[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B32B 7/12 (2006.01)
B32B 27/00 (2006.01)
B32B 9/00 (2006.01)
B32B 15/08 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 00819592.7

[45] 授权公告日 2006 年 1 月 11 日

[11] 授权公告号 CN 1235737C

[22] 申请日 2000.5.26 [21] 申请号 00819592.7
[86] 国际申请 PCT/JP2000/003383 2000.5.26
[87] 国际公布 WO2001/089826 日 2001.11.29
[85] 进入国家阶段日期 2002.11.26
[71] 专利权人 吴羽化学工业株式会社
地址 日本东京都
[72] 发明人 寺崎收二 赤津正道 寺岛久明 多田靖浩
审查员 邢维玲

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 刘元金 庞立志

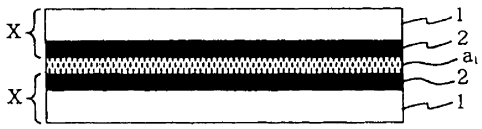
权利要求书 2 页 说明书 23 页 附图 2 页

[54] 发明名称

防湿性多层薄膜

[57] 摘要

本发明提供一种防湿性多层薄膜，其含有在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，其中，该防湿性多层薄膜由下述多层薄膜构成，该多层薄膜具有该复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其他非吸湿性树脂层面或其他复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数(n)为2～8，并且，该防湿性多层薄膜在温度40℃、相对湿度100%的条件下测定的透湿度(W；单位=g/m^2·day)满足式 W≤(1/n)×0.20 的关系，并且提供一种防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在55℃以上140℃以下的干热环境中，对上述多层薄膜进行10小时以上的热处理。



1. 一种防湿性多层薄膜，其含有在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，其中，该防湿性多层薄膜由下述多层薄膜构成，该多层薄膜具有该复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其他非吸湿性树脂层面或其他复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数 n 为 2～8，并且，该防湿性多层薄膜在温度 40℃、相对湿度 100％的条件下测定的、单位为 $g/m^2 \cdot day$ 的透湿度 W 满足式 E1 的关系。

$$W \leq (1/n) \times 0.20 \qquad E1$$

2. 如权利要求 1 所述的防湿性多层薄膜，其中，含有 2 张以上在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜。

3. 如权利要求 2 所述的防湿性多层薄膜，其中，含有 2 张以上在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，并且具有其中至少 2 张通过粘结剂层将蒸镀膜面相互层压而成的层结构。

4. 一种防湿性多层薄膜的制造方法，其特征在于，在含有于非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜的防湿性多层薄膜的制造方法中，

S1 制作具有复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其他非吸湿性树脂层面或其他复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数 n 为 2～8 的多层薄膜；接着，

S2 在 55℃以上 140℃以下的干热环境中，对该多层薄膜进行 10 小时以上的热处理。

5. 如权利要求 4 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在步骤 S2 中，通过热处理形成防湿性多层薄膜，该防湿性多层薄膜在温度 40℃、相对湿度 100％的条件下测定的、单位为 $g/m^2 \cdot day$ 的透湿度 W 满足式 E1 的关系。

$$W \leq (1/n) \times 0.20 \qquad E1$$

6. 如权利要求 4 或 5 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在步骤 S1 中，制作含有至少 2 张在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜的多层薄膜。

7. 如权利要求 6 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在步骤 S1 中，制作含有 2 张以上在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，并且具有其中至少 2 张通过粘结剂层将蒸镀膜面相互层压而成的层结构的多层薄膜。

8. 如权利要求 4 或 5 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在步骤 S2 中，在非拉紧状态下对多层薄膜进行热处理。

9. 如权利要求 8 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在将多层薄膜卷绕成滚筒状的状态下进行热处理。

10. 如权利要求 4 或 5 所述的防湿性多层薄膜的制造方法，其中，在步骤 S1 中，粘结剂层使用聚氨酯类粘结剂制作多层薄膜，接着，在 30～50℃的温度范围内进行 24 小时以上的粘结剂的老化处理，然后进行步骤 S2 的热处理。

防湿性多层薄膜

技术领域

本发明涉及具有高度防湿性能的防湿性多层薄膜，更详细地说，涉及适于作为食品、药品、电子部件等的包装材料或密封材料的防湿性多层薄膜及其制造方法。本发明的防湿性多层薄膜可以发挥与聚氯三氟乙烯薄膜相匹敌的防湿性，特别适合作为电致发光元件等电子部件的密封用包装薄膜。

背景技术

以往，在合成树脂薄膜的表面上形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜氧气屏障性和水蒸气屏障性良好，透明性优良，而且蒸镀膜为硅氧化物薄膜等时，具有微波炉适应性，因此可以用作食品、药品、电子部件等的包装材料或密封材料。至少在一面形成蒸镀膜而成的复合薄膜通过在其一面或两面层压各种合成树脂，能够保护蒸镀膜，同时能够制成赋予了强度、耐热性、热封性等各种功能的多层薄膜。

但是，含有蒸镀膜的以往的复合薄膜不能将透湿度充分降低，因此作为要求高度防湿性的电子部件的密封用包装薄膜未必合适。以下对于该问题，以电致发光元件（EL 元件）为例更具体地进行说明。

将对荧光化合物的固体（荧光体）外加电场，把电能转换为荧光发光能量的作用称作电致发光。电致发光根据其基本元件结构可以分为薄膜型和分散型。薄膜型 EL 元件具备由荧光体的薄膜构成的发光层。分散型 EL 元件具备将粉末荧光体分散于有机或无机粘结剂中而成的发光层。EL 元件具有直接或通过绝缘层由一对电极夹持发光层而成的元件主体，一对电极中的至少一个使用透明电极。构成发光层的荧光体如果吸湿，则显著损坏其发光亮度。因此，EL 元件具有用透明的防湿材料覆盖（密封）在一对电极之间设置了发光层的 EL 元件主体而成的结构。

以往，作为 EL 元件的防湿材料，可以使用聚氯三氟乙烯（PCTFE）薄膜或玻璃基板。PCTFE 薄膜在合成树脂薄膜中具有最优良的防湿性，但是成本高，而且在环境温度达到超过 50℃的高温时，防湿性显著降

