

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5763761号
(P5763761)

(45) 発行日 平成27年8月12日(2015.8.12)

(24) 登録日 平成27年6月19日(2015.6.19)

(51) Int.Cl.

F 1

B32B 27/30

(2006.01)

B 32 B 27/30

A

B32B 9/00

(2006.01)

B 32 B 9/00

A

B05D 7/24

(2006.01)

B 05 D 7/24

302 P

請求項の数 2 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2013-518601 (P2013-518601)
 (86) (22) 出願日 平成23年6月29日 (2011.6.29)
 (65) 公表番号 特表2013-530074 (P2013-530074A)
 (43) 公表日 平成25年7月25日 (2013.7.25)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2011/042294
 (87) 國際公開番号 WO2012/003198
 (87) 國際公開日 平成24年1月5日 (2012.1.5)
 審査請求日 平成26年5月30日 (2014.5.30)
 (31) 優先権主張番号 12/829,535
 (32) 優先日 平成22年7月2日 (2010.7.2)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国、ミネソタ州 55133
 -3427, セントポール, ポストオ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敏
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100146466
 弁理士 高橋 正俊

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】バリアフィルム用耐湿性コーティング

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

バリアフィルムであつて、
 基材と、
 前記基材に塗布されるベースポリマー層と、
 前記ベースポリマー層に塗布される酸化物層と、
 前記酸化物層に塗布される上塗りポリマー層と、を含み、
 前記上塗りポリマー層が、共堆積されて前記上塗り層を形成する環状アザ-シランと、
 アクリレートとを含む、バリアフィルム。

【請求項2】

バリアフィルムの製造方法であつて、
 基材を準備する工程と、
 前記基材にベースポリマー層を塗布する工程と、
 前記ベースポリマー層に酸化物層を塗布する工程と、
 環状アザ-シラン及びアクリレートを共堆積し、前記酸化物層上に上塗りポリマー層を
 形成する工程と、を含む、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

10

20

本出願は、完全に記載されているかのように参照することにより本明細書に組み込まれる、同一日付で出願されたM. Weigleらによる米国特許出願、表題「Barrier Assembly」（代理人整理番号66737US002）に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリマー及び酸化物の多層スタックは、単一パスコーティングプロセスで可撓性プラスチックフィルム上に付着され、耐透湿性のあるハイバリアフィルムが作製される。これらバリアフィルムの例は、米国特許第5,440,446号、同第5,877,895号、及び同第6,010,751号に記載されており、これらはすべて完全に記載されているかのように参照することにより本明細書に組み込まれる。これらのハイバリアフィルムは、ガラス封入材料の可撓性代替物として、ディスプレイ、照明、及び太陽光市場において応用性が高い。しかし、特定の条件下では、長期間湿気に曝された後にポリマー及び酸化物の多層スタックの接着性能が劣化する場合があり、それによって、場合により酸化物・ポリマー境界面におけるハイバリアスタックが剥離する原因となり、可撓性プラスチックフィルムが装置から外れる原因となる。10

【0003】

この問題点に対する解決策の1つとして、「結合」層と呼ばれる特定の元素、例えばクロム、ジルコニウム、チタン、ケイ素などを使用することがあり、多くの場合、元素として、又は少量の酸素存在下で、材料の单一層、つまり薄層としてスパッタ堆積される。その後結合層の元素は、基材層である酸化物と、キャッピング層であるポリマーの両方と化学結合を形成できる。20

【0004】

一般に、結合層は真空コーティング業界で使用され、異なる材料層間の接着をもたらす。層の堆積に用いられるプロセスにおいて、適切な結合層原子の層濃度を得るためにには、微調整が必要なことが多い。堆積は、真空圧の変動、ガス放出、及び他のプロセスからの交叉混入など、真空コーティングプロセスにおけるわずかな変化の影響を受ける場合があり、製品の接着レベルの変動の原因となる。更に、結合層は、水蒸気への曝露後に初期の接着レベルを維持しないことが多い。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0005】

バリアフィルムにおける接着改善のためには、より強固な解決策が望まれる。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明によるバリアフィルムは、基材と、基材に塗布されるベースポリマー層と、ベースポリマー層に塗布される酸化物層と、酸化物層に塗布される上塗りポリマー層とを含む。上塗りポリマーは、共堆積されて上塗り層を形成するシランと、アクリレートとを含む。任意の無機層を上塗りポリマー層上に塗布してよい。

【0007】

本発明によるバリアフィルムの製造方法は、基材を準備する工程と、基材にベースポリマー層を塗布する工程と、ベースポリマー層に酸化物層を塗布する工程と、シラン及びアクリレートを共堆積し、酸化物層上に上塗りポリマー層を形成する工程とを含む。40

【0008】

アクリレートと共に堆積したシランを用いてバリアフィルムの上塗り層を形成すると、耐湿性が向上し、下層のバリアスタック層への上塗り層の剥離接着力が改善する。

【図面の簡単な説明】

【0009】

添付の図面は、本明細書に組み込まれて本明細書の一部をなすものであって、説明文と併せて本明細書の利点及び原理を説明するものである。これらの図面では、

【図1】耐湿性コーティングを有するバリアフィルムの図。

50

【図2】バリアフィルムの製造方法を示す図。

【発明を実施するための形態】

【0010】

図1は、耐湿性コーティングを有するバリアフィルム10の図である。フィルム10は、基材12、ベースポリマー層14、無機層16、上塗りポリマー層18、及び任意の無機層20の順で配置される層を含む。ベースポリマー層14及び無機層16は共に対を形成し、1対のみが示されているが、フィルム10は、基材10と上塗りポリマー層18との間に更なるベースポリマーと酸化物の交互層を含んでよい。シランはアクリレートと共に堆積されて上塗りポリマー層18を形成し、以下に説明する通り、これによりフィルム10の耐湿性及び、下層のバリアスタッフ層への上塗りポリマー層18の剥離接着力が改善する。バリアフィルム10の層の材料は実施例で規定する。

