



(21) 申请号 202380029494.3

(22) 申请日 2023.03.24

(30) 优先权数据

2022-050185 2022.03.25 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.09.23

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/011803 2023.03.24

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/182493 JA 2023.09.28

(71) 申请人 味之素株式会社

地址 日本东京都中央区京桥一丁目15-1

(72) 发明人 大桥贤 马场英治 奥野真奈美

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

专利代理师 卢曼 蔡晓茵

(51) Int.Cl.

B32B 27/00 (2006.01)

B32B 27/18 (2006.01)

H05B 33/04 (2006.01)

权利要求书2页 说明书25页

(54) 发明名称

树脂片材及其制造方法

(57) 摘要

本发明提供一种树脂片材,其能够抑制保管时等的树脂组合物层的吸水(特别是含有半煅烧水滑石或氧化钙的树脂组合物层的吸水),能够使用光学式自动外观检查装置(AOI)以高精度进行树脂片材的树脂组合物层的异物检查,并且能够抑制形成树脂组合物层时的翘曲。一种树脂片材,该树脂片材具有:第1薄膜、树脂组合物层、和第2薄膜或玻璃板,树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间或者第1薄膜与玻璃板之间,第1薄膜具有:作为基材的單层的塑料薄膜、形成于塑料薄膜面的阻隔层、和形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层,第1薄膜是具有透明性的薄膜,第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(g/m^2/24hr)$ 以上且 $1(g/m^2/24hr)$ 以下,第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,第2薄膜不具有脱模层,第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01(g/m^2/24hr)$,玻璃板不具有脱模层。

1. 一种树脂片材,该树脂片材具有:
第1薄膜、
树脂组合物层、和
第2薄膜或玻璃板,
树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间或者第1薄膜与玻璃板之间,
第1薄膜具有:
作为基材的单层的塑料薄膜、
形成于塑料薄膜面的阻隔层、和
形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层,
第1薄膜是具有透明性的薄膜,
第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上且 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,
第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,
第2薄膜不具有脱模层,
第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$,
玻璃板不具有脱模层。
2. 根据权利要求1所述的树脂片材,其具有第1薄膜、树脂组合物层和第2薄膜,
树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间,
第1薄膜具有:
作为基材的单层的塑料薄膜、
形成于塑料薄膜面的阻隔层、和
形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层,
第1薄膜是具有透明性的薄膜,
第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上且 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,
第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,
第2薄膜不具有脱模层,
第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 。
3. 根据权利要求1或2所述的树脂片材,其中,第1薄膜的厚度为 $20\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ 。
4. 根据权利要求1~3中任一项所述的树脂片材,其中,第1薄膜的全光线透过率为80%以上。
5. 根据权利要求1~4中任一项所述的树脂片材,其中,第1薄膜是用于形成树脂组合物层的支承体。
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含吸湿性填料。
7. 根据权利要求6所述的树脂片材,其中,吸湿性填料为半煅烧水滑石或氧化钙。
8. 根据权利要求1~7中任一项所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含聚烯烃系树脂和/或环氧树脂。
9. 根据权利要求8所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含聚烯烃系树脂。
10. 一种制造方法,其是权利要求1~9中任一项所述的树脂片材的制造方法,
该方法包括:
在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、以及

将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序。

11. 一种电子设备的制造方法,该方法包括以下工序:

将权利要求1~9中任一项所述的树脂片材的第1薄膜剥离,使树脂组合物层位于电子设备侧,将第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层层叠于电子设备,用第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层来密封电子设备。

12. 一种树脂片材前体,该树脂片材前体具有第1薄膜、树脂组合物层和第3薄膜,树脂组合物层存在于第1薄膜与第3薄膜之间,

第1薄膜具有:

作为基材的单层的塑料薄膜、

形成于塑料薄膜面的阻隔层、和

形成于阻隔层面或塑料薄膜面的脱模层,

第1薄膜是具有透明性的薄膜,

第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,

第3薄膜具有脱模层,

第3薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,

第1薄膜的脱模层及第3薄膜的脱模层与树脂组合物层接触。

13. 根据权利要求12所述的树脂片材前体,其中,树脂组合物层包含半煅烧水滑石或氧化钙作为吸湿性填料。

14. 一种制造方法,其是权利要求12或13所述的树脂片材前体的制造方法,

该方法包括:

在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、和

将第3薄膜贴合于树脂组合物层的工序。

15. 一种电子设备的制造方法,该方法包括以下工序:

将权利要求12或13所述的树脂片材前体的第3薄膜剥离,将不具有脱模层且其水蒸气渗透率小于 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 的第2薄膜或不具有脱模层的玻璃板贴合于树脂组合物层,得到具有第1薄膜、树脂组合物层和第2薄膜或玻璃板的树脂片材后,剥离树脂片材的第1薄膜,使树脂组合物层位于电子设备侧,将第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层层叠于电子设备,用第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层来密封电子设备。

树脂片材及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及适用于有机EL元件或太阳能电池、具有导电基板的触摸面板等电子器件的密封等的树脂片材及其制造方法。

背景技术

[0002] 为了保护有机EL (Electroluminescence) 元件或太阳能电池、具有导电基板的触摸面板等电子器件不受水分的影响,进行使用具有树脂组合物层的树脂片材来密封电子器件的操作。

[0003] 树脂片材通常由支承体、树脂组合物层和用于保护上述树脂组合物层的覆盖薄膜构成(例如,专利文献1)。

[0004] 另外,作为提高树脂片材的水分阻隔性的方法,已知在树脂片材的树脂组合物层中配合半煅烧水滑石(例如,专利文献2)。

[0005] 在专利文献1的第[0015]及[0016]段中记载了将聚对苯二甲酸乙二醇酯等塑料薄膜、或具有阻隔层的塑料薄膜作为支承体使用。但是,在其第[0018]段中仅记载了“作为树脂片材的覆盖薄膜可举出与支承体相同的塑料薄膜”,并未记载将具有阻隔层的塑料薄膜作为覆盖薄膜使用。

[0006] 若将不具有阻隔层且透湿性高的塑料薄膜作为树脂片材的覆盖薄膜使用,则在树脂片材的保管时从覆盖薄膜透过的水分可能会混入树脂组合物层。其结果,树脂片材的保护电子器件不受水分影响的性能降低,若使用这种树脂片材来密封电子器件,则电子器件的寿命可能会变短。

[0007] 此外,具有含有半煅烧水滑石的树脂组合物层的树脂片材,可利用半煅烧水滑石来实现高的水分阻隔性,但半煅烧水滑石具有可逆地吸收及释放水分的性质。因此,关于具有含有半煅烧水滑石的树脂组合物层的树脂片材,例如在树脂片材的保管中,半煅烧水滑石吸收水分,然后将所吸收的水分释放至树脂组合物层。若用包含这样释放的水分的树脂组合物层来密封电子器件,则电子器件的寿命可能会变短。另外,具有含有氧化钙的树脂组合物层的树脂片材也同样能够实现高的水分阻隔性,但由于氧化钙不可逆地吸收水分,因此在树脂片材的保管中氧化钙吸收水分,水分阻隔性丧失。如果用这样的树脂组合物层来密封电子器件,则器件的寿命可能会变短。

[0008] 鉴于上述情况,例如专利文献3公开了一种树脂片材,除了使用具有阻隔层的塑料薄膜作为支承体以外,通过在覆盖薄膜中也采用防潮性的薄膜,抑制了树脂组合物层的吸水。

[0009] 现有技术文献

专利文献

专利文献1:日本特开2016-186843号公报

专利文献2:国际公开第2017/135112号

专利文献3:国际公开第2018/181426号

发明内容

[0010] 发明要解决的技术问题

但是,高耐透湿性的阻隔薄膜一般具有在塑料薄膜上通过蒸镀等层叠多层薄的无机膜、粘接金属箔、或者无机薄膜和塑料薄膜交替层叠的多层结构,但在作为清漆涂布用的支承体使用时,容易引起加热时的翘曲。另外,具有金属箔的阻隔薄膜或多层结构的阻隔薄膜大多在层间具有气泡,但在利用光学式自动外观检查装置(AOI)进行树脂片材的树脂组合物层的异物检查时,由于会将气泡作为缺陷检出,因此难以进行正确的检查,对AOI评价的适合性降低。另外,由铝箔和塑料薄膜形成的薄膜也具有高的耐透湿性,但同样容易产生翘曲,而且由于没有透光性,所以不能用AOI进行异物检查。

[0011] 本发明是着眼于上述情况而完成的,其目的在于提供一种树脂片材,其能够抑制形成树脂组合物层时的翘曲,且能够使用光学式自动外观检查装置(AOI)以高精度进行树脂组合物层的异物检查。

[0012] 解决技术问题用的手段

为了解决上述问题,本发明人进行了深入研究,结果发现,作为在形成树脂组合物层时作为支承体使用且在电子器件的密封时剥离的薄膜,使用具有作为基材的单层塑料薄膜、形成于塑料薄膜面的阻隔层、和形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层的透明薄膜,作为组装在电子器件中的层使用不具有脱模层且具有高耐透湿性的薄膜或玻璃板,由此能够抑制树脂组合物层的吸水(特别是含有半煅烧水滑石或氧化钙的树脂组合物层的吸水),变得能够采用光学式自动外观检查装置(AOI)以高精度进行树脂片材的树脂组合物层的异物检查,并且能够抑制形成树脂组合物层时的翘曲,从而完成了本发明。

[0013] 即,本发明具有以下特征。

[1]一种树脂片材,该树脂片材具有:

第1薄膜、

树脂组合物层、和

第2薄膜或玻璃板,

树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间或者第1薄膜与玻璃板之间,

第1薄膜具有:

作为基材的单层的塑料薄膜、

形成于塑料薄膜面的阻隔层、和

形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层,

第1薄膜是具有透明性的薄膜,第1薄膜的水蒸气渗透率(water vapour transmission rate,以下有时简称为“WVTR”)为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,

第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,

第2薄膜不具有脱模层,

第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$,

玻璃板不具有脱模层。

[2]根据[1]所述的树脂片材,其具有第1薄膜、树脂组合物层和第2薄膜,

树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间,第1薄膜具有:
作为基材的单层的塑料薄膜、
形成于塑料薄膜面的阻隔层、和
形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面的脱模层,
第1薄膜是具有透明性的薄膜,
第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,
第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,
第2薄膜不具有脱模层,
第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 。

[3]根据[1]或[2]所述的树脂片材,其中,第1薄膜的厚度为 $20\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ 。

[4]根据[1]~[3]中任一项所述的树脂片材,其中,第1薄膜的全光线透过率为80%以上。

[5]根据[1]~[4]中任一项所述的树脂片材,其中,第1薄膜是用于形成树脂组合物层的支承体。

[6]根据[1]~[5]中任一项所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含吸湿性填料。

[7]根据[6]所述的树脂片材,其中,吸湿性填料为半煅烧水滑石或氧化钙。

[8]根据[1]~[7]中任一项所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含聚烯烃系树脂和/或环氧树脂。

