(19) **日本国特許庁(JP)** 

# (12) 特 許 公 報(B2)

(11)特許番号

特許第6126884号 (P6126884)

(45) 発行日 平成29年5月10日(2017.5.10)

(24) 登録日 平成29年4月14日(2017.4.14)

(51) Int.Cl.			FΙ		
C08F	2/44	(2006.01)	CO8F	2/44	C
COBJ	7/00	(2006.01)	C081	7/00	304
<i>B32B</i>	9/00	(2006.01)	B32B	9/00	$\mathbf{Z}$

請求項の数 10 (全 20 頁)

(21) 出願番号 (22) 出願日 (65) 公開番号 (43) 公開日	平成25年3月26日 (2013.3.26) 特開2014-189585 (P2014-189585A)	(73) 特許権者 (74) 代理人	音 000102980 リンテック株式会社 東京都板橋区本町23番23号 100108419
審査請求日	平成27年12月28日 (2015.12.28)	(72) 発明者	弁理士 大石 治仁 岩屋 渉 東京都板橋区本町23-23 リンテック
		(72) 発明者	株式会社内 伊藤 雅春 東京都板橋区本町23-23 リンテック 株式会社内
		(72) 発明者	近藤 健 東京都板橋区本町23-23 リンテック 株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】硬化性樹脂組成物、樹脂フィルム、ガスバリアフィルム及び電子デバイス

## (57)【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

ポリスルホン系樹脂、ポリアリレート系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、及び脂環式炭化水素系樹脂からなる群から選択される熱可塑性樹脂である熱可塑性樹脂(A)、硬化性単量体(B)、及び、重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)を含有する硬化性樹脂組成物の硬化物からなり、

面内の位相差が 2 0 n m 以下で、複屈折率が 2 0 × 1 0 - 5 以下である樹脂フィルム。

#### 【請求項2】

硬化性単量体(B)の少なくとも 1 種が、多官能(メタ)アクリル酸誘導体である、<u>請</u> 求項 1 に記載の樹脂フィルム。

### 【請求項3】

熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の含有割合が、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の質量比で、熱可塑性樹脂(A):硬化性単量体(B)=30:70~90:10である、請求項1または2に記載の樹脂フィルム。

#### 【請求項4】

重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)の含有量が、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の合計 100質量部に対して、0.1~10質量部である、<u>請求項1~3</u>のいずれかに記載の樹脂フィルム。

### 【請求項5】

前記熱可塑性樹脂(A)のガラス転移温度(Tg)が、140 以上である、請求項1

## ~4のいずれかに記載の樹脂フィルム。

## 【請求項6】

請求項1~5のいずれかに記載の樹脂フィルムと、該樹脂フィルムの少なくとも片面に ガスバリア層を有するガスバリアフィルム。

### 【請求項7】

前記ガスバリア層が、ケイ素含有高分子化合物を含む層にイオンが注入されて形成された層である、請求項 6 に記載のガスバリアフィルム。

### 【請求項8】

前記ケイ素含有高分子化合物が、ポリシラザンである、<u>請求項7</u>に記載のガスバリアフィルム。

【請求項9】

<u>40</u>、相対湿度 90% 雰囲気下における水蒸気透過率は、1g/m²/day以下である、請求項 6~8のいずれかに記載のガスバリアフィルム。

## 【請求項10】

<u>請求項1~5のいずれか</u>に記載の樹脂フィルム<u>、</u>または<u>請求項6~9</u>のいずれかに記載のガスバリアフィルムを備える電子デバイス。

【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

#### [0001]

本発明は、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れる樹脂フィルムの製造原料として有用な硬化性樹脂組成物、この硬化性樹脂組成物を用いて得られる樹脂フィルム、この樹脂フィルムを有するガスバリアフィルム、前記樹脂フィルム又はガスバリアフィルムを備える電子デバイスに関する。

### 【背景技術】

## [0002]

近年、液晶ディスプレイやエレクトロルミネッセンス(EL)ディスプレイ等のディスプレイには、薄型化、軽量化、フレキシブル化等を実現するために、電極を有する基板として、ガラス板に代えて透明プラスチックフィルムを用いることが検討されている。

これらの用途に用いる透明プラスチックフィルムは、透明電極の成膜工程等において加熱されたり、発熱する電子デバイスにも用いられることから、耐熱性に優れることが求められる。また、透明プラスチックフィルムは、ディスプレイ等の光学用途に用いられる場合には、光学等方性に優れることが求められている。

## [0003]

また、ガラス板に代えて透明プラスチックフィルムを用いる場合、素子や電極の劣化を防ぐために、水蒸気や酸素の透過を抑制する層(ガスバリア層)が設けられる(以下、ガスバリア層を有する樹脂フィルムを、「ガスバリアフィルム」という。)。

例えば、特許文献1には、透明プラスチックフィルム表面に、蒸着法、イオンプレーティング法、スパッター法等により、金属酸化物からなる透明ガスバリア層を積層したフレキシブルディスプレイ基板が記載されている。

また、特許文献 2 には、基材の少なくとも片面に、ポリシラザン膜にプラズマ処理を施 して形成されたガスバリア層を有するガスバリアフィルムが記載されている。

## [0004]

近年、ガスバリアフィルムは、太陽電池等の屋外で使用される電子デバイスの部材や、 エレクトロルミネッセンス素子等の封止部材等の各種の電磁波が照射される部材としても 用いられるようになった。このため、紫外線等が照射されても透過しにくい(紫外線遮断 性を有する)ガスバリアフィルムが要望されている。

### 【先行技術文献】

### 【特許文献】

## [0005]

【特許文献1】特開2000-338901号公報

10

30

20

40

【特許文献 2 】特開 2 0 0 7 - 2 3 7 5 8 8 号公報

### 【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

### [0006]

このように、電子デバイス等に用いる樹脂フィルムやガスバリアフィルムには、紫外線 遮断性や耐熱性等の多くの性能を同時に達成することが求められる。

しかしながら、樹脂フィルムに紫外線吸収剤を含有させると、多くの場合、樹脂フィルムの耐熱性が低下するため、紫外線遮断性と耐熱性を両立させることは困難であった。

このため、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れる樹脂フィルムや、これらの性能に加えて、優れたガスバリア性を兼ね備えたガスバリアフィルムの開発が望まれていた

10

20

#### [0007]

本発明は、かかる従来技術の実情に鑑みてなされたものであり、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れる樹脂フィルムの製造原料として有用な硬化性樹脂組成物、この硬化性樹脂組成物を用いて得られる樹脂フィルム、この樹脂フィルムを有するガスバリアフィルム、前記樹脂フィルム又はガスバリアフィルムを備える電子デバイス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】

#### [00008]

本発明者らは、上記課題を解決すべく、紫外線吸収剤を含有する樹脂フィルムについて 鋭意検討した結果、特定の組成を有する硬化性樹脂組成物の硬化物からなる樹脂フィルム は、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れることを見出し、本発明を完成するに至 った。