低。因此，用 PCTFE 薄膜密封的 EL 元件存在高温、高湿下的寿命极短的问题。另一方面，玻璃基板在薄膜化和轻量化方面有限度，也存在欠缺柔性的问题。另外，只用玻璃基板密封 EL 元件主体困难，必须与具有柔性的防湿性薄膜并用。

因此，希望开发出能够代替 PCTFE 薄膜的具有高度防湿性能的防湿性薄膜。以往，作为代替 PCTFE 的树脂材料，研究了聚偏二氯乙烯和聚乙烯醇等，而且，也研究了形成了无机氧化物或金属的蒸镀膜的合成树脂薄膜。但是，具有与 PCTFE 薄膜相匹敌的高度防湿性能和适度柔性的防湿材料的开发困难。

例如，在特开平 8－300549 号公报中，公开了下述改善气体屏障性的方法，即设置了具有气体屏障性的被膜的双轴拉伸塑料薄膜的被膜面与粘结树脂层接触构成的至少由双轴拉伸塑料薄膜·被膜/粘结树脂层/柔性薄膜构成的层压薄膜中，在该双轴拉伸塑料薄膜的玻璃化温度以上熔点以下的温度，加热该双轴拉伸塑料薄膜，此时，使该双轴拉伸塑料薄膜纵向（MD）的伸缩率范围达到拉伸率在 2％以内，以及收缩率在 5％以内，从而可以改善气体屏障性。在该公报中，作为具有气体屏障性的被膜，公开了无机氧化物和金属的蒸镀膜。

在上述公报记载的方法中，加热层压薄膜时，使之通过 2 根独立驱动滚筒 A 和 B 之间，并且调节各独立驱动滚筒的旋转速度，从而控制层压薄膜的伸缩率。具体地说，相对于驱动滚筒 A 的线速度，将驱动滚筒 B 的线速度调整为 1.02～0.95 倍，在拉紧的状态下加热层压薄膜。另外，在该公报记载的方法中，希望使加热温度在双轴拉伸塑料薄膜的玻璃化温度＋70℃以上、熔点以下。在该公报的实施例中公开了在拉紧条件下，使层压薄膜与 230℃的热滚筒接触 1.5 秒（实施例 1）、与 190℃的热滚筒接触 3.2 秒（实施例 2）、与 250℃的热滚筒接触 0.9 秒（实施例 3）的实例。在该公报的其它实施例中，公开了使层压薄膜缓慢流过独立驱动的 2 根滚筒之间，同时在 170℃的加热炉中加热 10 分钟（实施例 4），以及在 210℃的加热炉中加热 2 分钟（实施例 5）的实例。公开了通过该方法，层压薄膜的透湿度（通过杯（cup）法在 40℃、相对湿度差 90％下测定）由热处理前的 1.5g/m^2·day 被改善为热处理后的 0.6 g/m^2·day 的实例（实施例 4）。但是，该透湿度的数值远没有达到 PCTFE 薄膜的透湿度水准（0.03 g/m^2·day 的程

度）。

最近，本发明人发现通过将在聚乙烯醇等吸湿性树脂层的两面直接或通过粘结剂层设置了无机氧化物薄膜得到的透明多层薄膜干燥，可以得到具有优良的防湿性能的防湿薄膜（PCT/JP98/01781）。但是，该防湿薄膜必须使用吸湿性树脂，在树脂材料的选择上受到限制。另外，该防湿薄膜除透湿度以外，为了也将透湿量抑制得较低，需要通过包括真空干燥的高度的干燥处理，将该吸湿性树脂层干燥至绝对干燥状态。

本发明的目的在于提供一种防湿性多层薄膜及其制造方法，所述防湿性多层薄膜由含有在非吸湿性树脂层的至少一面形成了无机氧化物或金属的蒸镀膜的复合薄膜，必需有非吸湿性树脂层和蒸镀膜的多层薄膜构成，显示高度的防湿性能。

本发明人为了克服上述背景技术中的问题，进行了悉心研究，结果发现，制作具有下述层结构，该层结构为在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其它非吸湿性树脂层面或其它复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数（n）为2～8的多层薄膜，接着，对该多层薄膜在不到140℃的比较低的温度下进行长时间热处理，从而可以得到具有与PCTFE薄膜相匹敌的高度防湿性能，也具有适度的柔性或柔软性的防湿性多层薄膜。

根据本发明的方法，不必在拉紧状态下对多层薄膜进行热处理，例如可以通过在卷绕成滚筒状的状态下保持在加热炉中进行热处理。因此，本发明的方法适于大量生产。另外，采用本发明的方法，可以在55℃以上140℃以下的比较低的温度下进行热处理。根据本发明人的试验结果，如果在高温下对多层薄膜进行热处理，则显示透湿度降低的趋势，特别是如果在170℃以上的高温下进行热处理，则可知透湿度显著降低。而且，在本发明的方法中，不需要吸湿性树脂层，也不需要将吸湿性树脂层干燥至绝对干燥的状态。本发明的防湿性多层薄膜通过将蒸镀膜的合计层数调节至适当的范围内，可以具有适于用作例如EL元件主体的防湿材料的柔性。基于这些发现完成了本发明。

发明公开

这样，根据本发明，提供一种防湿性多层薄膜，其含有在非吸湿

性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，其中，所述防湿性多层薄膜由下述多层薄膜构成，所述多层薄膜具有该复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其他非吸湿性树脂层面或其他复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数（n）为2～8；并且，所述防湿性多层薄膜在温度 40℃、相对湿度 100％的条件下测定的透湿度（W；单位＝$g/m^2 \cdot day$）满足式E1的关系。

$$W < (1/n) \times 0.20 \qquad E1$$

另外，根据本发明，提供一种防湿性多层薄膜的制造方法，其特征在于，在具有于非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜的防湿性多层薄膜的制造方法中，

S1 制作具有复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其他非吸湿性树脂层面或其他复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构，且与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数（n）为2～8的多层薄膜；接着，

S2 在 55℃以上 140℃以下的干热环境中，对该多层薄膜进行 10小时以上的热处理。

通过以下详细说明可以进一步完全理解本发明。而且本发明的应用范围可以通过以下的详细说明明确。但是，详细说明和特定的实例是本发明希望的实施方式，只是为了说明的目的而记载的内容。这是因为在本发明的精神和范围内，由该详细说明进行的各种变更、改变对本领域技术人员而言是显而易见的。

