(19) **日本国特許庁(JP)**

(12) 特 許 公 報(B2)

(11)特許番号

特許第4316167号 (P4316167)

(45) 発行日 平成21年8月19日 (2009.8.19)

(24) 登録日 平成21年5月29日(2009.5.29)

(51) Int.Cl.			FΙ					
G02B	5/02	(2006.01)	GO2B	5/02	В			
B32B	7/02	(2006.01)	B32B	7/02	103			
G02B	1/11	(2006.01)	GO2B	1/10	A			
GO2B	<i>5/3</i> 0	(2006.01)	GO2B	5/30				
G02F	1/1335	(2006.01)	GO2F	1/1335	500			
						請求項の数 6	(全 29 頁)	
(21) 出願番号 特願2001-234971 (P2001-234971) (22) 出願日 平成13年8月2日 (2001.8.2)					(73) 特許権者 306037311 富士フイルム株式会社			
(65) 公開番号		- 成13年6万2日(寺開2003-43218(`			5.你我去位 西麻布2丁目26首	乗り 〇 号	
(43) 公開日		² 成15年2月13日	` ′ ′	 (74) 代理 <i> </i>		9/M*1112 1 1 2 0 E	# 3 G · 7	
審査請求		² 成18年1月18日	' '	() ()	弁理士 柳	Ⅱ 泰男		
				(72) 発明者	針 伊藤 洋士			
				神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写				
					真フイルム	朱式会社内		
				審査官	宮 杉山 輝和			

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】液晶表示装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

透光性樹脂中に透光性微粒子を含む光拡散層を有する光拡散フイルムであって、透光性微粒子の屈折率と透光性樹脂の屈折率との差が 0 . 0 2 以上 0 . 1 5 以下であり、透光性微粒子が少なくとも二つのピークを有する粒径分布を有し、透光性微粒子の粒径分布の一つのピークが 0 . 5 乃至 2 . 0 µmの範囲にあり、もう一つのピークが 2 . 5 乃至 5 . 0 µmの範囲にあり、そして、ヘイズ値が 4 0 %以上である光拡散フイルムと、偏光子と、液晶性化合物からなる光学異方性層とを積層してなる偏光板が、偏光板の光学異方性層側が液晶セル側となるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置。

【請求項2】

TNモードの液晶セルを有する請求項1に記載の液晶表示装置。

【請求項3】

上記透光性微粒子が、スチレンビーズまたは架橋スチレンビーズからなる請求項 1 に記載の液晶表示装置。

【請求項4】

上記光拡散フイルムの上に、屈折率1.35乃至1.45の低屈折率層が設けられている請求項1に記載の液晶表示装置。

【請求項5】

低屈折率層が熱または電離放射線により架橋する含フッ素化合物および無機微粒子を含 有する組成物の硬化物からなる請求項4に記載の液晶表示装置。

【請求項6】

液晶性化合物がディスコティック化合物である請求項1に記載の液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】

[00001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、コンピュータ、ワードプロセッサ、テレビジョン等の画像表示に用いる液晶表示装置に関し、詳しくは視角特性の向上を図る光拡散フイルム、それを用いた偏光板、及び液晶表示装置とに関する。

[00002]

【従来の技術】

一般に液晶表示装置は、偏光板と液晶セルから構成されている。

現在主流であるTNモードTFT液晶表示装置においては、特開平8-50206号公報、特開平7-191217号公報、および欧州特許0911656A2号明細書に記載のように、光学補償フイルムを偏光板と液晶セルの間に挿入することにより、表示品位の高い液晶表示装置が実現されている。ところが、上記液晶表示装置はパネルの下方向の階調反転が生じるという問題があった。

[0003]

この問題に対しては、特許第2822983号、特開2001-33783号、および特開2001-56461号の各公報に記載のように、光拡散手段を視認側表面に設けることで著しく表示品位が改善されている。ところが具体的手段として記載の方法は高度に制御されたレンズ構造、あるいは回折構造を有する光拡散手段が必要であり、高価、かつ大量生産が非常に困難であった。

[0004]

安価、かつ大量生産可能な光拡散フイルムに関しては、例えば特開平6-18706号公報、および特開平10-20103号公報等に開示されているように、透明基材フイルムの表面に、二酸化ケイ素(シリカ)等のフィラーを含む樹脂を塗工して形成したもの、特開平11-1605号公報、特開平11-305010号公報、特開平11-326608号公報、特開2000-12180611号公報、および特開2000-338310号公報が挙げられる。これらの明細書に記載の光拡散フイルムを用いても、表示品位の向上は微々たるものであった。

本発明者の鋭意研究の結果、光拡散フイルムのヘイズ値、特に透過光の拡散に寄与が大きい内部散乱ヘイズと視野角改良効果に相関にあることを突き止めた。すなわち、バックライトから出射された光が視認側の偏光板表面に設置された光拡散フイルムで拡散されれば、されるほど視野角特性が良くなるのである。しかし、あまり拡散されすぎると、後方散乱が大きくなって正面輝度が減少する、あるいは散乱が大きすぎて画像鮮明性が劣化するなどの問題が生じる。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、光散乱層を用いて液晶表示装置、特に液晶性化合物からなる光学異方性層により広視野角化された液晶表示装置の表示品位(特に下方向視野角)を更に拡大する 光拡散フイルムを提供することにある。

また、本発明の目的は、液晶パネルの厚みを厚くすることなく、視野角(特に下方向視野角)が拡大し、そして視角変化による、コントラスト低下、階調または黒白反転、および色相変化等がほとんど発生することのなく、さらに耐久性が向上した偏光板、およびそれを用いた液晶表示装置を提供することにある。

[0006]

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、下記(1)~(6)の液晶表示装置により達成された。

(1)透光性樹脂中に透光性微粒子を含む光拡散層を有する光拡散フイルムであって、 透光性微粒子の屈折率と透光性樹脂の屈折率との差が0.02以上0.15以下であり、 10

20

30

40

10

20

30

40

50

透光性微粒子が少なくとも二つのピークを有する粒径分布を有し、<u>透光性微粒子の粒径分布の一つのピークが0.5乃至2.0μmの範囲にあり、もう一つのピークが2.5乃至5.0μmの範囲にあり、</u>そして、ヘイズ値が40%以上であ<u>る光</u>拡散フイルム<u>と、偏光子と、液晶性化合物からなる光学異方性層とを積層してなる偏光板が、偏光板の光学異方性層</u>側が液晶セル側となるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置。

- (2) TNモードの液晶セルを有する(1)に記載の液晶表示装置。
- (3)上記透光性微粒子が、スチレンビーズまたは架橋スチレンビーズからなる(1) に記載の液晶表示装置。

[0007]

<u>(4)上記</u>光拡散フイルムの上に、屈折率1.35乃至1.45の低屈折率層が設けられている(1)に記載の液晶表示装置。

<u>(5)</u>低屈折率層が熱または電離放射線により架橋する含フッ素化合物および無機微粒子を含有する組成物の硬化物からなる(4)に記載の液晶表示装置。

[0008]

<u>(6)</u>液晶性化合物がディスコティック化合物である<u>(1)に記載の液晶表示装置。</u>

[0009]

なお、本明細書において、粒径分布のピークとは、微粒子を粒子径(0.1 μ m 単位)で分類し、横軸を粒径、縦軸を粒子数として得られる分布線における極大を意味する。

[0010]

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態の例を図面を参照して詳細に説明する。

本発明の光拡散フイルム10は、図1に示されるように、透明基材フイルム20と、透光性樹脂31中に、例えば、第1の透光性微粒子41及び第2の透光性微粒子42とを含む 光拡散層30とを積層してなる。ここでは2種類の(屈折率が異なり)二つの粒径分布線 のピークを有する透光性微粒子にて説明を行なうが、同じ種類で(屈折率が同じで)二つ の粒径分布線のピークを有する透光性微粒子を用いてもよい。

[0011]

第1の透光性微粒子41は、透光性樹脂、例えばシリカ微粒子(最頻粒子径:1.0μm、屈折率:1.51)から構成され、第2の透光性微粒子42は、透光性樹脂、例えば架橋架橋スチレンビーズ(最頻粒子径:3.5μm、屈折率1.61)から構成されている

透光性微粒子41及び42と、透光性樹脂31との屈折率の差を0.02以上とすることにより充分な光拡散効果を得られる。そして、屈折率の差を0.15以下とすることにより、光拡散性が高すぎて、フイルム全体が白化することを防止する。屈折率差は、0.03以上、0.13以下であることが好ましく、0.04以上、0.10以下がさらに好ましい。

[0012]

透光性微粒子の粒径分布の一つのピークは、0.5乃至2.0μmの範囲にあり、もう一つのピークは2.5乃至5.0μmの範囲にあることが好ましい。そのような粒径分布線は、最頻粒子径が異なる二種類の微粒子群を混合することにより容易に達成できる。0.5乃至2.0μmの範囲のピーク(図1では、透光性微粒子41の最頻粒子径)により、本発明に適した光散乱の角度分布を得ることができる。本発明では、表示品位を上げる(下方向視野角改善)ために、ある程度入射した光を拡散させることが必要であり、この拡散効果が大きければ大きい程、視角特性は向上する。しかし、表示品位という点での拡散効果が大きければ大きい程、視角特性は向上する。しかし、表示品位という点ででの明るさを維持するためには、できる限り透過率を高めることが必要である。粒径のピークを0.5μm以上とすることにより、後方散乱を小さくして、明るさの減少を抑制することができる。また、粒径のピークを2.0μm以下とすることより、大きな散乱効果が得られ、視角特性が改善される。このピークは、0.6乃至1.8μmの範囲であることが最も好ましい。

2.5乃至5.0μmの範囲のピーク(図1では、透光性微粒子42の最頻粒子径)によ

り、本発明に適した表面散乱を得ることができる。本発明では、表示品位を改善するためには、適切な表面散乱によって、外光の写り込みを防止することも重要である。

以上のように、微粒子の粒径としては、(平均粒径よりも)最頻(モード)粒径の方が重要である。本明細書において、最頻粒径とは、微粒子を粒子径(0 . 1 μ m 単位)で分類し、最大数の微粒子が分類される粒子径を意味する。以下に(実施例を含め)述べる微粒子の粒径は、最頻粒径を意味する。

[0013]

本発明の拡散フイルムでは、ヘイズ値(曇価)が40%乃至90%であることが好ましく、45%乃至80%であることが更に好ましく、50%乃至70%であることが最も好ましい。ここでいうヘイズは、該内部散乱ヘイズと表面ヘイズが存在する状態でのトータルのヘイズである。本発明のヘイズ値(曇価)は、JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いてを測定できる。

本発明の拡散フイルムでは、内部散乱ヘイズとしては、30%乃至80%が好ましく、35%乃至70%が更に好ましく、40%乃至60%が最も好ましい。内部散乱ヘイズを上昇させる方法としては、粒径が0.5µm乃至2.0µmである粒子濃度を上げる、もしくは膜厚を厚くする、さらには該粒子の屈折率を上げるなどの方法がある。

[0014]