[0009]

かくして本発明によれば、下記(1)~(7)の硬化性樹脂組成物、(8)の樹脂フィルム、(9)~(11)のガスバリアフィルム、及び(12)の電子デバイスが提供される。

- (1)熱可塑性樹脂(A)、硬化性単量体(B)、及び重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)を含有することを特徴とする硬化性樹脂組成物。
- (2)熱可塑性樹脂(A)が、非晶性熱可塑性樹脂である、(1)に記載の硬化性樹脂組成物。

30

- (3)熱可塑性樹脂(A)が、芳香族環構造又は脂環式構造を有するものである、(1) または(2)に記載の硬化性樹脂組成物。
- (4)熱可塑性樹脂(A)が、ポリスルホン系樹脂、ポリアリレート系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、及び脂環式炭化水素系樹脂からなる群から選択される熱可塑性樹脂である、(1)~(3)のいずれかに記載の硬化性樹脂組成物。
- (5)硬化性単量体(B)の少なくとも1種が、多官能(メタ)アクリル酸誘導体である、(1)~(4)のいずれかに記載の硬化性樹脂組成物。
- (6)熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の含有割合が、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の質量比で、熱可塑性樹脂(A):硬化性単量体(B)=30:70~90:10である、(1)~(5)のいずれかに記載の硬化性樹脂組成物。

(7)重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)の含有量が、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の合計100質量部に対して、0.1~10質量部である、(1)~(6)のいずれかに記載の硬化性樹脂組成物。

- (8)前記(1)~(7)のいずれかに記載の硬化性樹脂組成物の硬化物からなる樹脂フィルム。
- (9)前記(8)に記載の樹脂フィルムと、該樹脂フィルムの少なくとも片面にガスバリア層を有するガスバリアフィルム。
- (10)前記ガスバリア層が、ケイ素含有高分子化合物を含む層に、イオンが注入されて 形成された層である、(9)に記載のガスバリアフィルム。

40

(11)前記ケイ素含有高分子化合物がポリシラザンである、(10)に記載のガスバリアフィルム。

(12)前記(8)に記載の樹脂フィルムまたは(9)~(11)のいずれかに記載のガスバリアフィルムを備える電子デバイス。

### 【発明の効果】

## [0010]

本発明によれば、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れる樹脂フィルムの製造原料として有用な硬化性樹脂組成物、この硬化性樹脂組成物を用いて得られる樹脂フィルム、この樹脂フィルムを有するガスバリアフィルム、前記樹脂フィルム又はガスバリアフィルムを備える電子デバイスが提供される。

## 【発明を実施するための形態】

#### [0011]

以下、本発明を、1)硬化性樹脂組成物、2)樹脂フィルム、3)ガスバリアフィルム 、及び、4)電子デバイス、に項分けして詳細に説明する。

### [0012]

#### 1)硬化性樹脂組成物

本発明の硬化性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂(A)、硬化性単量体(B)、及び重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)を含有するものである。

#### [0013]

## 〔熱可塑性樹脂(A)〕

本発明に用いる熱可塑性樹脂(A)は、加熱により溶融又は軟化し、このものを冷却すると固化する性質(熱可塑性)を有する合成樹脂である。熱可塑性樹脂(A)は、この性質を有するものであれば特に限定されないが、非晶性熱可塑性樹脂が好ましい。非晶性熱可塑性樹脂を用いることで、透明性に優れる樹脂フィルムやガスバリアフィルムが得られ易くなる。また、非晶性熱可塑性樹脂は有機溶剤に溶け易いため、後述するように、溶液キャスト法を利用して、効率よく樹脂フィルムを形成することができる。

ここで、非晶性熱可塑性樹脂とは、示差走査熱量測定において、融点が観測されない熱可塑性樹脂をいう。

## [0014]

また熱可塑性樹脂(A)としては、耐熱性に優れる樹脂フィルムが得られ易いことから、芳香族環構造又は脂環式構造等の環構造を有する熱可塑性樹脂が好ましく、芳香族環構造を有する熱可塑性樹脂がより好ましい。

#### [0015]

熱可塑性樹脂(A)の具体例としては、ポリスルホン系樹脂、ポリアリレート系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、及び脂環式炭化水素系樹脂等が挙げられる。これらの中でも、耐熱性および光学等方性に優れる樹脂フィルムが得られ易いことから、ポリスルホン系樹脂、及び脂環式炭化水素系樹脂が好ましい。

### [0016]

ポリスルホン系樹脂は、主鎖中に、スルホン基を有する高分子である。ポリスルホン系樹脂としては、特に限定されず、公知のものが使用できる。ポリスルホン系樹脂は、例えば、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリフェニルスルホン樹脂等が挙げられる。また、本発明に用いるポリスルホン系樹脂は、変性ポリスルホン系樹脂であってもよい。

## [0017]

これらの中でも、ポリスルホン系樹脂としては、ポリエーテルスルホン樹脂又はポリスルホン樹脂が好ましい。

### [0018]

ポリアリレート系樹脂は、芳香族ジオールと芳香族ジカルボン酸又はそのクロライドとの反応により得られる高分子化合物からなる樹脂である。ポリアリレート系樹脂としては、特に限定されず、公知のものが使用できる。

10

20

30

40

#### [0019]

ポリカーボネート系樹脂は、主鎖中にカーボネート基を有する高分子である。ポリカーボネート系樹脂としては、特に限定されず、公知のものが使用できる。ポリカーボネート系樹脂としては、芳香族ポリカーボネート樹脂や脂肪族ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。なかでも、耐熱性、機械的強度、透明性等に優れることから、芳香族ポリカーボネート樹脂が好ましい。

芳香族ポリカーボネート樹脂は、芳香族ジオールとカーボネート前駆体とを界面重縮合法や溶融エステル交換法で反応させる方法や、カーボネートプレポリマーを固相エステル交換法により重合させる方法や、環状カーボネート化合物の開環重合法により重合させる方法によって得ることができる。

[0020]

脂環式炭化水素系樹脂は、主鎖中に環状の炭化水素基を有する高分子である。脂環式炭化水素系樹脂としては、特に限定されず、公知のものが使用できる。脂環式炭化水素系樹脂としては、例えば、単環の環状オレフィン系重合体、ノルボルネン系重合体、環状共役ジエン系重合体、ビニル脂環式炭化水素重合体、及びこれらの水素化物が挙げられる。市販品としては、アペル(三井化学社製のエチレン・シクロオレフィン共重合体)、TOPAS(ポリプラスチックス社製、エチレン・シクロオレフィン共重合体)、アートン(JSR社製のノルボルネン系重合体)、ゼオノア(日本ゼオン社製のノルボルネン系重合体)等が挙げられる。

熱可塑性樹脂(A)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。

[0021]

熱可塑性樹脂(A)は、ガラス転移温度(Tg)が140 以上であることが好ましく、150 以上であることがより好ましい。ガラス転移温度(Tg)が140 以上の熱可塑性樹脂を用いることで、耐熱性に優れる樹脂フィルムが得られ易くなる。

