定ピッチで取り付けられることが好ましい。

【0012】

さらに、送風ヘッドは、フィルム搬送方向に複数設けられることが好ましい。

【0013】

本発明のポリマーフィルムの製造方法は、走行する支持体の上にポリマーと有機溶媒と

50

を含むドープを流延して流延膜を形成し、この流延膜を支持体から剥ぎ取ってフィルムとし、このフィルムをテンタの把持手段により把持し搬送し、フィルムを幅方向に延伸しながら乾燥させてポリマーフィルムを製造するポリマーフィルムの製造方法であって、テンタの把持手段により把持し搬送されるフィルムに対して、テンタの送風装置を用いて乾燥風をフィルムに送り、乾燥させることを特徴とする。

【0014】

なお、ポリマーはセルロースアシレートであり、テンタによる延伸開始から最大延伸点までの区間で、フィルム幅方向におけるフィルム膜面温度を ± 2 の範囲に抑えることが好ましい。

【0015】

また、テンタによる延伸開始から最大延伸点までの区間で、フィルム幅方向における溶媒の揮発分を $\pm 0.4 \text{ wt} \% \text{ W.B.}$ の範囲に抑えることが好ましい。

【発明の効果】

【0016】

本発明によれば、テンタの送風装置は、フィルムの側縁部を把持手段により把持し搬送する間に、把持手段で把持されたフィルムに乾燥風を吹き付けて、フィルムを幅方向に延伸しながら乾燥させるテンタの送風装置であって、把持手段により把持されるフィルム面に平行に配置される送風ヘッドと、送風ヘッドのフィルム面に対向する面に、配置される複数個の送風ノズルと、複数個の送風ノズルからの乾燥風を選択的に遮風しフィルムのテンタ内における温度分布をほぼ均一にする遮風部材とを有することにより、均一なレタデー

10

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下に、本発明の実施態様について、図を引用しながら詳細に説明する。ただし、本発明はここに挙げる実施態様に限定されるものではない。

【0018】

[原料]

本実施形態においては、ポリマーとしてセルロースアシレートを用いており、セルロースアシレートとしては、トリアセチルセルロース(TAC)が特に好ましい。そして、セルロースアシレートの中でも、セルロースの水酸基へのアシル基の置換度が下記式(I)~(III)の全てを満足するものがより好ましい。なお、以下の式(I)~(III)において、AおよびBは、セルロースの水酸基中の水素原子に対するアシル基の置換度を表わし、Aはアセチル基の置換度、Bは炭素原子数が3~22のアシル基の置換度である。なお、TACの90質量%以上が0.1~4mmの粒子であることが好ましい。ただし、本発明に用いることができるポリマーは、セルロースアシレートに限定されるものではない。

30

$$(I) \quad 2.5 \leq A + B \leq 3.0$$

$$(II) \quad 0 \leq A \leq 3.0$$

$$(III) \quad 0 \leq B \leq 2.9$$

【0019】

セルロースを構成する - 1, 4 結合しているグルコース単位は、2位, 3位および6位に遊離の水酸基を有している。セルロースアシレートは、これらの水酸基の一部または全部を炭素数2以上のアシル基によりエステル化した重合体(ポリマー)である。アシル置換度は、2位, 3位および6位それぞれについて、セルロースの水酸基がエステル化している割合(100%のエステル化の場合を置換度1とする)を意味する。

40

【0020】

全アシル化置換度、すなわち、 $DS_2 + DS_3 + DS_6$ の値は、2.00~3.00が好ましく、より好ましくは2.22~2.90であり、特に好ましくは2.40~2.88である。また、 $DS_6 / (DS_2 + DS_3 + DS_6)$ の値は、0.28以上が好ましく、より好ましくは0.30以上であり、特に好ましくは0.31~0.34である。ここ

50

で、DS2は、グルコース単位における2位の水酸基の水素がアシル基によって置換されている割合（以下、2位のアシル置換度と称する）であり、DS3は、グルコース単位における3位の水酸基の水素がアシル基によって置換されている割合（以下、3位のアシル置換度と称する）であり、DS6は、グルコース単位において、6位の水酸基の水素がアシル基によって置換されている割合（以下、6位のアシル置換度と称する）である。

【0021】

本発明のセルロースアシレートに用いられるアシル基は1種類だけでもよいし、あるいは2種類以上のアシル基が使用されていてもよい。2種類以上のアシル基を用いるときには、その1つがアセチル基であることが好ましい。2位、3位および6位の水酸基がアセチル基により置換されている度合いの総和をDSAとし、2位、3位および6位の水酸基がアセチル基以外のアシル基によって置換されている度合いの総和をDSBとすると、DSA + DSBの値は、2.22 ~ 2.90であることが好ましく、特に好ましくは2.40 ~ 2.88である。

10

【0022】

また、DSBは0.30以上であることが好ましく、特に好ましくは0.7以上である。さらにDSBは、その20%以上が6位水酸基の置換基であることが好ましく、より好ましくは25%以上であり、30%以上がさらに好ましく、特に33%以上であることが好ましい。さらに、セルロースアシレートの6位におけるDSA + DSBの値が0.75以上であり、さらに好ましくは、0.80以上であり、特に0.85以上であるセルロースアシレートも好ましく、これらのセルロースアシレートを用いることで、より溶解性に優れた溶液（ドープ）を作製することができる。特に、非塩素系有機溶媒において、優れた溶解性を示すとともに、低粘度で濾過性の良いドープを作製することができる。

20

【0023】

セルロースアシレートの原料であるセルロースは、リントー綿、パルプ綿のどちらから得られたものでもよいが、リントー綿から得られたものが好ましい。

【0024】

本発明におけるセルロースアシレートの炭素数2以上のアシル基としては、脂肪族基でもアリアル基でもよく、特に限定はされない。例えば、セルロースのアルキルカルボニルエステル、アルケニルカルボニルエステル、芳香族カルボニルエステル、芳香族アルキルカルボニルエステルなどが挙げられ、それぞれ、さらに置換された基を有していてもよい。これらの好ましい例としては、プロピオニル基、ブタノイル基、ペンタノイル基、ヘキサノイル基、オクタノイル基、デカノイル基、ドデカノイル基、トリデカノイル基、テトラデカノイル基、ヘキサデカノイル基、オクタデカノイル基、iso-ブタノイル基、t-ブタノイル基、シクロヘキサンカルボニル基、オレオイル基、ベンゾイル基、ナフチルカルボニル基、シンナモイル基などが挙げられる。これらの中でも、プロピオニル基、ブタノイル基、ドデカノイル基、オクタデカノイル基、t-ブタノイル基、オレオイル基、ベンゾイル基、ナフチルカルボニル基、シンナモイル基などがより好ましく、特に好ましくは、プロピオニル基、ブタノイル基である。

30

【0025】

ドープを調製する溶媒としては、芳香族炭化水素（例えば、ベンゼン、トルエンなど）、ハロゲン化炭化水素（例えば、ジクロロメタン、クロロベンゼンなど）、アルコール（例えば、メタノール、エタノール、n-プロパノール、n-ブタノール、ジエチレングリコールなど）、ケトン（例えば、アセトン、メチルエチルケトンなど）、エステル（例えば、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピルなど）およびエーテル（例えば、テトラヒドロフラン、メチルセロソルブなど）などが挙げられる。なお、本発明においてドープとは、ポリマーを溶媒に溶解または分散させることで得られるポリマー溶液または分散液を意味している。

40

【0026】

上記のハロゲン化炭化水素の中でも、炭素原子数1~7のハロゲン化炭化水素が好ましく用いられ、ジクロロメタンが最も好ましく用いられる。TACの溶解性、流延膜の支持

50

体からの剥ぎ取り性、フィルムの機械的強度および光学特性などの物性の観点から、ジクロロメタンの他に炭素原子数 1 ~ 5 のアルコールを 1 種ないし数種類混合することが好ましい。アルコールの含有量は、溶媒全体に対して 2 ~ 25 質量% が好ましく、より好ましくは、5 ~ 20 質量% である。アルコールとしては、メタノール、エタノール、n - プロパノール、イソプロパノール、n - ブタノールなどが挙げられるが、メタノール、エタノール、n - ブタノール、あるいはこれらの混合物が好ましく用いられる。

【0027】

最近、環境に対する影響を最小限に抑えることを目的に、ジクロロメタンを使用しない溶媒組成も検討されている。この場合には、炭素原子数が 4 ~ 12 のエーテル、炭素原子数が 3 ~ 12 のケトン、炭素原子数が 3 ~ 12 のエステル、炭素数 1 ~ 12 のアルコールが好ましく、これらを適宜混合して用いる場合もある。例えば、酢酸メチル、アセトン、エタノール、n - ブタノールの混合溶媒が挙げられる。これらのエーテル、ケトン、エステルおよびアルコールは、環状構造を有するものであってもよい。また、エーテル、ケトン、エステルおよびアルコールの官能基（すなわち、- O - , - C O - , - C O O - および - O H）のいずれかを 2 つ以上有する化合物も溶媒として用いることができる。