これとは別に、視認性の観点から表面凹凸により表面へイズを設けることも必要であり、表面のヘイズ値は、低いほど表示のボケを小さくして明瞭なディスプレイ表示を得ることができるが、ヘイズ値が低すぎると映り込み及び面ギラ(シンチレーション)と呼ばれるキラキラ光る輝きが発生する。逆に、高すぎると白っぽくなり(白化;黒濃度低下)、表面ヘイズ値hsは、0.5<hs<30が好ましく、7 hs 20が更に好ましく、7 hs 15が最も好ましい。この表面ヘイズ値を制御するには、微粒子により樹脂層表面に適度な凹凸を設けることが好ましい形態として用いられる。

[0015]

前記粒子径を2.5μm未満とした場合、表面凸凹は小さくなり、表面散乱の効果が小さく、外光による写り込みを十分に抑えることができない。一方、5.0μmを越える粒径の場合は、表面凸凹が大きくなり、写り込みは抑えられるが、著しく白化し逆に表示品位を落とすことになる。従って、前記粒子径は、2.6μm乃至4.7μmが好ましく、2.7μm乃至4.5μmが最も好ましい。

表面凸凹は、表面粗さ R a = 1 . 2 μ m 以下であることが好ましく、 0 . 8 μ m 以下であることが更に好ましく、最も好ましくは、 0 . 5 μ m 以下である。

[0016]

前記透光性微粒子において、2種類以上の粒子径の異なる透光性微粒子を用い、それら透光性微粒子の混合を行なうことにより、表示品位に関わる視角特性と外光の写り込みを各々独自に最適化することができ、透光性微粒子の混合比により細かい設定が可能となり、1種類の場合よりも制御が可能となり、様々な設計が容易となる。

[0017]

前記透光性微粒子41および42は、単分散の有機微粒子であっても、無機微粒子であってもよい。粒径にばらつきがないほど、散乱特性にばらつきが少なくなり、曇価の設計が容易となる。

前記透光性微粒子としては、プラスチックビーズが好適であり、特に透明度が高く、透光性樹脂との屈折率差が前述のような数値になるものが好ましい。

プラスチックビーズとしては、ポリメチルメタクリレートビーズ(屈折率1.51)アクリル・スチレン共重合体ビーズ(屈折率1.55)、メラミンビーズ(屈折率1.57)、ポリカーボネートビーズ(屈折率1.57)、スチレンビーズ(屈折率1.60)、架橋スチレンビーズ(屈折率1.61)、ポリ塩化ビニルビーズ(屈折率1.60)、ベンゾグアナミン・メラミンホルムアルデヒド共重合体ビーズ(屈折率1.68)等が用いられる。

[0018]

10

20

30

10

20

30

40

50

プラスチックビーズの粒径は、前述のように 0 . 5 ~ 5 µ m のものを適宜選択して用るとよく、透光性樹脂 1 0 0 質量部に対して 1 0 ~ 5 0 質量部含有させるとよい。

[0019]

上記のような透光性微粒子の場合には、樹脂組成物(透光性樹脂)中で透光性微粒子が沈降し易いので、沈降防止のためにシリカ等の無機フィラーを添加してもよい。なお、無機フィラーは添加量が増す程、透光性微粒子の沈降防止に有効であるが、塗膜の透明性に悪影響を与える。従って、好ましくは、粒径 0 . 5 μ m 以下の無機フィラーを、透光性樹脂に対して塗膜の透明性を損なわない程度に、 0 . 1 質量%未満程度含有させるとよい。

[0020]

< 透光性樹脂 >

本発明の透光性樹脂としては、主として紫外線・電子線によって硬化する樹脂、即ち、電離放射線硬化型樹脂、電離放射線硬化型樹脂に熱可塑性樹脂と溶剤を混合したもの、熱硬化型樹脂の 3 種類が使用される。又、厚さは通常 0 . 5 μ m ~ 5 0 μ m 程度とし、好ましくは 1 μ m ~ 2 0 μ m、さらに好ましくは 1 . 5 μ m ~ 1 0 μ m、最も好ましくは 2 μ m 乃至 6 μ m にすると良い。

[0021]

該透光性樹脂の屈折率は、好ましくは1.50~2.00であり、より好ましくは1.5 1~1.80であり、さらに好ましくは1.61~1.70である。なお、防眩ハードコート層の屈折率は、透光性微粒子を含まずに測定した値である。屈折率が小さすぎると反射防止性が低下する。さらに、これが大きすぎると、本発明の防眩フイルムの反射光の色味が強くなり好ましくない。

[0022]

該透光性樹脂に用いるバインダーは、飽和炭化水素またはポリエーテルを主鎖として有するポリマーであることが好ましく、飽和炭化水素を主鎖として有するポリマーであることがさらに好ましい。また、バインダーは架橋していることが好ましい。飽和炭化水素を主鎖として有するポリマーは、エチレン性不飽和モノマーの重合反応により得ることが好ましい。架橋しているバインダーを得るためには、二個以上のエチレン性不飽和基を有するモノマーを用いることが好ましい。

[0023]

二個以上のエチレン性不飽和基を有するモノマーの例には、多価アルコールと(メタ)アクリル酸とのエステル(例、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,4・ジクロヘキサンジアクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、シペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールポリエステルポリアクリレート、ポリエステルポリアクリレート、ポリエステルポリアクリレート、ポリエステルポリアクリレート、ピニルベンゼン、4・ビニルマシー・2・アクリロイルエチルエステル、1,4・ジビニルベンゼン、4・ビニルスルおいるでも、ジでリロイルエチルエステル、1,4・ジビニルシクロヘキサノン)、ビニルスルおび、カクリルアミドが含まれる。これらのなかでも、5官能以上のアクリレートが、膜硬タスリルアミドが含まれる。これらのなかでも、5官能以上のアクリレートとジペンるまり、即ち耐傷性の観点で好ましい。ジペンタエリスリトールペンタアクリレートとジペンるエリスリトールへキサアクリレートの混合物が市販されており、特に好ましく用いられる

[0024]

これらのエチレン性不飽和基を有するモノマーは、各種の重合開始剤その他添加剤と共に溶剤に溶解、塗布、乾燥後、電離放射線または熱による重合反応により硬化することができる。

[0025]

二個以上のエチレン性不飽和基を有するモノマーの代わりまたはそれに加えて、架橋性基

10

20

30

40

50

の反応により、架橋構造をバインダーに導入してもよい。架橋性官能基の例には、イソシアナート基、エポキシ基、アジリジン基、オキサゾリン基、アルデヒド基、カルボニル基、ヒドラジン基、カルボキシル基、メチロール基および活性メチレン基が含まれる。ビニルスルホン酸、酸無水物、シアノアクリレート誘導体、メラミン、エーテル化メチロール、エステルおよびウレタン、テトラメトキシシランのような金属アルコキシドも、架橋構造を導入するためのモノマーとして利用できる。ブロックイソシアナート基のように、分解反応の結果として架橋性を示す官能基を用いてもよい。すなわち、本発明において架橋性官能基は、すぐには反応を示すものではなくとも、分解した結果反応性を示すものであってもよい。

これら架橋性官能基を有するバインダーは塗布後、加熱することによって架橋構造を形成することができる。

[0026]

透光性樹脂のバインダーは、上記バインダポリマーに加えて、これに高屈折率を有するモ ノマーが共重合したポリマーおよび / または高屈折率を有する金属酸化物超微粒子等から 形成される。

高屈折率モノマーの例には、ビス(4-メタクリロイルチオフェニル)スルフィド、ビニルナフタレン、ビニルフェニルスルフィド、4-メタクリロキシフェニル・4′-メトキシフェニルチオエーテル等が含まれる。

高屈折率を有する金属酸化物超微粒子の例には、ジルコニウム、チタン、アルミニウム、インジウム、亜鉛、錫、アンチモンのうちより選ばれる少なくとも一つの酸化物からなる粒径 100 nm以下、好ましくは 50 nm以下の微粒子を含有することが好ましい。微粒子の例としては、2 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 0 、 1 r 0 1 が好ましく用いられる。

金属酸化物超微粒子の添加量は、透光性樹脂の全質量の10~90質量%であることが好ましく、20~80質量%であると更に好ましい。

[0027]

透光性樹脂と透明基材フイルムが接する場合、透光性樹脂を形成するための塗布液の溶剤は、防眩性の発現および支持体と防眩層間との密着性の両立を図るために、セルローストリアセテート支持体を溶解する少なくとも一種類以上の溶剤と、セルローストリアセテート支持体を溶解しない少なくとも一種類以上の溶剤から構成する。より好ましくは、セルローストリアセテート支持体を溶解しない溶剤のうちのすくなくとも一種類が、セルローストリアセテートを溶解する溶剤うちの少なくとも一種類よりも高沸点であることが好ましい。さらに好ましくは、セルローストリアセテート支持体を溶解しない溶剤のうち最も沸点の高い溶剤と、セルローストリアセテート支持体を溶解する溶剤のうち、最も沸点の高い溶剤との沸点温度差が30 以上であることであり、最も好ましくは50 以上であることである。

[0028]

セルローストリアセテートを溶解する溶剤として、炭素子数が3~12のエーテル類:具体的には、ジブチルエーテル、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、ジエトキシエタン、プロピレンオキシド、1,4・ジオキサン、1,3・ジオキソラン、1,3,5・トリオキサン、テトラヒドロフラン、アニソールおよびフェネトール等、炭素数が3~12のケトン類:具体的には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジプロピルケトン、ジイソブチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン等、炭素数が3~12のエステル類:具体的には、蟻酸エチル、蟻酸プロピル、蟻酸n・ペンチル、酢酸メチル、酢酸エチル、プロピオン酸メチル、プロピオン酸エチル、酢酸n・ペンチル、および・プチロラクトン等、2種類以上の官能基を有する有機溶媒:具体的には、2・メトキシ酢酸メチル、2・エトキシ酢酸メチル、2・エトキシ酢酸メチル、2・エトキシ酢酸スチル、2・メトキシエタノール、2・プロポキシエタノール、2・ブトキシエタノール、1,2・ジアセトキシア

セトン、アセチルアセトン、ジアセトンアルコール、アセト酢酸メチル、およびアセト酢酸エチル等が挙げられる。

これらは1種単独であるいは2種以上を組み合わせて用いることができる。

[0029]

セルローストリアセテートを溶解しない溶剤として、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、tert-ブタノール、1-ペンタノール、2-メチル-2-ブタノール、シクロヘキサノール、酢酸イソブチル、メチルイソブチルケトン、2-オクタノン、2-ペンタノン、2-ヘキサノン、2-ヘプタノン、3-ペンタノン、3-ペンタノン、4-ヘプタノンが挙げられる。

これらは1種単独であるいは2種以上を組み合わせて用いることができる。

[0030]

セルローストリアセテートを溶解する溶剤の総量(A)とセルローストリアセテートを溶解しない溶剤の総量(B)の質量割合(A/B)は、 $5/95\sim50/50$ が好ましく、より好ましくは $10/90\sim40/60$ であり、さらに好ましく $15/85\sim30/70$ である。

[0031]