[9]根据[8]所述的树脂片材,其中,树脂组合物层包含聚烯烃系树脂。

[10]一种制造方法,其为[1]~[9]中任一项所述的树脂片材的制造方法,该方法包括:

在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、以及
将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序。

[11]一种电子设备的制造方法,该方法包括以下工序:

将[1]~[9]中任一项所述的树脂片材的第1薄膜剥离,使树脂组合物层位于电子设备侧,将第2薄膜或玻璃板及树脂组合物层层叠于电子设备,用第2薄膜或玻璃板及树脂组合物层来密封电子设备。

[12]一种树脂片材前体,该树脂片材前体具有第1薄膜、树脂组合物层和第3薄膜,树脂组合物层存在于第1薄膜与第3薄膜之间,第1薄膜具有:

作为基材的单层的塑料薄膜、
形成于塑料薄膜面的阻隔层、和
形成于阻隔层面或塑料薄膜面的脱模层,
第1薄膜是具有透明性的薄膜,
第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,
第3薄膜具有脱模层,
第3薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,
第1薄膜的脱模层及第3薄膜的脱模层与树脂组合物层接触。

[13]根据[12]所述的树脂片材前体,其中,树脂组合物层包含半煅烧水滑石或氧

化钙作为吸湿性填料。

[14]一种制造方法,其为[12]或[13]所述的树脂片材前体的制造方法,该方法包括:

在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、和
将第3薄膜贴合于树脂组合物层的工序。

[15]一种电子设备的制造方法,该方法包括以下工序:

将[12]或[13]所述的树脂片材前体的第3薄膜剥离,将不具有脱模层且其水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 的第2薄膜或不具有脱模层的玻璃板贴合于树脂组合物层,得到具有第1薄膜、树脂组合物层和第2薄膜或玻璃板的树脂片材后,剥离树脂片材的第1薄膜,使树脂组合物层位于电子设备侧,将第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层层叠于电子设备,用第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层来密封电子设备。

发明效果

[0014] 根据本发明,能够抑制树脂片材的树脂组合物层的吸水(特别是含有半煅烧水滑石或氧化钙的树脂组合物层的吸水),变得能够采用光学式自动外观检查装置(AOI)以高精度进行树脂片材的树脂组合物层的异物检查,并且能够抑制形成树脂组合物层时的翘曲。

具体实施方式

[0015] 以下,根据其优选的实施方式说明本发明。

[树脂片材]

本发明的树脂片材具有第1薄膜、树脂组合物层、以及第2薄膜或玻璃板,树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间或第1薄膜与玻璃板之间,第1薄膜具有作为基材的单层的塑料薄膜、形成于塑料薄膜面(优选塑料薄膜的一个面)的阻隔层、以及形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面(优选不具有阻隔层的塑料薄膜面)的脱模层,第1薄膜是具有透明性的薄膜,第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上且 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,第1薄膜的脱模层与树脂组合物层接触,第2薄膜不具有脱模层,第2薄膜的水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$,玻璃板不具有脱模层。应予说明,在JIS等中,将厚度小于 0.25mm 的材料分类为薄膜(film),将厚度超过 0.25mm 的材料分类为薄片(sheet),但本发明并不受此种分类所限制。

[0016] 在本发明的树脂片材中,树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间或第1薄膜与玻璃板之间。第1薄膜作为用于形成树脂组合物层的支承体使用。另外,对于第1薄膜而言,在将树脂片材层叠于有机EL元件等电子设备之前,为了使树脂组合物层露出而被剥离,也作为覆盖薄膜发挥功能。为了使第1薄膜容易剥离,在与树脂组合物层接触的面上具有脱模层。第2薄膜在电子设备的密封时作为阻隔薄膜组装于电子设备,不被剥离,因此不具有脱模层。

[0017] 在本发明的优选的实施方式中,树脂片材具有第1薄膜、树脂组合物层、以及第2薄膜,树脂组合物层存在于第1薄膜与第2薄膜之间。

[0018] <第1薄膜>

在本发明的树脂片材中,第1薄膜具有作为基材的单层的塑料薄膜、形成于塑料薄膜面(优选塑料薄膜的一个面)的阻隔层、以及形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具

有阻隔层的塑料薄膜面(优选不具有阻隔层的塑料薄膜面)的脱模层,第1薄膜为具有透明性的薄膜,第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,第1薄膜的脱模层与树脂组合物层相接。

[0019] 作为塑料薄膜,可举出例如聚乙烯、聚丙烯(PP)等聚烯烃、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN)等聚酯、聚碳酸酯(PC)、聚酰亚胺(PI)、环烯烃聚合物(COP)、聚氯乙烯等单层的塑料薄膜。塑料薄膜优选为聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜、环烯烃聚合物薄膜、聚萘二甲酸乙二醇酯薄膜或聚碳酸酯薄膜,更优选为聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜或环烯烃聚合物薄膜。基材(单层的塑料薄膜)的厚度优选为 $10\sim 100\mu\text{m}$,更优选为 $15\sim 90\mu\text{m}$,进一步优选为 $20\sim 80\mu\text{m}$ 。

[0020] 通过将基材制成具有透明性(优选具有以下记载的全光线透过率)的单层的塑料薄膜,使得能够采用光学式自动外观检查装置(AOI)进行树脂组合物层的异物检查(缺陷检测)。在基材为2层以上的塑料薄膜时,在各层间需要粘接层,在基材自身产生多个缺陷/气泡,变得无法以良好的精度进行树脂组合物层的AOI检测。另外,在基材为2层以上的塑料薄膜时,由于各层的线热膨胀系数不同,因此在加热时容易产生源自基材的翘曲。通过将基材制成单层的塑料薄膜,从而能够抑制翘曲,并实现稳定的量产。

[0021] 作为第1薄膜中的阻隔层,可举出例如二氧化硅蒸镀膜、氮化硅膜、氧化硅膜等无机膜、包含金属氧化物等无机物和有机树脂等有机物的有机/无机混合膜等。只要作为第1薄膜具有透明性,其水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,则阻隔层可以是层叠有多个无机膜的多层结构,也可以由有机物和无机物构成。只要作为第1薄膜具有透明性,其水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,则第1薄膜中的阻隔层的总厚度没有特别限定,优选为 0.01 以上且小于 $1\mu\text{m}$,更优选为 0.05 以上且 $0.9\mu\text{m}$ 以下,进一步优选为 0.1 以上且 $0.8\mu\text{m}$ 以下。

[0022] 第1薄膜中的阻隔层可通过以下方式制造:利用化学气相沉积法(例如利用热、等离子体、紫外线、真空热,真空等离子体或真空紫外线的化学气相沉积法)、或者物理气相沉积法(例如真空蒸镀法、溅镀法、离子镀法、激光沉积法、分子束外延法)等,将氧化硅(二氧化硅)、氧化铝、氧化镁、氮化硅、氮氧化硅、SiCN、非晶硅等无机膜层叠于基材(单层的塑料薄膜)表面(例如,参照日本特开2013-108103号公报等)。或者可以通过在基材(单层的塑料薄膜)表面涂布由金属氧化物等无机物和有机树脂形成的涂布液并进行干燥,形成有机/无机混合膜的方法等来形成(例如,参照日本专利4028353号公报等)。

[0023] 脱模层例如可以通过在基材(单层的塑料薄膜)上涂布脱模剂并干燥来形成。涂布脱模剂后的干燥温度,例如可以为 $100\sim 150^\circ\text{C}$,干燥时间例如可以为 $5\sim 120$ 分钟。

[0024] 作为脱模剂,可举出例如有机硅系脱模剂、醇酸系脱模剂、氟系脱模剂、烯烃系脱模剂等。脱模层优选由有机硅系脱模剂或醇酸系脱模剂形成。脱模层的厚度优选为 $0.05\sim 1\mu\text{m}$,更优选为 $0.05\sim 0.5\mu\text{m}$,进一步优选为 $0.05\sim 0.1\mu\text{m}$ 。

[0025] 从抑制翘曲的产生及将树脂片材卷绕成卷筒状的观点出发,第1薄膜的厚度优选为 $20\sim 100\mu\text{m}$,更优选为 $20\sim 90\mu\text{m}$,进一步优选为 $20\sim 80\mu\text{m}$ 。

[0026] 对于第1薄膜的全光线透过率,为了能够采用光学式自动外观检查装置(AOI)进行树脂组合物层的异物检查(缺陷检测),因此优选为 80% 以上,更优选为 82% 以上,进一步优选为 85% 以上。应予说明,全光线透过率例如可以按照JIS K7361-1“塑料-透明材料的全光

线透过率的试验方法第一部:单束法”进行测定。

[0027] 第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上且 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下。WVTR优选为 $0.8 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,更优选为 $0.6 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下。另外,优选为 $0.05 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上,更优选为 $0.1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以上。该WVTR是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。另外,由于第1薄膜在电子设备的密封前被剥离、废弃,因此如果在该范围内,则能够同时实现保管时的树脂组合物的吸水的抑制和成本抑制。将WVTR设为小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 时,由于无机膜的厚度增大,或者因多层结构而设置多个无机膜层等,薄膜所具有的无机膜的厚度的合计变大,因此容易产生翘曲。通过将WVTR设为 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,可以延长树脂组合物的水分阻隔性能的使用寿命。如果WVTR超过 $1 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$,则树脂组合层中所含的吸湿性填料吸湿大气中存在的水蒸气,变得无法发挥本来的性能。

[0028] 在本发明中,第1薄膜在将树脂组合漆涂布并干燥来形成树脂组合层时作为支承体使用,在电子设备的密封时被剥离。即,第1薄膜作为树脂组合漆的涂布用支承体使用。使用高耐透湿性的阻隔薄膜作为漆涂布用的支承体的情况下,容易引起加热时的翘曲,另外,涂布时阻隔层损伤,产生用于密封电子设备的性能降低的风险。另外,在第2薄膜具有多层结构的情况下,AOI检测出层叠结构的基材中的气泡,因此树脂组合层对于AOI评价的适合性低。另外,阻隔层为金属箔的情况下也没有透光性,因此无法用AOI评价树脂组合层。另外,玻璃板在薄的情况下较脆,在厚的情况下难以制成卷筒状,难以适用于涂布装置,难以作为涂布用的支承体使用。这些课题可以通过在形成树脂组合物时使用第1薄膜作为支承体来解决。应予说明,在将第1薄膜作为用于形成树脂组合层的支承体使用的情况下,也可产生阻隔层的损伤,但由于第1薄膜最终被剥离,不会残留于电子设备,因此不会产生电子设备的密封性能上的问题。另外,高耐湿性的阻隔薄膜或玻璃板在成本上不利于作为剥离后废弃的层使用。

[0029] <第2薄膜>

在本发明的树脂片材中,第2薄膜是在电子设备的密封时作为阻隔薄膜组装到电子设备中的薄膜,不具有脱模层,其水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 。第2薄膜可以是具有与第1薄膜同样的透明性的薄膜,也可以是不具有透明性的薄膜。