申请人没有将所述的任意一个实施方式献给公众的打算，在公开的改变、代替方案中，根据等效学说，也许在语言上没有包含在权利要求范围内的方式也是本发明的一部分。

附图说明

图 1 是表示本发明防湿性多层薄膜的一个实例的层结构的截面简图。

图 2 是表示本发明防湿性多层薄膜的另一实例的层结构的截面简图。

图 3 是表示本发明防湿性多层薄膜的又一实例的层结构的截面简。

图 4 是表示本发明防湿性多层薄膜的又一实例的层结构的截面简

图。

图 5 是表示本发明防湿性多层薄膜的又一实例的层结构的截面简图。

图 6 是表示电致发光（EL）元件层结构的一个实例的截面示意图。

图 7 是表示 EL 元件层结构的另一实例的截面示意图。

发明的最佳实施方式

本发明的防湿性多层薄膜必需有非吸湿性树脂层、蒸镀膜以及粘结剂层，由具有这些层分别 2 层以上的多层薄膜构成。

1、非吸湿性树脂层

本发明中使用的非吸湿性树脂是指吸水率（JIS K－7209）通常为 1.0％以下，优选 0.8％以下，更优选 0.5％以下的合成树脂。作为这种非吸湿性树脂，可以例举聚乙烯、聚丙烯、聚－4－甲基戊烯等聚烯烃类树脂；聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯、聚萘二甲酸乙二酯等聚酯类树脂；聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯等含氯树脂；聚苯乙烯等聚乙烯基芳香族类树脂；聚碳酸酯、聚苯硫醚、聚酰亚胺、聚砜等。

由非吸湿性树脂构成的层可以是未拉伸薄膜或拉伸薄膜中的任意一种，优选是双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯等双轴拉伸薄膜。另外，优选非吸湿性树脂其熔点或维卡软化点或分解温度在给定的热处理温度以上，非吸湿性树脂层在该热处理温度下具有形状保持性。

非吸湿性树脂层的厚度没有特别限定，通常为 5～400μm，优选 8～200μm，更优选 10～100μm。非吸湿性树脂层为双轴拉伸薄膜时，其厚度多数情况下 10～20μm 的程度即足够。根据需要，可以使非吸湿性树脂层含有抗氧化剂、紫外线吸收剂、带电防止剂、着色剂、润滑剂、增塑剂、阻燃剂等添加剂。为了改善蒸镀膜的密合性，可以预先对非吸湿性树脂层的表面进行电晕放电处理、等离子体处理、臭氧处理、紫外线照射处理、电子束照射处理、涂覆底漆处理等。其中，特别优选底漆处理。非吸湿性树脂层优选透明性优良的树脂层。

本发明中，非吸湿性树脂层至少在其一面形成蒸镀膜制成复合薄膜使用，但根据情况，未形成蒸镀膜的非吸湿性树脂层也可以作为多层薄膜的层构成成分使用。

2、无机氧化物或金属的蒸镀膜

无机氧化物或金属的蒸镀膜在非吸湿性树脂层的一面或两面形成，但如果考虑多层薄膜的柔性或柔软性，优选只在一面形成。作为无机氧化物，可以例举氧化铝、氧化锌、氧化锡、氧化铟、氧化钛以及它们的混合物等金属氧化物；SiO、SiO_2以及它们的混合物等硅氧化物等。作为金属，可以例举如铝、金、银、铂、钯、锡、镍、钴、锌、钛、铟以及它们的混合物等。其中，优选硅氧化物、铝、氧化铝等的蒸镀膜，特别优选硅氧化物的蒸镀膜。在硅氧化物蒸镀膜中，只要是10重量%以下的少量，也可以含有钙、镁或它们的氧化物等杂质。

可以通过真空蒸镀法（物理气相成长法、化学气相成长法等）、离子镀法、溅射法、反应蒸镀法等在非吸湿性树脂层（非吸湿性树脂薄膜）的至少一面形成蒸镀膜。反应蒸镀法是以金属或无机氧化物等为蒸镀原料，供给氧气，同时进行蒸镀的方法。真空蒸镀法等是本领域技术人员公知的方法，分别可以按照常规方法进行。

蒸镀膜的厚度通常为 10～500nm，优选为 20～200nm，更优选为30～100nm。如果蒸镀膜的厚度过薄，则防湿性变得不充分，如果过厚，则薄膜出现卷曲，或者蒸镀膜自身易于产生龟裂或剥离。作为这种形成了蒸镀膜的非吸湿性树脂薄膜，也可以使用市售品。作为优选的市售品，可以例举三菱化学兴人 PAX 株式会社生产的 Teckbarrier H、Teckbarrier U、Teckbarrier T、Teckbarrier V 等 Teckbarrier 系列；尾池工业株式会社生产的 MOS－TH、MOS－TB 等 MOS 系列等。它们均是在双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜（双轴拉伸 PET 薄膜）的一面形成硅氧化物的蒸镀膜而成的物质。其中，在通过热处理提高防湿性能的效果显著方面，优选 Teckbarrier 系列。

3、粘结剂层

本发明中，制作多层薄膜，该多层薄膜具有在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜得到的复合薄膜的蒸镀膜面通过粘结剂层与其它非吸湿性树脂层面或其它复合薄膜的蒸镀膜面层压而成的层结构。其中，其它非吸湿性树脂层面可以是未形成蒸镀膜的非吸湿性树脂层（薄膜）的任意一个表面，也可以是在一面形成了蒸镀膜的复合薄膜的非吸湿性树脂层面。另外，其它复合薄膜是指同种复合薄膜，即在非吸湿性树脂层的至少一面形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜。

制作这种多层薄膜时，优选使用 2 张以上在非吸湿性树脂层的一面形成了无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜，用粘结剂将它们层压。使用在非吸湿性树脂层的两面形成了蒸镀膜的复合薄膜时，该复合薄膜可以为 1 张，但如果考虑柔性或柔软性，优选使用 2 张以上在一面形成了蒸镀膜的复合薄膜。另外，根据情况，也可以将未形成蒸镀膜的非吸湿性树脂层（薄膜）与复合薄膜组合使用。