上記のような電離放射線硬化型樹脂組成物の硬化方法としては、前記電離放射線硬化型樹脂組成物の通常の硬化方法、即ち、電子線又は紫外線の照射によって硬化することができる。

[0032]

例えば、電子線硬化の場合には、コックロフワルトン型、バンデグラフ型、共振変圧型、 絶縁コア変圧器型、直線型、ダイナミトロン型、高周波型等の各種電子線加速器から放出 される50~1000KeV、好ましくは100~300KeVのエネルギーを有する電 子線等が使用され、紫外線硬化の場合には超高圧水銀灯、高圧水銀灯、低圧水銀灯、カー ボンアーク、キセノンアーク、メタルハライドランプ等の光線から発する紫外線等が利用 できる。

[0033]

[低屈折率層]

低屈折率層は、本発明の防眩フイルムに反射防止能付与する目的で、支持体上にハードコート層を設けた側の最外層に反射防止層として設けられる。

低屈折率層の屈折率は、好ましくは1.35~1.45である。

低屈折率層の屈折率は、下記数式(I)を満すことが好ましい。

(m / 4) x 0 . 7 < n 1 d 1 < (m / 4) x 1 . 3 数式(I)

式中、mは正の奇数(一般に 1)であり、n 1 は低屈折率層の屈折率であり、そして、d 1 は低屈折率層の膜厚(nm)である。また、 は可視光線の波長であり、450~650 (nm)の範囲の値である。

なお、上記数式(I)を満たすとは、上記波長の範囲において数式(I)を満たすm(正の奇数、通常1である)が存在することを意味している。

[0034]

低屈折率層には、熱硬化性または電離放射線硬化型の架橋性含フッ素化合物が硬化した含フッ素樹脂が用いられる。硬化した含フッ素樹脂の動摩擦係数は、好ましくは 0 . 0 3 ~ 0 . 1 5 、水に対する接触角は好ましくは 9 0 ~ 1 2 0 度である。

架橋性含フッ素化合物としては、パーフルオロアルキル基含有シラン化合物(例えば(ヘプタデカフルオロ・1,1,2,2・テトラデシル)トリエトキシシラン)等の他、含フッ素モノマーと架橋性基付与のためのモノマーを構成単位とする含フッ素共重合体が挙げられる。

含フッ素モノマー単位の具体例としては、例えばフルオロオレフィン類(例えばフルオロエチレン、ビニリデンフルオライド、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン、ヘキサフルオロプロピレン、パーフルオロ・2,2・ジメチル・1,3・ジオキソール等)、(メタ)アクリル酸の部分または完全フッ素化アルキルエステル誘導体類(例えば

10

20

30

40

ビスコート 6 F M (大阪有機化学製)や M - 2 0 2 0 (ダイキン製)等)、完全または部分フッ素化ビニルエーテル類等である。

[0035]

架橋性基付与のためのモノマーとしてはグリシジルメタクリレートのように分子内にあらかじめ架橋性官能基を有する(メタ)アクリレートモノマーの他、カルボキシル基やヒドロキシル基、アミノ基、スルホン酸基等を有する(メタ)アクリレートモノマー(例えば(メタ)アクリル酸、メチロール(メタ)アクリレート、ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート、アリルアクリレート等)が挙げられる。後者は共重合の後、架橋構造を導入できることが特開平10-25388号公報および特開平10-147739号公報により開示されている。

[0036]

また、低屈折率層には、上記含フッ素モノマーと架橋性基付与のためのモノマーとの共重合体だけでなく、これにその他のモノマーが共重合したポリマーを用いてもよい。

共重合してもよいその他のモノマーには特に限定はなく、例えばオレフィン類(エチレン、プロピレン、イソプレン、塩化ビニル、塩化ビニリデン等)、アクリル酸エステル類(アクリル酸メチル、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸2・エチルヘキシル)、メタクリル酸エステル類(メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、エチレングリコールジメタクリレート等)、スチレン誘導体(スチレン、ジビニルベンゼン、ビニルトルエン、・メチルスチレン等)、ビニルエーテル類(メチルビニルエーテル等)、ビニルエステル類(酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、桂皮酸ビニル等)、アクリルアミド類(N-tert-ブチルアクリルアミド、N・シクロヘキシルアクリルアミド等)、メタクリルアミド類、アクリロニトリル誘導体等を挙げることができる。

[0037]

低屈折率層に用いる含フッ素樹脂には、耐傷性を付与するために、平均粒径が好ましくは 0.1μ m以下、より好ましくは $0.001\sim0.05\mu$ mのSiの酸化物超微粒子を添加して用いるのが好ましい。反射防止性の観点からは屈折率が低いほど好ましいが、含フッ素樹脂の屈折率を下げていくと耐傷性が悪化する。そこで、含フッ素樹脂の屈折率とSiの酸化物超微粒子の添加量を最適化することにより、耐傷性と低屈折率のバランスの最も良い点を見出すことができる。

Siの酸化物超微粒子としては、市販の有機溶剤に分散されたシリカゾルをそのまま塗布液に添加しても、市販の各種シリカ紛体を有機溶剤に分散して使用してもよい。

[0038]

光拡散フイルムは、450nmから650nmの波長領域で5度入射における鏡面平均反射率が2.5%以下であることが好ましい。

5度入射における鏡面反射率は、サンプルの法線方向 + 5度から入射した光に対する法線方向 - 5度で反射した光の強度の割合であり、背景の鏡面反射による映り込みの尺度になる。防眩性反射防止フイルムに適用する場合には、防眩性付与のために設けた表面凹凸に起因する散乱光の分だけ、法線方向 - 5度で反射した光の強度は弱くなる。従って、鏡面反射率は防眩性と反射防止性の両方の寄与を反映する測定法である。

光拡散フイルムの5度入射における鏡面反射率の450nmから650nmまでの波長領域での平均値が2.5%を越えると、背景の映り込みが気になり、表示装置の表面フイルムに適用したときの視認性が低下する。

[0039]

< 透明基材フイルム >

前記透明基材フイルム12の素材としては、透明樹脂フイルム、透明樹脂板、透明樹脂シートや透明ガラスがある。透明樹脂フイルムとしては、セルローストリアセテート(TAC)フイルム、ポリエチレンテレフタレート(PET)フイルム、ジアセチレンセルロースフイルム、アセテートブチレートセルロースフイルム、ポリエーテルサルホンフイルム、ポリアクリル系樹脂フイルム、ポリウレタン系樹脂フイルム、ポリエステルフイルム、ポリカーボネートフイルム、ポリスルホンフイルム、ポリエーテルフイルム、ポリメチル

10

20

30

40

ペンテンフイルム、ポリエーテルケトンフイルム、(メタ)アクリルニトリルフイルム等が使用できる。又、厚さは通常 2 5 μ m ~ 1 0 0 0 μ m 程度とする。

本発明の透明基材フイルムとしては、偏光板の最表面に用いるため、偏光板の保護フイルムとして一般に用いられているセルロースアセテートフイルムを使用することが好ましい

以降、透明性が高く、表面が平滑で本発明の光散乱フイルムの透明基材フイルムに特に好ましく使用できるセルロースアセテートフイルムに関し、説明する。

[0040]

< 高透明度、高平滑セルロースアセテートフイルム >

本発明では、酢化度が59.0万至61.5%であるセルロースアセテートを使用する。 酢化度とは、セルロース単位質量当たりの結合酢酸量を意味する。酢化度は、ASTM: D-817-91(セルロースアセテート等の試験法)におけるアセチル化度の測定および計算に従う。

セルロースエステルの粘度平均重合度(DP)は、250以上であることが好ましく、290以上であることがさらに好ましい。

また、本発明に使用するセルロースエステルは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによるMw/Mn (Mw は質量平均分子量、Mn は数平均分子量)の分子量分布が狭いことが好ましい。具体的なMw/Mn の値としては、1.0 乃至1.7 であることが好ましく、1.3 乃至1.6 であることが 最も好ましい。

[0041]

一般に、セルロースアシレートの2,3,6の水酸基は全体の置換度の1/3づつに均等に分配されるわけではなく、6位水酸基の置換度が小さくなる傾向がある。本発明ではセルロースアシレートの6位水酸基の置換度が、2,3位に比べて多いほうが好ましい。全体の置換度に対して6位の水酸基が32%以上アシル基で置換されていることが好ましく、更には33%以上、特に34%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位アシル基の置換度が0.88以上であることが好ましい。

[0042]

6 位水酸基は、アセチル基以外に炭素数 3 以上のアシル基であるプロピオニル基、ブチロイル基、バレロイル基、ベンゾイル基、アクリロイル基などで置換されていてもよい。各位置の置換度の測定は、N M R によって求めることができる。

本発明のセルロースアシレートとして、特開平 1 1 - 5 8 5 1 号公報の段落番号 [0 0 4 3] ~ [0 0 4 4] [実施例] [合成例 1] 、段落番号 [0 0 4 8] ~ [0 0 4 9] [合成例 2] 、段落番号 [0 0 5 1] ~ [0 0 5 2] [合成例 3] に記載の方法で得られたセルロースアセテートを用いることができる。

[0043]

[セルロースアセテートフイルムの製造]

ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフイルムを製造することが好ましい。 ソルベントキャスト法では、セルロースアセテートを有機溶媒に溶解した溶液(ドープ) を用いてフイルムを製造する。

有機溶媒は、炭素原子数が3乃至12のエーテル、炭素原子数が3乃至12のケトン、炭素原子数が3乃至12のエステルおよび炭素原子数が1乃至6のハロゲン化炭化水素から選ばれる溶媒を含むことが好ましい。

エーテル、ケトンおよびエステルは、環状構造を有していてもよい。エーテル、ケトンおよびエステルの官能基(すなわち、 - O - 、 - C O - および - C O O -)のいずれかを二つ以上有する化合物も、有機溶媒として用いることができる。有機溶媒は、アルコール性水酸基のような他の官能基を有していてもよい。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の場合、その炭素原子数は、いずれかの官能基を有する化合物の規定範囲内であればよい。

[0044]

炭素原子数が3万至12のエーテル類の例には、ジイソプロピルエーテル、ジメトキシメ

20

10

30

40

タン、ジメトキシエタン、1, 4-ジオキサン、1, 3-ジオキソラン、テトラヒドロフラン、アニソールおよびフェネトールが含まれる。

炭素原子数が3乃至12のケトン類の例には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノンおよびメチルシクロヘキサノンが含まれる。

炭素原子数が 3 乃至 1 2 のエステル類の例には、エチルホルメート、プロピルホルメート 、ペンチルホルメート、メチルアセテート、エチルアセテートおよびペンチルアセテート が含まれる。

二種類以上の官能基を有する有機溶媒の例には、2 - エトキシエチルアセテート、2 - メトキシエタノールおよび2 - プトキシエタノールが含まれる。

ハロゲン化炭化水素の炭素原子数は、1または2であることが好ましく、1であることが最も好ましい。ハロゲン化炭化水素のハロゲンは、塩素であることが好ましい。ハロゲン化炭化水素の水素原子が、ハロゲンに置換されている割合は、25乃至75モル%であることが好ましく、30乃至70モル%であることがより好ましく、35乃至65モル%であることがさらに好ましく、40乃至60モル%であることが最も好ましい。メチレンクロリドが、代表的なハロゲン化炭化水素である。