[0030] 第2薄膜的WVTR更优选为 $0.005 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,进一步优选为 $0.001 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下,特别优选为 $0.0005 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 以下。第2薄膜的WVTR的下限没有特别限定,优选为更低的值,最优选为 $0 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 。该WVTR是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0031] 第2薄膜优选为具有基材和阻隔层的薄膜。这里,基材是指上述薄膜中除阻隔层以外的部分。

[0032] 基材可以是单层薄膜,也可以是层叠薄膜。例如,可以具有将塑料薄膜使用粘接剂进行层叠而成的层叠结构。对粘接剂没有特别限定,可以使用市售的粘接剂。作为基材,可举出例如聚乙烯、聚丙烯(PP)等聚烯烃、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN)等聚酯、聚碳酸酯(PC)、聚酰亚胺(PI)、环烯烃聚合物(COP)、聚氯乙烯等塑料薄膜。塑料薄膜可以仅为1种,也可以为2种以上。基材优选为聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜、环烯烃聚合物薄膜、聚萘二甲酸乙二醇酯薄膜或聚碳酸酯薄膜,更优选为聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜或环烯烃聚合物薄膜。基材的厚度(基材具有层叠结构时为基材整体的厚度,在第2薄膜为无机膜和基材的多层结构时为基材部分的总厚度)优选为 $10 \sim 150 \mu\text{m}$,更优选为 $15 \sim$

125 μm ,进一步优选为20~100 μm 。

[0033] 作为第2薄膜中的阻隔层,可举出例如金属箔(例如铝箔、铜箔)、二氧化硅蒸镀膜、氮化硅膜、氧化硅膜等无机膜、包含金属氧化物等无机物和有机树脂等有机物的有机/无机混合膜等。阻隔层可以由多个无机膜的层来构成。另外,阻隔层可以由有机物和无机物来构成。在第2薄膜中,可以具有无机膜和基材交替层叠而成的多层结构。特别是无机膜通过化学气相沉积法或物理气相沉积法来形成的情况下,为了防止无机膜的裂纹,优选具有无机膜和基材交替层叠而成的多层结构。将金属箔设为阻隔层时,第2薄膜中的阻隔层的总厚度优选为15 μm 以上且100 μm 以下,更优选为20 μm 以上且90 μm 以下,进一步优选为25 μm 以上且80 μm 以下。在阻隔层为除金属箔以外(例如通过化学气相沉积法或物理气相沉积法形成的无机膜或有机/无机混合膜)的情况下,第2薄膜中的阻隔层的总厚度优选为1~10 μm ,更优选为1.5~8 μm ,进一步优选为2~5 μm 。

[0034] WVTR小于0.01($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)的第2薄膜,特别是WVTR为0.0005($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)以下的第2薄膜,例如可以通过以下方式制造:在基材表面利用化学气相沉积法(例如利用热、等离子体、紫外线、真空热,真空等离子体或真空紫外线的化学气相沉积法)、或者物理气相沉积法(例如真空蒸镀法、溅镀法、离子镀法、激光沉积法、分子束外延法)等层叠氧化硅(二氧化硅)、氧化铝、氧化镁、氮化硅、氮氧化硅、SiCN、非晶硅等无机膜(例如,参照日本特开2016-185705号公报、日本专利5719106号公报、日本专利5712509号公报、日本专利5292358号公报等)。或者可以通过在基材(单层的塑料薄膜)表面上涂布由金属氧化物等无机物和有机树脂形成的涂布液,并进行干燥,形成有机/无机混合膜的方法等来形成(例如,参照日本专利4028353号公报等)。另外,作为WVTR小于0.01($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)的第2薄膜,特别是WVTR为0.0005($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)以下的第2薄膜,可举出例如使US箔、铝箔、铜箔等金属箔、或者基材和金属箔经由粘接剂进行贴合等方法所制造的第2薄膜。

[0035] 第2薄膜可以使用市售品。可举出例如东洋铝公司制“带PET的AL1N30”、三菱树脂公司制“X-BARRIER”、丽光公司制的“Verreal”、三井金属公司制的“3EC-III”等。

[0036] 从操作性和将树脂片材卷绕成卷筒状的观点出发,第2薄膜的厚度优选为10~150 μm ,更优选为15~125 μm ,进一步优选为20~100 μm 。

[0037] 在本发明的一个实施方式中,可以使用玻璃板代替第2薄膜。即,本发明的树脂片材具有第1薄膜、树脂组合物层和玻璃板,树脂组合物层存在于第1薄膜与玻璃板之间。玻璃板在密封电子设备时作为阻隔层被组装到电子设备中,不具有脱模层。玻璃板的厚度优选为10~1000 μm ,更优选为50~900 μm ,进一步优选为100~800 μm 。如果玻璃板的厚度在该范围内,则操作性变得良好,故优选。应予说明,作为树脂片材的产品形态,在卷绕成卷筒状而制成卷筒状的树脂片材的情况下,玻璃板的厚度优选为200 μm 以下,更优选为100 μm 以下。玻璃板的厚度较厚而无法卷绕的情况下,可以制成单片。另外,作为代替玻璃板(或第2薄膜)而使用后述的第3薄膜的树脂片材前体的产品形态进行销售、运输、保存等,在使用前剥离第3薄膜,贴合玻璃板(或第2薄膜),也可以作为树脂片材使用。玻璃板的水蒸气渗透率通常小于0.01($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$),可以为0.005($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)以下、0.001($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)以下、0.0005($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)以下、0($\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr}$)。

[0038] <树脂组合物层>

构成本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层的树脂,只要发挥本发明的效果就

没有特别限定,可举出例如热塑性树脂(聚烯烃系树脂等)、热固性树脂(环氧树脂等)等。树脂组合物层优选包含聚烯烃系树脂和/或环氧树脂,更优选包含聚烯烃系树脂。

[0039] (聚烯烃系树脂)

作为可在本发明中使用的聚烯烃系树脂,只要具有来自烯烃的骨架即可,没有特别限定。作为公知的树脂可举出例如专利文献1中记载的聚烯烃系树脂。烯烃优选为具有一个烯键性碳-碳双键的单烯烃和/或具有两个烯键性碳-碳双键的二烯烃。作为单烯烃,优选举出乙烯、丙烯、1-丁烯、异丁烯(异丁烯)、1-戊烯、1-己烯、1-庚烯、1-辛烯等 α -烯烃,作为二烯烃,优选举出1,3-丁二烯、异戊二烯、1,3-戊二烯、2,3-二甲基丁二烯等。聚烯烃系树脂中的来自烯烃的骨架可以是1种,也可以是2种以上。聚烯烃系树脂可以仅使用1种,也可以并用2种以上。

[0040] 聚烯烃系树脂可以是均聚物,也可以是无规共聚物、嵌段共聚物等共聚物。作为共聚物,可举出2种以上的烯烃的共聚物,以及烯烃与非共轭二烯、苯乙烯等除烯烃以外的单体的共聚物。作为优选的共聚物的例子,可举出乙烯-非共轭二烯共聚物、乙烯-丙烯共聚物、乙烯-丙烯-非共轭二烯共聚物、乙烯-丁烯共聚物、丙烯-丁烯共聚物、丙烯-丁烯-非共轭二烯共聚物、苯乙烯-异丁烯共聚物、苯乙烯-异丁烯-苯乙烯共聚物等。

[0041] 另外,作为聚烯烃系树脂,可举出例如国际公开第2011/62167号中记载的异丁烯改性树脂、国际公开第2013/108731号中记载的苯乙烯-异丁烯改性树脂等。

[0042] 聚烯烃系树脂优选为聚丁烯系树脂、聚丙烯系树脂。这里,“聚丁烯系树脂”是指构成聚合物的全部烯烃单体单元中的主要单元(最大含量的单元)是来自丁烯的树脂,“聚丙烯系树脂”是指构成聚合物的全部烯烃单体单元中的主要单元(最大含量的单元)是来自丙烯的树脂。

[0043] 应予说明,聚丁烯系树脂为共聚物时,作为除丁烯以外的单体,可举出例如苯乙烯、乙烯、丙烯、异戊二烯等。聚丙烯系树脂为共聚物时,作为除丙烯以外的单体,可举出例如乙烯、丁烯、异戊二烯等。

[0044] 从赋予粘接性、粘接湿热耐性等优异的物性的观点出发,聚烯烃系树脂优选包含具有酸酐基(即羰基氧基羰基(-CO-O-CO-))的聚烯烃系树脂和/或具有环氧基的聚烯烃系树脂。作为酸酐基,可举出例如来自琥珀酸酐的基团、来自马来酸酐的基团、来自戊二酸酐的基团等。聚烯烃系树脂可以具有1种或2种以上的酸酐基。具有酸酐基的聚烯烃系树脂例如可通过用具有酸酐基的不饱和化合物在自由基反应条件下对聚烯烃系树脂进行接枝改性而得到。此外,也可将具有酸酐基的不饱和化合物与烯烃等一起进行自由基共聚。同样地,具有环氧基的聚烯烃系树脂例如可通过用(甲基)丙烯酸缩水甘油酯、4-羟丁基丙烯酸酯缩水甘油醚、烯丙基缩水甘油醚等具有环氧基的不饱和化合物在自由基反应条件下对聚烯烃系树脂进行接枝改性而得到。另外,也可以将具有环氧基的不饱和化合物与烯烃等一起进行自由基共聚。聚烯烃系树脂可以使用1种或2种以上,也可以并用具有酸酐基的聚烯烃系树脂和具有环氧基的聚烯烃系树脂。

[0045] 作为具有酸酐基的聚烯烃系树脂,优选具有酸酐基的聚丁烯系树脂、具有酸酐基的聚丙烯系树脂。另外,作为具有环氧基的聚烯烃系树脂,优选具有环氧基的聚丁烯系树脂、具有环氧基的聚丙烯系树脂。

[0046] 具有酸酐基的聚烯烃系树脂中的酸酐基的浓度优选为0.05~10mmol/g,更优选为

0.1~5mmol/g。酸酐基的浓度根据JIS K 2501的记载,由定义为中和1g树脂中存在的酸所需的氢氧化钾的mg数的酸值的值而得到。另外,聚烯烃系树脂中的具有酸酐基的聚烯烃系树脂的量优选为0~70质量%,更优选为10~50质量%。

[0047] 另外,具有环氧基的聚烯烃系树脂中的环氧基的浓度优选为0.05~10mmol/g,更优选为0.1~5mmol/g。环氧基浓度由基于JIS K 7236-1995得到的环氧当量而求出。另外,聚烯烃系树脂中的具有环氧基的聚烯烃系树脂的量优选为0~70质量%,更优选为10~50质量%。

[0048] 从赋予密封性能等优异的物性的观点出发,聚烯烃系树脂特别优选包含具有酸酐基的聚烯烃系树脂和具有环氧基的聚烯烃系树脂这两者。这样的聚烯烃系树脂,通过加热使酸酐基和环氧基进行反应而形成交联结构,可以形成密封性能等优异的密封层。交联结构形成也可以在密封后进行,但例如在电子设备等密封对象对热的耐受力弱的情况下,理想的是,使用树脂片材进行密封,在制造该树脂片材时事先形成交联结构。

