

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4279096号
(P4279096)

(45) 発行日 平成21年6月17日(2009.6.17)

(24) 登録日 平成21年3月19日(2009.3.19)

| | | |
|--------------------|-----------|-------------|
| (51) Int.Cl. | | F I |
| B29C 41/24 | (2006.01) | B29C 41/24 |
| B29C 41/34 | (2006.01) | B29C 41/34 |
| G02B 5/30 | (2006.01) | G02B 5/30 |
| G02F 1/1335 | (2006.01) | G02F 1/1335 |
| B29K 1/00 | (2006.01) | B29K 1:00 |

請求項の数 4 (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-320272 (P2003-320272)
 (22) 出願日 平成15年9月11日(2003.9.11)
 (65) 公開番号 特開2005-81830 (P2005-81830A)
 (43) 公開日 平成17年3月31日(2005.3.31)
 審査請求日 平成18年4月24日(2006.4.24)

(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
 (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 中村 敏和
 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

審査官 川端 康之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 流延樹脂膜製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

送液路を介して樹脂溶液を連続的に流延ダイに送り込み、流延ダイのダイリップから支持体の上に樹脂溶液を押し出して流延樹脂膜を形成する流延樹脂膜製造装置において、

前記送液路は、その内径が40mm以上150mm以下であり、前記流延ダイに接続され、曲率半径が50mm以上400mm以下の曲管部と、この曲管部に接続され、水平面とのなす角度が0°以上20°以下の直管部とを有し、前記曲管部に、エアーを抜いてエアー溜まりの発生を防止するエアー抜きバルブを設けるとともに、前記樹脂溶液としてセルロースエステル溶液を用いることを特徴とする流延樹脂膜製造装置。

【請求項2】

前記エアー抜きバルブは、送液開始時には開放され、樹脂溶液が出てきたらある程度閉められ、エアーが完全に出なくなったら全閉されることを特徴とする請求項1記載の流延樹脂膜製造装置。

【請求項3】

前記曲管部又は直管部に、前記エアー溜まりを監視する気泡センサを設けたことを特徴とする請求項1または2記載の流延樹脂膜製造装置。

【請求項4】

前記流延樹脂膜は、多層流延膜であることを特徴とする請求項1ないし3いずれか1項記載の流延樹脂膜製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、光学用途に最適な流延樹脂膜を製造する流延樹脂膜製造装置に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、光学用途に用いられる透明プラスチックフィルム（樹脂フィルム）、特に液晶ディスプレイに用いられる偏光板の高品質な保護フィルムに対する需要が増大している。このようなプラスチックフィルムを製造するには、溶液製膜法を用いた装置が適している。

【0003】

溶液製膜法は、原料フレークを溶剤にて溶解し、これに必要なに応じて可塑剤、紫外線吸収剤、劣化防止剤、滑り剤、剥離促進剤等の各種の添加剤を加えた溶液（ドープと称する）を、水平式のエンドレスの金属ベルトまたは回転するドラムからなる支持体の上に、ドープ供給手段（ダイと称する）により流延した後、支持体上である程度乾燥して剛性が付与された自己支持性フィルムを支持体から剥離し、次いで各種の搬送手段により乾燥部を通過させて溶剤を除去することからなる方法である。

【0004】

一方、プラスチックフィルムの工業的生産を発展させるためには、その生産性を高めることが重要であり、そのために製造工程の可能な限りの自動化が必要である。また、特に溶液製膜法によるプラスチックフィルムの製造方法の実施に際しては、環境衛生上好ましくない有機溶剤を外部に排出しないようにするためにも、流延装置自動化の必要性が高い（例えば特許文献1）。

【0005】

ところが、溶液製膜法によるプラスチックフィルム（樹脂フィルム）の製造工程においては、作業開始時に最初に樹脂溶液（ドープ）を流延ダイに給液する際に、ドープ流の先頭に空気が溜まり（エアー溜まり）、気泡が形成されがちであり、そのまま流延膜形成用支持体上に吐出させて流延すると、樹脂溶液がはじけ飛んでダイリップに付着し、これが原因となって、製品にスジが入るといったトラブルが発生することがある。