二種類以上の有機溶媒を混合して用いてもよい。

[0045]

一般的な方法でセルロースアセテート溶液を調製できる。一般的な方法とは、 0 以上の温度(常温または高温)で、処理することを意味する。溶液の調製は、通常のソルベントキャスト法におけるドープの調製方法および装置を用いて実施することができる。なお、一般的な方法の場合は、有機溶媒としてハロゲン化炭化水素(特にメチレンクロリド)を用いることが好ましい。

セルロースアセテートの量は、得られる溶液中に10万至40質量%含まれるように調整する。セルロースアセテートの量は、10万至30質量%であることがさらに好ましい。 有機溶媒(主溶媒)中には、後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

溶液は、常温(0乃至40)でセルロースアセテートと有機溶媒とを攪拌することにより調製することができる。高濃度の溶液は、加圧および加熱条件下で攪拌してもよい。具体的には、セルロースアセテートと有機溶媒とを加圧容器に入れて密閉し、加圧下で溶媒の常温における沸点以上、かつ溶媒が沸騰しない範囲の温度に加熱しながら攪拌する。加熱温度は、通常は40 以上であり、好ましくは60乃至200 であり、さらに好ましくは80乃至110 である。

[0046]

各成分は予め粗混合してから容器に入れてもよい。また、順次容器に投入してもよい。容器は攪拌できるように構成されている必要がある。窒素ガス等の不活性気体を注入して容器を加圧することができる。また、加熱による溶媒の蒸気圧の上昇を利用してもよい。あるいは、容器を密閉後、各成分を圧力下で添加してもよい。

加熱する場合、容器の外部より加熱することが好ましい。例えば、ジャケットタイプの加熱装置を用いることができる。また、容器の外部にプレートヒーターを設け、配管して液体を循環させることにより容器全体を加熱することもできる。

容器内部に攪拌翼を設けて、これを用いて攪拌することが好ましい。攪拌翼は、容器の壁付近に達する長さのものが好ましい。攪拌翼の末端には、容器の壁の液膜を更新するため、掻取翼を設けることが好ましい。

容器には、圧力計、温度計等の計器類を設置してもよい。容器内で各成分を溶剤中に溶解する。調製したドープは冷却後容器から取り出すか、あるいは、取り出した後、熱交換器等を用いて冷却する。

[0047]

冷却溶解法により、溶液を調製することもできる。冷却溶解法では、通常の溶解方法では 溶解させることが困難な有機溶媒中にもセルロースアセテートを溶解させることができる 。なお、通常の溶解方法でセルロースアセテートを溶解できる溶媒であっても、冷却溶解 10

20

30

40

法によると迅速に均一な溶液が得られるとの効果がある。

冷却溶解法では最初に、室温で有機溶媒中にセルロースアセテートを撹拌しながら徐々に添加する。

セルロースアセテートの量は、この混合物中に10乃至40質量%含まれるように調整することが好ましい。セルロースアセテートの量は、10乃至30質量%であることがさらに好ましい。さらに、混合物中には後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

[0048]

次に、混合物を - 100乃至 - 10 (好ましくは - 80乃至 - 10 、さらに好ましくは - 50乃至 - 20 、最も好ましくは - 50乃至 - 30)に冷却する。冷却は、例えば、ドライアイス・メタノール浴(- 75)や冷却したジエチレングリコール溶液(- 30乃至 - 20)中で実施できる。このように冷却すると、セルロースアセテートと有機溶媒の混合物は固化する。

冷却速度は、4 /分以上であることが好ましく、8 /分以上であることがさらに好ましく、12 /分以上であることが最も好ましい。冷却速度は、速いほど好ましいが、10000 /秒が理論的な上限であり、1000 /秒が技術的な上限であり、そして100 /秒が実用的な上限である。なお、冷却速度は、冷却を開始する時の温度と最終的な冷却温度との差を冷却を開始してから最終的な冷却温度に達するまでの時間で割った値である。

[0049]

さらに、これを 0 乃至 2 0 0 (好ましくは 0 乃至 1 5 0 、さらに好ましくは 0 乃至 1 2 0 、最も好ましくは 0 乃至 5 0)に加温すると、有機溶媒中にセルロースアセテートが溶解する。昇温は、室温中に放置するだけでもよし、温浴中で加温してもよい。加温速度は、 4 /分以上であることが好ましく、 8 /分以上であることがさらに好ましく、 1 2 /分以上であることが最も好ましい。加温速度は、速いほど好ましいが、 1 0 0 0 0 /秒が理論的な上限であり、 1 0 0 0 /秒が技術的な上限であり、 そして 1 0 0 /秒が実用的な上限である。なお、加温速度は、加温を開始する時の温度と最終的な加温温度との差を加温を開始してから最終的な加温温度に達するまでの時間で割った値である。

以上のようにして、均一な溶液が得られる。なお、溶解が不充分である場合は冷却、加温 の操作を繰り返してもよい。溶解が充分であるかどうかは、目視により溶液の外観を観察 するだけで判断することができる。

[0050]

冷却溶解法においては、冷却時の結露による水分混入を避けるため、密閉容器を用いることが望ましい。また、冷却加温操作において、冷却時に加圧し、加温時の減圧すると、溶解時間を短縮することができる。加圧および減圧を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。

なお、セルロースアセテート(酢化度:60.9%、粘度平均重合度:299)を冷却溶解法によりメチルアセテート中に溶解した20質量%の溶液は、示差走査熱量測定(DSC)によると、33 近傍にゾル状態とゲル状態との疑似相転移点が存在し、この温度以下では均一なゲル状態となる。従って、この溶液は疑似相転移温度以上、好ましくはゲル相転移温度プラス10 程度の温度で保する必要がある。ただし、この疑似相転移温度は、セルロースアセテートの酢化度、粘度平均重合度、溶液濃度や使用する有機溶媒により異なる。

[0051]

調製したセルロースアセテート溶液(ドープ)から、ソルベントキャスト法によりセルロ ースアセテートフイルムを製造する。

ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフイルムを形成する。流延前のドープは、固形分量が18乃至35%となるように濃度を調整することが好ましい。 ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。ソルベントキャスト法における流延および乾燥方法については、米国特許2336310号、同2367 10

20

30

40

10

20

30

40

50

6 0 3 号、同 2 4 9 2 0 7 8 号、同 2 4 9 2 9 7 7 号、同 2 4 9 2 9 7 8 号、同 2 6 0 7 7 0 4 号、同 2 7 3 9 0 6 9 号、同 2 7 3 9 0 7 0 号、英国特許 6 4 0 7 3 1 号、同 7 3 6 8 9 2 号の各明細書、特公昭 4 5 - 4 5 5 4 号、同 4 9 - 5 6 1 4 号、特開昭 6 0 - 1 7 6 8 3 4 号、同 6 0 - 2 0 3 4 3 0 号、同 6 2 - 1 1 5 0 3 5 号の各公報に記載がある

ドープは、表面温度が10 以下のドラムまたはバンド上に流延することが好ましい。流延してから2秒以上風に当てて乾燥することが好ましい。得られたフイルムをドラムまたはバンドから剥ぎ取り、さらに100から160 まで逐次温度を変えた高温風で乾燥して残留溶剤を蒸発させることもできる。以上の方法は、特公平5-17844号公報に記載がある。この方法によると、流延から剥ぎ取りまでの時間を短縮することが可能である。この方法を実施するためには、流延時のドラムまたはバンドの表面温度においてドープがゲル化することが必要である。

[0052]

調製したセルロースアシレート溶液(ドープ)を用いて2層以上の流延でフイルム化することもできる。この場合、ソルベントキャスト法によりセルロースアシレートフイルムを作製することが好ましい。ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフイルムを形成する。流延前のドープは、固形分量が10~40%となるように濃度を調整することが好ましい。ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。

[0053]

2層以上の複数のセルロースアシレート液を流延する場合、複数のセルロースアシレート溶液を流延することが可能で、支持体の進行方向に間隔を置いて設けた複数の流延口からセルロースアシレートを含む溶液をそれぞれ流延させて積層させながらフイルムを作製してもよく、例えば特開昭61-158414号、特開平1-122419号、特開平11-198285号、などに記載の方法が適応できる。また、2つの流延口からセルロースアシレート溶液を流延することによってもフイルム化することでもよく、例えば特公昭60-27562号、特開昭61-94724号、特開昭61-947245号、特開昭61-104813号、特開昭61-158413号、特開平6-134933号、に記載の方法で実施できる。また、特開昭56-162617号に記載の高粘度セルロースアシレート溶液の流れを低粘度のセルロースアシレート溶液で包み込み、その高,低粘度のセルロースアシレート溶液を同時に押出すセルロースアシレートフイルム流延方法でもよい

[0054]

或いはまた 2 個の流延口を用いて、第一の流延口により支持体に成型したフイルムを剥ぎ取り、支持体面に接していた側に第二の流延を行なうことでより、フイルムを作製することでもよく、例えば特公昭 4 4 - 2 0 2 3 5 号に記載されている方法である。

流延するセルロースアシレート溶液は同一の溶液でもよいし、異なるセルロースアシレート溶液でもよく特に限定されない。複数のセルロースアシレート層に機能を持たせるために、その機能に応じたセルロースアシレート溶液を、それぞれの流延口から押出せばよい

さらの本発明のセルロースアシレート溶液は、他の機能層(例えば、接着層、染料層、帯電防止層、アンチハレーション層、UV吸収層、偏光層など)を同時に流延することも実施しうる。

[0055]

従来の単層液では、必要なフイルム厚さにするためには高濃度で高粘度のセルロースアシレート溶液を押出すことが必要であり、その場合セルロースアシレート溶液の安定性が悪くて固形物が発生し、ブツ故障となったり、平面性が不良であったりして問題となることが多かった。この解決として、複数のセルロースアシレート溶液を流延口から流延することにより、高粘度の溶液を同時に支持体上に押出すことができ、平面性も良化し優れた面状のフイルムが作製できるばかりでなく、濃厚なセルロースアシレート溶液を用いること

で乾燥負荷の低減化が達成でき、フイルムの生産スピードを高めることができる。

[0056]

セルロースアセテートフイルムには、機械的物性を改良するため、または乾燥速度を向上するために、可塑剤を添加することができる。可塑剤としては、リン酸エステルまたはカルボン酸エステルが用いられる。リン酸エステルの例には、トリフェニルフォスフェート(TPP)およびトリクレジルホスフェート(TCP)が含まれる。カルボン酸エステル の例には、ジメチルフタレート(DMP)、ジエチルフタレート(DEP)、ジブチルフタレート(DEP)、ジブチルフタレート(DEP)、ジブチルフタレート(DEHP)が含まれる。クエン酸エステルの例には、フェニルフタレート(DEHP)が含まれる。クエン酸トリアシート(DEHP)が含まれる。クエン酸トリブチル(OACTE)および〇・アセチルクエン酸トリブチル(OACTB)が含まれる。その他のカルボン酸エステルの例には、オレイン酸ブブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル、種々のトリメリット酸エステルが含まれる。フタル酸エステル系可塑剤(DMP、DEP、DBP、DOP、DPP、DEHP)が好ましく用いられる。DEPおよびDPPが特に好ましい。