ここでガラス転移温度(Tg)は、粘弾性測定(周波数11Hz、昇温速度3 /分で0~250 の範囲で引張モードによる測定)により得られたtan (損失弾性率/貯蔵弾性率)の最大点の温度をいう。

[0022]

熱可塑性樹脂(A)の重量平均分子量(Mw)は、通常、100,000~3,000,000、好ましくは200,000~2,000,000、より好ましくは500,000~2,000,000、より好ましくは500,00~2,000,000。また、分子量分布(Mw/Mn)は、好ましくは、1.0~5.0、より好ましくは、2.0~4.5の範囲である。重量平均分子量(Mw)及び分子量分布(Mw/Mn)は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法により測定したポリスチレン換算の値である。

[0023]

〔硬化性単量体(B)〕

本発明に用いる硬化性単量体(B)は、重合性不飽和結合を有する単量体であって、重合反応、又は、重合反応及び架橋反応に関与し得る単量体である。なお、本明細書において、「硬化」とは、この「単量体の重合反応」、「単量体の重合反応及び引き続く重合体の架橋反応」を含めた広い概念を意味する。

硬化性単量体(B)は、硬化反応において、硬化性単量体(B)同士で反応すると共に、重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)とも反応するものである。このため、硬化反応を行うことで、この紫外線吸収剤が組み込まれた重合鎖(紫外線吸収剤(C)由来の繰り返し単位を含む重合鎖)を生成させることができる。後述するように、本発明の硬化性樹脂組成物の硬化物からなる樹脂フィルムは、この重合鎖を含むため、種々の特性に優れるものとなる。

また、本発明の硬化性樹脂組成物は、硬化性単量体(B)を含有するため、このものが一種の可塑剤として作用し、溶液キャスト法によって樹脂フィルムを製造する際に、塗膜から溶剤を効率よく除去することができ、乾燥工程の長時間化の問題や、残留溶剤による

10

20

30

40

カールの発生の問題が解消される。

### [0024]

硬化性単量体(B)の分子量は、通常、3000以下、好ましくは200~2000、より好ましくは200~1000である。

## [0025]

硬化性単量体(B)中の重合性不飽和結合の数は特に制限されない。硬化性単量体(B)は、重合性不飽和結合を1つ以上有する単官能モノマーであっても、複数有する多官能モノマーであってもよい。

### [0026]

前記単官能モノマーとしては、特に限定されず、公知の化合物を用いることができる。 単官能モノマーとしては、分子内にエネルギー線重合性の二重結合を有する(メタ)アク リル酸誘導体が挙げられ、例えば、イソボルニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンテ ニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンタニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンテ ニルオキシ(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、アダマンタン (メタ)アクリレート、トリシクロデカンアクリレート、エトキシ化o・フェニルフェノ ール(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、フ ェノキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレートなどの環状構造を有する(メタ) アクリル酸エステル:

フェニルヒドロキシプロピルアクリレート、ベンジルアクリレート、フェノールエチレンオキシド変性アクリレートなどの芳香族化合物;

テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、モルホリンアクリレート、N - ビニルピロリドンまたはN - ビニルカプロラクタムなどの複素環式化合物;

アクリルアミド、メタクリルアミド、N - メチルアクリルアミド、N - メチルメタクリルアミド、N - メチロールアクリルアミド、N - メチロールメタクリルアミド、アクリロイルモルホリンなどのアクリルアミド類;等が挙げられる。

## [0027]

多官能モノマーとしては、特に限定されず、公知の化合物を用いることができる。多官能モノマーとしては、例えば、トリシクロデカンジメタノールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロポキシ化エトキシ化ビスフェノール A ジ(メタ)アクリレート、エトキシ化ビスフェノール A ジ(メタ)アクリレート、エトキシ化ビスフェノール A ジ(メタ)アクリレート、1,10-デカンジオールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート、9,9-ビス[4-(2-アクリロイルオキシエトキシ)フェニル]フルオレン、ネオペンチルグリコールアジペートジ(メタ)アクリレート、ヒドロキシピバリン酸ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、カプロラクトン変性ジシクロペンテニルジ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド変性リン酸ジ(メタ)アクリレート、ジ(アクリロキシエチル)イソシアヌレート、アリル化シクロヘキシルジ(メタ)アクリレート等の2官能の(メタ)アクリル酸誘導体;

トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、プロピオン酸変性ジペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、プロピレンオキシド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレート等の3官能の(メタ)アクリル酸誘導体;4ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート等の4官能の(メタ)アクリル酸誘導体;プロピオン酸変性ジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート等の5官能の(メ

ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、カプロラクトン変性ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート等の6官能の(メタ)アクリル酸誘導体;等が挙げられる。

### [0028]

タ)アクリル酸誘導体;

これらの硬化性単量体は 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。

10

20

30

40

なかでも、硬化性単量体(B)は、耐熱性及び光学等方性に優れ、かつ。硬化収縮が起こりにくく樹脂フィルムのカールが抑制できるという観点から、少なくとも 1 種が多官能 (メタ) アクリル酸誘導体であることが好ましく、 2 ~ 6 官能の(メタ) アクリル酸誘導体であることがより好ましく、 2 官能(メタ) アクリル酸誘導体が特に好ましい。

## [0029]

[重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)]

本発明に用いる重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)〔以下、紫外線吸収剤(C)と記載することがある。〕は、分子内に、重合性不飽和結合と、紫外線吸収構造とを有する重合性化合物である。

紫外線吸収剤(C)は、硬化性単量体(B)と反応し、重合鎖に組み込まれる。このため、本発明の硬化性樹脂組成物を用いることで、後述するような種々の特性に優れる樹脂フィルムを効率よく製造することができる。

### [0030]

紫外線吸収剤(C)の分子量は、通常、3000以下、好ましくは200~2000、より好ましくは200~1000である。

#### [0031]

重合性不飽和結合としては、(メタ)アクリロイル基、ビニル基等が挙げられる。

紫外線吸収構造としては、サリシレート系構造、ベンゾフェノン系構造、ベンゾトリア ゾール系構造、置換アクリロニトリル系構造、ニッケルキレート系構造、ヒンダードアミ ン系構造、トリアジン系構造等が挙げられる。

紫外線吸収剤(C)の具体例としては、下記式(C-1)