作为粘结剂，可以使用聚氨酯类、丙烯酸类、聚酯类等各种粘结剂。其中，优选由聚氨酯类的多元醇成分和聚异氰酸酯成分构成的二液反应型。作为聚氨酯类粘结剂，有根据反应形成聚醚类聚氨酯树脂和聚酯类聚氨酯树脂的粘结剂，优选形成聚酯类聚氨酯树脂的粘结剂。作为优选的二液反应型聚氨酯类粘结剂，可以例举东洋 Morton 株式会社市售的 AD－502/CAT－10、AD－578A/CAT－10 等。

粘结剂层的厚度通常为 1～50μm，优选为 2～10μm，更优选为 3～5μm。粘结剂层优选通过采用干式层压法在蒸镀膜面或薄膜面上涂覆粘结剂，然后干燥形成。形成粘结剂层后，通过用热滚筒压夹各层使之贴合等常规方法进行干式层压，从而制成多层薄膜。

4、多层薄膜

参照图 1～5 说明本发明使用的多层薄膜的基本层结构。如图 1 所示，表示了使用 2 张在非吸湿性树脂层 1 的一面形成蒸镀膜 2 而成的复合薄膜 X，使各复合薄膜的蒸镀面相对，通过粘结剂层 a_1 层压得到的具有“非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层”层结构的多层薄膜。图 2 表示使用 3 张在非吸湿性树脂层 1 的一面形成蒸镀膜 2 而成的复合薄膜 X 得到的具有“非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层”层结构的多层薄膜。图 3 表示使用 2 张在非吸湿性树脂层 1 的一面形成蒸镀膜 2 而成的复合薄膜 X，以及 2 张在非吸湿性树脂层 3 的一面形成蒸镀膜 4 而成的复合薄膜 Y，共计 4 张得到的具有“非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层”层结构的多层薄膜。

图 4 表示使用 4 张在非吸湿性树脂层 1 的一面形成蒸镀膜 2 而成的复合薄膜 X，通过粘结剂层 a_2，制成具有“非吸湿性树脂层/蒸镀膜/

粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层”层结构的多层薄膜的实例。图5表示除将粘结剂层a_2替换为粘结剂层a_1以外，制成具有与图4相同的层结构的多层薄膜的实例。关于这些图1～5所示的多层薄膜的具体层结构的实例，如实施例1～5所示。

作为包括上述层结构在内的优选层结构，例如下述多层结构。

（1）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（2）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（3）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（4）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（5）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（6）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（7）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（8）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

（9）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树

脂层

（10）非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/非吸湿性树脂层/蒸镀膜/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层/粘结剂层/蒸镀膜/非吸湿性树脂层

多层薄膜的层结构并不只限于上述结构。多层薄膜中的与粘结剂层邻接（接触）层压的蒸镀膜的合计层数为 2～8，优选 2～6。如果与粘结剂层邻接的蒸镀膜的合计层数为 3 层以上，则易于稳定得到低透湿性的多层薄膜。随着蒸镀膜的合计层数增加，虽然多层薄膜的防湿性能提高，但是柔性和柔软性降低，因而弯曲加工等变得困难。另外，如果增加蒸镀膜的合计层数，则不经济。另一方面，蒸镀膜为 1 张时，即使进行热处理，也难于实现充分低的透湿度。根据本发明的方法，蒸镀膜的合计层数为 2～6，则可以得到具有与 PCTFE 薄膜相匹敌的高度防湿性能（低透湿度）的多层薄膜。蒸镀膜的合计层数通常根据在一面形成了蒸镀膜的非吸湿性树脂薄膜的使用张数进行调节。另外，也可以附加存在不与粘结剂层邻接的蒸镀膜。

本发明中使用的多层薄膜如图 1 所示，优选含有至少 2 张在非吸湿性树脂层的一面或两面（优选一面）形成无机氧化物或金属的蒸镀膜而成的复合薄膜（X），并且具有至少 2 张复合薄膜通过粘结剂层将蒸镀膜面相互层压而成的层结构。通过粘结剂层将蒸镀膜面相互层压而成的层结构希望在多层薄膜中含有 1～4 个，优选含有 1～3 个，更优选含有 1～2 个。通过使多层薄膜中含有用粘结剂层将蒸镀膜面相互层压而成的层结构，从而在热处理后，能够赋予高度的防湿性能。另外，使用 2 张以上在一面形成了蒸镀膜的复合薄膜，蒸镀膜面之间通过粘结剂层进行层压，从而可以实现防湿性能的提高，而不会损坏多层薄膜的柔性和柔软性。而且，通过制成这种层结构，能够抑制多层薄膜的基本层结构中各层的使用张数，同时可以确保提高防湿性能所需要的蒸镀膜的合计层数。

本发明使用的多层薄膜具有上述的基本层结构，但为了提高强度或耐热性、赋予热封性等目的，根据需要，可以设置 1 层以上不具有蒸镀膜的树脂层作为最内层、最外层或中间层。这种附加的树脂层优选具有透明性的合成树脂构成的层。作为这种附加的树脂层，可以使

用与上述非吸湿性树脂层同样的树脂层。另外，作为附加的树脂层，可以使用例如由聚乙烯醇（PVA）以及聚（甲基）丙烯酸或其部分中和产物的混合物形成的热处理薄膜（特开平 6－220221 号公报）、由糖类以及聚（甲基）丙烯酸或其部分中和产物的混合物形成的热处理薄膜（特开平 7－165942 号公报）等气体屏障性薄膜、在热塑性树脂层的至少一面形成这些气体屏障性薄膜而成的复合薄膜等。作为附加的树脂层，除上述以外，也可以使用由 PVA、乙烯－乙酸乙烯酯共聚物皂化物（EVOH）、聚酰胺等吸湿性树脂构成的层。根据需要，可以使附加的树脂层中含有紫外线吸收剂或用于进行 EL 元件色变换的颜料等添加剂。

为了使本发明的防湿性多层薄膜具有热封性，可以在最内层（实施热封的层）设置热封性树脂层。作为热封性树脂层，优选如聚烯烃类热熔体型密封剂层、环氧类热熔体型密封剂层等。该密封剂层的厚度通常为 10～300μm 的程度。使用本发明的防湿性多层薄膜密封 EL 元件主体时，也可以只在包围 EL 元件主体的部位设置热封性树脂层。

这些附加的树脂层可以分别单独使用，也可以与其它树脂层组合使用。另外，这些附加的树脂层可以通过粘结剂层在多层薄膜中的给定位置上设置，但根据情况，也可以不使用粘结剂层进行热熔粘结。而且，附加的树脂层也可以在多层薄膜的热处理后，层压在该多层薄膜的一面或两面上。热熔体型密封剂层优选在多层薄膜的热处理后进行层压。