可塑剤の添加量は、セルロースエステルの量の0.1乃至25質量%であることが好ましく、1乃至20質量%であることがさらに好ましく、3乃至15質量%であることが最も好ましい。

[0057]

セルロースアセテートフイルムには、劣化防止剤(例、酸化防止剤、過酸化物分解剤、ラジカル禁止剤、金属不活性化剤、酸捕獲剤、アミン)を添加してもよい。劣化防止剤については、特開平3-199201号、同5-1907073号、同5-194789号、同5-271471号、同6-107854号の各公報に記載がある。劣化防止剤の添加量は、調製する溶液(ドープ)の0.01乃至1質量%であることが好ましく、0.01乃至0.2質量%であることがさらに好ましい。添加量が0.01質量%未満であると、劣化防止剤の効果がほとんど認められない。添加量が1質量%を越えると、フイルム表面への劣化防止剤のブリードアウト(滲み出し)が認められる場合がある。特に好ましい劣化防止剤の例としては、ブチル化ヒドロキシトルエン(BHT)、トリベンジルアミン(TBA)を挙げることができる。

[0058]

[セルロースアセテートフイルムの表面処理]

セルロースアセテートフイルムは、表面処理を施すことが好ましい。具体的方法としては、コロナ放電処理、グロー放電処理、火炎処理、酸処理、アルカリ処理または紫外線照射処理が挙げられる。また、特開平7-333433号公報に記載のように、下塗り層を設けることも好ましく利用される。

フイルムの平面性を保持する観点から、これら処理においてセルロースアセテートフイルムの温度をTg以下、具体的には150 以下とすることが好ましい。

偏光板の透明保護膜として使用する場合、偏光膜との接着性の観点から、酸処理またはアルカリ処理、すなわちセルロースアセテートに対するケン化処理を実施することが特に好ましい。

表面エネルギーは 5 5 m N / m 以上であることが好ましく、 6 0 m N / m 以上 7 5 m N / m 以下であることが更に好ましい。

[0059]

以下、アルカリ鹸化処理を例に、具体的に説明する。

フイルム表面をアルカリ溶液に浸漬した後、酸性溶液で中和し、水洗して乾燥するサイクルで行われることが好ましい。

アルカリ溶液としては、水酸化カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液が挙げられ、水酸化イオンの規定濃度は 0 . 1 N乃至 3 . 0 Nであることが好ましく、 0 . 5 N乃至 2 . 0 Nであることがさらに好ましい。アルカリ溶液温度は、室温乃至 9 0 の範囲が好ましく、 4 0 乃至 7 0 がさらに好ましい。

10

20

30

生産性の観点から、アルカリ液を塗布し、鹸化処理後に水洗によりフイルム表面よりアルカリ除去することが好ましい。濡れ性の観点から、塗布溶媒としてはIPA、n-ブタノール、メタノール、エタノール等のアルコール類が好ましく、アルカリ溶解の助剤として水、プロピレングリコール、エチレングリコール、等を加えることが好ましく用いられる

[0060]

固体の表面エネルギーは、「ぬれの基礎と応用」(リアライズ社 1989.12.10 発行)に記載のように接触角法、湿潤熱法、および吸着法により求めることができる。本 発明のセルロースアセテートフイルムの場合、接触角法を用いることが好ましい。

具体的には、表面エネルギーが既知である2種の溶液をセルロースアセテートフイルムに滴下し、液滴の表面とフイルム表面との交点において、液滴に引いた接線とフイルム表面のなす角で、液滴を含む方の角を接触角と定義し、計算によりフイルムの表面エネルギーを算出できる。

[0061]

<液晶化合物からなる光学異方性層>

[液晶性化合物]

本発明に用いられる液晶化合物は、棒状液晶でも、ディスコティック液晶でも良く、また それらが高分子液晶、もしくは低分子液晶、さらには、低分子液晶が架橋され液晶性を示 さなくなったものも含む。

棒状液晶としては、アゾメチン類、アゾキシ類、シアノビフェニル類、シアノフェニルエステル類、安息香酸エステル類、シクロヘキサンカルボン酸フェニルエステル類、シアノフェニルシクロヘキサン類、シアノ置換フェニルピリミジン類、アルコキシ置換フェニルピリミジン類、フェニルジオキサン類、トラン類およびアルケニルシクロヘキシルベンゾニトリル類が好ましく用いられる。なお、棒状液晶性には、金属錯体も含まれる。また、棒状液晶性分子を繰り返し単位中に含む液晶ポリマーも、棒状液晶として用いることができる。言い換えると、棒状液晶は、(液晶)ポリマーと結合していてもよい。

棒状液晶については、季刊化学総説第22巻液晶の化学(1994年)日本化学会編の第4章、第7章および第11章、液晶デバイスハンドブック日本学術振興会第142委員会編の第3章および特開2000-304932号公報に記載がある。

[0062]

本発明の液晶性化合物として最も好ましいのは、ディスコティック液晶である。本発明の ディスコティック液晶の例としては、C.Destradeらの研究報告、Mol.Cr y s t . 7 1 巻、 1 1 1 頁 (1 9 8 1 年) に記載されているベンゼン誘導体、 C . D e s tradeらの研究報告、Mol.Cryst.122巻、141頁(1985年)、P hysics lett,A,78巻、82頁(1990)に記載されているトルキセン 誘導体、B.Kohneらの研究報告、Angew.Chem.96巻、70頁(198 4年)に記載されたシクロヘキサン誘導体及びJ.M.Lehnらの研究報告、J.Ch em.Commun.,1794頁(1985年)、J.Zhangらの研究報告、J. Am. Chem. Soc. 116巻、2655頁(1994年)に記載されているアザク ラウン系やフェニルアセチレン系マクロサイクルなどを挙げることができる。上記ディス コティック液晶は、一般的にこれらを分子中心の母核とし、直鎖のアルキル基やアルコキ シ基、置換ベンゾイルオキシ基等がその直鎖として放射線状に置換された構造であり、液 晶性を示す。ただし、分子自身が負の一軸性を有し、一定の配向を付与できるものであれ ば上記記載に限定されるものではない。また、本発明において、円盤状化合物から形成し たとは、最終的にできた物が前記化合物である必要はなく、例えば、前記低分子ディスコ ティツク液晶が熱、光等で反応する基を有しており、結果的に熱、光等で反応により重合 または架橋し、高分子量化し液晶性を失ったものも含まれる。上記ディスコティック液晶 の好ましい例は特開平8-50206号公報に記載されている。

[0063]

本発明の光学異方層は、ディスコティック構造単位を有する化合物からなる負の複屈折を

10

20

30

40

有する層であって、そしてディスコティック構造単位の面が、透明支持体面に対して傾き、且つ該ディスコティック構造単位の面と透明支持体面とのなす角度が、光学異方層の深 さ方向に変化していることが好ましい。

[0064]

上記ディスコティック構造単位の面の角度(傾斜角)は、一般に、光学異方層の深さ方向でかつ光学異方層の底面からの距離の増加と共に増加または減少している。上記傾斜角は、距離の増加と共に増加することが好ましい。更に、傾斜角の変化としては、連続的増加、連続的減少、間欠的増加、間欠的減少、連続的増加と連続的減少を含む変化、及び増加及び減少を含む間欠的変化等を挙げることができる。間欠的変化は、厚さ方向の途中で傾斜角が変化しない領域を含んでいる。傾斜角は、変化しない領域を含んでいても、全体として増加または減少していることが好ましい。更に、傾斜角は全体として増加していることが好ましく、特に連続的に変化することが好ましい。

[0065]

上記光学異方層は、一般にディスコティック化合物及び他の化合物を溶剤に溶解した溶液を配向膜上に塗布し、乾燥し、次いでディスコティックネマチック相形成温度まで加熱し、その後配向状態(ディスコティックネマチック相)を維持して冷却することにより得られる。あるいは、上記光学異方層は、ディスコティック化合物及び他の化合物(更に、例えば重合性モノマー、光重合開始剤)を溶剤に溶解した溶液を配向膜上に塗布し、乾燥し、次いでディスコティックネマチック相形成温度まで加熱したのち重合させ(UV光の照射等により)、さらに冷却することにより得られる。本発明に用いるディスコティック液晶性化合物のディスコティックネマティック液晶相・固相転移温度としては、70~300が好ましく、特に70~170が好ましい。

[0066]

例えば、支持体側のディスコティック単位の傾斜角は、一般にディスコティック化合物あるいは配向膜の材料を選択することにより、またはラビング処理方法の選択することにより、調整することができる。また、表面側(空気側)のディスコティック単位の傾斜角は、一般にディスコティック化合物あるいはディスコティック化合物とともに使用する他の化合物(例、可塑剤、界面活性剤、重合性モノマー及びポリマー)を選択することにより調整することができる。更に、傾斜角の変化の程度も上記選択により調整することができる。

[0067]

上記可塑剤、界面活性剤及び重合性モノマーとしては、ディスコティック化合物と相溶性を有し、液晶性ディスコティック化合物の傾斜角の変化を与えられるか、あるいは配向を阻害しない限り、どのような化合物も使用することができる。これらの中で、重合性モノマー(例、ビニル基、ビニルオキシ基、アクリロイル基及びメタクリロイル基を有する化合物)が好ましい。上記化合物は、ディスコティック化合物に対して一般に1~50質量%(好ましくは5~30質量%)の量にて使用される。更に、好ましい重合性モノマーの例としては、多官能アクリレートが挙げられる。官能基の数は3官能以上が好ましく、4官能以上が更に好ましい。最も好ましいのは6官能モノマーである。6官能モノマーの好ましい例としては、ジペンタエリストリトールヘキサアクリレートが挙げられる。また、これら官能基数の異なる多官能モノマーを混合して使用することも可能である。

[0068]

上記ポリマーとしては、ディスコティック化合物と相溶性を有し、液晶性ディスコティック化合物に傾斜角の変化を与えられる限り、どのようなポリマーでも使用することができる。ポリマー例としては、セルロースエステルを挙げることができる。セルロースエステルの好ましい例としては、セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、ヒドロキシプロピルセルロース及びセルロースアセテートブチレートを挙げることができる。上記ポリマーは、液晶性ディスコティック化合物の配向を阻害しないように、ディスコティック化合物に対して一般に 0 . 1 ~ 1 0 質量%(好ましくは 0 . 1 ~ 8 質量%、特に 0 . 1 ~ 5 質量%)の量にて使用される。

10

20

30

10

20

30

40

50

[0069]

本発明の光学補償シートは、セルロースアセテートフイルム、その上に設けられた配向膜及び配向膜上に形成されたディスコティック液晶からなる光学補償シートであって、配向膜が架橋されたポリマーからなるラビング処理された膜である。

[0070]

[配向膜]