10

【0028】

なお、セルロースアシレートの詳細については、特開 2005 - 104148 号公報の [0140] 段落から [0195] 段落に記載されており、これらの記載も本発明に適用することができる。また、溶媒および可塑剤、劣化防止剤、紫外線吸収剤（UV 剤）、光学異方性コントロール剤、レタデーション制御剤、染料、マット剤、剥離剤、剥離促進剤などの添加剤についても、同じく、特開 2005 - 104148 号公報の [0196] 段落から [0516] 段落に詳細に記載されており、これらの記載も本発明に適用することができる。

20

【0029】

[ドープ製造方法]

上記原料を用いて、まずドープを製造する。図 1 にドープ製造ライン 10 を示す。ドープ製造ライン 10 には、溶媒を貯留するための溶媒タンク 11 と、溶媒と T A C などとを混合するための溶解タンク 12 と、T A C を供給するためのホッパ 13 と、添加剤を貯留するための添加剤タンク 14 とが備えられている。さらに、後述する膨潤液 25 を加熱するための加熱装置 15 と、調製されたドープ 27 の温度を調整する温調機 16 と、このドープ中の異物を取り除く第 1 濾過装置 17 と、調製されたドープ 27 を濃縮するフラッシュ装置 30 と、第 2 濾過装置 31 など備えられている。また、溶媒を回収するための回収装置 32 と、回収された溶媒を再生するための再生装置 33 とが備えられている。なお、このドープ製造ライン 10 は、ストックタンク 41 を介してフィルム製造ライン 40 と接続されている。

30

【0030】

ドープ製造ライン 10 を用いて、以下の手順でドープ 27 を製造する。まず、バルブ 18 を開き、溶媒タンク 11 から溶媒を溶解タンク 12 に送り込む。次に、ホッパ 13 から T A C を適量溶解タンク 12 に送り込む。また、必要量の添加剤溶液を、バルブ 19 の開閉操作により、添加剤タンク 14 から溶解タンク 12 に送り込む。

40

【0031】

添加剤を送り込む方法は、上記のように溶液として送り込む方法に限定されない。例えば、添加剤が常温で液体の場合には、その液体の状態でも溶解タンク 12 に送り込んでよいし、添加剤が固体の場合には、ホッパなどを用いて溶解タンク 12 に送り込んでよい。また、添加剤を複数種類添加する場合には、添加剤タンク 14 の中に複数種類の添加剤を溶解させた溶液を入れておくこともできる。さらには、多数の添加剤タンクを用いて、各添加剤タンクに添加剤が溶解している溶液を入れて、それぞれ独立した配管により溶解タンク 12 に送り込むこともできる。

【0032】

上記の説明では、ドープを構成する材料を溶解タンク 12 に入れる順番が、溶媒（混合

50

溶媒の場合も含めた意味で用いる)、TAC、添加剤であったが、この順番に限定されるものではない。例えば、TACを計量しながら溶解タンク12に送り込んだ後に、好ましい量の溶媒を送液することもできる。また、添加剤は必ずしも溶解タンク12に予め入れる必要はなく、後の工程でTACと溶媒との混合物(以下、これらの混合物もドープと称する場合があります)に混合することもできる。

【0033】

溶解タンク12には、図1に示すようにその外面を包み込むジャケット20と、モータ21により回転する第1攪拌機22とが備えられている。ただし、図1に示すように、溶解タンク12には、モータ23により回転する第2攪拌機24が取り付けられていることが好ましい。なお、第1攪拌機22は、アンカー翼が備えられたものであることが好ましく、第2攪拌機24は、ディゾルバータイプの偏心型攪拌機であることが好ましい。溶解タンク12は、ジャケット20の内部に伝熱媒体を流すことで温度調整されている。その温度範囲は-10~55であることが好ましい。第1攪拌機22および第2攪拌機24を適宜選択して使用することにより、TACが溶媒中で膨潤した膨潤液25を得る。

10

【0034】

膨潤液25を、ポンプ26により加熱装置15に送り込む。加熱装置15は、ジャケット付き配管であることが好ましく、さらに、膨潤液25を加圧することができる構成のものが好ましい。このような加熱装置15を用いることにより、加熱条件下または加圧加熱条件下で膨潤液25中の固形分を溶解させてドープ27を得ることができる。以下、この方法を加熱溶解法と称する。膨潤液25の温度は、50~120であることが好ましい。膨潤液25を-100~-30の温度に冷却する冷却溶解法を行うこともできる。このような加熱溶解法および冷却溶解法を適宜選択して行うことで、TACを溶媒に充分溶解させることができる。ドープ27を温調機16により略室温とした後に、第1濾過装置17により濾過してドープ27中に含まれる不純物を取り除く。第1濾過装置17に使用される濾過フィルタは、その平均孔径が100 μ m以下であることが好ましい。また、濾過流量は、50L/時以上であることが好ましい。濾過後のドープ27は、バルブ28を介してストックタンク41に送り込まれ、ここで貯留される。

20

【0035】

上記のように、膨潤液25を調製してからドープ27を作製する方法は、TACの濃度を上昇させるほど要する時間が長くなるので、製造コストの点で問題となるおそれがある。したがって、このような方法によりドープ27を製造する場合には、目的とする濃度よりも低濃度のドープ27を調製してから、濃縮工程を行うことで目的の濃度のドープ27を調整することが好ましい。この場合には、第1濾過装置17で濾過されたドープ27を、バルブ28を介してフラッシュ装置30に送り、このフラッシュ装置30内でドープ27中の溶媒の一部を蒸発させるようにする。蒸発により発生した溶媒ガスは、凝縮器(図示しない)により凝縮されて液体となり回収装置32により回収される。回収された溶媒は、再生装置33によりドープ調製用の溶媒として再生されて再利用される。この再利用はコストの点で効果がある。

30

【0036】

また、濃縮されたドープ27は、ポンプ34によりフラッシュ装置30から抜き出される。このとき、ドープ27に発生した気泡を抜くために、泡抜き処理を行うことが好ましい。泡抜き処理の方法としては、公知の種々の方法を適用することができる。例えば、超音波照射法が挙げられる。続いて、ドープ27は、第2濾過装置31に送り込んで、濾過することで異物を除去する。濾過する際のドープ27の温度は、0~200であることが好ましい。濾過したドープ27は、ストックタンク41に送られて貯蔵される。ストックタンク41には、モータ60により回転する攪拌機61が取り付けられており、攪拌機61を回転することで、ドープ27を常時攪拌している。

40

【0037】

以上の方法により、ドープ27を製造することができる。このとき、ドープ27中のTAC濃度は、5~40質量%であることが好ましく、より好ましくは、15~30質量%

50

以下であり、特に好ましくは、17～25質量%以下の範囲とすることである。また、添加剤（主に可塑剤）の濃度は、ドープ27中の固形分全体を100質量%とした場合に、1～20質量%以下の範囲とすることが好ましい。なお、TACフィルムを得る溶液製膜法における素材、原料、添加剤の溶解方法および添加方法、濾過方法、脱泡などのドープ27の製造方法については、特開2005-104148号公報の[0517]段落から[0616]段落に詳細に記載されているが、これらの記載も本発明に適用できる。

【0038】

[溶液製膜方法]

上述の方法により製造したドープ27を用いてフィルムを製造する方法について説明する。図2はフィルム製造ライン40を示す概略図である。ただし、本発明は、図2に示す形態に限定されるものではない。

10

【0039】

フィルム製造ライン40には、ストックタンク41と、第3濾過装置42と、流延ダイ43と、回転ローラ44、45に掛け渡された流延バンド46が配置されている。そして、その下流には、テナ47と耳切装置50と乾燥室51と冷却室52、および巻取室53などが配置されている。また、ドープ製造ライン10とフィルム製造ライン40とを接続するストックタンク41は、ポンプ62および第3濾過装置42を介して流延ダイ43と接続されている。

【0040】

流延ダイ43の材質としては、析出硬化型のステンレス鋼が好ましく、その熱膨張率が 2×10^{-5} ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)以下であることが好ましい。電解質水溶液での強制腐食試験でUS316と略同等の耐腐食性を有するものや、ジクロロメタン、メタノール、水の混合液に3ヵ月浸漬しても気液界面にピitting（孔開き）が生じない耐腐食性を有するものも、この流延ダイ43の材質として用いることができる。なお、鑄造後1ヶ月以上経過したものを研削加工して流延ダイ43を作製することが好ましい。これにより、流延ダイ43の内部をドープ27が一様に流れ、後述する流延膜69にスジなどが生じるのを防止することができる。

20

【0041】

流延ダイ43の接液面の仕上げ精度は、表面粗さで $1 \mu\text{m}$ 以下、真直度はいずれの方向にも $1 \mu\text{m}/\text{m}$ 以下であることが好ましい。流延ダイ43のスリットのクリアランスは、自動調整により $0.5 \sim 3.5 \text{mm}$ の範囲で調整可能とされている。流延ダイ43のリップ先端の接液部の角部分について、そのRは全巾にわたり $50 \mu\text{m}$ 以下とされている。また、流延ダイ43の内部における剪断速度が $1 \sim 5000$ ($1/\text{秒}$)となるように調整されていることが好ましい。