【0006】

そこで、本出願人は、流延ダイの給液口近くに流延ダイへの流路以外に、切り換え手段によって切り換え可能な別の流路（ドープ液の抜き取り路）を設けることにより、開始直後のエアーを含むドープをこの別の流路に流してエアーを押し出した後に、流路を切り替えてエアーを含まないドープをダイへの流路に給液する装置を発明し、この出願を行った（特許文献2）。

【0007】

【特許文献1】特開平8 - 244053号公報

【特許文献2】特開2000 - 317961号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

上記特許文献2記載の装置では、給液用の管内に溜まった空気（エアー溜まり）が完全には抜けきらず、製膜開始の自動化を実現することが困難であることが分かった。

【0009】

本発明は、エアー溜まりによる樹脂溶液への気泡混入を防止する流延樹脂膜製造装置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】

【0010】

上記目的を達成するために、本発明の流延樹脂膜製造装置は、送液路を介して樹脂溶液を連続的に流延ダイに送り込み、流延ダイのダイリップから支持体の上に樹脂溶液を押し出して流延樹脂膜を形成する流延樹脂膜製造装置において、前記送液路は、その内径が40mm以上150mm以下であり、前記流延ダイに接続され、曲率半径が50mm以上4

10

20

30

40

50

00 mm以下の曲管部と、この曲管部に接続され、水平面とのなす角度が0°以上20°以下の直管部とを有し、前記曲管部に、エアーを抜いてエアー溜まりの発生を防止するエアー抜きバルブを設けるとともに、前記樹脂溶液としてセルロースエステル溶液を用いることを特徴とする。

【0011】

前記エアー抜きバルブは、送液開始時には開放され、樹脂溶液が出てきたらある程度閉められ、エアーが完全に出なくなったら全閉されることが好ましい。また、前記曲管部又は直管部に、前記エアー溜まりを監視する気泡センサを設けたことが好ましい。また、前記流延樹脂膜は、多層流延膜であることが好ましい。

【発明の効果】

【0012】

本発明の流延樹脂膜製造装置は、樹脂溶液を流延ダイに送り込む送液路を、内径が40 mm以上150 mm以下であり、曲率半径が50 mm以上400 mm以下の曲管部と、水平面とのなす角度が0°以上20°以下の直管部とから構成し、曲管部にエアー抜きバルブを設け、樹脂溶液としてセルロースエステル溶液を用いたので、気泡が抜けやすくなってエアー溜まりが発生しにくくなるから、エアー溜まりによる樹脂溶液への気泡混入を防止できる。この結果、樹脂溶液がはじけ飛んでダイリップに付着することを原因とする製品にスジが入るといったトラブルの発生を未然に防止できる。

【0014】

また、曲管部又は直管部に気泡センサを設けたので、管内に発生するエアー溜まりを監視してエアー抜きバルブを制御すれば、製膜開始の自動化を容易に実現できる。この結果、樹脂フィルムの生産性を飛躍的に向上できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明において製造対象となる流延樹脂膜や樹脂フィルムの製造に用いる原料樹脂の例としては、セルロースの低級脂肪酸エステル、ポリオレフィン類（例、ノルボルネン系ポリマー）、ポリアミド類（例、芳香族ポリアミド）、ポリスルホン類、ポリエーテル類（ポリエーテルスルホン類やポリエーテルケトン類を含む）、ポリスチレン類、ポリカーボネート類、ポリアクリル酸類、ポリアクリルアミド類、ポリメタクリル酸類（例、ポリメチルメタクリレート）、ポリメタクリルアミド類、ポリビニルアルコール類、ポリウレア類、ポリエステル類、ポリウレタン類、ポリイミド類、ポリビニルアセテート類、ポリビニルアセタール類（例、ポリビニルホルマール、ポリビニルブチラール）、及びタンパク質（例、ゼラチン）を挙げることができる。これらのうちで、光学用途フィルムの原料として好ましいのはセルロースの低級脂肪酸エステルであり、特に好ましいのはセルローストリアセテートである。