[0049] 具有酸酐基的聚烯烃系树脂与具有环氧基的聚烯烃系树脂的比例,只要能够形成适当的交联结构就没有特别限定,环氧基与酸酐基的摩尔比(环氧基:酸酐基)优选为100:10~100:400,更优选为100:25~100:350,特别优选为100:40~100:300。

[0050] 在本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层中,使用具有环氧基的聚烯烃系树脂的情况下,可以使用具有能够与环氧基反应的官能团(但酸酐基除外)的聚烯烃系树脂。作为上述官能团,可举出例如羟基、酚式羟基、氨基、羧基等。

[0051] 在本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层中,使用具有酸酐基的聚烯烃系树脂的情况下,可以使用具有能够与酸酐基反应的官能团(但环氧基除外)的聚烯烃系树脂。作为上述官能团,可举出例如羟基、伯氨基或仲氨基、硫醇基、氧杂环丁烷基。

[0052] 聚烯烃系树脂的数均分子量没有特别限定,但从带来树脂组合物的清漆的良好涂布性和与树脂组合物中的其他成分的良好相容性的观点出发,优选为1,000,000以下,更优选为750,000以下,更进一步优选为500,000以下,进一步优选为400,000以下,进一步更优选为300,000以下,特别优选为200,000以下,最优选为150,000以下。另一方面,从防止树脂组合物的清漆涂布时的涂膜凹陷、呈现所形成的树脂组合物层的密封性能、提高机械强度的观点出发,该数均分子量优选为1,000以上,更优选为2,000以上。应予说明,本发明中的数均分子量通过凝胶渗透色谱(GPC)法(聚苯乙烯换算)测定。具体地说,基于GPC法的数均分子量可以使用岛津制作所公司制LC-9A/RID-6A作为测定装置、使用昭和电工公司制Shodex K-800P/K-804L/K-804L作为柱、使用甲苯等作为流动相,在柱温40℃下测定,使用标准聚苯乙烯的标准曲线来计算。

[0053] 从抑制因清漆的增稠导致的流动性降低的观点出发,本发明中的聚烯烃系树脂优选为非晶态。这里,非晶态是指聚烯烃系树脂不具有明确的熔点,例如可以使用在聚烯烃系树脂的以DSC(差示扫描量热测定)测定熔点时未观察到明确的峰的物质。

[0054] 接着,说明聚烯烃系树脂的具体例。作为聚丙烯系树脂的具体例,可举出星光PMC公司制的“T-YP341”(甲基丙烯酸缩水甘油酯改性丙烯-丁烯无规共聚物,相对于丙烯单元和丁烯单元的合计100质量%的丁烯单元的量:29质量%、环氧基浓度:0.638mmol/g、数均分子量:155,000)、星光PMC公司制的“T-YP279”(马来酸酐改性丙烯-丁烯无规共聚物,相对于丙烯单元和丁烯单元的合计100质量%的丁烯单元的量:36质量%,酸酐基浓度:

0.464mmol/g,数均分子量:35,000)、星光PMC公司制“T-YP276”(甲基丙烯酸缩水甘油酯改性丙烯-丁烯无规共聚物,相对于丙烯单元和丁烯单元的合计100质量%的丁烯单元的量:36质量%,环氧基浓度:0.638mmol/g、数均分子量:57,000)、星光PMC公司制“T-YP312”(马来酸酐改性丙烯-丁烯无规共聚物,相对于丙烯单元和丁烯单元的合计100质量%的丁烯单元的量:29质量%、酸酐基浓度:0.464mmol/g、数均分子量:60,900)、星光PMC公司制“T-YP313”(甲基丙烯酸缩水甘油酯改性丙烯-丁烯无规共聚物,相对于丙烯单元和丁烯单元的合计100质量%的丁烯单元的量:29质量%、环氧基浓度:0.638mmol/g、数均分子量:155,000)等。

[0055] 作为聚丁烯系树脂的具体例,可举出ENEOS公司(旧公司名“JXTG能源”)制“HV-1900”(聚丁烯、数均分子量:2,900),东邦化学工业公司制“HV-300M”(马来酸酐改性液态聚丁烯(“HV-300”(数均分子量:1,400)的改性品),数均分子量:2,100,构成酸酐基的羧基的数量:3.2个/1分子,酸值:43.4mgKOH/g,酸酐基浓度:0.77mmol/g、BASF公司制“Oppanol B100”(聚异丁烯、粘均分子量:1,110,000)、BASF公司制“N50SF”(聚异丁烯、粘均分子量:400,000)等。

[0056] 作为苯乙烯-异丁烯共聚物的具体例,可举出Kaneka公司制“SIBSTAR T102”(苯乙烯-异丁烯-苯乙烯嵌段共聚物,数均分子量:100,000,苯乙烯含量:30质量%)、星光PMC公司制“T-YP757B”(马来酸酐改性苯乙烯-异丁烯-苯乙烯嵌段共聚物,酸酐基浓度:0.464mmol/g,数均分子量:100,000)、星光PMC公司制“T-YP766”(甲基丙烯酸缩水甘油酯改性苯乙烯-异丁烯-苯乙烯嵌段共聚物,环氧基浓度:0.638mmol/g,数均分子量:100,000)、星光PMC公司制“T-YP8920”(马来酸酐改性苯乙烯-异丁烯-苯乙烯共聚物,酸酐基浓度:0.464mmol/g,数均分子量:35,800)、星光PMC公司制“T-YP8930”(甲基丙烯酸缩水甘油酯改性苯乙烯-异丁烯-苯乙烯共聚物,环氧基浓度:0.638mmol/g,数均分子量:48,700)。

[0057] 本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层中的聚烯烃系树脂的含量没有特别限制。但是,从树脂组合物层的密封性能和操作性的观点出发,该含量相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%优选为5质量%以上,更优选为10质量%以上,进一步优选为15质量%以上,优选为50质量%以下,更优选为40质量%以下,进一步优选为35质量%以下。

[0058] (环氧树脂)

环氧树脂只要是平均每1分子具有2个以上的环氧基,则无限制皆可使用。作为环氧树脂,可举出例如双酚A型环氧树脂、氢化双酚A型环氧树脂、联苯型环氧树脂、联苯芳烷基型环氧树脂、萘酚型环氧树脂、萘型环氧树脂、双酚F型环氧树脂、含磷的环氧树脂、双酚S型环氧树脂、芳族缩水甘油胺型环氧树脂(例如,四缩水甘油基二氨基二苯基甲烷、三缩水甘油基对氨基苯酚、二缩水甘油基甲苯胺、二缩水甘油基苯胺等)、脂环族环氧树脂、脂肪族链状环氧树脂、苯酚酚醛清漆型环氧树脂、甲酚酚醛清漆型环氧树脂、双酚A酚醛清漆型环氧树脂、具有丁二烯结构的环氧树脂、双酚的二缩水甘油醚化物、萘二醇的二缩水甘油醚化物、酚类的二缩水甘油醚化物、及醇类的二缩水甘油醚化物、以及这些环氧树脂的烷基取代物、卤化物及氢化物等。环氧树脂可仅为1种,也可为2种以上。

[0059] 从反应性等观点出发,环氧树脂的环氧当量优选为50~5,000,更优选为50~3,000,进一步优选为80~2,000,进一步更优选为100~1,000,更进一步优选为120~1,000,特别优选为140~300。应予说明,“环氧当量”是指包含1克当量的环氧基的树脂的克数(g/

eq.)，可按照JIS K 7236规定的方法进行测定。另外，环氧树脂的重均分子量优选为5,000以下。

[0060] 环氧树脂可以是液态或固态的任一种，也可以使用液态环氧树脂和固态环氧树脂这两者。在此，所谓“液态”及“固态”是指常温(25°C)及常压(1个大气压)下的环氧树脂的状态。

[0061] 环氧树脂的量没有特别限制。在使用环氧树脂的情况下，其量相对于树脂组合物的不挥发成分100质量%优选为20~80质量%，更优选为30~70质量%，进一步优选为50~65质量%。

[0062] (吸湿性填料)

本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层可以包含吸湿性填料。作为吸湿性填料，可举出例如氧化钙、水滑石、氧化镁、分子筛等。吸湿性填料可以仅使用1种，也可以并用2种以上。吸湿性填料的含量相对于树脂组合物的不挥发成分100质量%优选为0~40质量%，更优选为0~30质量%，进一步优选为0~20质量%。吸湿性填料优选为氧化钙。

[0063] 水滑石可以分为未煅烧水滑石、半煅烧水滑石和煅烧水滑石。

[0064] 未煅烧水滑石例如为天然水滑石($Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$)所代表的具有层状晶体结构的金属氢氧化物，例如由作为基本骨架的层 $[Mg_{1-x}Al_x(OH)_2]^{x+}$ 和中间层 $[(CO_3)_{x/2} \cdot mH_2O]^x$ 形成。未煅烧水滑石是包含合成水滑石等的类水滑石化合物的概念。作为类水滑石化合物，可举出例如以下述式(I)及下述式(II)表示的化合物。

[0065] $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2]^{x+} \cdot [(A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O]^x$ (I)

(式中， M^{2+} 表示 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 等2价的金属离子， M^{3+} 表示 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 等3价的金属离子， A^{n-} 表示 CO_3^{2-} 、 Cl^- 、 NO_3^- 等n价的阴离子， $0 < x < 1$ ， $0 \leq m < 1$ ，n为正数。)

式(I)中， M^{2+} 优选为 Mg^{2+} ， M^{3+} 优选为 Al^{3+} ， A^{n-} 优选为 CO_3^{2-} 。

[0066] $M^{2+}_xAl_2(OH)_{2x+6-nz}(A^{n-})_z \cdot mH_2O$ (II)

(式中， M^{2+} 表示 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 等2价的金属离子， A^{n-} 表示 CO_3^{2-} 、 Cl^- 、 NO_3^- 等n价的阴离子，x为2以上的正数，z为2以下的正数，m为正数，n为正数)

式(II)中， M^{2+} 优选为 Mg^{2+} ， A^{n-} 优选为 CO_3^{2-} 。

[0067] 半煅烧水滑石是指将未煅烧水滑石进行煅烧而得到的、具有层间水的量减少或消失的层状晶体结构的金属氢氧化物。所谓“层间水”若使用组成式说明则指上述的未煅烧的天然水滑石及类水滑石化合物的组成式中记载的“ H_2O ”。

[0068] 另一方面，煅烧水滑石是指将未煅烧水滑石或半煅烧水滑石进行煅烧而得到的、不仅层间水消失且羟基也因缩合脱水而消失的具有非晶态结构的金属氧化物。

[0069] 未煅烧水滑石、半煅烧水滑石及煅烧水滑石可依据饱和吸水率来区分。半煅烧水滑石的饱和吸水率为1质量%以上且小于20质量%。另一方面，未煅烧水滑石的饱和吸水率小于1质量%，煅烧水滑石的饱和吸水率为20质量%以上。