30

【0042】

流延ダイ43の幅は、特に限定されるものではないが、最終製品となるフィルムの幅の $1.1 \sim 2.0$ 倍であることが好ましい。また、製膜中の温度が所定温度に保持されるように、この流延ダイ43に温調機を取り付けることが好ましく、流延ダイ43にはコートハンガー型のものを用いることが好ましい。さらに、厚み調整ボルト（ヒートボルト）を流延ダイ43の幅方向に所定の間隔で設けて、ヒートボルトによる自動厚み調整機構が流延ダイ43に備えられていることがより好ましい。このヒートボルトは、予め設定されるプログラムにより、ポンプ62の送液量に応じてプロファイルを設定し製膜を行うことが好ましい。なお、ポンプ62は、高精度ギアポンプを用いることが好ましい。

40

【0043】

このとき、厚み計（図示しない）のプロファイルに基づく調整プログラムによって、フィードバック制御を行ってもよい。この厚み計としては、例えば、赤外線厚み計などが挙げられるが、特に限定されるものではない。流延エッジ部を除く製品フィルムの幅方向の任意の2点の厚み差は、 $1 \mu\text{m}$ 以内に調整し、幅方向厚みの最小値と最大値との差が $3 \mu\text{m}$ 以下となるように調整することが好ましく、 $2 \mu\text{m}$ 以下に調整することがより好ましい。なお、厚み精度は $\pm 1.5 \mu\text{m}$ 以下に調整されているものを用いることが好ましい。

50

【0044】

流延ダイ43のリップ先端には、硬化膜が形成されていることがより好ましい。硬化膜の形成方法は、特に限定されるものではないが、セラミックスコーティング、ハードクロムメッキ、窒化処理方法などが挙げられる。硬化膜としてセラミックスを用いる場合には、研削することができるとともに、低気孔率であり、脆くなく耐腐食性に優れ、かつ流延ダイ43と密着性がよい一方で、ドーブとの密着性が悪いものが好ましい。具体的には、タンゲステン・カーバイド(WC)、 Al_2O_3 、TiN、 Cr_2O_3 などが挙げられるが、なかでも、WCであることが好ましい。このWCコーティングは、溶射法で行うことができる。

【0045】

流延ダイ43のスリット端には、流出するドーブ27が局所的に乾燥固化することを防止するために、溶媒供給装置(図示しない)を取り付けることが好ましい。また、ドーブ27を可溶化する溶媒(例えば、ジクロロメタン86.5質量部、アセトン13質量部、n-ブタノール0.5質量部の混合溶媒)を流延ビードの両端部やダイスリット端部、および外気が形成する三相接触線の周辺部に供給することが好ましい。このとき、端部の片側にそれぞれ0.1~1.0ml/分で供給すると、流延膜中への異物混合を防止することができるので好ましい。なお、この液を供給するポンプとして、脈動率が5%以下のものを用いることが好ましい。

【0046】

流延ダイ43の下方には、回転ローラ44, 45に掛け渡された流延バンド46が設けられている。回転ローラ44, 45は図示しない駆動装置により回転し、この回転に伴い流延バンド46は無端で走行する。流延バンド46は、その移動速度、すなわち流延速度が10~200m/分で移動できるものであることが好ましい。また、流延バンド46の表面温度を所定の値にするために、回転ローラ44, 45に伝熱媒体循環装置63が取り付けられていることが好ましい。流延バンド46は、その表面温度が-20~40に調整可能なものであることが好ましい。本実施形態において用いられている回転ローラ44, 45内には伝熱媒体流路(図示しない)が形成されており、その中を所定の温度に保持されている伝熱媒体が通過することにより、回転ローラ44, 45の温度を所定の値に保持されるものとなっている。

【0047】

流延バンド46の幅は特に限定されるものではないが、ドーブ27の流延幅の1.1~2.0倍の範囲のものを用いることが好ましく、その長さは20~200mであり、厚みは0.5~2.5mmであり、表面粗さは0.05 μ m以下となるように研磨されていることが好ましい。流延バンド46は、ステンレス製であることが好ましく、十分な耐腐食性と強度とを有するようにSUS316製であることがより好ましい。また、流延バンド46の全体の厚みムラは、0.5%以下のものを用いることが好ましい。

【0048】

なお、流延バンド46に代えて、回転ローラ45を直接支持体として用いることもできる。この場合には、回転ムラが0.2mm以下となるように高精度で回転することができるものが好ましく、回転ローラ45の表面の平均粗さを0.01 μ m以下とすることが好ましい。そこで、回転ローラの表面にクロムメッキ処理などを行い、十分な硬度と耐久性を持たせるようにする。なお、支持体(流延バンド46や回転ローラ45)の表面欠陥は最小限に抑制する必要がある。具体的には、表面欠陥として30 μ m以上のピンホールが無く、10 μ m以上30 μ m未満のピンホールが1個/m²以下であり、10 μ m未満のピンホールが2個/m²以下であることが好ましい。

【0049】

流延ダイ43や流延バンド46などは流延室64に収められている。流延室64には、その内部温度を所定の値に保つための温調設備65と、揮発している有機溶媒を凝縮回収するための凝縮器(コンデンサ)66とが設けられている。そして、凝縮液化した有機溶媒を回収するための回収装置67が流延室64の外部に設けられている。流延ダイ43か

10

20

30

40

50

ら流延バンド46にかけて形成される流延ビードの背面部を圧力制御するための減圧チャンバ68が配されていることが好ましく、本実施形態においてもこれを使用している。流延バンド46の周面近くに送風ダクト70を設ける。また、流延バンド46から剥ぎ取られた流延膜69、つまり湿潤フィルム74を支持するローラ75を備える。

【0050】

渡り部80には、複数のローラ80aと送風機81とが備えられている。渡り部80の下流には、テンタ47と耳切装置50とが配置されている。耳切装置50には、切り取ったフィルム82の側端部(耳)を細かく切断するためのクラッシャ90が接続されている。なお、テンタ47については、本発明の特徴部分であり、後で詳細に説明する。

【0051】

乾燥室51には、多数のローラ91が備えられており、蒸発して発生した溶媒ガスを吸着回収するための吸着回収装置92が取り付けられている。図2においては、乾燥室51の下流に冷却室52が設けられているが、乾燥室51と冷却室52との間に調湿室(図示しない)を設けてもよい。

【0052】

冷却室52の下流には、フィルム82の帯電圧を所定の範囲(例えば、 $-3 \sim +3$ kV)となるように調整するための強制除電装置(除電バー)93が設けられている。なお、図2では、強制除電装置93を冷却室52の下流側とする形態を示しているが、この形態に限定されるものではない。また、本実施形態では、フィルム82の両縁にエンボス加工でナーリングを付与するためのナーリング付与ローラ94を、強制除電装置93の下流に設けている。そして、巻取室53の内部には、フィルム82を巻き取るための巻取ローラ95と巻き取り時の張力を制御するためのプレスローラ96とが備えられている。

【0053】

次に、本発明の特徴的部分について説明する。図3に示すように、テンタ47は、テンタ本体100と本発明の送風装置101とから構成されている。テンタ本体100は、1対のレール上を走行するテンタチェーンを備えている。テンタチェーンには、多数のクリップ(把持手段)が取り付けられている。テンタチェーンはチェーンスプロケットが回転されることによりレール上を循環して走行する。クリップは、フィルム把持位置で閉じられることにより湿潤フィルム74の側縁部を把持する。また、フィルム開放位置で開かれることにより湿潤フィルム74側縁部の把持を開放する。このクリップにより湿潤フィルム74の両側縁部が把持された状態でテンタチェーンが走行することにより、1対のレール間距離でフィルムが幅方向に延伸される。

【0054】

送風装置101は、テンタ本体100による湿潤フィルム74の延伸搬送路に沿って設けられている。送風装置101は、多数の送風ヘッド110と、送風ダクト111と、循環ダクト112と、送風ファン113及び温調機114とを備えている。送風ヘッド110は、クリップにより搬送される湿潤フィルム74の上下面に対面するように設けられており、フィルム搬送方向に並べて設けられる。上下面に設けられる送風ヘッド110は同じであり、図3では、湿潤フィルム74の上面に対面して設けられる送風ヘッド110を示している。

【0055】

送風ヘッド110は、例えば5本のノズル115を備えている。各ノズル115は、フィルム幅方向に長く形成されており、ノズル115内には乾燥風の吹き出し量をほぼ一定にするための整風板116が配置されている。そして、ノズル115のフィルム幅方向長さL1は、例えばフィルム幅に対して、 $1.1 \sim 2.0$ 倍の長さで形成されている。また、ノズル115の幅W1は $1500 \sim 2500$ mmとされている。整風板116は、フィルム幅方向に離間して設けた丸孔を備えている。整風板116の開口率を変えることにより、空気の吹き出し量が調節され、フィルム幅方向でほぼ均一な空気吹き出し量が得られる。なお、整風板116の孔の形状や数量、ノズルの形状や数量は図示例のものに限定されず、適宜変更してよい。また、各送風ヘッド110のノズル115のフィルム搬送方向

10

20

30

40

50

におけるピッチは、同一にすることが好ましい。

【0056】

ノズル115には、例えば5本に1本の割合で遮風板117が取り付けられている。遮風板117は、ノズル115の中央部を覆うように取り付けられ、その長さL2は、フィルム幅方向のノズル長さL1に対して10~40%に形成される。好ましくは15~30%である。なお、遮風板117の取付ピッチP1(=p1×5)や取付幅L2は、ノズル115の開口面積や開口率に応じて適宜変更され、フィルム膜面温度が±2、より好ましくは±0.5になるように決定される。また、取付幅L2や取付ピッチP1は各遮風板117同士で一定にする必要はなく、適宜変更してよい。例えば、テナ47内のフィルム膜面温度がより一層均一になるように、膜面温度分布に応じてその取付幅L2や取付ピッチP1を変更する。