【0017】

原料樹脂を適当な有機溶媒に溶解して二種類以上の樹脂溶液（以下ドープともいう）を調製する。有機溶媒の例としては、ハロゲン化炭化水素類（ジクロロメタン等）、アルコール類（メタノール、エタノール、ブタノール等）、エステル類（蟻酸メチル、酢酸メチル等）、エーテル類（ジオキサン、ジオキソラン、ジエチルエーテル等）を挙げることができる。セルロースエステルの溶液には、トリフェニルフォスフェート、ジエチルフタレート、ポリエステルポリウレタンエラストマー等の公知の各種の可塑剤、あるいは必要に応じて、更に、紫外線吸収剤、劣化防止剤、滑り剤、剥離促進剤など公知の各種の添加剤を添加してもよい。

【0018】

ドープの調製は、周知の方法により、原料樹脂等を溶媒に混合溶解してもよいし、あるいは冷却溶解法により原料樹脂等を溶媒で膨潤させた後この膨潤混合物を-10以下に冷却し、次いで0以上に加温して溶解してもよい。ドープの粘度は通常は、30~3000 P（ポアズ、35での測定値）の範囲にあり、かつドープの送液路への給送開始時の送液路内平均流速が1~30 m/分の範囲にあることが望ましい。ドープを図1に示す

10

20

30

40

50

流延膜製造装置 10 を用いて流延する。

【0019】

図 1 において、本発明の流延樹脂膜製造装置 10 は、フィードブロック型樹脂溶液合流装置（以下フィードブロックという）11 を備えた共流延ダイ 12 と、この共流延ダイ 12 のダイリップ 13 の下側を連続的に移動しながら、ダイリップ 13 から吐出される多層流延膜 14 を支持する支持体としての流延ベルト 15 とから構成されている。この流延ベルト 15 は、ローラ 17, 18 に掛け渡された金属製、例えばステンレス製の無端ベルトであり、ローラ 17 の駆動回転によりローラ 17, 18 の間でエンドレスに回転する。

【0020】

流延ベルト 15 上で、徐々に多層流延膜 14 の溶媒が揮発して、自己支持性を有するフィルム 20 になる。フィルム 20 は、剥ぎ取りローラ 21 により流延ベルト 15 から剥ぎ取られ、乾燥装置に送られ、乾燥した後に巻き取り機により巻き取られる。なお、多層流延膜 14 を乾燥する手段としては公知のいずれのものを用いることができる。

10

【0021】

フィードブロック 11 は、周知のように、中央にコアの中間層となるドープを通す流路を設け、その両側に表側の表面層と裏側の裏面層とを形成するドープを通し、かつ後者の二つの溶液流が前者の溶液流の両面に合流する構造になっている。

【0022】

図 2 に示すように、フィードブロック 11 には、表面層形成用、中間層形成用、裏面層形成用の各ドープをフィードブロック 11 に送る送液路としてのパイプ 25 ~ 27 が接続されている。中間層形成用のドープ 28 を送る中間層用のパイプ 26 は、フィードブロック 11 に接続された曲管部 31 と、この曲管部 31 と三方弁 33 との間に接続された直管部 32 とを有する。

20

【0023】

曲管部 31 は、曲率半径 R が 50 mm 以上 400 mm 以下であり、より好ましくは 50 mm 以上 200 mm 以下である。また、曲管部 31 には、3 個のエア抜きバルブ 35 ~ 37 を設けてある。また、直管部 32 は、水平面となす角度 θ が 0° 以上 20° 以下にしてある。また、直管部 32 の長さは約 0.5 ~ 3 m 程度であるが、自由に設定できる。曲管部 31 の曲率半径 R と直管部 32 の角度 θ とをそれぞれ上記の範囲とすることにより、パイプ 26 内におけるエア溜まり 38 の発生を防止できる。