### [0032]

## 【化1】

$$R^1$$
 $N$ 
 $N$ 
 $R^2$ 
 $(C-1)$ 

## [0033]

[式(C - 1)中、R  $^1$  は、水素原子、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 1 0 アルキル基または炭素数 1 ~ 1 0 のアルコキシ基を表し、R  $^2$  は、水素原子または炭素数 1 ~ 1 0 のアルキル基を表し、X は、式: - O - R  $^3$  - O - C ( = O ) - N H - R  $^4$  - O C ( = O ) - C ( R  $^5$  ) = C H  $_2$  で表される基(R  $^3$  、R  $^4$  はそれぞれ独立して、炭素数 2 ~ 2 0 のアルキレン基を表し、R  $^5$  は水素原子またはメチル基を表す。)、式: - O - R  $^6$  - O - C ( = O ) - C ( C H  $_3$  ) = C H  $_2$  を表す(R  $^6$  は、炭素数 2 ~ 2 0 のアルキレン基を表す。R  $^7$  は水素原子またはメチル基を表す。)】で示されるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤や、下記式(C - 2 )、(C - 3)

## [0034]

10

20

30

### [0035]

で示されるベンゾフェノン系紫外線吸収剤などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

### [0036]

## 〔硬化性樹脂組成物〕

本発明の硬化性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂(A)、硬化性単量体(B)、紫外線吸収剤(C)を含有するものである。

## [0037]

硬化性樹脂組成物中の、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の含有割合は、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の質量比で、好ましくは、熱可塑性樹脂(A):硬化性単量体(B)=30:70~90:10、より好ましくは、35:65~80:20である。

硬化性樹脂組成物中の硬化性単量体(B)の含有量が、熱可塑性樹脂(A):硬化性単量体(B)=30:70を超えるときは、得られる樹脂フィルムの柔軟性が低下するおそれがあり、90:10を下回るときは、後述するように溶液キャスト法により樹脂フィルムを製造する際に、乾燥工程の長時間化の問題や、残留溶剤によるカールの発生のおそれがある。

### [0038]

また、紫外線吸収剤(C)の含有量は、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の合計 100質量部に対して、好ましくは0.1~10質量部、より好ましくは0.1~5質量部、さらに好ましくは0.1~3質量部である。紫外線吸収剤(C)の含有量が少なすぎると、十分な紫外線遮断性が得られないおそれがある。一方、紫外線吸収剤(C)の含有量が多すぎると、耐熱性が低下するおそれがある。

## [0039]

本発明の硬化性樹脂組成物は、所望により重合開始剤を含有させることができる。重合開始剤は、硬化反応を開始させるものであれば、特に制限なく用いることができ、例えば、熱重合開始剤や光重合開始剤が挙げられる。

30

10

50

#### [0040]

熱重合開始剤としては、有機過酸化物やアゾ系化合物が挙げられる。

### [0041]

光重合開始剤としては、特に制限はなく、例えば、2,2・ジメトキシ・1,2・ジフェニルエタン・1・オン、1・ヒドロキシ・シクロヘキシル・フェニルケトン等のケトン系光重合開始剤;2,4,6・トリメチルベンゾイル・ジフェニルホスフィンオキサイド、エチル(2,4,6・トリメチルベンゾイル)・フェニルホスフィンオキサイド、エチル(2,4,6・トリメチルベンゾイル)・フェニルホスフィネート、ビス(2,6・ジメトキシベンゾイル)・2,4,6・トリメチル・ペンチルホスフィンオキサイド等のリン系光重合開始剤;ビス( 5・2,4・シクロペンタジエン・1・イル)・ビス[2,6・ジフルオロ・3・(1H・ピロール・1・イル)・フェニル]チタニウム等のチタノセン系光重合開始剤;オキシムエステル系光重合開始剤;ベンゾフェノン、p・クロロベンゾフェノン、4,4'・ジエチルアミノベンゾフェノン等のベンゾフェノン系光重合開始剤;チオキサントン等のチオキサントン系光重合開始剤;トリイソプロパノールアミン等のアミン系光重合開始剤;等が挙げられる。

#### [0042]

上記の光重合開始剤の中でも、硬化反応を効率よく進行させることができる点から、 2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイル - ジフェニルホスフィンオキサイド、ビス( 2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイル) - フェニルホスフィンオキサイド、エチル( 2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイル) - フェニルホスフィネート、ビス( 2 , 6 - ジメトキシベンゾイル) - 2 , 4 , 4 - トリメチル - ペンチルホスフィンオキサイド等のリン系光重合開始剤が好ましい。

### [0043]

重合開始剤は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。

重合開始剤の含有量は、熱可塑性樹脂(A)と硬化性単量体(B)の合計100質量部に対して、好ましくは0.05~15質量部、より好ましくは0.05~10質量部、さらに好ましくは0.05~5質量部である。

#### [0044]

本発明の硬化性樹脂組成物には、所望により溶媒を含有させることができる。

用いる溶媒としては、特に制限されず、例えば、n - ヘキサン、n - ヘプタン等の脂肪族炭化水素系溶媒; トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒; ジクロロメタン、塩化エチレン、クロロホルム、四塩化炭素、1,2-ジクロロエタン、モノクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素系溶媒; メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル等のアルコール系溶媒; アセトン、メチルエチルケトン、2-ペンタノン、イソホロン、シクロヘキサノン等のケトン系溶媒; 酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒; エチルセロソルブ等のセロソルブ系溶剤; 1,3-ジオキソラン等のエーテル系溶媒; 等が挙げられる。

### [0045]

また、本発明の硬化性樹脂組成物は、本発明の目的、効果を損なわない範囲内で、可塑剤、酸化防止剤等の公知の添加剤をさらに含有していてもよい。

本発明の硬化性樹脂組成物は、公知の方法を用いて、上記の成分を混合することにより調製することができる。

## [0046]

## 2) 樹脂フィルム

本発明の樹脂フィルムは、本発明の硬化性樹脂組成物の硬化物からなるものである。 樹脂フィルムの厚みは特に限定されず、通常、 $0.5 \sim 3.00 \ \mu$  m、好ましくは  $1 \sim 3.00 \ \mu$  m、より好ましくは、 $1 \sim 2.00 \ \mu$  m、さらに好ましくは  $1 \sim 3.00 \ \mu$  m、特に好ましくは  $1 \sim 3.00 \ \mu$  m である。

樹脂フィルムのガラス転移温度(Tg)は、150 以上であることが好ましい。

## [0047]

10

20

30

40

樹脂フィルムの面内の位相差は、20nm以下であることが好ましく、15nm以下がより好ましい。また、面内の位相差を樹脂フィルムの厚みで割った値(複屈折率)は、通常、 $20\times10^{-5}$ 以下であることが好ましく、好ましくは $10\times10^{-5}$ 以下であることがさらに好ましい。

樹脂フィルムの複屈折率が上記の範囲内であれば、光学等方性に優れるため、光学用途にも好ましく用いることができる。

### [0048]

樹脂フィルムは、公知の方法により作製することがきる。なかでも、光学等方性、紫外線遮断性及び耐熱性に優れる樹脂フィルムを効率よく製造することができることから、溶液キャスト法により製造することが好ましい。