10

【0057】

なお、フィルム膜面温度の均一化に代えて、または加えて、フィルム幅方向における湿潤フィルム74中の溶媒揮発分を±0.4wt%W.B.より好ましくは±0.1wt%W.B.にするように、上記ノズル115の開口面積や開口率を変更してもよい。

【0058】

本発明における遮風板117の構成は、テナ47内での全領域に対して行ってもよく、またはテナ47の延伸開始位置から最大延伸点までの間で行ってもよい。テナ47の延伸開始位置から最大延伸点までの間での乾燥むらがフィルム82の光学特性に特に悪影響を与えることが判っており、テナ47の延伸開始位置から最大延伸点までの間での乾燥むら抑制でも光学特性が向上する。

20

【0059】

また、遮風板117を遮風面積が固定される固定タイプに代えて、可動タイプとしてもよい。この場合には、例えば三角形や台形状の遮風板をフィルム搬送方向に可動自在に取り付け、遮風板の位置を適宜変更することにより、遮風面積を変えることができる。

【0060】

送風ダクト111は、送風ヘッド110の側面に接続され、各送風ヘッド110に空気を送り込む。循環ダクト112は、送風ダクト111と向かい合う送風ヘッド110の他方の側面に接続され、送風ダクト111から送り込まれた空気の一部をそのまま送風ヘッド110から排出させて、送風ダクト111へ戻す。

30

【0061】

送風ヘッド110及び送風ダクト111は二重の隔壁を有し、空気層を断熱材とする断熱構造に形成されている。空気層の厚みは5mm以上が好ましい。なお、必要に応じて隔壁内にロックウールやグラスウールなどの断熱材を封入してもよい。また、二重の断熱構造に代えて、対溶剤性が問題にならない場合には、MCナイロンなどの断熱樹脂やセラミックス等を貼り付けることにより、断熱性を付与してもよい。断熱材を別途封入する代わりに、単に空気を断熱材としてもよい。また、ノズル115も二重の断熱構造としてもよく、または断熱材などを配置してもよい。

【0062】

排気ダクト118は、テナ室119に接続され、テナ室119に溜まった空気を排出させて送風ダクト111へ戻す。乾燥風送風部120は、空気を循環させるための送風ファン113と空気を加熱して温度を調節する温調機114とを備える。そして、循環ダクト112及び排気ダクト118からテナ室119内の空気を吸引し、送風ダクト111を介してテナ室119内に送風する。また、図示は省略したが、溶媒を凝集して回収する溶媒回収設備が、テナ室119または各ダクト111, 112, 117からなる乾燥風循環ラインに設けられている。この溶媒回収設備は、湿潤フィルム74から揮発した溶媒を回収し、ノズル115から吹き出す乾燥風の溶媒揮発分をほぼ一定にしている。また乾燥風循環ラインには空気取り入れ口が設けられており、新鮮な空気も流入される。

40

【0063】

本発明では、送風ヘッド110に循環ダクト112を接続して、送風ヘッド110内で

50

も空気が循環するようにしたので、従来のように、送風ヘッド110内で乾燥風が滞留することがなく、ノズル115から吹き出す乾燥風の温度分布をより均一にすることができる。また、送風ダクト111及び送風ヘッド110を断熱構造に形成することにより、湿潤フィルム74の膜面に吹き付けられて気化熱により低温となった乾燥風が送風ヘッド110や送風ダクト111に触れてしまうことがなくなり、この低温の乾燥風による温度低下による影響が少なくなり、乾燥風の温度むらをより一層無くすることができる。なお、循環ダクト112や断熱構造は必要に応じて設けられるもので、省略してもよい。

【0064】

上記実施形態ではクリップを有するテナ47について説明したが、クリップに代えて多数のピンが植設されており、ピンを湿潤フィルム74の側縁部に刺して保持するタイプのピンテナの送風装置として本発明を実施してもよい。

10

【0065】

次に、上述したフィルム製造ライン40を用いてフィルム82を製造する方法の一例を以下に説明する。ただし、本発明は、ここに示す形態に限定されるものではない。

【0066】

ドープ27は、攪拌機61の回転により常に均一化されている。ドープ27には、この攪拌の際にも可塑剤、紫外線吸収剤などの添加剤を混合させることもできる。ドープ27を、ポンプ62により第3濾過装置42に送り込んでから濾過した後に、流延ダイ43から流延バンド46上に流延する。回転ローラ44, 45の駆動は、流延バンド46に生じる張力が $10^4 \sim 10^5$ N/mとなるように調整されることが好ましい。また、流延バンド46と回転ローラ44, 45との相対速度差は、0.01m/分以下となるように調整する。流延バンド46の速度変動を0.5%以下とし、流延バンド46が一回転する際に生じる幅方向の蛇行は1.5mm以下とすることが好ましい。この蛇行を制御するために流延バンド46の両端の位置を検出する検出器(図示しない)を設け、その測定値に基づき、流延バンド46の位置制御機(図示しない)でフィードバック制御を行い、流延バンド46の位置調整を行うことがより好ましい。流延ダイ43直下の流延バンド46は、回転ローラ45の回転に伴う上下方向の位置変動が $200 \mu\text{m}$ 以下となるように調整することが好ましい。また、流延室64の温度は、温調設備65により $-10 \sim 57$ とされていることが好ましい。なお、流延室64の内部で蒸発した溶媒は回収装置67により回収された後に、再生させてドープ調製用溶媒として再利用される。

20

30

【0067】

流延ダイ43から流延バンド46にかけては流延ビードが形成され、流延バンド46上には流延膜69が形成される。流延時のドープ27の温度は、 $-10 \sim 57$ であることが好ましい。また、流延ビードを安定させるために、この流延ビードの背面が減圧チャンバ68により所望の圧力値に制御されることが好ましい。ビード背面は、前面よりも $-2000 \sim -10$ Paの範囲で減圧することが好ましい。さらに、減圧チャンバ68にはジャケット(図示しない)を取り付けて、内部温度が所定の温度を保つように温度制御されることが好ましい。減圧チャンバ68の温度は特に限定されるものではないが、用いられている有機溶媒の凝縮点以上とすることが好ましい。なお、流延ビードの形状を所望のものに保つために、流延ダイ43のエッジ部に吸引装置(図示しない)を取り付けることが好ましい。このエッジ吸引風量は、 $1 \sim 100$ L/分の範囲であることが好ましい。流延バンド46の走行とともに移動する流延膜69に、送風ダクト70により乾燥風をあてて溶媒の蒸発を促進させる。

40

【0068】

流延膜69が自己支持性を有するものとなった後に、湿潤フィルム74として流延バンド46から剥ぎ取ってから、ローラ75で支持する。次に、多数のローラが設けられている渡り部80に送り込み、前記ローラで支持しながら搬送した後で、テナ47に送り込む。渡り部80では、送風機81から所望の温度の乾燥風を送風することで湿潤フィルム74の乾燥を進行させる。このとき乾燥風の温度が、 $20 \sim 250$ であることが好ましい。なお、渡り部80では、下流側のローラの回転速度を上流側のローラの回転速度より

50

速くすることにより、湿潤フィルム74に張力を付与することもできる。

【0069】

なお、剥ぎ取り時の残留溶媒量は、固形分基準で10～200質量%となるようにする。この残留溶媒量は乾量基準でのものであり、サンプリング時におけるフィルム重量をx、そのサンプリングフィルムを乾燥した後の重量をyとするとき $\{(x - y) / y\} \times 100$ で算出される値である。ただし、乾量基準とは、ドープ27を完全に乾燥して固化したときの重量を100%とした際の溶媒の含有量とする。

【0070】

湿潤フィルム74をテナ47に送り込む。テナクリップにより湿潤フィルム74の側縁部を把持して、テナ47の内部を搬送する間に乾燥する。このとき、テナ47の内部を温度ゾーンに区画分割して、その区画毎に乾燥条件を適宜調整することが好ましい。また、テナ47を用いて湿潤フィルム74を幅方向に延伸させることもできる。なお、渡り部80および/またはテナ47において、湿潤フィルム74の流延方向と幅方向との少なくとも1方向を0.5～300%延伸することが好ましい。

10

【0071】

湿潤フィルム74をテナ47で所定の残留溶媒量まで乾燥した後、フィルム82として下流側に送り出す。このとき、フィルム82の両側端部は、耳切装置50によりその両縁が切断される。切断された側端部は、カッターブロワ(図示しない)によりクラッシャ90に送られて、粉碎されてチップとなる。このチップはドープ調製用に再利用することができるので、製造コストの点において有効である。なお、このフィルム82の両側端部の切断工程については省略することもできるが、前記流延工程からフィルム82を巻き取る工程までのいずれかで行うことが好ましい。