具有如上所述的基本层结构的多层薄膜以及设置了附加的树脂层的多层薄膜均优选为具有透明性的薄膜。其中，透明性的程度根据使用目的而不同，例如在使用防湿性多层薄膜作为 EL 元件的防湿材料时，必须透明至可以透过来自发光层的光的程度。

5、热处理

在本发明的制造方法中，通过在特定的条件下对多层薄膜（包括设置了附加的树脂层的薄膜）进行热处理，可以显著提高防湿性能。作为粘结剂使用二液反应型聚氨酯类粘结剂等反应性粘结剂时，在热处理之前，进行用于粘结剂反应的老化处理。在多层薄膜的制造步骤中，粘结剂层使用聚氨酯类粘结剂制作多层薄膜时，优选在 30～50℃的温度范围内进行粘结剂的老化处理 24 小时以上，然后进行热处理。

老化处理温度过低时，固化反应过慢，过高时，由于生成气体而引起发泡，对透湿度产生不良影响。老化处理温度更优选 40℃左右。老化处理时间优选为 24 小时（1 天）～168 小时（7 天），更优选 48 小时（2 天）～96 小时（4 天）。

在多层薄膜的热处理步骤中，在 55℃以上 140℃以下的干热环境中对多层薄膜进行热处理 10 小时以上。热处理温度优选为 60～130℃，更优选为 70～120℃。热处理温度过低时，为了使多层薄膜的透湿度充分降低，需要较长时间，生产率降低。另一方面，热处理温度过高时，出现降低透湿度的作用效果小，或者透湿度升高等不良情况。热处理时间优选为 30 小时以上，更优选为 100 小时以上。在生产率的观点和能够稳定得到小的透湿度数值方面，优选热处理时间在热处理温度高时短，低时长。热处理时间的上限没有特别限定，但在热处理温度低时，为 1200 小时。

热处理不必在拉紧状态下对多层薄膜进行，可以在不拉紧状态下进行。在先技术（特开平 8－300549 号公报）中，指出在拉紧状态下于高温下进行短时间的热处理，但在对本发明的层结构的多层薄膜进行热处理时，令人惊奇的是通过在不拉紧状态下于比较低的温度下进行长时间热处理，可以得到具有与 PCTFE 薄膜相匹敌的防湿性能的多层薄膜。以工业规模进行热处理时，优选在将多层薄膜卷绕成滚筒状的状态下，在调节至给定温度的加热炉中保持给定时间的方法。如果采用这种热处理方法，由于不必在拉紧状态下加热多层薄膜，因而即使热处理时间为比较长的时间，也可以大量处理，不会损害生产率。

本发明中，通过热处理，能够得到具有高度防湿性能的防湿性多层薄膜，其在温度 40℃、相对湿度 100％的条件下测定的透湿度为 0.10g/m^2·day 以下，优选为 0.08 g/m^2·day 以下，更优选为 0.06 g/m^2·day 以下。多数场合，可以得到透湿度在 0.05 g/m^2·day 以下，最优选 0.02～0.04 g/m^2·day 的防湿性多层薄膜。在相同条件下测定的 PCTFE 薄膜的防湿度为 0.03 g/m^2·day，因此可知，根据本发明，能够得到具有与 PCTFE 薄膜相匹敌的防湿性能的防湿性多层薄膜。

随着多层薄膜中复合薄膜的张数增加，透湿度减小，根据本发明，可以得到满足下述式 E1 关系的防湿性多层薄膜。

$$W \leqslant (1/n) \times 0.20 \qquad E1$$

〔式中，n 为与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数，W 为透湿度（单位 = $g/m^2 \cdot day$）。〕

更具体地说，例如图 1 所示的与粘结剂层邻接进行层压的蒸镀膜的合计层数为 2（n = 2）的多层薄膜的场合，通过热处理，能够达到 0.10 $g/m^2 \cdot day$ 以下的透湿度。

对于热处理温度和热处理时间以及透湿度的关系，解析试验数据，结果可知以下关系式成立。也就是说，为了使多层薄膜的透湿度（W）为（1/n）× 0.20$g/m^2 \cdot day$ 以下，在 T = 热处理时间（Hr）、t = 热处理温度（K）时，优选在满足下述关系式 E2 的条件下进行热处理。

$$T \geqslant 3 \times 10^{10} \times t^{-4.5184} \qquad E2$$

即，在 55℃（328K）以上 140℃（413K）以下的范围内，设定热处理温度 t(K)时，为了使多层薄膜的透湿度为(1/n)× 0.20$g/m^2 \cdot day$ 以下，在其热处理温度下进行 T 小时（Hr）以上的热处理。

为了使多层薄膜的透湿度为（1/n）× 0.16$g/m^2 \cdot day$ 以下，优选在满足下述关系式 E3 的条件下进行热处理。

$$T \geqslant 2 \times 10^{11} \times t^{-4.6651} \qquad E3$$

为了使多层薄膜的透湿度为（1/n）× 0.12$g/m^2 \cdot day$ 以下，优选在满足下述关系式 E4 的条件下进行热处理。

$$T \geqslant 3 \times 10^{10} \times t^{-4.1345} \qquad E4$$

另外，式 E2 的 t 的幂数为 - 4.5184，式 E3 的 t 的幂数为 - 4.6651，式 E4 的 t 的幂数为 - 4.1345。

6、用途

本发明的防湿性多层薄膜具有高度的防湿性能，可以作为例如食品、药品、电子部件等的包装材料或密封材料使用。本发明的防湿性多层薄膜可以发挥与 PCTFE 薄膜相匹敌的防湿性，特别适合作为 EL 元件主体的密封用包装薄膜。

对于将本发明的防湿性多层薄膜作为 EL 元件主体的防湿材料使用的情况，例举具体例进行说明。图 6 是表示 EL 元件的一个实例的截面示意图。图 6 所示的 EL 元件具有下述结构，即，将由设置了电极 62 的基板 63 和设置了电极 64 的基板 65 夹持发光层 61 而成的 EL 元件主体用一对防湿材料 66 和 67 密封的结构。在一对电极 62 和 64 上分别