30

【0024】

なお、前記三方弁 33 には、前記直管部 32 の他、ドープ供給元からドープ 28 を送液するパイプ 41 と、流延樹脂膜製造装置 10 の稼働を中断する場合などにパイプ 41 から送液されたドープ 28 を直管部 32 に送らずにドープ供給元に戻すパイプ 42 とが接続されている。また、直管部 32 は、途中が柔軟性を有するフレキホースであったり、曲管部が一部にあってもよい。

【0025】

このように構成された流延樹脂膜製造装置 10 では、送液開始時にはエア抜きバルブ 35 ~ 37 を開放し、ドープ 28 が出てきたらエア抜きバルブ 35 ~ 37 をある程度閉め、エアが完全に出なくなったらエア抜きバルブ 35 ~ 37 を全閉する。これにより、フィードブロック 11 内にエア溜まり 38 が入る前に、これをパイプ 26 から完全に抜くことができるから、ダイリップ 13 から吐出される多層流延膜 14 に気泡が混入することが未然に防止される。この結果、多層流延膜 14 がはじけ飛んでダイリップ 13 に付着し、これが原因となって、フィルム 20 にスジが入るといったトラブルが防止される。

40

【0026】

なお、曲管部 31 のエア抜きバルブ 35 ~ 37 の各近傍に例えば赤外線透過または反射を利用した気泡センサを設置し、エア抜きバルブ 35 ~ 37 の開閉を自動制御すれば、製膜開始の自動化ができる。また、直管部 32 の一部にエア抜きバルブを設けてもよい。

【0027】

50

上記実施形態では、エア抜キバルブを3個としたが、エア抜キバルブと曲管部との間にドープが滞留して、故障の原因になる可能性があるため、エア抜キバルブの数は、これ以上に多くしない方が好ましい。また、エア抜キバルブは、ドープが滞留する部分が少ないバルブ構造であることが望ましい。

【0028】

また、流延ベルトは、多層フィルムの製造工程で多層流延膜の支持体として機能するのであれば、冷却ドラムなどの回転ドラムその他公知のいずれをも用いることができる。また、ドープを連続的に合流させるために用いるドープ合流手段は、フィードブロック型のものであれば種類は問わない。また、共流延ダイの内部の形状はコートハンガーダイ、Tダイなど任意の形状であってよい。

10

【0029】

また、上記実施形態は、3層の溶液流を作り出す共流延ダイに適用した例であったが、本発明はこれに限定されることなく、単層の流延ダイにも適用できる。

【0030】

本発明の流延樹脂膜製造装置によって製造されるフィルム20の厚さは、フィルムの原料や用途などによっても異なるが、30~200 μ mであることが好ましい。得られたフィルムは、偏光板保護膜である偏光板保護フィルムやフィルムベース等の写真用支持体として用いることができる。前記偏光板保護フィルムをポリビニルアルコールなどから形成された偏光膜の両面に貼付することで偏光板を形成することができる。さらに、このフィルム上に光学補償シートを貼付した光学補償フィルム、防眩層をフィルム上に積層させた反射防止膜などの光機能性膜として用いることもできる。これら製品からは、液晶表示装置の一部を構成することもできる。

20

【0031】

なお、製膜開始時の想定厚みを t としたとき、樹脂溶液がダイから吐出する直前までは想定厚み t を達成する以上の流量で流し、吐出するときまでに想定厚み t を達成する流量まで減じて、吐出時に想定厚み t を達成する流量で流すことが望ましい。この方法によれば、単層流延であっても効果を発揮するが、共流延でフィードブロックを使用する場合に特に効果を発揮する。また、想定厚み t より吐出時の流量が少なくなることがあると、エアがらみを抑止する効果が少なくなる。想定厚み t より吐出時の流量が大きくなると樹脂膜を支持体から剥ぎ取るときに剥げ残りを生じ、支持体を汚してしまう。なお、支持体はエンドレスベルトであってもドラムであってもよい。