20

【0072】

両側端部を切断除去したフィルム82を、乾燥室51に送りこんで、さらに乾燥する。乾燥室51内の温度は、特に限定されるものではないが、50～160の範囲であることが好ましい。乾燥室51においては、フィルム82は、ローラ91に巻き掛けながら搬送する。ここで蒸発して発生した溶媒ガスは、吸着回収装置92により吸着回収される。このように溶媒成分が除去された空気は、乾燥室51の内部に乾燥風として再度送風される。なお、乾燥室51は、乾燥温度を変えるために複数の区画に分割されていることがより好ましい。また、耳切装置50と乾燥室51との間に予備乾燥室(図示しない)を設けてフィルム82を予備乾燥すると、乾燥室51においてフィルム82の温度が急激に上昇することを防止することができるので、フィルム82の形状変化の発生をより抑制することができる。

30

【0073】

フィルム82を、冷却室52で略室温まで冷却する。なお、乾燥室51と冷却室52との間に調湿室(図示しない)を設けてよく、この調湿室でフィルム82に対して、所望の湿度及び温度に調整された空気を吹き付けられることが好ましい。これにより、フィルム82のカールの発生や巻き取る際の巻き取り不良の発生を抑制することができる。

【0074】

また、強制除電装置(除電バー)93により、フィルム82が搬送されている間の帯電圧が所定の範囲(例えば、-3～+3kV)とする。図2では冷却室52の下流側に設けられている例を図示しているがその位置に限定されるものではない。さらに、ナーリング付与ローラ94を設けて、フィルム82の両縁にエンボス加工でナーリングを付与することが好ましい。なお、ナーリングされた箇所凹凸が、1～200μmであることが好ましい。

40

【0075】

最後に、フィルム82を巻取室53内の巻取ローラ95で巻き取る。このとき、プレスローラ96で所望の張力を付与しつつ巻き取ることが好ましい。なお、張力は巻取開始時から終了時まで徐々に変化させることがより好ましい。巻き取るフィルム82は、長手方向(流延方向)に少なくとも100m以上とすることが好ましい。また、フィルム82の

50

幅が600mm以上であることが好ましく、1400~1800mmであることがより好ましい。また、本発明は、1800mmより大きい場合にも効果がある。なお、完成時のフィルム82の厚みは、30~300 μ mとなるように調整する。

【0076】

本発明の溶液製膜方法において、ドーブ27を流延する際に、2種類以上のドーブを同時積層共流延、または逐次積層共流延させることもできる。さらに両共流延を組み合わせても良い。同時積層共流延を行う際には、フィードブロックを取り付けた流延ダイを用いても良いし、マルチマニホールド型流延ダイを用いても良い。共流延により多層からなるフィルムは、空気面側の層の厚さと支持体側の層の厚さとの少なくともいずれか一方が、フィルム全体の厚みの0.5~30%であることが好ましい。さらに、同時積層共流延を行う場合には、ダイスリットから支持体にドーブ27を流延する際に、高粘度ドーブが低粘度ドーブにより包み込まれることが好ましい。また、同時積層共流延を行なう場合には、ダイスリットから支持体にかけて形成される流延ビードのうち、外界と接するドーブ27が内部のドーブよりもアルコールの組成比が大きいことが好ましい。

10

【0077】

流延ダイ、減圧チャンバ、支持体などの構造、共流延、剥離法、延伸、各工程の乾燥条件、ハンドリング方法、カール、平面性矯正後の巻取方法から、溶媒回収方法、フィルム回収方法まで、特開2005-104148号公報の[0617]段落から[0889]段落に詳しく記述されており、これらの記載も本発明に適用することができる。

【0078】

[性能・測定法]

(カール度・厚み)

巻き取られたセルロースアシレートフィルムの性能及びそれらの測定法は、特開2005-104148号公報の[1073]段落から[1087]段落に記載されており、これらの記載も本発明に適用することができる。

20

【0079】

[表面処理]

前記セルロースアシレートフィルムにおいては、少なくとも一方の面が表面処理されていることが好ましい。前記表面処理が真空グロー放電処理、大気圧プラズマ放電処理、紫外線照射処理、コロナ放電処理、火炎処理、酸処理またはアルカリ処理の少なくとも一種であることが好ましい。

30

【0080】

[機能層]

(帯電防止・硬化層・反射防止・易接着・防眩)

前記セルロースアシレートフィルムの少なくとも一方の面が下塗りされていてもよい。

【0081】

さらに、前記セルロースアシレートフィルムをベースフィルムとして、他の機能性層を付与した機能性材料として用いることが好ましい。前記機能性層としては、帯電防止層、硬化樹脂層、反射防止層、易接着層、防眩層および光学補償層のうち、少なくとも1層を設けることが好ましい。

40

【0082】

前記機能性層が、少なくとも一種の界面活性剤を0.1~1000mg/m²含有することが好ましく、少なくとも一種の滑り剤を0.1~1000mg/m²含有することが好ましい。また、前記機能性層が、少なくとも一種のマット剤を0.1~1000mg/m²含有することが好ましく、少なくとも一種の帯電防止剤を1~1000mg/m²含有することが好ましい。セルロースアシレートフィルムに、種々様々な機能、特性を実現するための表面処理機能性層の付与方法は、上記以外にも、特開2005-104148号公報の[0890]段落から[1072]段落に詳細な条件、方法も含めて記載されており、これらの記載も本発明に適用することができる。

【0083】

50

(用途)

前記セルロースアシレートフィルムは、特に偏光板保護フィルムとして有用である。セルロースアシレートフィルムを偏光子に貼り合わせた偏光板を、通常は、液晶層に2枚貼って液晶表示装置を作製する。ただし、液晶層と偏光板との配置は限定されるものではなく、公知の各種配置とすることができる。特開2005-104148号公報には、液晶表示装置として、TN型、STN型、VA型、OCB型、反射型、その他の例が詳しく記載されており、この方法も本発明に適用することができる。また、同出願には光学的異方性層を付与した、セルロースアシレートフィルムや、反射防止、防眩機能を付与したセルロースアシレートフィルムについての記載や、適度な光学性能を付与し二軸性セルロースアシレートフィルムとして光学補償フィルムとしての用途も記載されている。これは、偏光板保護フィルムと兼用して使用することもできる。これらの記載は、本発明にも適用することができる。特開2005-104148号公報の[1088]段落から[1265]段落に詳細が記載されている。

【0084】

また、本発明により、光学特性に優れるセルローストリアセレートフィルム(TACフィルム)を得ることができる。前記TACフィルムは、偏光板保護フィルムや写真感光材料のベースフィルムとして用いることができるとともに、テレビ用途の液晶表示装置の視野角依存性を改良するための光学補償フィルムとしても使用することができる。特に、偏光板の保護膜を兼ねる用途に効果的である。そのため、従来のTNモードだけでなくIPSモード、OCBモード、VAモードなどに用いられる。なお、前記偏光板保護膜用フィルムを用いて偏光板を構成してもよい。

【0085】

以下、実施例を示し、本発明を具体的に説明する。ただし、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、製造方法および製造条件などに関しては、実施例1においてのみ詳細に説明する。

【0086】

[実施例]

次に、本発明の実施例を説明する。フィルム製造に使用したポリマー溶液(ドープ)の調製に際しての配合を下記に示す。

【0087】

[組成]

セルローストリアセレート(置換度2.84、粘度平均重合度306、含水率0.2質量%、ジクロロメタン溶液中6質量%の粘度315 mPa·s、平均粒子径1.5 mmであって標準偏差0.5 mmである粉体)	100質量部	
ジクロロメタン(第1溶媒)	320質量部	
メタノール(第2溶媒)	83質量部	
1-ブタノール(第3溶媒)	3質量部	
可塑剤A(トリフェニルフォスフェート)	7.6質量部	
可塑剤B(ジフェニルフォスフェート)	3.8質量部	
UV剤a: 2(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール	0.7質量部	40
UV剤b: 2(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-tert-アミルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール	0.3質量部	
クエン酸エステル混合物(クエン酸、モノエチルエステル、ジエチルエステル、トリエチルエステル混合物)	0.006質量部	
微粒子(二酸化ケイ素(平均粒径15 nm)、モース硬度 約7)	0.05質量部	

【0088】

[セルローストリアセレート]

ここで使用したセルローストリアセレートは、残存酢酸量が0.1質量%以下であり、

C a含有率が58ppm、M g含有率が42ppm、F e含有率が0.5ppmであり、遊離酢酸40ppm、さらに硫酸イオンを15ppm含むものであった。また、6位のアシル置換度は0.91であり、全アセチル基中の32.5%が6位の水酸基が置換されたアセチル基であった。また、このT A Cをアセトンで抽出したアセトン抽出分は8質量%であり、その重量平均分子量/数平均分子量比は2.5であった。得られたT A Cのイエローインデックスは1.7であり、ヘイズは0.08、透明度は93.5%であり、D S Cにより測定したT g(ガラス転移温度)は160、結晶化発熱量は6.4J/gであった。なお、このT A Cは、綿から採取したセルロースを原料として合成されたものである。以下の説明において、これを綿原料T A Cと称する。

【0089】

図1に示すドープ製造ライン10を用いてドープ27を調製した。攪拌羽根を有する4000Lのステンレス製溶解タンク12で前記複数の溶媒を混合してよく攪拌し、混合溶媒とした。なお、溶媒の各原料としては、すべてその含水率が0.5質量%以下のものを使用した。次に、T A Cのフレーク状粉体をホッパ13から徐々に添加した。T A C粉末は、溶解タンク12に投入して、最初は5m/sの周速で攪拌するディゾルバータイプの偏心攪拌機(第2攪拌機)24および中心軸にアンカー翼を有する攪拌機(第1攪拌機)22を周速1m/sで攪拌する条件下で30分間分散した。分散開始時の温度は25であり、最終到達温度は48となった。