### [0049]

溶液キャスト法により樹脂フィルムを製造する場合、例えば、以下の工程(1)~工程 (2)を行うことで、目的の樹脂フィルムを得ることができる。

## [0050]

## [ 工程 ( 1 ) ]

工程(1)は、工程シート上に、本発明の硬化性樹脂組成物を塗工し、得られた塗膜を 乾燥することで、本発明の硬化性樹脂組成物からなる樹脂層を形成する工程である。

#### [0051]

工程シートは、樹脂フィルムを保存、運搬等する際に、樹脂フィルムを保護する役割を有し、樹脂フィルムが使用される際には剥離されるものである。

工程シートとしては、特に限定されず、紙;ポリエチレンテレフタレート等のプラスチックフィルム;ガラス等が挙げられる。

また、工程シートとしては、取り扱い易さの点から、紙や、プラスチックフィルム上に 剥離剤層を設けたものであってもよい。剥離層は、シリコーン系剥離剤、フッ素系剥離剤 、アルキッド系剥離剤、オレフィン系剥離剤等、従来公知の剥離剤を用いて形成すること ができる。

工程シートの厚みは、取り扱い易さの点から、 1 ~ 5 0 0  $\mu$  m が好ましく、 5 ~ 3 0 0  $\mu$  m がより好ましい。

## [0052]

工程シート上に、硬化性樹脂組成物を塗工する方法は特に制限されない。例えば、バーコート法、スピンコート法、ディッピング法、ロールコート、グラビアコート、ナイフコート、エアナイフコート、ロールナイフコート、ダイコート、スクリーン印刷法、スプレーコート、グラビアオフセット法等、従来公知の方法を利用することができる。

## [0053]

得られた塗膜を乾燥する方法は特に制限されない。例えば、熱風乾燥、熱ロール乾燥、 赤外線照射等、従来公知の乾燥方法を利用することができる。

塗膜の乾燥温度は、通常、30~150 、好ましくは、50~100 である。加熱時間は、通常、数秒から数十分である。

## [0054]

## 〔 工程 ( 2 ) 〕

工程(2)は、工程(1)で得られた樹脂層を硬化させて、硬化物からなる樹脂フィルムを形成する工程である。

樹脂層を硬化する方法としては、特に限定されず、公知の方法が採用できる。例えば、 樹脂層が、光重合開始剤を含有する硬化性樹脂組成物を用いて形成されたものである場合 、樹脂層に活性エネルギー線を照射することで樹脂層を硬化させることができる。活性エネルギー線は、高圧水銀ランプ、無電極ランプ、キセノンランプ等を用いて照射すること ができる。

## [0055]

活性エネルギー線の波長は、200~400nmが好ましく、350~400nmがより好ましい。照射量は、通常、照度50~1000mW/cm<sup>2</sup>、光量50~5000m

10

20

30

40

 $J/cm^2$ 、好ましくは 1000~5000 m  $J/cm^2$  の範囲である。照射時間は、通常、0.1~1000 秋、好ましくは 1~500 秒、更に好ましくは 10~100 秒である。光照射工程の熱負荷を考慮して前述の光量を満たすために、複数回照射しても構わない。

## [0056]

また、樹脂層に電子線を照射することで、樹脂層を硬化させることもできる。電子線を照射する場合は、通常、光重合開始剤を利用しなくても、樹脂層を硬化させることができる。電子線を照射する場合は、電子線加速器等を用いることができる。照射量は、通常10~1000kradの範囲である。照射時間は、通常、0.1~1000秒、好ましくは1~500秒、更に好ましくは10~100秒である。

[0057]

本発明の樹脂フィルムは、本発明の硬化性樹脂組成物の硬化物からなり、硬化性単量体(B)と紫外線吸収剤(C)が反応して生成した、紫外線吸収剤(C)が組み込まれた重合鎖を含有するものである。

### [0058]

このため、本発明の樹脂フィルムは、紫外線遮断性、耐熱性、光学等方性に優れたものとなる。

すなわち、重合性不飽和結合を有しない紫外線吸収剤を樹脂フィルムに含有させると、紫外線遮断性は向上するもの、通常、耐熱性が低下する。この点、本発明の樹脂フィルムにおいては、紫外線吸収剤(C)が重合鎖に組み込まれることで、耐熱性を低下させることなく、紫外線遮断性が向上する。

また、樹脂フィルム上に、溶液キャスト法を用いて別の層(例えばガスバリア層)を形成して積層フィルムを製造する場合、本発明の樹脂フィルムを用いる場合、紫外線吸収剤が別の層に拡散することを避けることができる。このため、紫外線吸収性を低下させることなく、溶液キャスト法により積層フィルムを製造することができる。

また、上記の重合鎖は、樹脂フィルムの光学等方性の向上にも寄与するため、本発明の樹脂フィルムは、光学等方性に優れたものとなる。

#### [0059]

本発明の樹脂フィルムは、これらの特性を有するため、ガスバリアフィルムの形成用の 樹脂フィルムとして好適に用いられる。

[0060]

## 3)ガスバリアフィルム

本発明のガスバリアフィルムは、樹脂フィルムと、該樹脂フィルムの少なくとも片面に ガスバリア層を有するガスバリアフィルムであって、前記樹脂フィルムが、本発明の樹脂 フィルムであることを特徴とするものである。

本発明のガスバリアフィルムは、本発明の樹脂フィルムとガスバリア層を有するものであれば、その層構成は特に限定されない。例えば、本発明の樹脂フィルムとガスバリア層とを、それぞれ1層ずつ有するものであっても、本発明の樹脂フィルム及び/又はガスバリア層を2層以上有するものであってもよい。

また、本発明の樹脂フィルムの片面にガスバリア層を有していてもよく、両面にガスバリア層を有していてもよい。

[0061]

## 〔ガスバリア層〕

ガスバリア層は、ガスバリア性を有する限り、材質等は特に限定されない。例えば、無機膜、ポリビニルアルコール等のガスバリア性樹脂層、高分子化合物を含む層にイオンを注入して得られる層が挙げられる。

これらの中でも、薄く、ガスバリア性に優れる層を効率よく形成できることから、ガスバリア層は、無機膜、及びケイ素含有高分子化合物を含む層にイオンを注入して得られる層であることが好ましい。

[0062]

10

20

30

ガスバリア層の厚みは、ガスバリア性と取り扱い性の観点から、好ましくは10~200nm、より好ましくは20~1000nm、より好ましくは30~500nm、さらに好ましくは40~200nmの範囲である。

### [0063]

無機膜としては、特に制限されず、例えば、アルミニウム、マグネシウム、亜鉛、及びスズ等の金属;酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化スズ等の無機酸化物;窒化ケイ素、窒化アルミニウム、窒化チタン等の無機窒化物;無機炭化物;無機硫化物;酸化窒化ケイ素等の無機酸化窒化物;無機酸化炭化物;無機窒化炭化物;無機酸化窒化炭化物等が挙げられる。

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。

## [0064]

無機膜を形成する方法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等のPVD(物理的蒸着)法や、熱CVD(化学的蒸着)法、プラズマCVD法、光CVD法等のCVD法が挙げられる。