[0070] “饱和吸水率”是指下述的质量增加率，且可由下述式(i)求出。所述质量增加率是：用天平称取1.5g测定试料(例如半煅烧水滑石)，测定初始质量后，在大气压下，在已设定为60°C、90%RH(相对湿度)的小型环境试验器(ESPEC公司制SH-222)中静置200小时后的相对于初始质量的质量增加率；下述式(i)为：

饱和吸水率(质量%) = $100 \times (\text{吸湿后的质量} - \text{初始质量}) / \text{初始质量}$ (i)。

[0071] 半煅烧水滑石的饱和吸水率优选为3质量%以上且小于20质量%，更优选为5质量%以上且小于20质量%。

[0072] 此外，未煅烧水滑石、半煅烧水滑石及煅烧水滑石可依据以热重分析所测定的热失重率来区分。半煅烧水滑石的280°C时的热失重率小于15质量%，且其380°C时的热失重率为12质量%以上。另一方面，未煅烧水滑石的280°C时的热失重率为15质量%以上，煅烧水滑石的380°C时的热失重率小于12质量%。

[0073] 热重分析可使用日立High-Tech Science公司制TG/DTAEXSTAR6300，在铝制的样品盘中称量5mg水滑石，在不加盖而开放的状态下，在氮流量200mL/分钟的氛围下，从30°C至550°C以升温速度10°C/分钟的条件进行。热失重率可由下述式(ii)求出：

热失重率(质量%)

$$=100 \times (\text{加热前的质量} - \text{达到特定温度时的质量}) / \text{加热前的质量} \text{ (ii)}。$$

[0074] 此外，未煅烧水滑石、半煅烧水滑石及煅烧水滑石可依据以粉末X射线衍射所测定的峰及相对强度比来区分。对于半煅烧水滑石而言，利用粉末X射线衍射，在 2θ 为 $8 \sim 18^\circ$ 附近显示分裂成两个的峰，或通过两个峰的合成而显示具有肩峰的峰，在低角度侧出现的峰或肩峰的衍射强度(=低角度侧衍射强度)与在高角度侧出现的峰或肩峰的衍射强度(=高角度侧衍射强度)的相对强度比(低角度侧衍射强度/高角度侧衍射强度)为 $0.001 \sim 1,000$ 。另一方面，未煅烧水滑石在 $8 \sim 18^\circ$ 附近只具有一个峰，或者在低角度侧出现的峰或肩峰与在高角度侧出现的峰或肩峰的衍射强度的相对强度比在前述的范围外。煅烧水滑石在 $8^\circ \sim 18^\circ$ 的区域内不具有特征峰，在 43° 处具有特征峰。对于粉末X射线衍射测定而言，利用粉末X射线衍射装置(PANalytical公司制,Empyreon)，在对阴极 $\text{CuK}\alpha(1.5405 \text{ \AA})$ 、电压:45V、电流:40mA、取样宽度: 0.0260° 、扫描速度: $0.0657^\circ/\text{s}$ 、测定衍射角范围(2θ): $5.0131 \sim 79.9711^\circ$ 的条件下进行。峰值搜索(peak search)可利用衍射装置附带的软件的峰值搜索功能，在“最小显著度:0.50、最小峰尖: 0.01° 、最大峰尖: 1.00° 、峰基线宽度: 2.00° 、方法:二阶微分的最小值”的条件下进行。

[0075] 半煅烧水滑石的BET比表面积优选为 $1 \sim 250 \text{ m}^2/\text{g}$ ，更优选为 $5 \sim 200 \text{ m}^2/\text{g}$ 。这些BET比表面积可依照BET法，使用比表面积测定装置(Macsorb HM Model 1210Mountech公司制)，使氮气吸附于试样表面，使用BET多点法而算出。

[0076] 半煅烧水滑石的粒径优选为 $1 \sim 1,000 \text{ nm}$ ，更优选为 $10 \sim 800 \text{ nm}$ 。这些粒径是通过激光衍射散射式粒度分布测定(JIS Z 8825)以体积基准制作粒度分布时的该粒度分布的中值粒径。

[0077] 半煅烧水滑石可使用以表面处理剂进行了表面处理的半煅烧水滑石。作为表面处理中所用的表面处理剂，例如可使用高级脂肪酸、烷基硅烷类、硅烷偶联剂等，其中，高级脂肪酸、烷基硅烷类较合适。表面处理剂可使用1种或2种以上。

[0078] 半煅烧水滑石可以使用市售品。作为其市售品，可举出例如协和化学工业公司制“DHT-4C”、“DHT-4A-2”等。

[0079] 氧化钙可以使用市售品。作为市售品，可举出例如井上石灰工业公司制“QC-X”；三共制粉公司制“モイストップ#10”；吉泽石灰工业公司制“HAL-G”、“HAL-J”、“HAL-F”；Filgen公司制“CaO Nano Powder”等。

[0080] 在本发明中，可以使用包含氧化钙的混合物作为吸湿性填料。作为这样的混合物

可举出例如煅烧白云石(包含氧化钙和氧化镁的混合物)。煅烧白云石例如可以从吉泽石灰工业公司等获得。

[0081] 氧化钙的粒径及包含氧化钙的混合物(以下有时记载为“氧化钙等”)的粒径,为了防止在密封工序中氧化钙等损伤电子设备,以及为了提高氧化钙等与树脂的界面结合力,分别优选为 $0.03 \sim 10\mu\text{m}$,更优选为 $0.05 \sim 5\mu\text{m}$,进一步优选为 $0.1 \sim 3\mu\text{m}$ 。这些粒径是通过激光衍射散射式粒度分布测定(JIS Z 8825)以体积基准制作粒度分布时的该粒度分布的中值粒径。

[0082] 氧化钙是为了发挥高水分阻隔性而必须的吸湿性无机粒子。氧化钙与半煅烧水滑石不同,由于不可逆地吸收水分,因此一旦吸湿,吸湿性能就会降低。因此,需要在高温、短时间内使树脂组合物层成膜。另一方面,在使用基材为2层以上的塑料薄膜的第1薄膜的情况下,由于各层的线热膨胀系数不同,因此在高温暴露下基材的翘曲更显著地发生。如上所述,通过使用单层的塑料薄膜作为第1薄膜的基材,并适当地设定第1薄膜的厚度和WVTR(阻隔性),可以解决这些问题。

[0083] (赋粘剂)

本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层可以进一步含有赋粘剂。赋粘剂也被称为增粘剂(tackifier),是对组合物赋予粘合性的成分。作为赋粘剂,没有特别限定,优选使用萘烯树脂、改性萘烯树脂(氢化萘烯树脂、萘烯酚共聚树脂、芳香族改性萘烯树脂等)、香豆酮树脂、茛树脂、石油树脂(脂肪族系石油树脂、氢化脂环族石油树脂、芳香族系石油树脂、脂肪族芳香族共聚系石油树脂、脂环族系石油树脂、双环戊二烯系石油树脂及其氢化物等)。

[0084] 作为可用作赋粘剂的市售品,可举出例如以下的产品。作为萘烯树脂,可举出YS树脂PX、YS树脂PXN(均为安原化学(Yasuhara Chemical)公司制)等,作为芳香族改性萘烯树脂,可举出YS树脂T0、TR系列(均为安原化学公司制)等,作为氢化萘烯树脂,可举出Clearon P、Clearon M、Clearon K系列(均为安原化学公司制)等。作为萘烯酚共聚树脂,可举出YS Polyester 2000、Polyester U、Polyester T、Polyester S、Mighty Ace G(均为安原化学公司制)等,作为氢化脂环族石油树脂,可举出Escorez 5300系列、5600系列(均为埃克森美孚公司制)等,作为芳香族系石油树脂,可举出ENDEX 155(Eastman公司制)等,作为脂肪族芳香族共聚系石油树脂,可举出Quintone D100(日本瑞翁公司制)等,作为脂环族系石油树脂,可举出Quintone1325、Quintone1345(均为日本瑞翁公司制)等,作为饱和烃树脂,可举出ARKON P100、ARKON P125、ARKON P140、TFS13-030(均为荒川化学公司制)等。

[0085] 关于赋粘剂的软化点,从在树脂组合物层的层叠工序中树脂组合物层软化且具有所期望的耐热性的观点出发,优选为 $50 \sim 200^{\circ}\text{C}$,更优选为 $90 \sim 180^{\circ}\text{C}$,进一步优选为 $100 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 。应予说明,软化点的测定根据JIS K2207利用环球法进行测定。

[0086] 赋粘剂可以将1种或2种以上组合使用。对树脂组合物层中的赋粘剂的含量没有特别限制。但是,从维持树脂组合物层的良好密封性能的观点出发,使用赋粘剂的情况下,其含量相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%优选为50质量%以下,更优选为40质量%以下,进一步优选为30质量%以下。另一方面,从具有充分的粘接性的观点出发,使用赋粘剂的情况下,其含量相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%优选为5质量%以上,进一步优选为10质量%以上。

[0087] 从树脂组合物层的粘接性、密封性能、透明性等观点出发,优选为石油树脂。作为石油树脂,可举出脂肪族系石油树脂、芳香族系石油树脂、脂肪族芳香族共聚系石油树脂、脂环族系石油树脂等。从树脂组合物层的粘接性、密封性能、相容性等观点出发,更优选为芳香族系石油树脂、脂肪族芳香族共聚系石油树脂、脂环族系石油树脂。另外,从使透明性良好的观点出发,特别优选脂环族系石油树脂。脂环族系石油树脂也可以使用将芳香族系石油树脂进行氢化处理而成的树脂。此时,脂环族系石油树脂的氢化率优选为30~99%,更优选为40~97%,进一步优选为50~90%。如果氢化率过低,则存在因着色而产生透明性降低的问题的倾向,如果氢化率过高,则成为生产成本上升的倾向。氢化率可以由氢化前与氢化后的芳香环的氢的¹H-NMR的峰强度之比而求出。作为脂环族系石油树脂,特别优选含有环己烷环的氢化石油树脂、双环戊二烯系氢化石油树脂。石油树脂可以将1种或2种以上组合使用。石油树脂的数均分子量Mn优选为100~2,000,更优选为700~1,500,进一步优选为500~1,000。

[0088] (固化剂和/或固化促进剂)

本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层可以包含固化剂和/或固化促进剂(优选固化促进剂)。固化剂和固化促进剂均可以仅使用1种,也可以并用2种以上。作为固化剂,可举出例如咪唑化合物、叔/季胺系化合物、二甲基脒化合物、有机膦化合物、仲/伯胺系化合物等。作为固化促进剂,可举出例如咪唑化合物、叔/季胺系化合物、二甲基脒化合物、有机膦化合物等。