【0090】

さらに、あらかじめ調製しておいた添加剤溶液を、添加剤タンク14からバルブ19で送液量を調整しながら、全体が2000kgとなるように溶解タンク12に送り込んだ。添加剤溶液の分散を終了した後に、高速攪拌は停止した。そして、攪拌機22のアンカー翼の周速を0.5m/sとしてさらに100分間攪拌し、T A Cフレークを膨潤させて膨潤液25を得た。膨潤終了までは窒素ガスにより溶解タンク12内を0.12MPaになるように加圧した。このとき、溶解タンク12の内部は、酸素濃度が2vol%未満であり、防爆上で問題のない状態を保った。また、膨潤液25中の水分量は0.3質量%であった。

【0091】

膨潤液25を溶解タンク12からポンプ26を用いてジャケット付配管15に送液した。加熱装置15としてジャケット付き配管を用いて、膨潤液25を50まで加熱してから、さらに、2MPaの加圧下で90まで加熱して完全に溶解させた。このとき、加熱時間は15分であった。次に、この溶解液を温調機16により36まで温度を下げてから、公称孔径8 μ mのフィルタを有する第1濾過装置17を通過させてドープ(以下、濃縮前ドープと称する)を得た。第1濾過装置17における1次側圧力を1.5MPa、2次側圧力を1.2MPaとした。高温にさらされるフィルタや配管などは、ハステロイ(商品名)合金製でのものを使用した。

【0092】

この濃縮前ドープを、80で常圧としたフラッシュ装置30の内部でフラッシュ蒸発させてドープ27とした。また、蒸発した溶媒を凝縮器で回収した。フラッシュ後のドープ27の固形分濃度は、21.8質量%となった。凝縮された溶媒は回収装置32で回収してから、再生装置33で再生した後に溶媒タンク11に送液してドープ調製用溶媒として再利用した。回収装置32および再生装置33では、蒸留や脱水を行った。フラッシュ装置30のフラッシュタンクには、攪拌軸にアンカー翼を備えた攪拌機(図示しない)を設け、その攪拌機により周速0.5m/sでフラッシュされたドープを攪拌して脱泡を行った。このフラッシュタンク内のドープ27の温度は25であり、タンク内におけるドープ27の平均滞留時間は50分であった。なお、このドープ27を採取して25で測定した剪断粘度は、剪断速度10(秒⁻¹)で450Pa \cdot sであった。

【0093】

次に、弱い超音波をドープ27に照射して泡抜きを行ってから、ポンプ34を用いて1.5MPaに加圧した状態で、第2濾過装置31を通過した。第2濾過装置31では、最

10

20

30

40

50

初公称孔径 $10\ \mu\text{m}$ の焼結繊維金属フィルタを通過させてから、公称孔径 $10\ \mu\text{m}$ の焼結繊維フィルタを通過させた。このとき、それぞれの1次側圧力は $1.5\ \text{MPa}$ 、 $1.2\ \text{MPa}$ であり、2次側圧力は $1.0\ \text{MPa}$ 、 $0.8\ \text{MPa}$ であった。濾過後、温度を 36 に調整したドープ27を、 $2000\ \text{L}$ のステンレス製ストックタンク41に送液して貯留した。ストックタンク41の内部では、中心軸にアンカー翼を備えた攪拌機61により、周速 $0.3\ \text{m/s}$ で常時攪拌を行った。

【0094】

図2に示すフィルム製造ライン40を用いてフィルム82を製造した。ストックタンク41から、1次側を増圧する機能を有する高精度のギアポンプ(ポンプ)62を用いて、ドープ27を第3濾過装置42へ送った。このとき、1次側の圧力が $0.8\ \text{MPa}$ になるようにインバータモータによりギアポンプ62の上流側に対するフィードバック制御を行った。なお、ギアポンプ62は、容積効率 99.2% であり、吐出量の変動率が 0.5% 以下の性能を有するものを用いた。吐出圧力は $1.5\ \text{MPa}$ であった。ドープ27を第3濾過装置42に通過させた後で、ドープ27を流延ダイ43に送液した。

10

【0095】

流延ダイ43の吐出口から、幅が $1.8\ \text{m}$ であり、乾燥したフィルムの膜厚が $80\ \mu\text{m}$ となるように流量を調整しながら、かつドープ27の流延幅を $1700\ \text{mm}$ としてドープ27を流延した。また、流延ダイ43にジャケット(図示しない)を取り付けて、その内部に伝熱媒体を供給して、ドープ27の温度を 36 に調整した。製膜中、流延ダイ43とドープ27が通過する配管は、すべて 36 に保温した。なお、流延ダイ43は、コートハンガータイプのダイであり、厚み調整ボルトが $20\ \text{mm}$ ピッチに設けられており、ヒートボルトによる自動厚み調整機構を具備しているものを使用した。このヒートボルトは、あらかじめ設定したプログラムによりギアポンプ62の送液量に応じたプロファイルを設定することもでき、フィルム製造ライン40に設置した赤外線厚み計(図示しない)のプロファイルに基づいた調整プログラムによってフィードバック制御も可能な性能を有するものを用いた。端部 $20\ \text{mm}$ を除いたフィルムは、 $50\ \text{mm}$ 離れた任意の2点の厚み差は $1\ \mu\text{m}$ 以内であり、幅方向における厚みのばらつきが $3\ \mu\text{m/m}$ 以下であり、全体厚みが $\pm 1.5\%$ 以下になるように調整した。

20

【0096】

流延ダイ43の1次側に、減圧チャンバ68を設置した。この減圧チャンバ68の減圧度は、流延速度に応じながら、流延ビードの前後で $1\sim 5000\ \text{Pa}$ の圧力差が生じるように調整した。また、流延ビードの長さが $20\sim 50\ \text{mm}$ となるように流延ビードの両面側の圧力差を設定した。減圧チャンバ68は、流延部周囲のガスの凝縮温度よりも高い温度に設定できる機構を具備したものを用いた。流延ダイ43吐出口におけるビードの前面部および背面部には、ラビリンスパッキン(図示しない)を設け、その吐出口の両端には開口部を設けた。さらに、流延ダイ43には、流延ビードの両縁の乱れを調整するためのエッジ吸引装置(図示しない)を取り付けた。

30

【0097】

流延ダイ43の材質は、熱膨張率が $2\times 10^{-5}\ (\text{ }^{-1})$ 以下の析出硬化型のステンレス鋼を用いた。流延ダイ43の接液面の仕上げ精度は、表面粗さで $1\ \mu\text{m}$ 以下、真直度はいずれの方向にも $1\ \mu\text{m/m}$ 以下であり、スリットのクリアランスは $1.5\ \text{mm}$ に調整した。流延ダイ43のリップ先端には、溶射法によりWC(タングステンカーバイド)コーティングを行って硬化膜を設けた。また、接液面の角部分については、Rはスリット全巾に亘り $50\ \mu\text{m}$ 以下になるように加工されているものを用いた。

40

【0098】

流延ダイ43の吐出口には、流延するドープ27が局所的に乾燥固化することを防止するために、ドープ27を可溶化する溶媒として、ジクロロメタンが 86.5 質量部、アセトンが 13 質量部、1-ブタノールが 0.5 質量部を混合した混合溶媒Aを作製して、流延ビードの両側端部と吐出口との界面部に対し、それぞれ $0.5\ \text{ml/分}$ ずつ供給した。このとき、混合溶媒Aを供給するポンプの脈動率を 5% 以下とした。また、減圧チャンバ

50

68により、流延ビード背面側の圧力を前面部よりも150Pa低くした。減圧チャンバ68は、ジャケット(図示しない)が取り付けられたものを使用して、そのジャケット内に35に調整された伝熱媒体を供給して温度を調整した。なお、前記エッジ吸引装置は、1~100L/分の範囲となるようにエッジ吸引風量を調整することができるものであり、本実施例では、これを30~40L/分の範囲となるように調整した。

【0099】

風圧変動抑制手段(図示しない)を有した流延室64の内部に設置した流延バンド46上に、流延ダイ43からドープ27を流延した。流延バンド46は、幅2.1mで長さが70mであり、厚みが1.5mm、表面粗さが0.05 μ m以下になるように研磨したSUS316製のエンドレスバンドを使用した。流延バンド46の全体の厚みムラは0.5%以下であった。2個の回転ローラ44,45により流延バンド46を駆動させた。このとき、流延バンド46の搬送方向における張力は 1.5×10^5 N/m²とし、流延バンド46と回転ローラ44,45との相対速度差が0.01m/分以下であり、流延バンド46の速度変動を0.5%以下となるように調整した。また、流延バンド46の両端位置を検出して、1回転の幅方向の蛇行が1.5mm以下になるように制御した。流延ダイ43の直下におけるダイリップ先端と流延バンド46との上下方向の位置変動は200 μ m以下にした。