### [0065]

ケイ素含有高分子化合物を含む層にイオンを注入して得られる層の形成に用いるケイ素含有高分子化合物としては、ポリシラザン系化合物、ポリカルボシラン系化合物、ポリシラン系化合物、及びポリオルガノシロキサン系化合物等が挙げられる。これらの中でも、優れたガスバリア性を有するガスバリア層を形成できる観点から、ポリシラザン系化合物が好ましい。

### [0066]

ポリシラザン系化合物としては、ペルヒドロポリシラザン等の無機ポリシラザンや、ペルヒドロポリシラザンの水素の一部又は全部がアルキル基等の有機基で置換された有機ポリシラザンが挙げられる。これらのポリシラザン系化合物は、一種単独で、あるいは二種以上を組み合わせてもよい。

また、ポリシラザン系化合物は、ガラスコーティング材等として市販されている市販品をそのまま使用することもできる。

#### [0067]

ケイ素含有高分子化合物を含む層を形成する方法としては、ケイ素含有高分子化合物を含む溶液を、公知の塗布方法により、塗布し、得られた塗膜を適宜乾燥する方法が挙げられる。

## [0068]

前記ケイ素含有高分子化合物を含む層は、上述したケイ素含有高分子化合物の他に、本発明の目的を阻害しない範囲で他の成分を含んでいてもよい。他の成分としては、硬化剤、他の高分子、老化防止剤、光安定剤、難燃剤等が挙げられる。

## [0069]

ケイ素含有高分子化合物を含む層に注入するイオンとしては、アルゴン、ヘリウム、ネオン、クリプトン、キセノン等の希ガスのイオン;フルオロカーボン、水素、窒素、酸素、二酸化炭素、塩素、フッ素、硫黄等のイオン;

メタン、エタン等のアルカン系ガス類のイオン; エチレン、プロピレン等のアルケン系ガス類のイオン; ペンタジエン、ブタジエン等のアルカジエン系ガス類のイオン; アセチレン、メチルアセチレン等のアルキン系ガス類のイオン; ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素系ガス類のイオン; シクロペンテン、シクロペキセン等のシクロアルケン系ガス類のイオン;

金、銀等の導電性の金属のイオン;シラン(SiH $_4$ )又は有機ケイ素化合物のイオン; 等が挙げられる。

これらのイオンは、一種単独で、あるいは二種以上を組み合わせて用いてもよい。

#### [0070]

なかでも、より簡便に注入することができ、特に優れたガスバリア性を有するガスバリア層が得られることから、水素、窒素、酸素、アルゴン、ヘリウム、ネオン、キセノン、

10

20

40

30

及びクリプトンからなる群から選ばれる少なくとも一種のイオンが好ましい。

#### [0071]

ケイ素含有高分子化合物を含む層に注入されるイオンの注入量は、形成するガスバリアフィルムの使用目的等に合わせて適宜決定すればよい。

## [0072]

ケイ素含有高分子化合物を含む層にイオンを注入する方法としては、特に限定されないが、電界により加速されたイオン(イオンビーム)を照射する方法、プラズマ中のイオンを注入する方法等が挙げられる。なかでも、本発明においては、簡便にガスバリアフィルムが得られることから、後者のプラズマイオンを注入する方法が好ましい。

### [0073]

プラズマイオン注入法としては、特に限定されず、外部電界を用いて発生させたプラズマ中に存在するイオンを注入する方法、外部電界を用いることなく負の高電圧パルスによる電界のみで発生させたプラズマ中に存在するイオンを注入する方法等の公知の方法が挙げられる。

## [0074]

本発明のガスバリアフィルムは、さらに、他の層を有するものであってもよい。 他の層としては、例えば、プライマー層、導電体層、衝撃吸収層、粘着剤層、工程シート等が挙げられる。これらの層の配置位置は特に限定されない。

### [0075]

プライマー層は、基材層とガスバリア層との層間密着性を高める役割を果たす。プライマー層を設けることにより、層間密着性及び表面平滑性に優れるガスバリアフィルムを得ることができる。

### [0076]

プライマー層を構成する材料としては、特に限定されず、公知のものが使用できる。例えば、ケイ素含有化合物;光重合性モノマー及び/又は光重合性プレポリマーからなる光重合性化合物、及び前記光重合性化合物に少なくとも可視光域の光でラジカルを発生する重合開始剤を含む光重合性組成物;ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂(特にポリアクリルポリオール、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール等とイソシアネート化合物との2液硬化型樹脂)、アクリル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体、ポリビニルブチラール系樹脂、ニトロセルロース系樹脂等の樹脂類;アルキルチタネート;エチレンイミン;等が挙げられる。これらの材料は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。

#### [0077]

プライマー層は、プライマー層を構成する材料を適当な溶剤に溶解又は分散してなるプライマー層形成用溶液を、基材層の片面又は両面に塗付し、得られた塗膜を乾燥させ、所望により加熱することより形成することができる。

## [0078]

プライマー層形成用溶液の塗布方法、及び乾燥方法としては、樹脂フィルムの製造方法 で示したものと同様のものが挙げられる。

プライマー層の厚みは、特に限定されないが、通常、10~1000mmである。

## [0079]

また、得られたプライマー層に、上記と同様の方法によりイオン注入を行ってもよい。 プライマー層にイオン注入を行うことにより、よりガスバリア性に優れるガスバリアフィ ルムを得ることができる。

#### [0800]

導電体層は、導電体からなり、電極や配線の形成に利用されるものである。

導電体層を構成する材料としては、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、これらの混合物等が挙げられる。具体的には、アンチモンをドープした酸化スズ(ATO);フッ素をドープした酸化スズ(FTO);酸化スズ、ゲルマニウムをドープした酸化亜鉛(GZO)、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ(ITO)、酸化亜鉛イン

10

20

30

40

ジウム(IZO)等の半導電性金属酸化物;金、銀、クロム、ニッケル等の金属;これら金属と導電性金属酸化物との混合物;ヨウ化銅、硫化銅等の無機導電性物質;ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロール等の有機導電性材料;等が挙げられる。

#### [0081]

導電体層の形成方法としては特に制限はない。例えば、蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、熱CVD法、プラズマCVD法等が挙げられる。

#### [0082]

導電体層の厚みはその用途等に応じて適宜選択すればよい。通常 1 0 n m から 5 0 μ m 、好ましくは 2 0 n m から 2 0 μ m である。

#### [0083]

衝撃吸収層は、ガスバリア層に衝撃が加わった時に、ガスバリア層を保護するためのものである。

衝撃吸収層を形成する素材としては、特に限定されないが、例えば、アクリル系樹脂、 ウレタン系樹脂、シリコーン系樹脂、オレフィン系樹脂、ゴム系材料等が挙げられる。

また、粘着剤、コート剤、封止剤等として市販されているものを使用することもでき、 特に、アクリル系粘着剤、シリコーン系粘着剤、ゴム系粘着剤等の粘着剤が好ましい。

#### [0084]

衝撃吸収層の形成方法としては特に制限はなく、例えば、プライマー層の形成方法と同様の方法により、所定の衝撃吸収層形成溶液を塗布し、得られた塗膜を乾燥し、必要に応じて加熱等することにより、衝撃吸収層を形成することができる。