30

【0032】

また、想定厚み t の設定が小さすぎると樹脂溶液の最初の吐出時にすだれ状になり望ましくない。想定厚み t の設定が大きすぎると、やはり剥げ残りを生じやすくなる。また、想定厚み t は乾燥後厚みに換算して80~400 μ mの範囲であることが望ましい。このときのダイリップのクリアランスは0.5~3mmであることが一般的である。ダイリップ先端と支持体とのクリアランスは1~20mmであればよく、製膜開始後、このクリアランスを必要な距離に狭めると、リップ先端を汚しにくくてよい。

【0033】

また、流量の制御については、図2に示す三方弁33からフィードブロック11までの配管容量と上記流量によって時間を計算して適切なタイミングで行う。吐出の10~2秒前くらいで流量ダウンするとよいが、これに限定されるものではない。

40

【0034】

また、ドープ吐出の前は支持体を剥ぎ取りやすい適切な温度に設定したり、乾燥風を吐出部付近を乱さないレベルで供給することが望ましい。例えば、冷却ゲル化させる流延方式をとる場合は-5~15 望ましくは0~10 に支持体表面温度を設定すると、剥げ残りも少なくかつ支持体にフィルムが密着するので、製膜開始時の手順として好適である。また、溶液を十分乾燥させてから剥ぎ取る流延方式をとる場合は、10~30 望ましくは15~25 に支持体表面温度を設定すると好適となる。なお、このような支持体の温度範囲は、ドープとしてトリアセチルセルロースの塩化メチレン溶液を用いることを前

50

提としたものであるから、他の溶液を用いる場合には、実験により、上記のような温度範囲を決定する。

【0035】

また、乾燥風量は一般に製品を作る量の20～80%、望ましくは30～70%の風量まで減らすことで、吐出部付近の軟膜を乱すことがなくてよい。また、乾燥風を供給するタイミングは樹脂溶液が吐出される数時間前から供給してもよいし、吐出後に供給してもよい。また、乾燥温度は製品を作る条件より下げるのが一般的であり、例えば40なら20～30、120なら40～80程度、140なら50～90程度だが、これに限らなくてもよい。

【0036】

以下に実施例1～7及び比較例1～3を挙げるが、本発明はこれらに限定されるものではない。また、実施例1～7及び比較例1～3についてのテストは、他のパイプ25、27についても同様であるから、中間層用のパイプ26についてのみ行う。

【実施例】

【0037】

流延樹脂膜製造装置10のパイプ26を透明樹脂で作製し、パイプ26で発生するエア一溜まり38の様子を目視にて観察できるようにした。パイプ26の内径は、40～150mm、より好ましくは50～90mmの範囲とし、本実施例及び比較例では55mmとした。また、ドープ28の溶液密度を1300kg/m³(立法平方メートル)とし、またドープ28の粘度を130Pa・sとした。結果については、下記の表1に示す。

【0038】

【表1】

| | 直管傾き(°) | 曲管曲率半径(mm) | バルブ開～ドープ吐出時間(sec) | 流量(L/s) | 流速(m/s) | レイノルズ数 | 結果 |
|------|---------|------------|-------------------|---------|---------|--------|--------------------------------|
| 実施例1 | 0 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例2 | 5 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例3 | 10 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例4 | 15 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例5 | 20 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例6 | 15 | 200 | 144 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(エア一溜まりは全くなし) |
| 実施例7 | 15 | 400 | 159 | 3 | 1.3 | 0.012 | OK(曲管部の外側垂直部でわずかにエアが残ったがすぐ消える) |
| 比較例1 | 25 | 50 | 136 | 3 | 1.3 | 0.012 | NG(直管部出口はOKだが曲管部の外側垂直部でエアあり) |
| 比較例2 | 25 | 50 | 205 | 2 | 0.8 | 0.008 | NG(直管部出口でエアあり) |
| 比較例3 | 5 | 50 | 205 | 2 | 0.8 | 0.008 | NG(直管部出口はOKだが曲管部にエアあり) |