配向膜は、架橋された2種のポリマーからなる層である。少なくとも1種のポリマーが、それ自体架橋可能なポリマーであっても、架橋剤により架橋されるポリマーのいずれも使用することができる。上記配向膜は、官能基を有するポリマーあるいはポリマーに官能基を導入したものを、光、熱、PH変化等により、ポリマー間で反応させて形成するか;あるいは、反応活性の高い化合物である架橋剤を用いてポリマー間に架橋剤に由来する結合基を導入して、ポリマー間を架橋することにより形成することができる。

[0071]

このような架橋は、通常上記ポリマーまたはポリマーと架橋剤の混合物を含む塗布液を、透明支持体上に塗布したのち、加熱等を行なうことにより実施されるが、最終商品の段階で耐久性が確保できれば良いので、配向膜を透明支持体上に塗設した後から、最終の光学補償シートを得るまでのいずれの段階で架橋させる処理を行なっても良い。配向膜上に形成される円盤状構造を有する化合物(光学異方層)の配向性を考えると、円盤状構造を有する化合物の配向させたのちに、充分架橋を行なうことも好ましい。すなわち、透明支持体上に、ポリマー及び該ポリマーを架橋することができる架橋剤を含む塗布液を塗布した場合、加熱乾燥した後(一般に架橋が行なわれるが、加熱温度が低い場合にはディスコティックネマチック相形成温度に加熱された時に更に架橋が進む)、ラビング処理を行なって配向膜を形成し、次いでこの配向膜上に円盤状構造単位を有する化合物を含む塗布液を塗布し、ディスコティックネマチック相形成温度以上に加熱した後、冷却して光学異方層を形成する。

[0072]

配向膜に使用されるポリマーは、それ自体架橋可能なポリマーあるいは架橋剤により架橋されるポリマーのいずれも使用することができる。勿論両方可能なポリマーもある。上記ポリマーの例としては、ポリメチルメタクリレート、アクリル酸/メタクリル酸共重合体、スチレン/マレインイミド共重合体、ポリビニルアルコール及び変性ポリビニル体ール、ポリ(N・メチロールアミド)、スチレン/ビニルトルエチレンは中国では、ポリエチレン、ニトロセルロース、ポリ塩化ビニル、塩チレンノ酢酸ノーン、ポリエステル、ポリイミド、酢酸ビニル/塩化ビニル共重合体、エチレンであり、ポリエステルできる。メチロールアクリルアミド)、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレン、ポリプロピレン及びカーボネート等のポリマー及びシランカップリング剤等の化合物を挙げることができるよりであり、さらにゼラチン、ポリビルアルコール及び変性ポリビニルアルコールを挙げることができる。特にポリビルアルコール及び変性ポリビニルアルコールを挙げることができる。

[0073]

上記ポリマーの中で、ポリビニルアルコール又は変性ポリビニルアルコールが好ましく、 重合度の異なるポリビニルアルコール又は変性ポリビニルアルコールを 2 種類併用することが最も好ましい。

ポリビニルアルコールとしては、例えば鹸化度 $70 \sim 100\%$ のものであり、一般に鹸化度 $80 \sim 100\%$ のものであり、より好ましくは鹸化度 85 万至 95%のものである。重合度としては、 $100 \sim 3000$ のも範囲が好ましい。変性ポリビニルアルコールとしては、共重合変性したもの(変性基として、例えば、 COONa、 $Si(OX)_3$ 、 $N(CH_3)_3$ ・ C1、 C_9 H_{19} COO 、 SO_3 、 Na、 C_{12} H_{25} 等が導入される)、連鎖移動により変性したもの(変性基として、例えば、 COONa、 SH、 C_{12} H_{25} 等が導入されている)、ブロック重合による変性をしたもの(変性基として、例えば、 COOH、 COOH

NH₂、COOR、C₆ H₅ 等が導入される)等のポリビニルアルコールの変性物を挙げることができる。これらの中で、鹸化度 8 0 ~ 1 0 0 %の未変性乃至変性ポリビニルアルコールであり、より好ましくは鹸化度 8 5 乃至 9 5 %の未変性ないしアルキルチオ変性ポリビニルアルコールである。

これら変性ポリマーの合成方法、可視吸収スペクトル測定、および導入率 y の決定方法等は、特開平 8 - 3 3 8 9 1 3 号公報に詳しく記載がある。

[0074]

上記ポリビニルアルコール等のポリマーと共に使用される架橋剤の具体例として、下記のものを挙げることができるが、これらは上記水溶性ポリマー、特にポリビニルアルコール及び変性ポリビニルアルコール(上記特定の変性物も含む)、と併用する場合に好ましい。例えば、アルデヒド類(例、ホルムアルデヒド、グリオキザール及びグルタルアルデヒド)、N・メチロール化合物(例、ジメチロール尿素及びメチロールジメチルヒダントイン)、ジオキサン誘導体(例、2,3・ジヒドロキシジオキサン)、カルボキシル基をト・1、1・ビスピロリジノ・1・クロロピリジニウム及び1・モルホリノカルボニル・3・(スルホナトアミノメチル))、活性ビニル化合物(例、1、3、5・トリアクロイル・ヘキサヒドロ・s・トリアジン、ビス(ビニルスルホン)メタン及びN,N・・メチレンビス・[ー(ビニルスルホニル)プロピオンアミド])、活性ハロゲン化合物(例、2、4・ジクロロ・6・ヒドロキシ・S・トリアジン)、イソオキサゾール類、及びシアルデヒド澱粉、などを上げることができる。これらは、単独または組合せて用いることができる。生産性を考慮した場合、反応活性の高いアルデヒド類、とりわけグルタルアルデヒドの使用が好ましい。

[0075]

架橋剤としては、特に限定はなく、添加量は、耐湿性に関しては、多く添加した方が良化傾向にある。しかし、配向膜としての配向能が、ポリマーに対して50質量%以上添加した場合に低下することから、0.1~20質量%が好ましく、特に0.5~15質量%が好ましい。本発明の配向膜は、架橋反応が終了した後でも、反応しなかった架橋剤をある程度含んでいるが、その架橋剤の量は、配向膜中に1.0質量%以下であることが好ましく、特に0.5質量%以下であることが好ましい。配向膜中に1.0質量を超える量で架橋剤が含まれていると、充分な耐久性が得られない。即ち、液晶表示装置に使用した場合、長期使用、あるいは高温高湿の雰囲気下に長期間放置した場合に、レチキュレーションが発生することがある。

[0076]

配向膜は、基本的に、配向膜形成材料である、上記ポリマー、架橋剤を含む透明支持体上 に塗布した後、加熱乾燥(架橋させ)し、ラビング処理することにより形成することがで き、架橋反応は、前記のように、透明支持体上に塗布した後、任意の時期に行なっても良 い。そして、前記のポリビニルアルコール等の水溶性ポリマーを配向膜形成材料として用 いる場合には、塗布液は消泡作用のあるメタノール等の有機溶媒と水の混合溶媒とするこ とが好ましく、その比率は質量比で水:メタノールが0:100~99:1が一般的であ り、0:100~91:9であることが好ましい。これにより、泡の発生が抑えられ、配 向膜、更には光学異方層の層表面の欠陥が著しく減少する。塗布方法としては、スピンコ ーティング法、ディップコーティング法、カーテンコーティング法、エクストルージョン コーティング法、バーコーティング法及びE型塗布法を挙げることができる。特にE型塗 布法が好ましい。また、膜厚は 0 . 1 ~ 1 0 μ m が好ましい。加熱乾燥は 2 0 ないし 110 で行なうことができる。充分な架橋を形成させるためには60 ~100 しく、特に80~100 が好ましい。乾燥時間は1分~36時間で行なうことができ る。好ましくは5分間乃至30分間である。pHも、使用する架橋剤に最適な値に設定す ることが好ましく、グルタルアルデヒドを使用した場合は、pH4.5~5.5で、特に 5が好ましい。

[0077]

10

20

30

配向膜は、透明支持体上又は上記下塗層上に設けられる。配向膜は、上記のようにポリマー層を架橋したのち、表面をラビング処理することにより得ることができる。配向膜は、 その上に設けられる液晶性ディスコティック化合物の配向方向を規定するように機能する

[0078]

前記ラビング処理は、LCDの液晶配向処理工程として広く採用されている処理方法を利用することができる。即ち、配向膜の表面を、紙やガーゼ、フェルト、ゴムあるいはナイロン、ポリエステル繊維などを用いて一定方向に擦ることにより配向を得る方法を用いることができる。一般的には、長さ及び太さが均一な繊維を平均的に植毛した布などを用いて数回程度ラビングを行うことにより実施される。

10

[0079]

<液晶化合物からなる光学異方性層を塗設する透明支持体>

該透明支持体は、高透過率なプラスティックフイルムであれば特に制限はないが、偏光板の保護フイルムであるセルロースアセテートを用いることが好ましい。

光学異方性層を塗設する透明支持体は、それ自身が光学的に重要な役割を果たすため、本発明の透明支持体のReレターデーション値を0乃至200nmであり、そして、Rthレターデーション値が70乃至400nmに調節されることが好ましい。

液晶表示装置に二枚の光学的異方性セルロースアセテートフイルムを使用する場合、フイルムのRthレターデーション値は70万至250nmであることが好ましい。

液晶表示装置に一枚の光学的異方性セルロースアセテートフイルムを使用する場合、フイルムのRthレターデーション値は150乃至400nmであることが好ましい。

20

[0800]

なお、セルロースアセテートフイルムの複屈折率(n:n x - n y) は、 0 . 0 0 乃至 0 . 0 0 2 であることが好ましい。また、セルロースアセテートフイルムの厚み方向の複屈折率 { (n x + n y) / 2 - n z } は、 0 . 0 0 1 乃至 0 . 0 4 であることが好ましい

レターデーション値(Re)は、下記式に従って算出する。

レターデーション値(Re) = $(nx - ny) \times d$

式中、nxは、位相差板の面内の遅相軸方向の屈折率(面内の最大屈折率)であり; nyは、位相差板の面内の遅相軸に垂直な方向の屈折率である。

(II) Rth = $\{ (nx + ny) / 2 - nz \} \times d$

式(II)には、フイルム面内の遅相軸方向(屈折率が最大となる方向)の屈折率である。式(II)において、nyは、フイルム面内の進相軸方向(屈折率が最小となる方向)の屈折率である。

式(II)において、nzは、フイルムの厚み方向の屈折率である。

式(II)において、dは、単位をnmとするフイルムの厚さである。

[0081]

[偏光板]

偏光板は、偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる。一方の保護膜として、本発明の拡散フイルムを用いることができる。他方の保護膜には、上記のセルロースアセテートフイルムや通常のセルロースアセテートフイルムを用いてもよい。

40

30

偏光膜には、ヨウ素系偏光膜、二色性染料を用いる染料系偏光膜やポリエン系偏光膜がある。ヨウ素系偏光膜および染料系偏光膜は、一般にポリビニルアルコール系フイルムを用いて製造する。

セルロースアセテートフイルムの遅相軸と偏光膜の透過軸とは、実質的に平行になるよう に配置する。

[0082]

偏光板の生産性には保護フイルムの透湿性が重要である。偏光膜と保護フイルムは水系接着剤で貼り合わせられており、この接着剤溶剤は保護フイルム中を拡散することで、乾燥される。保護フイルムの透湿性が高ければ、高いほど乾燥は早くなり、生産性は向上する