また、別途、剥離基材上に衝撃吸収層を成膜し、得られた膜を、積層すべき層上に転写して積層してもよい。

衝撃吸収層の厚みは、通常1~100μm、好ましくは5~50μmである。

#### [0085]

粘着剤層は、他の樹脂フィルムや、被着体等に貼着する際に用いる層である。

粘着剤層の形成材料は特に限定されないが、例えば、アクリル系粘着剤、シリコーン系 粘着剤、ゴム系粘着剤等が挙げられる。

粘着剤層の形成方法は特に限定されず、公知の方法を利用することができる。

粘着剤層の厚みは、通常 0 . 5 ~ 2 0 0 μm、好ましくは 1 ~ 1 0 0 μmである。

#### [ 0 0 8 6 ]

工程シートとしては、先に樹脂フィルムの製造方法の中で示したものと同様のものが挙 げられる。

### [0087]

本発明のガスバリアフィルムは、複数のガスバリアフィルムが、接着剤層を介して積層されてなるもの(以下、「ガスバリアフィルム積層体」ということがある。)であってもよい

接着剤層の形成に用いる粘着剤としては、特に限定されず、アクリル系粘着剤、ウレタン系粘着剤、シリコーン系粘着剤、ゴム系粘着剤等の公知のものが挙げられる。

## [0088]

ガスバリアフィルム積層体の構成は、特に限定されない。例えば、樹脂フィルムとガス バリア層からなるガスバリアフィルム 2 枚を積層する場合、ガスバリアフィルム積層体の 構成としては下記に示すものが挙げられる。

(樹脂フィルム/ガスバリア層/接着剤層/樹脂フィルム/ガスバリア層)

(樹脂フィルム/ガスバリア層/接着剤層/ガスバリア/樹脂フィルム)

(ガスバリア層/樹脂フィルム/接着剤層/樹脂フィルム/ガスバリア層)

## [0089]

本発明のガスバリアフィルムがガスバリア性を有することは、ガスバリアフィルムの水 蒸気透過率が小さいことから確認することができる。

ガスバリアフィルムの、 4 0 、相対湿度 9 0 %雰囲気下における水蒸気透過率は、通常 1 g / m  $^2$  / d a y 以下であり、好ましくは 0 . 8 g / m  $^2$  / d a y 以下であり、より

10

20

30

30

40

好ましくは $0.5g/m^2/day$ 以下であり、さらに好ましくは $0.1g/m^2/da$ y以下である。水蒸気透過率は、公知の方法で測定することができる。

### [0090]

本発明のガスバリアフィルムは、ガスバリア性、紫外線遮断性、耐熱性に優れるため、 太陽電池、タッチパネル、電子ペーパー、有機ELや無機ELなどのディスプレイ等の電 子デバイス用の部材として好適に用いることができる。

#### [0091]

## 2)電子デバイス

本発明の電子デバイスは、本発明の樹脂フィルム又は本発明のガスバリアフィルムを備 えるものである。

電子デバイスとしては、タッチパネル、液晶ディスプレイ、ELディスプレイ等のディ スプレイ部材:太陽電池用バックシート:電子ペーパー:等が挙げられる。

本発明の電子デバイスは、本発明の樹脂フィルム又は本発明のガスバリアフィルムを備 えるものであるため、紫外線が照射される用途に用いるものであっても、耐久性に優れる ものである。

#### 【実施例】

### [0092]

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。但し、本発明は、以下の実施例に なんら限定されるものではない。

各例中の部及び%は、特に断りのない限り、質量基準である。

[0093]

実施例および比較例で使用した材料(略称)を以下に示す。

・熱可塑性樹脂(A)

PSF:ポリスルホン系樹脂のペレット(BASF社製、「ULTRASON S301  $0 \, \text{J} \, \text{Tg} = 180$ 

COC:脂環式炭化水素系樹脂のペレット(JSR社製、「ARTON F5023」、 Tg = 165

・硬化性単量体(B)

ADCP:トリシクロデカンジメタノールジアクリレート (新中村化学工業社製)

・重合性不飽和結合を有する紫外線吸収剤(C)

紫外線吸収剤(1):重合性不飽和結合を有するベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤(大 塚化学社製、RUVA-93)

・その他の成分

紫外線吸収剤(2):ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤(BASF社製、TINVIN 3 8 4 - 2 )

重合開始剤(1):ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)-フェニルホスフィンオ キサイド(BASF社製、Irgacure 8 1 9)

以下、用いた材料については、略称を使用する。

## [0094]

### (実施例1)

PSF 60部をジクロロメタンに溶解して、PSFの15%溶液を調製した。次いで 、この溶液に、ADCP 40部、紫外線吸収剤(1) 1部、及び、重合開始剤(1) 1部を添加し、このものを混合して、硬化性樹脂組成物1を得た。

## [0095]

工程シートとしてのポリエチレンテレフテレート(PET)フィルム(東洋紡社製、P ET50A-4100、厚み50μm、表面粗さRa:1.0nm、Rt:16nm)( 以下、「PETフィルム(1)」と記載する。)の易接着層とは反対側の面に、硬化性樹 脂組成物1を、ファウンテンダイ方式で、乾燥後の厚みが50μmになるように塗布し、 得られた塗膜を50 で2分間、次いで140 で2分間加熱し、塗膜を乾燥させた。

次に、この乾燥塗膜上に、PETフィルム(東洋紡社製、PET50A-4100、厚

10

20

30

40

み 5 0 μm) (以下、「PETフィルム(2)」と記載する。)を積層した。

次いで、ベルトコンベア式紫外線照射装置(アイグラフィクス社製、製品名:ECS-401GX)を使用し、高圧水銀ランプ(アイグラフィクス社製、高圧水銀ランプ 製品名:H04-L41)にて、紫外線ランプ高さ150mm、紫外線ランプ出力3kw(換算出力120mW/cm)、光線波長365nmの照度が271mW/cm²、光量が177mJ/cm²(紫外線光量計:株式会社オーク製作所社製、UV-351)となる条件で、PETフィルム(1)を介して、前記乾燥塗膜に紫外線照射を行った。次いで、同紫外線照射装置を使用し、紫外線ランプ高さ150mm、光線波長365nmの照度が271mW/cm²、光量が600mJ/cm²の条件で2回目の紫外線照射(紫外線の総光量を1377mJ/cm²)をして、硬化反応を行い、樹脂フィルムを形成した。

#### [0096]

その後、PETフィルム(2)を剥離し、露出した樹脂フィルム上に、ペルヒドロポリシラザンを主成分とするコーティング剤(「AZエレクトロニックマテリアルズ社製、商品名:AZNL110-20)を、乾燥後の厚みが150nmとなるように、スピンコート法により塗布し、120 で2分間加熱してケイ素含有高分子を含む層を形成した。