连接导线，由外部电源供电，从而对发光层 61 施加电场。将基板 63 和 65 中至少一个制成塑料薄膜或玻璃板等透明基板，使来自发光层的光透向外部。电极 62 和 64 由金属或 ITO（铟－锡复合氧化物）等金属氧化物等形成，使其中至少一个透明，使来自发光层的光透向外部。因此，基板 63 和电极 62 透明时，另一个基板 65 和电极 64 可以不透明，而且，可以使用铝箔等作为基板兼电极。也可以将多个 EL 元件主体平面排列，或者纵向层压，用防湿材料将该多个 EL 元件主体一起密封。

一对防湿材料 66 和 67 中至少一个由本发明的防湿性多层薄膜构成，另一个可以为玻璃基板或金属板。例如，一个防湿材料 67 为玻璃基板时，可以省去其上的基板 65，在玻璃基板上设置电极 64。一对防湿材料 66 和 67 为本发明的防湿性多层薄膜时，可以使用 2 张防湿性多层薄膜，但也可以将 1 张防湿性薄膜折叠使用。

图 7 是表示本发明对象的 EL 元件的另一实例的截面示意图。图 7 所示的 EL 元件具有在透明导电薄膜（ITO）73 和背面电极（铝箔）76 之间夹持用有机粘结剂固定的粉末荧光体构成的发光层 74 和在其一侧防止绝缘破坏用的电介质层 75 的结构。图 7 的 EL 元件中，插入除湿用的吸湿薄膜 72 和 77，用防湿材料 71 和 78 密封。作为防湿材料 71 和 78，如果使用本发明的防湿性多层薄膜，可以得到具有柔软性的 EL 元件。

实施例

下面例举实施例和比较例，更具体地说明本发明。另外，物性的测定方法如下所示。

（1）透湿度

透湿度按照 ASTM F－1249（JIS K－7129B 法），使用现代控制社生产的水蒸气透过试验机 PERMATRAN－W3/31SW 进行测定。具体地说，将测定对象的平板形多层薄膜（试件）固定在扩散池中，由试件将扩散池隔成干燥室和调湿室。将扩散池整体放置在 40℃的环境下，随时间经过使试件的温度达到 40℃。从用试件隔开前开始，将干燥室暴露于干燥氮气流中，另一侧的调湿室通过含有蒸馏水的海绵暴露于相对湿度 100％下，同时处于氮气流中。用试件隔开两室后，如果经过 1 小时的时间，干燥室的相对湿度为 0％，调湿室的相对湿度为 100％，

因此从该时刻开始测定透湿度。通过试件由调湿室透到干燥室的水蒸气混合在干燥氮气流中，运送到红外线传感器。由红外线传感器测定被水蒸气吸收的红外线能量的比例，作为电信号读出，由此，计算出透湿度。通过该方法测定多层薄膜在温度 40℃、相对湿度 100％的条件下的透湿度（单位 = $g/m^2 \cdot day$）。

（2）EL 元件的发光亮度保持率

在温度 60℃、相对湿度 90％的条件下，将 EL 元件样品放置 500 小时后，在室温下与工作电压 100V、工作频率 400Hz 的电源连接，测定初期发光亮度 L_0，接着，测定保持外加电压的状态在室温下经过 750 小时后的发光亮度 L_1，按照下式计算发光亮度保持率。

发光亮度保持率 = （L_1/L_0）×100（％）

〔实施例 1〕

制作具有图 1 所示的层结构的防湿性多层薄膜。该多层薄膜的层结构由外面到里面如下所示。

（1）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（2）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（3）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧）。

采用干式层压法，通过聚氨酯类粘结剂层层压各层，得到透明的多层薄膜。将多层薄膜卷绕成滚筒状。将该多层薄膜在 40℃下进行老化处理 72 小时。接着，将卷绕成滚筒状的多层薄膜投入调节至 120℃的加热炉中，保持 140 小时，进行热处理。结果如表 1 所示。

〔比较例 1〕

在实施例 1 中，老化处理后不进行热处理，除此以外，同样得到多层薄膜。结果如表 1 所示。

〔实施例 2〕

制作具有图 2 所示的层结构的防湿性多层薄膜。该多层薄膜的层结构由外面到里面如下所示。

（1）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（2）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（3）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧），

（4）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（5）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧）。

采用干式层压法，通过聚氨酯类粘结剂层层压各层，得到透明的多层薄膜。将多层薄膜卷绕成滚筒状。将该多层薄膜在 40℃下进行老化处理 72 小时。接着，将卷绕成滚筒状的多层薄膜投入调节至 100℃的加热炉中，保持 250 小时，进行热处理。结果如表 1 所示。

〔比较例 2〕

在实施例 2 中，老化处理后不进行热处理，除此以外，同样得到多层薄膜。结果如表 1 所示。

〔实施例 3〕

制作具有图 3 所示的层结构的防湿性多层薄膜。该多层薄膜的层结构由外面到里面如下所示。

（1）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（2）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（3）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧），

（4）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT

－10”，厚度 3.5μm〕，

（5）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔尾池工业（株）生产的“MOS－TH”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（6）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（7）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔尾池工业（株）生产的“MOS－TH”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧）。

采用干式层压法，通过聚氨酯类粘结剂层层压各层，得到透明的多层薄膜。将多层薄膜卷绕成滚筒状。将该多层薄膜在 40℃下进行老化处理 72 小时。接着，将卷绕成滚筒状的多层薄膜投入调节至 110℃的加热炉中，保持 200 小时，进行热处理。结果如表 1 所示。

〔比较例 3〕

在实施例 3 中，老化处理后不进行热处理，除此以外，同样得到多层薄膜。结果如表 1 所示。

〔实施例 4〕

制作具有图 4 所示的层结构的防湿性多层薄膜。该多层薄膜的层结构由外面到里面如下所示。

（1）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（2）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－578A/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（3）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧），

（4）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－578A/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（5）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（6）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－578A/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（7）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧）。

采用干式层压法，通过聚氨酯类粘结剂层层压各层，得到透明的多层薄膜。将多层薄膜卷绕成滚筒状。将该多层薄膜在 40℃下进行老化处理 72 小时。接着，将卷绕成滚筒状的多层薄膜投入调节至 70℃的加热炉中，保持 800 小时，进行热处理。结果如表 1 所示。