が、高くなりすぎると、液晶表示装置の使用環境(高湿下)により、水分が偏光膜中に入ることで偏光能が低下する。光学補償シートの透湿性は、ポリマーフイルム(および重合性液晶化合物)の厚み、自由体積、親疎水性、等により決定される。

偏光板の保護フイルムとして用いる場合、透湿性は 100 乃至 1000 g / m 2 ・ 24 h r s であることが好ましく、 300 乃至 700 g / m 2 ・ 24 h r s であることが更に好ましい。

[0083]

光学補償フイルムの厚みは、製膜の場合、リップ流量とラインスピード、あるいは、延伸、圧縮により調整することができる。使用する主素材により透湿性が異なるので、厚み調整により好ましい範囲にすることが可能である。

光学補償フイルムの自由体積は、製膜の場合、乾燥温度と時間により調整することができる。この場合もまた、使用する主素材により透湿性が異なるので、自由体積調整により好ましい範囲にすることが可能である。

光学補償フイルムの親疎水性は、添加剤により調整することができる。上記自由体積中に 親水的添加剤を添加することで透湿性は高くなり、逆に疎水性添加剤を添加することで透 湿性を低くすることができる。

上記透湿性を独立に制御することにより、光学補償能を有する偏光板を安価に高い生産性で製造することが可能となる。

[0084]

[液晶表示装置]

ルと双方の偏光板との間に二枚配置する。

本発明の拡散フイルム、または偏光板は、液晶表示装置のディスプレイにおいて最表層(面)として有利に用いられる。

TN、MVA、およびOCBモードの液晶表示装置は、液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる。液晶セルは、二枚の電極基板の間に液晶を担持している。 光学補償シートは、液晶セルと一方の偏光板との間に、一枚配置するか、あるいは液晶セ

OCBモードの液晶表示装置の場合、本発明の光学補償シートは、ポリマーフイルム上に 円盤状化合物、もしくは棒状液晶化合物を含む光学異方性層を有していても良い。光学異 方性層は、円盤状化合物(もしくは棒状液晶化合物)を配向させ、その配向状態を固定す ることにより形成する。

円盤状化合物は、一般に大きな複屈折率を有する。また、円盤状化合物には、多様な配向形態がある。従って、円盤状化合物を用いることで、従来の延伸複屈折フイルムでは得ることができない光学的性質を有する光学補償シートを製造することができる。円盤状化合物を用いた光学補償シートについては、特開平6-214116号公報、米国特許5583679号、同5646703号、西独特許公報3911620A1号の各明細書に記載がある。

[0085]

偏光板では、液晶セルと偏光膜との間に配置される透明保護膜として、本発明の拡散フイルムを用いることが好ましい。偏光板の液晶セルとは反対側の透明保護膜として本発明の拡散フイルムを用いることが好ましい。

液晶セルは、VAモード、OCBモード、またはTNモードであることが好ましい。

[0086]

VAモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に垂直に配向している。

VAモードの液晶セルには、(1)棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に垂直に配向させ、電圧印加時に実質的に水平に配向させる狭義のVAモードの液晶セル(特開平2-176625号公報記載)に加えて、(2)視野角拡大のため、VAモードをマルチドメイン化した(MVAモードの)液晶セル(SID97、Digest of tech. Papers(予稿集)28(1997)845記載)、(3)棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に垂直配向させ、電圧印加時にねじれマルチドメイン配向させるモード(n-ASMモード)の

10

20

30

40

液晶セル(日本液晶討論会の予稿集 5 8 ~ 5 9 (1 9 9 8) 記載) および (4) S U R V A I V A L モードの液晶セル (L C D インターナショナル 9 8 で発表) が含まれる。

[0087]

OCBモードの液晶セルは、棒状液晶性分子を液晶セルの上部と下部とで実質的に逆の方向に(対称的に)配向させるベンド配向モードの液晶セルを用いた液晶表示装置であり、米国特許4583825号、同5410422号の各明細書に開示されている。棒状液晶性分子が液晶セルの上部と下部とで対称的に配向しているため、ベンド配向モードの液晶セルは、自己光学補償機能を有する。そのため、この液晶モードは、OCB(Optically Compensatory Bend)液晶モードとも呼ばれる。ベンド配向モードの液晶表示装置は、応答速度が速いとの利点がある。

[0088]

TNモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に水平配向し、さらに60万至120°にねじれ配向している。

TNモードの液晶セルは、カラーTFT液晶表示装置として最も多く利用されており、多数の文献に記載がある。

[0089]

【実施例】

以下本発明の実施例について、比較例と対照して説明する。

[0090]

[実施例1]

光拡散層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製DPHA、屈折率1.5 1)100質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー184)5質量部、第1の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径1.3μm、屈折率1.6 1)17質量部、および第2の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.6 1)7質量部とを混合してメチルエチルケトン/メチルイソブチルケトン(3/7質量比)により固形分24%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が6.0μmになるように塗工、溶剤乾燥後、160W/cmの空冷メタルハライドランプ(アイグラフィックス(株)製)を用いて、照度400mW/cm²、照射量300mJ/cm²の紫外線を照射して塗布層を硬化させ、光拡散フイルム(HKF-01)を作製した。

[0091]

JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いて 、HKF-01のヘイズ(曇価)を測定したところ、67%であり適度なヘイズとなった

[0092]

[実施例 2]

光拡散層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製DPHA、屈折率1.51)100質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー184)5質量部、第1の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径1.3μm、屈折率1.61)34質量部、および第2の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.61)9質量部とを混合してメチルエチルケトン/メチルイソブチルケトン(3/7質量比)により固形分52質量%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が3.5μmになるように塗工、溶剤乾燥後、160W/cmの空冷メタルハライドランプ(アイグラフィックス(株)製)を用いて、照度400mW/cm²、照射量300mJ/cm²の紫外線を照射して塗布層を硬化させ、光拡散フイルム(HKF-02)を作製した。

[0093]

JIS- K- 7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR- 100)を用いて

10

20

30

40

(21)

、HKF-02のヘイズ(曇価)を測定したところ、48%であり適度なヘイズとなった

[0094]

「実施例3]

光拡散層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製DPHA、屈折率1 . 5 1) 1 0 0 質量部、硬化開始剤 (チバガイギー社製、イルガキュアー 9 0 7) 3 質量 部、および透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径1.3μm、屈折 率1.61)11質量部とを混合してメチルエチルケトン/シクロヘキサノン(6/4質 量比)により固形分11%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイ ルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が2.0μmになるよ うに塗工、溶剤乾燥後、紫外線を140mJ照射した。さらに、紫外線硬化型樹脂(日本 化薬製DPHA、屈折率1.51)100質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イル ガキュアー907)3質量部、透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒 径3.5µm、屈折率1.61)6質量部、およびスチレンビーズ(総研化学製、粒径1 . 3 µ m、屈折率 1 . 6 0) 1 6 質量部とを混合してメチルエチルケトン / シクロヘキサ ノン(6/4質量比)により固形分22%になるように調整したものを、この第1層上に 、乾燥膜厚が3.0μmになるように塗工、溶剤乾燥後、160W/cmの空冷メタルハ ライドランプ(アイグラフィックス(株)製)を用いて、照度400mW/cm²、照射 量 3 0 0 m J / c m² 紫外線を照射して塗布層を硬化させ、光拡散フイルム(HKF-0 3)を作製した

[0095]

JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いて、HKF-03のヘイズ(曇価)を測定したところ、56%であり適度なヘイズとなった

[0096]

「実施例41

光拡散層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製DPHA、屈折率1.5 1)100質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー907)3質量部、および透光性微粒子としてシリカ粒子(日本触媒製、粒径1.0μm、屈折率1.43)11質量部とを混合してメチルエチルケトン/シクロへキサノン(6/4質量比)により固形分11%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD・80U)上に、乾燥膜厚が2.0μmになるようにご工、溶剤乾燥後、紫外線を140mJ照射した。さらに、紫外線硬化型樹脂(日本化薬製DPHA、屈折率1.51)100部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー907)3質量部、透光性微粒子としてスチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.60)6質量部とを混合してメチルエチルケトン/シクロへキサノン(6/4質量比)により固形分22%になるように調整したものを、この第1層上に、乾燥膜厚3.0μmになるように塗工、溶剤乾燥後、160W/cmの空冷メタルハライドランプ(アイグラフィックス(株)製)を用いて、照度400mW/cm²、照射量300mJ/cm~2の紫外線を照射して塗布層を硬化させ、光拡散フイルム(HKF・04)を作製した

[0097]

JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いて、HKF-04のヘイズ(曇価)を測定したところ、48%であり適度なヘイズとなった

[0098]

[実施例5]

(低屈折率層用塗布液の調製)

屈折率 1 . 4 2 の熱架橋性含フッ素ポリマー (J N - 7 2 2 8 、 J S R (株) 製、固形分濃度 6 質量%、メチルエチルケトン溶液) 2 2 4 0 g に、M E K - S T (平均粒径 1 0 ~

10

20

30

40

20 n m、固形分濃度 3 0 質量 % の S i O $_2$ ゾルのメチルエチルケトン分散物、日産化学 (株)製)192g、およびメチルエチルケトン2224g、シクロヘキサノン144g 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ー(PPE-01)でろ過して、低屈折率層用塗布液を調製した。

[0099]

実施例 2 で作製した H K F - 0 2 の光拡散層上に、上記低屈折率層用塗布液をバーコーターを用いて塗布し、8 0 で乾燥の後、さらに 1 2 0 で 8 分間熱架橋し、厚さ 0 . 0 9 6 μ m の低屈折率層を形成し、防眩性付き光拡散フイルム(H K F - 0 5)を作製した。分光光度計 V - 5 5 0 (日本分光(株)製)にアダプター(A R V - 4 7 4)を装着し、3 8 0 ~ 7 8 0 n m の波長域において、入射角 5 における出射角 - 5 の鏡面反射率を測定し、4 5 0 ~ 6 5 0 n m の平均反射率を測定したところ、2 . 2 % であった。

10

[0100]

「比較例1]

防眩層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬(株)製、PETA、屈折率1.51)100質量部、セルローストリアセテート(バイエル社製、セリドールCP、屈折率2.22)1.7質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー184)5質量部、第1の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径1.3μm、屈折率1.61)5質量部、および第2の透光性微粒子としてアクリルビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.61)15質量部とを混合してトルエンにより固形分40%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が3.3μmになるように塗工、溶剤乾燥後、紫外線を140mJ照射して、光拡散フイルム(HKF-H1)を作製した。

20

[0101]

JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いて、HKF-H1のヘイズ(曇価)を測定したところ、13%であり適度なヘイズとなった

[0102]

「比較例21

防眩層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製PET30、屈折率1.51)50質量部、セルローストリアセテート(バイエル社製、セリドールCP、屈折率2.22)1.7質量部、紫外線硬化型樹脂(信越化学工業製X-12-2400-3)25質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー184)5質量部、第1の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径1.3μm、屈折率1.61)5質量部、および第2の透光性微粒子としてアクリル・スチレンビーズ(総研化学製、粒径55.0μm、屈折率1.54)12質量部とを、Zr02高屈折率超微粒子分散液(住友大阪セメント製No.1140A)へよく混合して、トルエンにより固形分40%になるように調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が4.8μmになるように塗工、溶剤乾燥後、紫外線を140mJ照射して、光拡散フイルム(HKF-H2)を作製した。