次に、プラズマイオン注入装置を用いて、下記プラズマイオン注入条件にて、得られたケイ素含有高分子を含む層の表面に、アルゴンをプラズマイオン注入してガスバリア層を 形成した。

次いで、PETフィルム(1)を剥離し、ガスバリアフィルムを得た。

## [0097]

< プラズマイオン注入条件 >

・ガス流量:100sccm

· Duty比: 0.5%

・繰り返し周波数: 1000Hz

・印加電圧: - 10kV

・RF電源:周波数 13.56MHz、印加電力 1000W

・チャンバー内圧: 0 . 2 P a

・パルス幅: 5 µ s e c

・処理時間(イオン注入時間):5分間

・搬送速度: 0 . 2 m / m i n

### [0098]

(実施例2~6、比較例1~4)

第1表に記載の配合に変更したことを除き、実施例1と同様にして硬化性樹脂組成物を調製し、これらを用いて、実施例1と同様にして、樹脂フィルム及びガスバリアフィルムを得た。

### [0099]

実施例及び比較例で得た樹脂フィルム及びガスバリアフィルムについて以下の測定、試験を行った。

< 樹脂フィルムのガラス転移温度(Tg)測定>

実施例および比較例で得た樹脂フィルムについて、粘弾性測定機器(ティー・エイ・インスツルメント社製、DMA Q800)を使用し、周波数11Hz、昇温速度3 /分で、0 から250 まで昇温させたときの引張モードによる粘弾性を測定し、この測定で得られたtan (損失弾性率/貯蔵弾性率)の最大点の温度をガラス転移温度(Tg)とした。測定結果を第1表に示す。

### [0100]

## <光学等方性の評価>

実施例および比較例で得た樹脂フィルムについて、位相差測定装置(王子計測機器社製、KOBRA-WR、波長:589nm)を使用し、温度23 の条件で、複屈折率を測定した。樹脂フィルムの複屈折率が、10×10<sup>-5</sup>未満の樹脂フィルムを「」と評価し、10×10<sup>-5</sup>以上の樹脂フィルムを「×」と評価した。評価結果を第1表に示す。

10

20

30

40

### [0101]

< ガスバリアフィルムの水蒸気透過率の測定 >

実施例および比較例で得たガスバリアフィルムを、裁断装置(荻野精機製作所社製、スーパーカッター「PN1-600」)により、233mm×309mmの大きさに裁断し、測定用サンプルを得た。

次いで、これらの測定用サンプルを用いて、40、相対湿度90%の条件下で、水蒸気透過率測定装置(LYSSY社製、製品名「L89-5000」)を用いて水蒸気透過率を測定した。測定結果を第1表に示す。

### [0102]

## < 耐熱性評価試験 >

実施例および比較例で得たガスバリアフィルムを幅 4 . 5 mmに裁断して、それぞれ測定用サンプルを得た。

熱機械分析装置(マック・サイエンス社製、TMA4000S)に測定用サンプルをチャック間距離が15mmになるように固定した。次いで、-2gfの一定荷重(引張方向に2gfの荷重)をかけながら、雰囲気温度を23 から150 まで、昇温速度5 /分で昇温し、そのまま150 で30分間保持した。このときの元の長さ(15mm)に対する縮み量の割合(収縮率)を求めた。収縮率が0.5%未満の場合を耐熱性が「」、収縮率が0.5%超の場合を耐熱性が「×」と評価した。評価結果を第1表に示す。

## [0103]

## < 紫外線遮断性の評価測定 >

実施例および比較例で得たガスバリアフィルムについて、紫外線の遮断率(%)を測定した。測定は、紫外・可視・近赤外分光光度計(製品名: UV-3600、島津製作所社製)を用いて行った。波長360nm以下の透過率が80%以下の場合を「」、波長360nm以下の透過率が80%以上の場合を「×」と評価した。

## [0104]

10

## 【表1】

	第1表	第1表	第1表	第1表	第1表	第1表	第1表	第1表
			実施例	実施例	実施例	実施例		実施例 上較例
1	1 2		2	2 3	2 3 4	2 3 4 5	2 3 4 5	2 3 4 5 6 1
PSF 60	09		09	09 09	60 60 40	60 60 40 -	60 60 40	60 60 40 60
- 200	ı	1		ı	1	09 – –	60 40	- 60 40 -
ADCP 40	40	40 40		40	40 60	40 60 40	40 60 40 60	40 60 40 60 40
紫外線吸収剤(1) 1	0.5	0.5 2		2	2 1	2 1	2 1 1 1	2 1 1 1 -
紫外線吸収剤(2) -	ı	1		ı	ı	1	1	1
重合開始剤(1) 1	-	-	-	-	-	-	-	-
ガラス転移温度 (°C) 170	170	170 160		160	160 170	160 170 170	160 170 170 170	160 170 170 170
屈折率(×10⁻⁵) 2	2	2 2		2	2 4	2 4 3	2 4 3	2 4 3 3 2
光学等方性評価	0	0		0	0	0	0 0	0 0 0
耐熱性 〇	0	0		0	0	0	0 0	0 0 0
通野性 〇	0	0		0	0	0 0	0 0	× 0 0
(g/m²/day) 0.02	0.02	0.02 0.02		0.02	0.02 0.02	0.02 0.02 0.02	0.02 0.02 0.02 0.02	0.02 0.02 0.02 0.02

# [0105]

第1表から以下のことがわかる。

実施例 1 ~ 6 で得た樹脂フィルムは、ガラス転移温度が高く、また光学等方性に優れている。また、実施例 1 ~ 6 で得たガスバリアフィルムは、耐熱性、紫外線遮断性及びガスバリア性に優れている。

一方、紫外線吸収剤(C)を用いない比較例1においては、樹脂フィルムの紫外線遮断性が劣っている。

10

20

30

5

紫外線吸収剤(C)に代えて、重合性不飽和結合を有しない紫外線吸収剤(紫外線吸収剤(2))を用いた比較例2においては、耐熱性に劣っている。

硬化性単量体 (B)、紫外線吸収剤のいずれも用いない比較例 3 においては、光学等方性及び紫外線遮断性に劣っている。

また、比較例(4)では、硬化性単量体(B)由来の重合鎖が生成しないため、得られる樹脂フィルムは光学等方性に劣っている。

## フロントページの続き

## 審査官 渡辺 陽子

(56)参考文献 特開2010-043150(JP,A)

特開平09-329891(JP,A)

特開平10-306080(JP,A)

国際公開第2013/015112(WO,A1)

国際公開第2013/015096(WO,A1)

国際公開第2012/165460(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.CI., DB名)

 $\hbox{\tt C\,O\,8\,F\,2\,\,,\,6\,-\,2\,4\,6\,,\,\,C\,O\,8\,J\,7\,,\,\,B\,3\,2\,B\,9}$