〔比较例 4〕

在实施例 4 中，老化处理后不进行热处理，除此以外，同样得到多层薄膜。结果如表 1 所示。

〔实施例 5〕

制作具有图 5 所示的层结构的防湿性多层薄膜。该多层薄膜的层结构由外面到里面如下所示。

（1）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（2）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（3）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在外侧），

（4）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（5）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕（蒸镀膜在里侧），

（6）聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，

（7）形成了硅氧化物的蒸镀膜的双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜〔三菱化学兴人 PAX（株）生产的“Teckbarrier H”，厚度 12μm〕

（蒸镀膜在外侧）。

采用干式层压法，通过聚氨酯类粘结剂层层压各层，得到透明的多层薄膜。将多层薄膜卷绕成滚筒状。将该多层薄膜在 40℃下进行老化处理 72 小时。接着，将卷绕成滚筒状的多层薄膜投入调节至 85℃的加热炉中，保持 400 小时，进行热处理。结果如表 1 所示。

〔比较例 5〕

在实施例 4 中，老化处理后不进行热处理，除此以外，同样得到多层薄膜。结果如表 1 所示。

〔比较例 6〕

测定聚氯三氟乙烯薄膜〔PCTFE 薄膜；日东电工社生产的“NITOFLONE NO.4820”，厚度 200μm〕的透湿度。结果如表 1 所示。

表1

	层结构	厚度（μm）	蒸镀膜（层数）	老化处理		热处理条件		透湿度 40℃·100%RH (g/m²·day)
				温度（℃）	时间(Hr)	温度（℃）	时间(Hr)	
实施例1	图1	28	2	40	72	120	140	0.04
实施例2	图2	44	3	40	72	100	250	0.03
实施例3	图3	59	4	40	72	110	200	0.04
实施例4	图4	59	4	40	72	70	800	0.03
实施例5	图5	59	4	40	72	85	400	0.03
比较例1	图1	28	2	40	72	-	-	0.24
比较例2	图2	44	3	40	72	-	-	0.18
比较例3	图3	59	4	40	72	-	-	0.15
比较例4	图4	59	4	40	72	-	-	0.14
比较例5	图5	59	4	40	72	-	-	0.13
比较例6	PCTFE	200	-	-	-	-	-	0.03

由表 1 的结果可知，本发明的防湿性多层薄膜能够实现 0.03～0.04 $g/m^2 \cdot day$ 的透湿度（40℃、100%RH），这表示具有与 PCTFE 薄膜相同水平的防湿性能。

〔实施例 6～8 以及比较例 7～16〕

使用实施例 1 的层结构的多层薄膜，老化处理后，在表 2 所示的热处理条件下进行热处理，除此以外，与实施例 1 同样操作。结果如表 2 所示。

表2

	层结构	厚度（μm）	蒸镀膜（层数）	老化处理		热处理条件		透湿度 40℃·100%RH (g/m²·day)
				温度（℃）	时间(Hr)	温度（℃）	时间(Hr)	
实施例6	图1	28	2	40	72	85	260	0.04
实施例7	图1	28	2	40	72	85	470	0.04
实施例8	图1	28	2	40	72	100	410	0.04
比较例7	图1	28	2	40	72	150	0.2	0.28
比较例8	图1	28	2	40	72	150	1.5	0.17
比较例9	图1	28	2	40	72	150	6	0.27
比较例10	图1	28	2	40	72	150	45	0.29
比较例11	图1	28	2	40	72	150	100	0.60
比较例12	图1	28	2	40	72	170	0.2	0.20
比较例13	图1	28	2	40	72	170	0.6	0.72
比较例14	图1	28	2	40	72	170	6	0.52
比较例15	图1	28	2	40	72	170	21	0.63
比较例16	图1	28	2	40	72	170	45	0.54

由表 2 的结果可知，本发明的防湿性多层薄膜的场合（实施例 6～8），即使改变热处理温度或热处理时间，也能够稳定得到高度的防湿性（低透湿度）。与此相对，如果热处理温度上升到 150℃（比较例 7～11），则难于充分降低透湿度，而且根据热处理时间，透湿度出现参差不齐。如果热处理温度上升至 170℃（比较例 12～16），透湿度反而上升，而且热处理时间引起的透湿度的参差不齐大。

实施例 9

（防湿性多层薄膜的制作）

在实施例 5 得到的热处理后的多层薄膜的里侧，通过聚氨酯类粘结剂层〔东洋 Morton（株）生产的“AD－502/CAT－10”，厚度 3.5μm〕，在 65℃下，干式层压双轴拉伸聚对苯二甲酸乙二酯薄膜（厚度 16μm）和聚烯烃类热熔体型密封剂层（厚度 50μm；Hirodine 工业社制“Hirodine 7589”），制作最内层具有密封剂层的防湿性多层薄膜。

（EL 元件主体的制备）

将氰乙基聚乙烯醇、钛酸钡粉末以及 N，N’－二甲基甲酰胺均匀混合，配制绝缘用糊。将氰乙基聚乙烯醇、在 ZnS 中加入 Cu 作为活性剂的粉末荧光体以及 N，N’－二甲基甲酰胺均匀混合，配制发光层用糊。在由铝箔构成的背面电极（厚度 70μm）上丝网印刷绝缘用糊，形成绝缘层（厚度 30μm），在其上，丝网印刷发光层用糊，形成发光层（厚度 40μm）。

将在聚对苯二甲酸乙二酯薄膜上形成 ITO 透明蒸镀膜得到的透明导电性薄膜（厚度 75μm）重叠在上述发光层上，通过滚筒层压进行加热压接。由背面电极和透明导电性薄膜上的 ITO 层导出电极导线。通过粘结剂层（乙烯－乙酸乙烯酯共聚物，厚度 30μm）在这样制作的 EL 元件的两面覆盖尼龙构成的吸湿薄膜（厚度 75μm），制成 EL 元件主体。

（EL 元件的制作）

使 2 张上述配制的防湿性多层薄膜以各聚烯烃类热熔体型密封剂层的面对峙，在其间放置上述制作的 EL 元件主体，在 140℃下加热压接，密封周边，从而制作用防湿性多层薄膜密封 EL 元件主体的电解发光型 EL 元件。该 EL 元件的发光亮度保持率为 75％。