[0089] 关于作为本发明中的固化剂和/或固化促进剂的咪唑化合物,可举出例如1H-咪唑、2-甲基咪唑、2-苄基-4-甲基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑、1-氰基乙基-2-乙基-4-甲基咪唑、2-十一烷基咪唑、1-氰基乙基-2-十一烷基咪唑、1-氰基乙基-2-十一烷基咪唑鎓偏苯三酸盐、2,4-二氨基-6-(2'-十一烷基咪唑基-(1'))-乙基-均三嗪)、2-苄基-4,5-双(羟甲基)咪唑、1-苄基-2-甲基咪唑、1-苄基-2-苄基咪唑、2-苄基咪唑、2-十二烷基咪唑、2-十七烷基咪唑、1,2-二甲基咪唑、2-苄基-4-甲基-5-羟甲基咪唑、2,4-二氨基-6-(2'-甲基咪唑基-(1'))-乙基-均三嗪、2,4-二氨基-6-(2'-甲基咪唑基-(1'))-乙基-均三嗪异氰脲酸加成物等。作为咪唑化合物的具体例,可举出CUREZOL 2MZ、2P4MZ、2E4MZ、2E4MZ-CN、C11Z、C11Z-CN、C11Z-CNS、C11Z-A、2PHZ、1B2MZ、1B2PZ、2PZ、C17Z、1.2DMZ、2P4MHZ-PW、2MZ-A、2MA-OK(均为四国化成工业公司制)等。

[0090] 关于作为本发明中的固化剂和/或固化促进剂的叔/季胺系化合物,没有特别限制,可举出例如四甲基溴化铵、四丁基溴化铵等季铵盐;DBU(1,8-二氮杂双环[5.4.0]十一碳烯-7)、DBN(1,5-二氮杂双环[4.3.0]壬烯-5)、DBU-苯酚盐、DBU-辛酸盐、DBU-对甲苯磺酸盐、DBU-甲酸盐、DBU-线型酚醛树脂盐等二氮杂双环化合物;苄基二甲胺、2-(二甲基氨基甲基)苯酚、2,4,6-三(二甲基氨基甲基)苯酚(TAP)等叔胺及其盐、芳香族二甲基脒、脂肪族二甲基脒等二甲基脒化合物;等。

[0091] 关于作为本发明中的固化剂的伯/仲胺系化合物,可举出例如作为脂肪族胺的二亚乙基三胺、三亚乙基四胺、四亚乙基五胺、三甲基六亚甲基二胺、2-甲基五亚甲基二胺、1,3-双氨基甲基环己烷、二亚丙基二胺、二乙基氨基丙基胺、双(4-氨基环己基)甲烷、降冰片烯二胺(norbornenediamine)、1,2-二氨基环己烷等,作为脂环族胺的N-氨基乙基哌嗪、1,4-双(3-氨基丙基)哌嗪等,作为芳香族胺的二氨基二苯基甲烷、间苯二胺、间苯二甲胺、间

苯二胺、二氨基二苯基甲烷、二氨基二苯基砒、二乙基甲苯二胺等。作为伯/仲胺系化合物的具体例,可举出KAYAHARD A-A(日本化药公司制:4,4'-二氨基-3,3'-二甲基二苯基甲烷)等。

[0092] 关于作为本发明中的固化剂和/或固化促进剂的二甲基脲化合物的具体例,可举出DCMU(3-(3,4-二氯苯基)-1,1-二甲基脲)、U-CAT3512T(San-Apro公司制)等芳香族二甲基脲、U-CAT3503N(San-Apro公司制)等脂肪族二甲基脲等。其中,从固化性的观点出发,优选使用芳香族二甲基脲。

[0093] 关于作为本发明中的固化剂和/或固化促进剂的有机磷化合物,可举出例如三苯基磷、四苯基磷四对甲苯基硼酸盐、四苯基磷四苯基硼酸盐、三叔丁基磷四苯基硼酸盐、(4-甲基苯基)三苯基磷硫氰酸盐、四苯基磷硫氰酸盐、丁基三苯基磷硫氰酸盐、三苯基磷三苯基硼烷等。作为有机磷化合物的具体例,可举出TPP、TPP-MK、TPP-K、TTBuP-K、TPP-SCN、TPP-S(北兴化学工业公司制)等。

[0094] 树脂组合物层中的固化剂和固化促进剂的含量的合计没有特别限制,但从防止密封层(树脂组合物层)的透明性等降低的观点出发,相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%,优选为5质量%以下,更优选为1质量%以下。另一方面,从抑制密封层的粘性的观点出发,相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%,上述合计优选为0.0005质量%以上,更优选为0.001质量%以上。

[0095] 树脂组合物层中的固化促进剂的含量没有特别限制,但从防止密封层(树脂组合物层)的透明性等降低的观点出发,相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%,优选为5质量%以下,更优选为1质量%以下。另一方面,从抑制密封层的粘性的观点出发,相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%,上述含量优选为0.0005质量%以上,更优选为0.001质量%以上。

[0096] (增塑剂)

本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层可以进一步包含增塑剂。通过使用增塑剂,可以提高树脂组合物层的柔软性和成形性。作为增塑剂,没有特别限定,优选使用在室温下为液态的材料。作为增塑剂的具体例,可举出石蜡系加工油、环烷系加工油、液体石蜡、聚乙烯蜡、聚丙烯蜡、凡士林等矿物油、蓖麻油、棉籽油、菜籽油、大豆油、棕榈油、椰子油、橄榄油等植物油、液态聚丁烯、氢化液态聚丁烯、液态聚丁二烯、氢化液态聚丁二烯等液态聚 α 烯烃类等。作为本发明中使用的增塑剂,优选液态聚 α 烯烃类,特别优选液态聚丁二烯。另外,作为液态聚 α 烯烃,从粘接性的观点出发,优选分子量低的物质,以重均分子量计优选为500~5,000、更优选为1,000~3,000的范围的物质。这些增塑剂可以单独使用1种,也可以将2种以上组合使用。应予说明,这里的“液态”是指室温(25°C)下的增塑剂的状态。在使用增塑剂的情况下,从不对电子设备造成不良影响的观点出发,其含量相对于树脂组合物层的不挥发成分100质量%优选为50质量%以下。

[0097] (其他的成分)

本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层可以在不损害本发明效果的程度上任意含有除上述成分以外的成分。作为这样的成分,可举出例如除上述聚烯烃系树脂及环氧树脂以外的树脂(例如聚氨酯树脂、丙烯酸树脂、聚酰胺树脂等);Orben、Benton等增稠剂;有机硅系、氟系、高分子系的消泡剂或流平剂;三唑化合物、噻唑化合物、三嗪化合物、吡啶

化合物等密合性赋予剂;等。

[0098] 本发明的树脂片材中使用的树脂组合物层的厚度优选为3~100 μm ,更优选为5~90 μm ,进一步优选为10~80 μm 。在树脂组合物层的厚度小于3 μm 的情况下,树脂片材的密合性降低,无法进行密封。在超过100 μm 的情况下,在树脂片材的形成时会产生树脂组合物清漆中所用的有机溶剂的残渣,在密封时有对电子设备产生影响之虞。

[0099] [树脂片材的制造方法1]

本发明的树脂片材的一种制造方法包括:在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、以及将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序。

[0100] 在本发明的优选的实施方式中,本发明的树脂片材的制造方法包括:在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、以及将第2薄膜贴合于树脂组合物层的工序。

[0101] <在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序>

树脂组合物层可以通过使用口模式涂布机等在第1薄膜的脱模层上涂布树脂组合物清漆,然后进行干燥而形成。树脂组合物清漆通过将树脂组合物的成分和有机溶剂使用混炼辊或旋转混合器等进行混合来制备。树脂组合物清漆的不挥发成分优选为20~80质量%,更优选为30~70质量%。

[0102] 作为有机溶剂,可举出例如丙酮、甲乙酮(MEK)、环己酮等酮类;乙酸乙酯、乙酸丁酯、溶纤剂乙酸酯、丙二醇单甲醚乙酸酯、卡必醇乙酸酯等乙酸酯类;溶纤剂、丁基卡必醇等卡必醇类;甲苯、二甲苯等芳香族烃类;二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺、N-甲基吡咯烷酮等;溶剂石脑油等芳香族系混合溶剂。另外,作为芳香族系混合溶剂的商品,可举出例如“Swasol”(丸善石油公司制)、“Ipzole”(出光兴产公司制)。有机溶剂可以仅使用1种,也可以并用2种以上。

[0103] 清漆的干燥通过加热进行是简便的。加热可以在常压下进行,也可以在减压下进行。干燥温度和干燥时间只要是本领域技术人员即可根据使用的成分和有机溶剂适当设定。例如,干燥温度为80~170 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间为3~60分钟。在树脂组合物层包含环氧树脂的情况下,干燥温度优选为80~100 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间优选为5~90分钟。在树脂组合物层不含环氧树脂而包含烯烃系树脂的情况下,干燥温度优选为80~170 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间优选为5~60分钟。

[0104] <将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序>

在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层后,通过将第2薄膜(优选第2薄膜的阻隔层)或玻璃板贴合于所得的树脂组合物层,可以制造树脂片材。为了贴合,可以使用公知的机器,例如辊式层压机、压力机、真空加压式层压机等。贴合的条件(温度、压力及时间等)只要是本领域技术人员即可适当设定。

[0105] 在本发明中,第2薄膜是在密封电子设备时作为阻隔薄膜组装到电子设备中的薄膜,其水蒸气渗透率小于0.01(g/m²/24hr)(即,高耐透湿性)。使用高耐透湿性的阻隔薄膜作为清漆涂布用的支承体时,容易引起加热时的翘曲,另外,涂布时阻隔层损伤,产生用于密封电子设备的性能降低的风险。另外,在第2薄膜具有多层结构的情况下,AOI检测出层叠结构的基材中的气泡,因此树脂组合物层的对于AOI评价的适合性低。另外,阻隔层为金属箔的情况下也没有透光性,因此无法用AOI评价树脂组合物层。另外,玻璃板在薄的情况下较脆,在厚的情况下难以制成卷筒状等,难以适用于涂布装置,因此难以作为涂布用的支承体使用。这些课题可以根据上述本发明的制造方法,通过在形成于第1薄膜的脱模层上的树

脂组合物层上贴合第2薄膜来解决。应予说明,在将第1薄膜作为用于形成树脂组合物层的支承体使用的情况下,也可以产生阻隔层的损伤,但由于第1薄膜最终被剥离,不会残留在电子设备中,因此不会产生电子设备的密封性能上的问题。另外,高耐湿性的阻隔薄膜或玻璃板在成本上不利于作为剥离后废弃的层使用。

[0106] [树脂片材的制造方法2]

本发明的树脂片材的另一制造方法包括:在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、将第3薄膜贴合于树脂组合物层的工序、以及在电子设备的密封前剥离第3薄膜,将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序,第3薄膜具有脱模层,其水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,第3薄膜与树脂组合物层的粘接强度比第1薄膜与树脂组合物层的粘接强度低。

[0107] 在本发明的优选的实施方式中,本发明的树脂片材的制造方法包括:在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序、将第3薄膜贴合于树脂组合物层的工序、以及在电子设备的密封前剥离第3薄膜并将第2薄膜贴合于树脂组合物层的工序,第3薄膜具有脱模层,其水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,第3薄膜与树脂组合物层的粘接强度比第1薄膜与树脂组合物层的粘接强度低。