【0039】

この表1から明らかなように、ドープ28の流速が1.3m/sならば、直管部32の角度が5°～15°の場合に、直管部32でエア一溜まり38の発生がない。また、曲管部31の曲率半径Rが大きくなるにつれて、半径方向外側の垂直(立ち下がり)部でエアが残る傾向が出てくる。また、曲率半径Rが50～200mmであれば問題なく、4

10

20

30

40

50

00 mmが限度であることが分かった。

【産業上の利用可能性】

【0040】

本発明は、流延樹脂膜製造装置、偏光板保護フィルム及び偏光板に適用される他に、液晶ディスプレイの製造に利用される。

【図面の簡単な説明】

【0041】

【図1】本発明の流延樹脂膜製造装置の一例を概略的に示す斜視図である。

【図2】本発明に係るパイプの構成を示す説明図である。

【符号の説明】

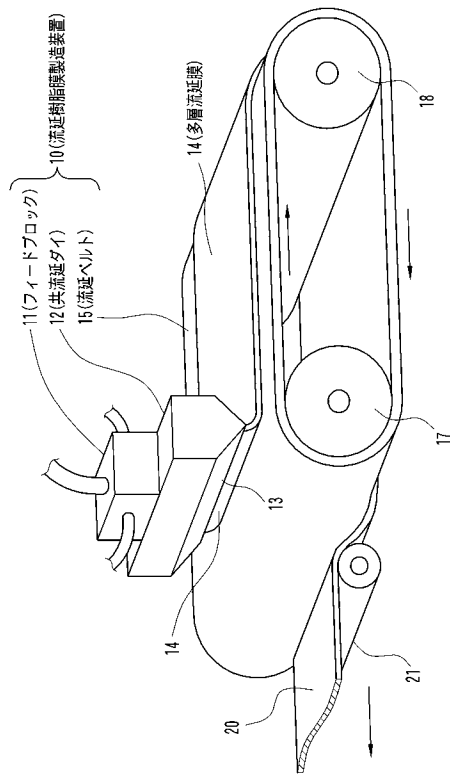
【0042】

- 10 流延樹脂膜製造装置
- 11 フィードブロック
- 12 共流延ダイ
- 14 多層流延膜
- 15 流延ベルト
- 20 フィルム
- 25 ~ 27, 41, 42 パイプ
- 28 ドープ
- 31 曲管部
- 32 直管部
- 35 ~ 37 エアー抜きバルブ
- 38 エアー溜まり

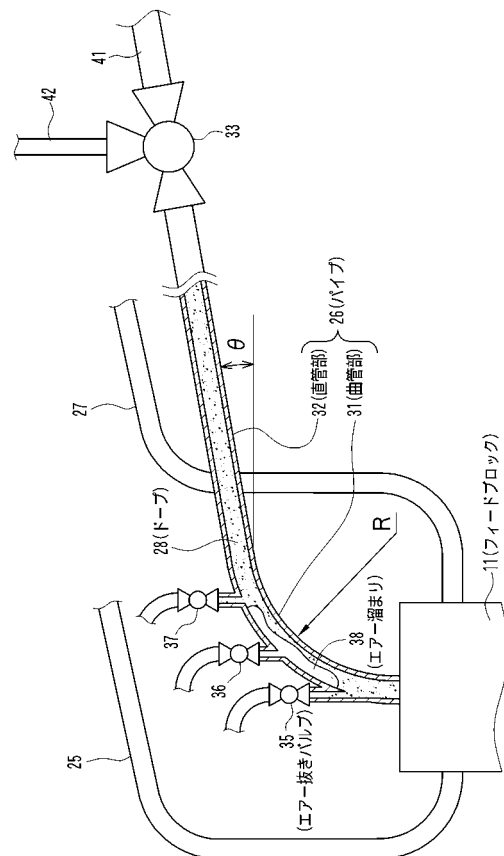
10

20

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 2 9 L 7/00 (2006.01) B 2 9 L 7:00

(56)参考文献 特開2000-317961(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B 2 9 C 4 1 / 0 0 - 4 1 / 5 2