其中，以上说明中使用的主要要素的符号如下。1：双轴拉伸 PET

薄膜，2：硅氧化物的蒸镀膜，3：双轴拉伸 PET 薄膜，4：硅氧化物的蒸镀膜，a1：聚氨酯类粘结剂层，a2：聚氨酯类粘结剂层，X：蒸镀薄膜，Y：蒸镀薄膜，61：发光层，62：电极，63：基板，64：电极，65：基板，66：防湿材料，67：防湿材料，71：防湿材料，72：吸湿薄膜，73：透明导电薄膜，74：发光层，75：电介质层，76：背面电极，77：吸湿薄膜，78：防湿材料

工业实用性

根据本发明，提供一种由下述多层薄膜构成并显示高度防湿性能的防湿性多层薄膜及其制造方法，所述多层薄膜含有形成了无机氧化物或金属的蒸镀膜的非吸湿性树脂层。本发明的防湿性多层薄膜适合作为食品、药品、电子部件等的包装材料或密封材料。本发明的防湿性多层薄膜可以发挥与聚氯三氟乙烯薄膜相匹敌的防湿性，特别适合作为电致发光元件等电子部件的密封用包装薄膜。

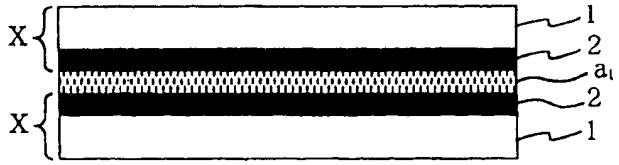

X
X
1
2
a1
2
1

图 1

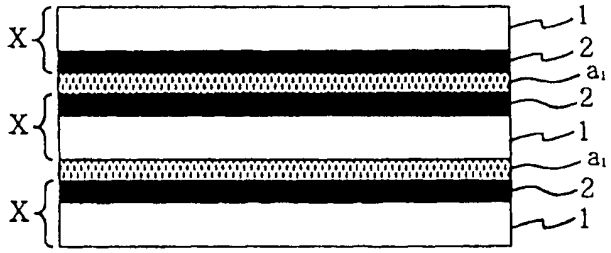

X
X
X
1
2
a1
2
1
a1
2
1

图 2

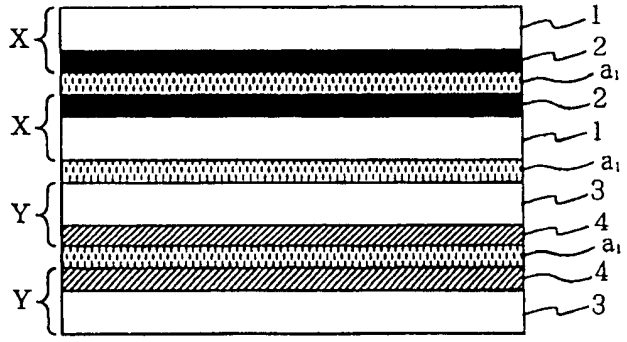

X
X
Y
Y
1
2
a1
2
1
a1
3
4
a1
4
3

图 3

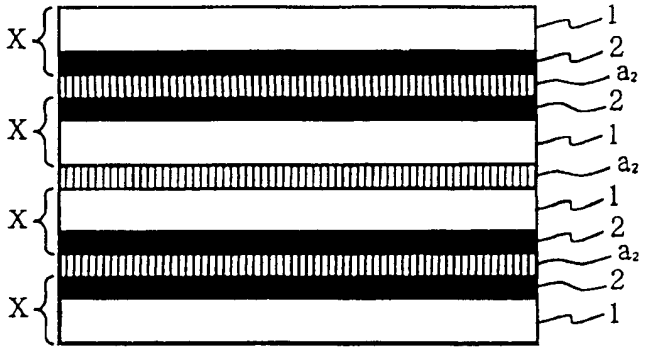

X
X
X
X
1
2
a2
2
1
a2
1
2
a2
2
1

图 4

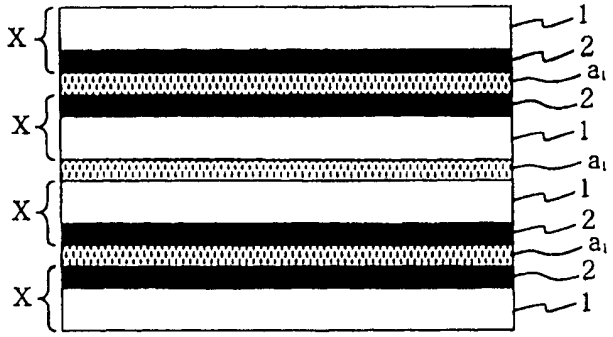


图 5

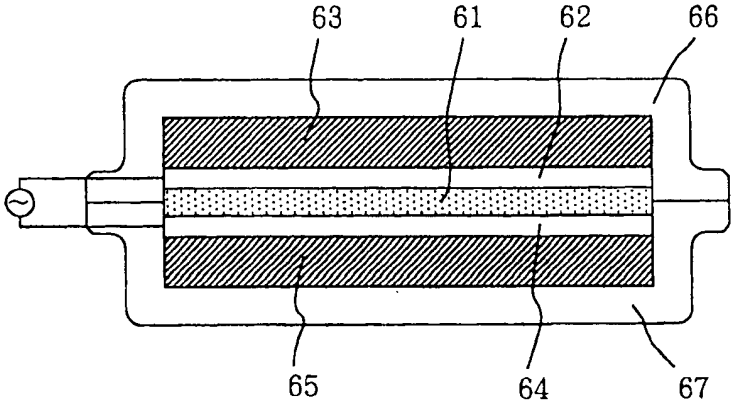


图 6

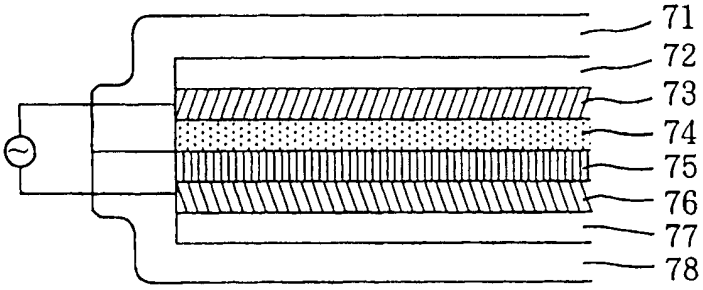


图 7