10

【0100】

回転ローラ44,45は、流延バンド46の温度調整を行うことができるように、内部に伝熱媒体を送液できるものを用いた。回転ローラ44には、乾燥のために40の伝熱媒体を流した。一方で、回転ローラ45には、5の伝熱媒体を流した。流延直前の流延バンド46中央部の表面温度は15であり、その両側端の温度差は6以下であった。なお、流延バンド46には、30 μ m以上のピンホールは皆無であり、10 μ m~30 μ mのピンホールは1個/m²以下、10 μ m未満のピンホールは2個/m²以下である表面欠陥のないエンドレスバンドを使用した。また、流延室64の温度は、温調設備65により35に保った。流延バンド46上の流延膜69に対して、最初に、流延膜69に対して平行に流れる乾燥風を送って乾燥した。この乾燥風からの流延膜69への総括伝熱係数は24 kcal/(m²・時・)であった。

20

【0101】

流延バンド46上部の上流側に送風機として送風ダクト70を配置し、135の乾燥風を送り出して流延膜69を乾燥した。また、流延バンド43上での乾燥雰囲気における酸素濃度を、空気を窒素ガスで置換することで5vol%に保持した。なお、流延室64の内部の溶媒は、凝縮器(コンデンサ)66の出口温度を-10に設定して凝縮回収した。

30

【0102】

流延膜69中の残留溶媒量が、50重量%になった時点で、流延バンド46から湿潤フィルム74として剥ぎ取ってからローラ75で支持した。また、剥取張力を 1×10^2 N/m²とし、剥取不良を抑制するために流延バンド46の速度に対して、剥取速度(剥取ローラドロー)は100.1~110%の範囲で調整した。剥ぎ取った湿潤フィルム74の表面温度は15であった。乾燥により発生した溶媒ガスは、-10に調整した凝縮器66で凝縮液化してから回収装置67で回収して、水分量が0.5%以下となるよう溶媒を除去した。この溶媒を除去した乾燥風は、再度加熱して乾燥風として再利用した。湿潤フィルム74を渡り部80のローラを介して搬送し、テナ47に送った。渡り部80では、湿潤フィルム74の長手方向に対して約30Nの張力を付与して搬送する間に、送風機81から40の乾燥風を湿潤フィルム74に送風して乾燥した。

40

【0103】

テナ47では、図3ないし図5に示す送風ヘッド110を用いて、ノズル115から乾燥風を湿潤フィルム74へ向けて吹き付けた。このとき、送風ヘッド110のノズル115に対して5本に1本の割合で、遮風板117をその中央部に取り付けした。遮風板117はノズル115のフィルム幅方向における長さL1の30%であり、ノズル115は長

50

さL1が2000mmであり、幅が5mmである。このときのノズル115からの乾燥風の風速Vは10m/sであった。湿潤フィルム74の両側縁部をテナクリップで把持した状態で、幅方向に延伸しながら搬送した。また、テナ47の内部を第1～第3の3つに区画して、各区画の乾燥風温度を140で一定とした。第1区画は入口から延伸開始位置までであり、第2区画は延伸開始位置から延伸終了位置までであり、第3区画は延伸終了後から出口までである。このとき、乾燥風のガス組成は-10における飽和ガス濃度とした。そして、テナ47の出口では、フィルム82の残留溶媒量が7質量%となるように乾燥した。

【0104】

テナ47の内部での延伸率は、クリップによる噛み込み開始位置から10mm以上離れた位置の任意の2点における各実質延伸率の差異が10%以下であり、20mm離れた任意の2点の延伸率の差は5%以下であった。また、テナ47の入口から出口までの長さに対する、クリップ挟持開始位置から挟持解除位置までの長さの割合は90%とした。テナ47内で蒸発した溶媒は、凝縮器(コンデンサ)を設け、その出口温度を-8に設定することで、-10の温度で凝縮液化して回収した。この凝縮溶媒は、含まれる水分量が0.5質量%以下になるように調整してから再使用した。そして、テナ47からフィルム82として送り出した。

【0105】

テナ47の出口から30秒以内に、耳切装置50としてNT型カッターを用いて、フィルム82の両側50mmの耳を切り離れた。このとき、切り離れた耳は、カッターブロー(図示しない)によりクラッシャ90に風送して平均80mm²程度のチップに粉碎し、このチップを再度ドープ調製用原料として利用した。なお、テナ47の空気を窒素ガスで置換して、乾燥雰囲気における酸素濃度を5vol%に保持した。また、後述する乾燥室51で高温乾燥させる前に、100の乾燥風が供給されている予備乾燥室(図示しない)でフィルム82を予備加熱した。

【0106】

フィルム82を乾燥室51で高温乾燥した。乾燥室51を4区画に分割して、上流側から120, 130, 130, 130の乾燥風を送風機(図示しない)から送り出した。フィルム82のローラ91による搬送張力を100N/mとして、最終的に残留溶媒量が0.3質量%になるまで約10分間乾燥した。このとき、ローラ91のラップ角度(フィルムの巻き掛け中心角)は、90度および180度とした(図2では誇張して示している)。ローラ91の材質は、アルミ製もしくは炭素鋼製であり、表面にはハードクロム鍍金を施した。また、ローラ91の表面形状はフラットなものとブラストによりマット化加工したものとを用いた。ローラ91の回転によるフィルム位置の振れは、全て50μm以下であった。

【0107】

乾燥風に含まれる溶媒ガスは、吸着回収装置92を用いて吸着回収除去した。ここに使用した吸着剤は活性炭であり、脱着は乾燥窒素を用いて行った。回収した溶媒は、水分量を0.3質量%以下に調整して、ドープ調製用溶媒として再利用した。乾燥風には、溶媒ガスの他、可塑剤、UV吸収剤、その他の高沸点物が含まれるので冷却除去する冷却器およびブレアドソーバでこれらを除去して再生循環使用した。そして、最終的に屋外排出ガス中のVOC(揮発性有機化合物)は10ppm以下となるよう、吸脱着条件を設定した。また、全蒸発溶媒のうち、凝縮法で回収する溶媒量は90質量%であり、残りのものの大部分は吸着回収により回収した。

【0108】

乾燥したフィルム82を第1調湿室(図示しない)に搬送した。乾燥室51と第1調湿室との間の渡り部には、110の乾燥風を送り出した。第1調湿室には、温度50、露点が20の空気を送り出した。さらに、フィルム82のカールの発生を抑制する第2調湿室(図示しない)にフィルム82を搬送した。第2調湿室では、フィルム82に直接90、湿度70%の空気を送り出した。

10

20

30

40

50

【0109】

調湿後のフィルム82は、冷却室52で30以下に冷却した後に、耳切装置（図示しない）で再度両端の耳切りを行った。また、強制除電装置（除電バー）93を設置して、搬送中のフィルム82の帯電圧を、常時 - 3 ~ + 3 kV の範囲となるようにした。さらに、フィルム82の両端にナーリング付与ローラ94でナーリングの付与を行った。ナーリングは、フィルム82の片側からエンボス加工を行うことで付与した。このとき、ナーリングを付与する幅は10mmであり、凹凸の高さがフィルム81の平均厚みよりも平均12 μ m高くなるようにナーリング付与ローラによる押し圧を設定した。

【0110】

最後に、フィルム82を巻取室53に搬送した。巻取室53は、室内温度28、湿度70%に保持した。巻取室53の内部には、イオン風除電装置（図示しない）を設置して、フィルム82の帯電圧が - 1.5 ~ + 1.5 kV となるようにした。このようにして得られたフィルム（厚さ80 μ m）82は、その幅が1475mmであり、巻取り全長は3940mであった。巻取ローラ95の径は169mmのものを用いた。巻き始めの張力は300N/mであり、巻き終わりの張力が200N/mとなるようにした。また、巻き取りの際の巻きズレの変動幅（オシレート幅と称することもある）を \pm 5mmとして、巻取ローラ95に対する巻きズレ周期を400mとした。巻取ローラ95に対するプレスローラ96の押し圧は、50N/mに設定した。巻き取り時のフィルム82の温度は25、含水量は1.4質量%、残留溶媒量は0.3質量%であった。

【0111】

[比較例]

実施例と同じドープ27および製造方法を用いてフィルム82を製造した。また、テナ47の送風装置101の遮風板117を取り付けなかった他は、実施例と同じ条件でフィルムを製造した。

【0112】

遮風板117を設けた実施例ではテナ47内におけるフィルム膜面温度が略均一になり、得られたフィルムのレタレーション分布（Re分布）の誤差は5%以内となって、評価はであった。また、膜厚均一性の誤差は \pm 1%以内であり、評価はであった。これに対して、比較例では、フィルム膜面温度が中央部で高くなる部分が発生し、この分だけレタレーション分布の誤差は10%以内となり、評価はであった。また、膜厚の均一性の誤差も \pm 5%以内となって評価はである。

【0113】

【表1】

	遮風板	Re分布	膜厚均一性 (最大高さあらし)
実施例	有り	◎(5%以内)	◎(±1%以内)
比較例	無し	△(10%以内)	△(±5%以内)

【0114】

以上の実施例及び比較例の結果より、送風ヘッド110のノズル115に対して、複数本に1本の割合でその中央部にフィルム幅方向における長さL1の30%を塞ぐ遮風板117を取り付けることで、フィルムの乾燥ムラが抑えられることが分かる。