30

実施例1同様にしてHKF-H2のヘイズ測定を行なったところ、ヘイズ(曇価)は10%であり適度なヘイズとなった。

40

[0103]

[比較例3]

防眩層を構成する透光性樹脂として紫外線硬化型樹脂(日本化薬製PETA、屈折率1.51)50質量部、硬化開始剤(チバガイギー社製、イルガキュアー184)2質量部、第1の透光性微粒子としてアクリル・スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.55)2質量部、および第2の透光性微粒子として架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5μm、屈折率1.61)2質量部とをトルエン50質量部と混合して塗工液として調整したものを、セルローストリアセテートフイルム(富士写真フイルム(株)製、TD-80U)上に、乾燥膜厚が3μmになるように塗工、70 にて1分間溶剤

乾燥後、紫外線を100mJ照射して、光拡散フイルム(HKF-H3)を作製した。

[0104]

JIS-K-7105に準じ、測定器(村上色彩技術研究所製、HR-100)を用いて、HKF-H3のヘイズ(曇価)を測定したところ、20%であった。

[0105]

「比較例4]

第1の透光性微粒子のアクリル・スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5 μm、屈折率1.55)を4質量部、第2の透光性微粒子の架橋スチレンビーズ(総研化学製、粒径3.5 μm、屈折率1.61)を0.5質量部用いた以外は、比較例1と同様にして光拡散フイルム(HKF-H4)を作製した。

10

実施例1同様にしてHKF-H4の評価を行なったところ、ヘイズ(曇価)は30%であった。

[0106]

[実施例6]

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。実施例 1 で作製したHKF‐01に鹸化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、HKF‐01の透明基材フイルム(セルローストリアセテート)が偏光膜側となるように偏光膜の片側に貼り付けた。また、市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム(株)製)にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。このようにして光拡散層付き偏光板(HKH‐01)を作製した。

20

[0107]

「比較例51

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。比較例 1 で作製したHKF-H1に鹸化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、HKF-01の透明基材フイルム(セルローストリアセテート)が偏光膜側となるように偏光膜の片側に貼り付けた。また、市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム(株)製)にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。このようにして光拡散層付き偏光板(HKH-H1)を作製した。

30

[0108]

[実施例7]

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。実施例3で作製したHKF-03に鹸化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、HKF-01の透明基材フイルム(セルローストリアセテート)が偏光膜側となるように偏光膜の片側に貼り付けた。また、下記の光学補償フイルム(KH-01)をセルロースアセテートフイルムが偏光膜側になるようにポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。偏光膜の透過軸とKH-01の遅相軸とは平行になるように配置した。このようにして光拡散層付き偏光板(HKH-02)を作製した。

40

[0109]

(КН-01の調製)

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、セ ルロースアセテート溶液を調製した。

[0110]

セルロースアセテート溶液組成

酢化度 6 0 . 9 % のセルロースアセテート トリフェニルホスフェート (可塑剤) ビフェニルジフェニルホスフェート (可塑剤) 1 0 0 質量部

7 . 8 質量部

3 . 9 質量部

メチレンクロライド(第1溶媒) メタノール(第2溶媒) 1 - ブタノール(第3溶媒) 3 0 0 質量部 5 4 質量部 1 1 質量部

[0111]

別のミキシングタンクに、波長分散制御として下記のレターデーション上昇剤 2 5 質量部、メチレンクロライド 8 0 質量部およびメタノール 2 0 質量部を投入し、加熱しながら攪拌して、レターデーション上昇剤溶液を調製した。

セルロースアセテート溶液 4 9 3 質量部にレターデーション上昇剤溶液 7 質量部を混合し、充分に攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート 1 0 0 質量部に対して、 1 . 5 質量部であった。

10

[0112]

【化1】

20

[0113]

得られたドープを、バンド流延機を用いて流延した。バンド上での膜面温度が40 となってから、1分乾燥し、剥ぎ取った後、140 の乾燥風で、残留溶剤量が0.3質量%のセルロースアセテートフイルム(厚さ:90μm)を製造した。

30

作製したセルロースアセテートフイルム(CAF-01)について、光学特性を測定した結果、Reレターデーション値は5 nm、Rthレターデーション値は80 nmであった。尚、光学特性は、エリプソメーター(M-150、日本分光(株)製)を用いて、波長550 nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。

[0114]

40

次に、セルロースアセテートフイルムの長手方向と平行な方向に、形成した膜にラビング 処理を実施した。

[0115]

配向膜塗布液組成

下記の変性ポリビニルアルコール 水 メタノール グルタルアルデヒド(架橋剤)

10質量部 371質量部 119質量部 0.5質量部

【 0 1 1 6 】 【 化 2 】

変性ポリビニルアルコール
$$-(CH_2-CH)_{87.8}-(CH_2-CH)_{0.2}-(CH_2-CH)_{12.0}-(CH_2-CH)_{0.2}-(CH_2-CH)_{12.0}-(CH_2-CH)_{0.2}-(CH)_{0.2}-(CH)_{0$$

[0117]

(光学異方性層の形成)

配向膜上に、下記の円盤状(液晶性)化合物 4 1 . 0 1 g、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート(V#360、大阪有機化学(株)製) 4 . 0 6 g、セルロースアセテートブチレート(CAB551 - 0 . 2、イーストマンケミカル社製) 0 . 9 0 g、セルロースアセテートブチレート(CAB531 - 1、イーストマンケミカル社製) 0 . 2 3 g、光重合開始剤(イルガキュアー907、チバガイギー社製)1 . 3 5 g、増感剤(カヤキュアーDETX、日本化薬(株)製) 0 . 4 5 gを、102 gのメチルエチルケトンに溶解した塗布液を、#3 . 6のワイヤーバーで塗布した。これを130 の恒温ゾーンで2分間加熱し、円盤状化合物を配向させた。次に、60 の雰囲気下で120W/cm高圧水銀灯を用いて、1分間UV照射し円盤状化合物を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層を形成し、光学補償シート(KH-01)を作製した。

波長 5 5 0 n m で測定した光学異方性層の R e レターデーション値は 4 3 n m であった。また、円盤面と第 1 透明支持体面との間の角度(傾斜角)は平均で 4 2 ° であった。

[0118]

【化3】

20

ディスコティック液晶性化合物

$$R$$
 R
 $R: -O-CO-CH=CH_2$

[0119]

「実施例8]

実施例3で作製したHKF-03の代わりに実施例5で作製のHKF-05を用いる以外は、実施例7と同様にして、光拡散層付き偏光板(HKH-03)を作製した。

[0120]

[実施例9]

TN型液晶セルを使用した液晶表示装置(6E-A3、シャープ(株)製)に設けられている一対の偏光板を剥がし、代わりに実施例7で作製した偏光板(HKH-02)を、KH-01が液晶セル側となるように粘着剤を介して、観察者側に貼り付けた。またバックライト側には、下記偏光板(HKH-S1)を貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸と、バックライト側の偏光板の透過軸とは、Oモードとなるように配置した。

作製した液晶表示装置について、測定機(EZ-Contrast 1 6 0 D、 E L D I M 社製)を用いて、黒表示(L 1)から白表示(L 8)までの 8 段階で視野角を測定した。結果を第 1 表に示す。

[0121]

(偏光板(HKH-S1)の作製)

延伸したポリビニルアルコールフイルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、実施例 2 で作製した K H - 0 1 を C A F 0 1 が偏光膜側となり、さらにその遅相軸が偏光膜の透過軸と平行になるように片側に貼り付けた。

市販のセルローストリアセテートフイルム(フジタックTD80UF、富士写真フイルム (株)製)にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対 側に貼り付けた。

このようにして偏光板(HKH-S1)を作製した。

[0122]

[実施例10]

TN型液晶セルを使用した液晶表示装置(6E-A3、シャープ(株)製)に設けられている一対の偏光板を剥がし、代わりに実施例8で作製した偏光板(HKH-03)を、KH-01が液晶セル側となるように粘着剤を介して、観察者側に貼り付けた。またバックライト側には、下記偏光板(HKH-S1)を貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸と、バックライト側の偏光板の透過軸とは、Oモードとなるように配置した。

作製した液晶表示装置について、測定機(EZ-Contrast 1 6 0 D、 E L D I M 社製)を用いて、黒表示(L 1)から白表示(L 8)までの8段階で視野角を測定した。結果を第1表に示す。

[0123]

[比較例6]

TN型液晶セルを使用した液晶表示装置(6E-A3、シャープ(株)製)に設けられて

20

30

50

いる一対の偏光板を剥がし、代わりに比較例 5 で作製した偏光板(HKH-H1)を、市販のセルローストリアセテートフイルムが液晶セル側となるように粘着剤を介して、観察者側に貼り付けた。またバックライト側には、市販の偏光板を貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸と、バックライト側の偏光板の透過軸とは、 O モードとなるように配置した

作製した液晶表示装置について、測定機(EZ-Contrast 1 6 0 D、 E L D I M 社製)を用いて、黒表示(L 1)から白表示(L 8)までの 8 段階で視野角を測定した。結果を第 1 表に示す。

[0124]

【表1】

第1表

液晶	 コントラス	外光の写り込み		
表示装置	上	下	左右	
実施例 9	7 0 °	65°	1 6 0°	В
実施例10	7 5°	60°	160°	A
比較例 6	15°	25°	37°	В

(註) 黒側の階調反転: L1とL2との間の反転

外光の写り込みA:全く認められない

外光の写り込みB:若干認められるが外光よりも画像の方が明瞭である

【図面の簡単な説明】

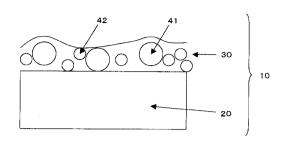
【図1】本発明の実施の形態に係る光拡散フイルム示す断面図である。

【符号の説明】

- 10 光拡散フイルム
- 20 透明基材フイルム
- 3 1 透光性樹脂
- 41 第1の透光性微粒子
- 42 第2の透光性微粒子
- 50 低屈折率層

30

【図1】



フロントページの続き

```
(56)参考文献 特開2003-029007(JP,A)
       特開2002-258274(JP,A)
       特開2001-324608(JP,A)
       特開平02-194058(JP,A)
       特開平07-214684(JP,A)
       特開2000-035508(JP,A)
       特開平07-218705(JP,A)
       特開平11-060966(JP,A)
       特開2000-047011(JP,A)
       特開平11-142618 (JP,A)
       特開平11-305010(JP,A)
       特開平10-039285 (JP,A)
       特開2001-100043(JP,A)
       特開平05-051480(JP,A)
       特開2000-121809(JP,A)
       特開平09-304603(JP,A)
```

(58)調査した分野(Int.CI., DB名)

G02B 5/02 B32B 7/02 G02B 1/11 G02B 5/30