[0108] <在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层的工序>

该工序如上述[树脂片材的制造方法1]中所说明的那样。

[0109] <将第3薄膜贴合于树脂组合物层的工序>

在第1薄膜的脱模层上形成树脂组合物层后,通过将第3薄膜的脱模层贴合于所得的树脂组合物层,可以制造树脂片材前体。为了贴合,可以使用公知的机器,例如可以使用辊式层压机、压力机、真空加压式层压机等。贴合的条件(温度、压力及时间等)只要是本领域技术人员即可适当设定。

[0110] <剥离第3薄膜,将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层的工序>

第3薄膜的剥离可以通过本领域技术人员公知的方法来进行。由于第3薄膜与树脂组合物层的粘接强度比第1薄膜与树脂组合物层的粘接强度低(即,第3薄膜的脱模层的剥离力比第1薄膜的脱模层的剥离力小),所以第3薄膜比第1薄膜优先地被剥离。接着,可以通过在已露出的树脂组合物层上贴合第2薄膜(优选使第2薄膜的阻隔层侧与树脂组合物层相接)或玻璃板来制造树脂片材。为了贴合,可以使用公知的机器,例如辊式层压机、压力机、真空加压式层压机等。贴合的条件(温度、压力及时间等)只要是本领域技术人员即可适当设定。

[0111] 在该制造方法2中,第3薄膜的脱模层的剥离力比第1薄膜的脱模层的剥离力小。具体而言,第3薄膜的脱模层的剥离力与第1薄膜的脱模层的剥离力之差[第1薄膜的脱模层的剥离力($\text{mN}/25\text{mm}$) - 第3薄膜的脱模层的剥离力($\text{mN}/25\text{mm}$)],只要是在第3薄膜比第1薄膜优先地被剥离的范围则没有特别限定,优选为 $1 \sim 200\text{mN}/25\text{mm}$,更优选为 $1 \sim 150\text{mN}/25\text{mm}$,进一步优选为 $1 \sim 100\text{mN}/25\text{mm}$ 。在此,脱模层的剥离力是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。

[0112] [树脂片材前体]

本发明还提供一种树脂片材前体,该树脂片材前体具有第1薄膜、树脂组合物层和第3薄膜,树脂组合物层存在于第1薄膜与第3薄膜之间,第1薄膜具有作为基材的单层的塑

料薄膜、形成于塑料薄膜面(优选塑料薄膜的一个面)的阻隔层、以及形成于不与塑料薄膜接触的阻隔层面或不具有阻隔层的塑料薄膜面(优选不具有阻隔层的塑料薄膜面)的脱模层,第1薄膜是具有透明性的薄膜,第1薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,第3薄膜具有脱模层,第3薄膜的水蒸气渗透率为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下,第1薄膜的脱模层和第3薄膜的脱模层与树脂组合物层接触。

[0113] 本发明的树脂片材前体中使用的第1薄膜及树脂组合物层如上述本发明的树脂片材中所说明的那样。

[0114] 本发明的树脂片材前体中使用的第3薄膜具有基材和脱模层,优选进一步具有形成于基材面(优选基材的一个面)的阻隔层。在此,基材是指上述薄膜中除阻隔层以外的部分。对于第3薄膜中的脱模层而言,在不具有阻隔层的情况下形成于基材面(优选基材的一个面),在具有阻隔层的情况下可以形成于不与基材接触的阻隔层面和不具有阻隔层的基材面的任一者,优选形成于不具有阻隔层的基材面。

[0115] 基材和阻隔层如上述本发明的树脂片材的第2薄膜中所说明的那样。另外,脱模层如上述本发明的树脂片材的第1薄膜中所说明的那样。

[0116] 第3薄膜的WVTR优选为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $0.8(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下。该WVTR是通过后述的实施例中记载的方法测定的值。由于第3薄膜在电子设备的密封前被剥离、废弃,因此如果在该范围内,则能够同时实现保管时的树脂组合物层的吸水的抑制和成本抑制。

[0117] WVTR为 $0.01(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以上且 $1(\text{g}/\text{m}^2/24\text{hr})$ 以下的第3薄膜,例如,作为阻隔层,可以通过在基材表面蒸镀包含氧化硅(二氧化硅)、氧化铝、氧化镁、氮化硅、氮氧化硅、SiCN、非晶硅等无机物的无机膜的方法,或者在基材上涂布由金属氧化物和具有阻隔性的有机树脂形成的涂布液并进行干燥的方法等来制造(例如,参照日本特开2013-108103号公报、日本专利4028353号公报等)。用这样的方法制造的第3薄膜是具有透明性的薄膜。

[0118] 第3薄膜也可以使用市售品。作为第3薄膜的市售品,可举出例如可乐丽公司制“KURARISTER CI”、三菱树脂公司制“TECHBARRIER HX”、“TECHBARRIER LX”及“TECHBARRIER L”、大日本印刷公司制“IB-PET-PXB”、凸版印刷公司制“GL、GX系列”等。

[0119] 第3薄膜的厚度优选为 $20\sim 100\mu\text{m}$,更优选为 $20\sim 90\mu\text{m}$,进一步优选为 $20\sim 80\mu\text{m}$ 。当第3薄膜的厚度小于 $20\mu\text{m}$ 时,在形成脱模层的工序中会产生翘曲。超过 $100\mu\text{m}$ 时,无法将所得的树脂片材卷绕成卷筒状。

[0120] 在本发明的一个实施方式中,本发明的树脂片材前体作为上述[树脂片材的制造方法2]中的树脂片材前体使用。因此,第3薄膜在将第2薄膜或玻璃板贴合于树脂组合物层之前被剥离,作为覆盖薄膜发挥作用。

[0121] [用途]

本发明的树脂片材可以用于电子设备的密封。电子设备更优选为有机EL设备、太阳能电池等对水分的耐受性弱的电子设备。即,本发明的树脂片材能够特别适合用于有机EL设备、太阳能电池等对水分的耐受性弱的电子设备的密封。

[0122] [电子设备的密封]

使用本发明的树脂片材,可以密封电子设备。具体而言,剥离树脂片材的第1薄膜,使树脂组合物层露出后,使已露出的树脂组合物层位于电子设备侧(即,使树脂组合物层与电子设备接触),将第2薄膜或玻璃板及树脂组合物层层叠于电子设备,进行后述的树脂组

合物层的固化,用第2薄膜或玻璃板及树脂组合物层来密封电子设备。层叠的方法可以是分批式,也可以是采用辊的连续式。这样,可以制造用本发明的树脂片材进行了密封的电子设备。

[0123] 另外,也可以剥离上述树脂片材前体的第3薄膜,将不具有脱模层且其水蒸气渗透率小于 $0.01 \text{ (g/m}^2\text{/24hr)}$ 的第2薄膜或不具有脱模层的玻璃板贴合于树脂组合物层,得到具有第1薄膜、树脂组合物层、及第2薄膜或玻璃板的树脂片材后,剥离树脂片材的第1薄膜,使树脂组合物层位于电子设备侧,将第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层层叠于电子设备,用第2薄膜或玻璃板和树脂组合物层来密封电子设备。层叠的方法可以是分批式,也可以是采用辊的连续式。

[0124] 树脂组合物层的固化通常通过热固化来进行。作为其手段,可举出例如热风循环式烘箱、红外线加热器、热风枪(heat gun)、高频感应加热装置、基于加热工具(Heat tool)的压接的加热等。从以能够充分满足的粘接强度使固化后的树脂组合物层(密封层)与电子设备粘接的观点出发,固化温度优选为 50°C 以上,更优选为 55°C 以上,固化时间优选为10分钟以上,更优选为20分钟以上。

实施例

[0125] 以下,举出实施例更具体地说明本发明,但本发明不受以下的实施例的限制,也可以在能够符合上下文的主旨的范围内适当地加以变更来实施,这些都包含在本发明的技术范围内。

[0126] <塑料薄膜>

将以下的实施例及比较例中使用的塑料薄膜(薄膜A~H)、用后述的方法测定的这些塑料薄膜的WVTR等记载在表1中。

[0127] [表1]

塑料薄膜	阻隔层	基材	WVTR [g/m ² /24h]	脱模层	脱模层 剥离力	全光线透 过率[%]	
薄膜 A	无机膜* ($<1 \mu\text{m}$)	PET 薄膜 ($50 \mu\text{m}$)	0.093	有机硅系	35	91.4	
薄膜 B	无机膜* ($<1 \mu\text{m}$)	PET 薄膜 ($50 \mu\text{m}$)	0.36	有机硅系	17	92.2	
薄膜 C	无	PET 薄膜 ($38 \mu\text{m}$)	8.4	有机硅系	35	92.1	Toyo Cloth 公司制 "SP3000"
薄膜 D	无	PET 薄膜 ($25 \mu\text{m}$)	12.9	有机硅系	17	89.7	Toyo Cloth 公司制 "SP8002K2"
薄膜 E	铝箔 ($30 \mu\text{m}$)	PET 薄膜 ($25 \mu\text{m}$)	<0.001	有机硅系	35	0.0	东洋铝业公司制 "1N30"
薄膜 F	二氧化硅 蒸镀膜	PET 薄膜 ($12 \mu\text{m}$)	0.08	无	-	89.2	三菱化学公司制 "TECHBARRIER HX"
薄膜 G	铝箔 ($30 \mu\text{m}$)	PET 薄膜 ($25 \mu\text{m}$)	<0.001	无	-	0.0	东洋铝业公司制 "1N30"
薄膜 H	平坦化层** +无机膜*	PET 薄膜 ($50 \mu\text{m}$)	0.001	无	-	90.7	丽光公司制 "Verreal"

[0128] *由硅、氧和碳构成的无机膜

**由聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜构成的透明塑料层

[0129] 在实施例和比较例中,使用将具有阻隔层的薄膜F与具有脱模层的薄膜C或薄膜D用粘接剂贴合而成的薄膜,如下述记载。

“C+F”：将薄膜C的脱模层的相反面与薄膜F的阻隔层的相反面用粘接剂贴合而成的薄膜(膜厚:52 μm ,全光线透过率:89.6%)

“D+F”：将薄膜D的脱模层的相反面与薄膜F的阻隔层的相反面用粘接剂贴合而成的薄膜(膜厚:39 μm ,全光线透过率:89.6%)

[0130] 脱模层剥离力的测定:在脱模层面贴合日东电工公司制聚酯粘接带N0.31B,用橡胶辊压接,在室温下放置20小时后,以300mm/min的剥离速度测定T型剥离强度(脱模层剥离力[mN/25mm])。

[0131] 全光线透过率的测定:表1中记载的塑料薄膜的全光线透过率(%)以JIS K7361-1为基准,使用SUGA试验机公司制HZ-V3进行测定。应予说明,测定光设为D65光源,以空气作为参照进行测定。

[0132] <树脂组合物清漆的制造>

(制造例1.聚烯烃系树脂组合物清漆A)