【図面の簡単な説明】

【0115】

【図1】本発明でのドープ製造ラインの概略図である。

【図2】本発明のフィルム製造ラインの概略図である。

【図3】送風ヘッドについては断面図で示す、テナの概略を示す平面図である。

【図4】送風装置の概略を示す側方からの断面図である。

10

20

30

40

50

【図5】送風ヘッドの概略を示す外觀斜視図である。

【符号の説明】

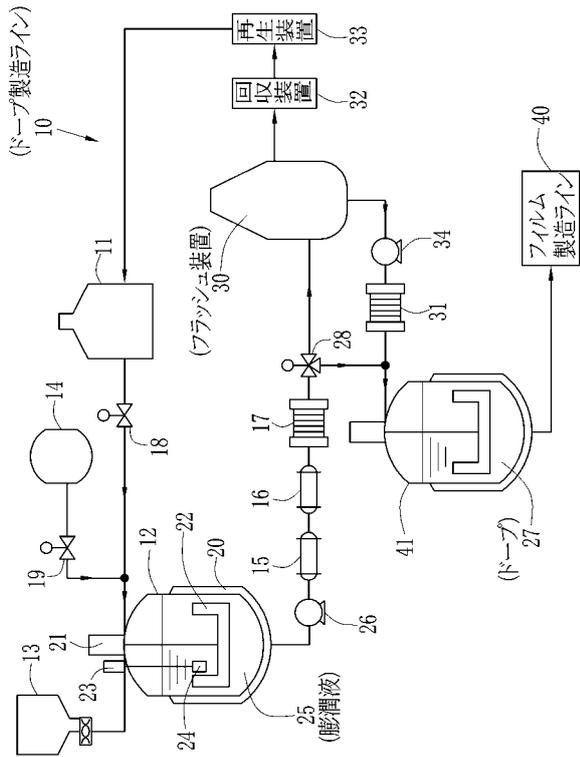
【0116】

- 10 ドープ製造ライン
- 27 ドープ
- 40 フィルム製造ライン
- 47 テンタ
- 74 湿潤フィルム
- 100 テンタ本体
- 101 送風装置
- 110 送風ヘッド
- 111 送風ダクト
- 112 循環ダクト
- 113 送風ファン
- 114 温調機
- 115 ノズル
- 116 整風板
- 117 遮風板
- 118 排気ダクト
- 119 テンタ室
- 120 乾燥風送風部

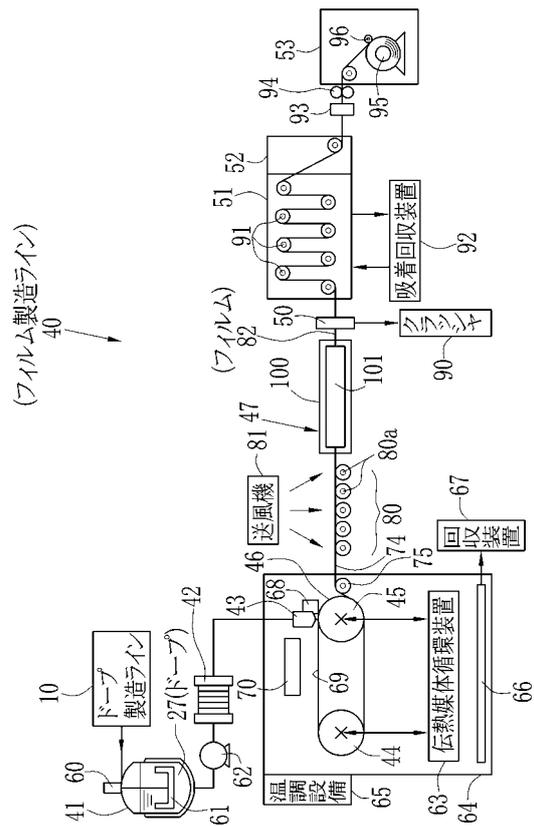
10

20

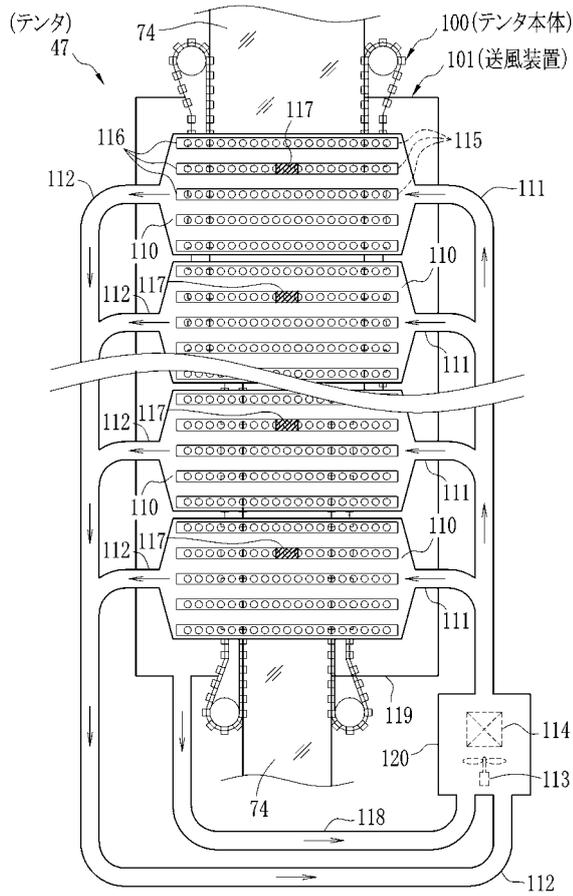
【図1】



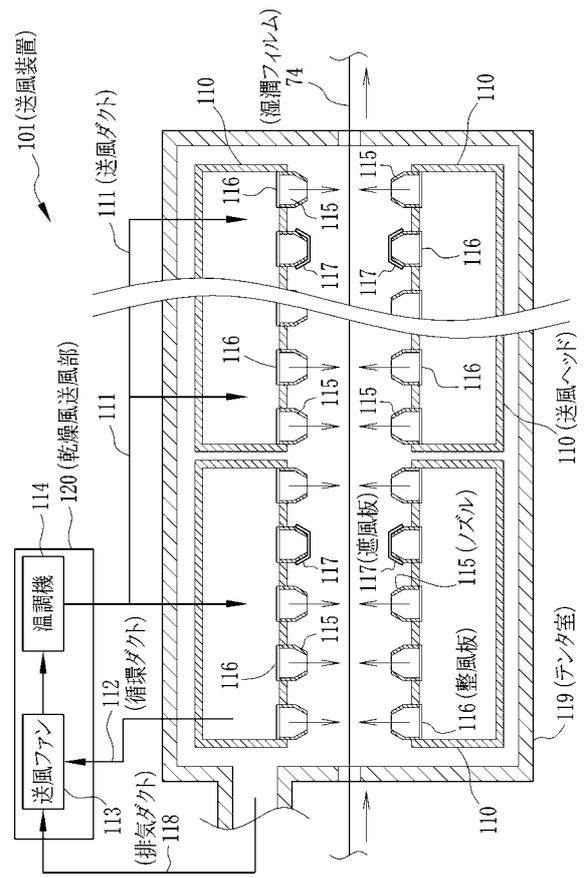
【図2】



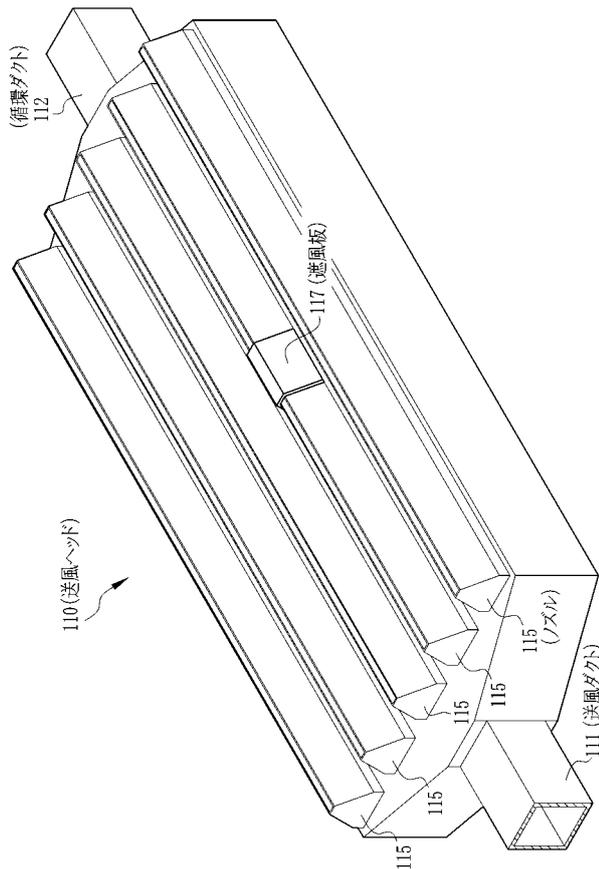
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード(参考)
B 2 9 K	1/00	(2006.01)	B 2 9 K	1:00		
B 2 9 L	7/00	(2006.01)	B 2 9 L	7:00		

Fターム(参考) 4F205 AA01 AC05 AG01 AH73 AR06 AR12 GA07 GB02 GC02 GC07
GF24 GN21 GN24 GW26
4F210 AC05 AG01 AR06 AR12 AR20 QA02 QC03 QD02 QD13 QD19
QD25 QD32 QG01 QG18