在含有环己烷环的饱和烃树脂(荒川化学公司制“ARKON P125”)的60质量% Swasol溶液130质量份中用三辊研磨机分散马来酸酐改性液态聚异丁烯(东邦化学工业公司制“HV-300M”)35质量份、聚丁烯(ENEOS公司(旧公司名“JXTG能源”)制“HV-1900”)60质量份、及半煅烧水滑石(协和化学工业公司制“DHT-4C”)100质量份,得到混合物。向所得的混合物中配合甲基丙烯酸缩水甘油酯改性聚丙烯-聚丁烯共聚物的20质量% Swasol溶液(星光PMC公司制“T-YP341”)200质量份、阴离子聚合型固化剂(2,4,6-三(二甲基氨基甲基)苯酚)0.5质量份及甲苯16质量份,将所得的混合物用高速旋转混合机均匀地分散,得到聚烯烃系树脂组合物清漆A。

[0133] (制造例2.聚烯烃系树脂组合物清漆B)

除了将半煅烧水滑石变更为氧化钙(吉泽石灰工业公司制“HAL-G”)以外,与聚烯烃系树脂组合物清漆A同样地进行制备。

[0134] (制造例3.环氧树脂组合物清漆C)

将液态双酚A型环氧树脂(三菱化学公司制“jER828EL”,环氧当量:约185)56质量份、硅烷偶联剂(信越化学工业公司制“KBM403”)1.2质量份、滑石粉(日本滑石公司制“FG15”)2质量份及半煅烧水滑石(协和化学工业公司制“DHT-4A-2”)15质量份混炼后,用三辊研磨机进行分散,得到混合物。在使固化促进剂(San-Apro公司制“U-3512T”)1.5质量份溶解于苯氧基树脂(三菱化学公司制“YL7213”)的35质量%甲基乙基酮(MEK)溶液81质量份而得的混合物中配合先前已制备的由三辊研磨机分散的混合物、固态双酚A型环氧树脂的溶液(三菱化学公司制“jER1001”)的80质量%MEK溶液30质量份、有机溶剂分散型胶态二氧化硅(非晶态二氧化硅粒径10~15nm,不挥发成分:30质量%,溶剂:MEK,日产化学工业公司制“MEK-EC-2130Y”)20质量份、及离子液体固化剂(N-乙酰甘氨酸四丁基磷盐)3质量份,用高速旋转混合机均匀地分散,得到环氧树脂组合物清漆C。

[0135] <树脂片材的制造>

实施例1

使用薄膜A作为第1薄膜,使用薄膜H作为第2薄膜。将制造例1中得到的聚烯烃系树脂组合物清漆A用口模式涂布机均匀地涂布在第1薄膜的脱模层面上,在130 $^{\circ}\text{C}$ 下加热60分钟,由此得到具有厚度20 μm 的树脂组合物层的薄膜(树脂组合物层中的残留溶剂量:约1质

量%)。接着,以所得的薄膜的树脂组合物层与第2薄膜的阻隔层接触的方式,一边将它们贴合,一边卷绕成卷筒状。将卷筒状的树脂片材切割成宽度450mm,得到尺寸450×300mm的树脂片材。

[0136] 实施例2~4及比较例1~4

使用下述表2中所示的薄膜作为第1薄膜或第2薄膜,使用制造例1至3中得到的聚烯烃系树脂组合物清漆A、B或环氧树脂组合物清漆C来形成树脂组合物层,除此以外,基本上与实施例1同样地操作,来制造实施例2~4及比较例1~4的树脂片材(树脂组合物层的厚度20 μ m)。所得的树脂片材的构成示于以下的表2。应予说明,在使用环氧树脂组合物清漆C的实施例3中,涂布环氧树脂组合物清漆C后,在80~100 $^{\circ}$ C(平均90 $^{\circ}$ C)下干燥5分钟,形成树脂组合物层(树脂组合物层中的残留溶剂量:约2质量%)。

[0137] 实施例5~6及比较例5~8

使用下述表3中所示的薄膜作为第1薄膜或第3薄膜,使用制造例1中得到的聚烯烃系树脂组合物清漆A来形成树脂组合物层,除此以外,基本上与实施例1同样地操作,来制造实施例5~6及比较例5~8的树脂片材前体(树脂组合物层的厚度20 μ m)。所得的树脂片材前体的构成示于以下的表3。

[0138] <测定方法>

(1) 水蒸气渗透率(WVTR)的测定

表1中记载的塑料薄膜的水蒸气渗透率(g/m²/24hr)根据JIS K7129B,使用MOCON公司制PERMATRAN-W 3/34G进行测定。测定环境设为40 $^{\circ}$ C、90%RH。

[0139] (2) 含水量的测定

如下测定实施例1~4及比较例1~4中制造的树脂片材、实施例5~6及比较例5~8中制造的树脂片材前体的保管前后的树脂组合物层的含水量。应予说明,以下记载的含水量的单位是质量基准的“ppm”。

[0140] 首先,将制备的树脂片材及树脂片材前体切成7cm见方,实施例1~4及比较例1~4的树脂片材仅剥离第1薄膜,实施例5~6及比较例5~8的树脂片材前体剥离第1薄膜及第3薄膜,将它们作为保管前的样品使用,使用电量滴定法的卡尔·费歇尔水分测定装置(三菱化学分析科技公司(Mitsubishi Chemical Analytech)制“微量水分测定装置CA-200”)测定树脂组合物层的含水量。将保管前的含水量(初始含水量I)示于下述表2及3。

[0141] 装置由设置可加热的样品的玻璃容器、和加入了对样品进行加热时气化的水分进行滴定的反应液的滴定装置所构成。气化后的水分藉由流通流量:250 \pm 25ml/min的氮而从玻璃容器向滴定装置的反应液侧移动。关于测定,在置换为氮气气氛下(水蒸气量<0.1ppm(质量基准))的玻璃容器内投入样品,在130 $^{\circ}$ C的条件下对气化的水分的量进行滴定,来计算树脂组合物层的含水量。

[0142] 另外,将切成7cm见方的树脂片材及树脂片材前体在温度25 $^{\circ}$ C及湿度50%RH的气氛下保管7天后,与上述同样地分别仅剥离第1薄膜、或剥离第1薄膜及第3薄膜,将它们作为保管后的样品使用,同样地测定树脂组合物层的含水量。将保管后的含水量(保管后含水量II)示于下述表2及3。

[0143] 计算如上所述测定的保管后的含水量与保管前的含水量之比(即,保管后的含水量/保管前的含水量,以下有时记载为“含水量增加率II/I”)。该比也示于下述表2及3。

[0144] 根据保管后的含水量与保管前的含水量之比(含水量增加率II/I),按以下的基准来评价树脂片材及树脂片材前体。该结果也示于下述表2及3。

(含水量增加率的评价基准)

○(良好):含水量增加率小于2.5

×(不良):含水量增加率为2.5以上

[0145] (阻隔薄膜对树脂片材前体的贴合)

将实施例5和6中制作的树脂片材前体的第3薄膜剥离,用真空层压机(Nikko-materials公司制V-160)将薄膜H的阻隔层在80°C抽真空30秒后,在80°C、0.3MP下压制30秒,由此贴合于树脂组合物层,制作贴合了阻隔薄膜的树脂片材。对于将所制作的树脂片材切成7cm见方而得到的样品,测定了含水量增加率,结果均小于1.5(评价为○(良好)),确认了本构成的有效性(可以使用该树脂片材前体来制造本发明的树脂片材)。

[0146] (3) 光学式自动外观检查的实施

在树脂组合物清漆的涂布时,用光学式自动外观检查装置(AOI)观察实施例和比较例中使用的第1薄膜。具体而言,将宽度950mm的第1薄膜80m部分置于AOI,检测纵向和横向为50×50μm以上的缺陷的个数,按以下的基准进行评价。

(AOI检测缺陷数的评价基准)

○(良好):纵向和横向为50×50μm以上的缺陷的个数小于10

×(不良):纵向和横向为50×50μm以上的缺陷的个数为10以上

作为AOI检测的结果,在贴合薄膜“C+F”中,检测出用粘接剂贴合时产生的空隙或源自颗粒的多个缺陷。另一方面,薄膜E由于铝箔会导致反射,所以无法用AOI进行评价,故评价为×。

[0147] (4) 翘曲评价

将所制备的树脂片材和树脂片材前体切成50mm×50mm,按以下的基准评价在150°C加热5分钟时的翘曲。

(翘曲的评价标准)

○(良好):树脂片材及树脂片材前体的最大翘曲小于1.5cm

×(不良):树脂片材及树脂片材前体的最大翘曲为1.5cm以上

[0148] [表2]

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	比较例1	比较例2	比较例3	比较例4	
第1薄膜	A	A	A	A	C+F	E	C+F	C	
树脂组合物层	A	B	C	A	A	A	A	A	
第2薄膜	H	H	H	G	H	H	G	H	
评价	阻隔薄膜								
	初始含水量I	6894	684	1955	3718	6555	2561	7835	
	保管后含水量II	5707	921	2250	3940	6253	2595	15952	
	含水量增加率II/I	0.83	1.35	1.15	1.06	0.95	1.01	2.04	
	评价	O	O	O	O	O	O	x	
	AOI检测缺陷数	4	4	4	4	15	无法评价	15	0
	评价	O	O	O	O	x	x	x	O
	翘曲	1.2	1.2	1.2	0.7	1.0	0.5	0.5	1.5
	评价	O	O	O	O	O	O	O	x

[0149] [表3]

	实施例5	实施例6	比较例5	比较例6	比较例7	比较例8
第1薄膜	A	A	C+F	C+F	E	C
树脂组合物层	A	A	A	A	A	A
第3薄膜	B	D+F	B	D+F	D+F	D
覆盖薄膜						
初始含水量I	760	800	980	762	3721	6310
保管后含水量II	1120	1500	1714	962	6788	20487
含水量增加率III/I	1.47	1.88	1.75	1.26	1.82	3.25
评价	O	O	O	O	O	x
AOI检测缺陷数	4	4	15	15	无法评价	0
评价	O	O	x	x	x	O
翘曲	0.8	1.4	1.5	2.5	0.5	0.5
评价	O	O	x	x	O	O

[0150] 由表2及3的结果可知,本发明的实施例的树脂片材及树脂片材前体,含水量增加率的评价良好,因此能够抑制保管时等的树脂组合物层的吸水,树脂组合物层的AOI检测缺陷数的检测精度良好,以及翘曲评价良好,因此稳定的量产成为可能。

产业上的可利用性

[0151] 本发明的树脂片材及树脂片材前体能够抑制保管时等的树脂组合物层的吸水(特别是含有半煅烧水滑石或氧化钙的树脂组合物层的吸水),能够使用光学式自动外观检查装置(AOI)以高精度进行树脂片材的树脂组合物层的异物检查,并且能够抑制形成树脂组合物层时的翘曲。

[0152] 本申请以在日本申请的特愿2022-050185为基础,其内容全部包含在本说明书中。