【0011】

図2は、バリアフィルム10の製造方法を示す、システム22の図である。システム22は不活性環境内にあり、フィルム26として示される基材10を受容し、移動させる冷却ドラム24を備え、移動ウェブを提供する。ドラム24が矢印25で示される方向にフィルムを送ると、蒸発器28がベースポリマーを塗布し、このポリマーは硬化ユニット30で硬化されてベースポリマー層14が形成される。ドラム24がフィルム26を進めると、酸化物スパッタユニット32が酸化物を塗布して層16が形成される。ベースポリマー及び酸化物の更なる交互層については、ドラム24を矢印25と逆方向に回転させ、次いでフィルム26を再度送って更なる交互のベースポリマー層及び酸化物層を塗布することができ、このサブプロセスを、交互層について所望する又は必要とするだけ繰り返してよい。ベースポリマー及び酸化物の交互層が完成すると、ドラム24は更にフィルムを進め、蒸発器34がシランを堆積し、蒸発器36がアクリレートを堆積する。シラン及びアクリレートが共堆積され、ドラム24がフィルムを進めると、硬化ユニット38により同時に硬化されて上塗りポリマー18が形成される。シラン及びアクリレートの共堆積は、材料の共蒸着、又は材料の混合物の蒸着を含んでよい。アクリレートの代替物として、放射線硬化性モノマーをシランと共に用いて上塗りを形成してよい。図2中の層は、説明のためだけに個別に示しているが、バリアフィルムの製造方法において、層は互いに付着している。また、各蒸発器は、堆積されるそれぞれの材料源と一体化されるであろう。実施例では、システム22を用いてバリアフィルム10を製造するより詳細な方法について記載する。

【0012】

バリアフィルム10にシランを用いて、上塗りポリマー層を形成する利点について以下に説明する。シランは、ポリマーとガラス表面との間の接着レベルを改善する、又は広くは親水性から疎水性の範囲の表面の化学的性質を大いに改質するものとして、コーティング業界ではよく知られている。従来のシランカップリング剤化合物の分子量は高いため、蒸着コーティング用途にシランを使用することに障害があった。更に、シランカップリング剤を活性化し、ヒドロキシル基を含有する表面に結合するヒドロキシル化工程は、蒸着コーティングプロセスにおける適用性の障害であった。環状アザ-シランの開発により、分子量を低くしてカップリング剤分子の蒸気圧を上昇させ、かつ環状アザ-シランが直接シラノール表面と反応するためにシランカップリング剤の加水分解工程を除くことにより、蒸発処理可能なシランカップリング剤である化学物質が利用可能になった。

【0013】

環状アザ-シランは、環中にケイ素原子を含有し、このケイ素が同様に環中に存在する窒素に結合している環状化合物である。ヒドロキシル(シラノール)基の存在下で環状アザ-シランが配置されると、急速に反応して酸化物表面から共凝結したプレポリマーまでSi-O-Si-R連結を形成し、一方、分子のもう一方の末端部の窒素部分は、重合中にプレポリマー化合物と結合できる反応性アミンとなる。塩基性環状アザ-シランである化学物質は周知であるが、本蒸着コーティングプロセスでの実施は知られていない。本プロセスの別の要素は、新たにスパッタ堆積されたSiO₂層上に、ヒドロキシルシラノ-

10

20

30

40

50

ル(Si - OH)基を形成する能力である。多重プロセス真空チャンバ内に存在する水蒸気量を十分に制御して、多くの結合部位をもたらす、十分に高い表面濃度で Si - OH 基の形成を促進できる。残留気体をモニタリングし、水蒸気源を使用すると、真空チャンバ中の水蒸気量を制御して、十分に Si - OH 基を発生させることができる。

【0014】

このプロセスは、環状アザ - シランカップリング剤の添加により、蒸気堆積した多層バリアコーティングの、水分曝露後の全般的接着力及び接着保持力を改善させる。環状アザ - シランカップリング剤をプレポリマー処方に添加し、蒸着コーティングプロセスで共蒸着すると、環状アザ - シランプレポリマー処方は、ケイ素及びアルミニウムの酸化物でスパッタコーティングされたばかりの移動するウェブ基材上で凝結する。続いて、電子ビーム照射による同一プロセス内で凝結した液体が重合される。環状アザ - シランを添加すると、コーティングの剥離強度が大いに改善され、高温かつ高湿条件への曝露後の剥離接着力が保持される。更に、環状アザ - シランを添加すると結合層の必要性がなくなり、結合層を完全になくすることで、コーティングプロセス及びバリアコーティングスタックの構成が非常に簡略化される。得られるバリアコーティングは、ハイバリア特性と光透過性を保持する。

【実施例】

【0015】

特に記載のない限り、実施例に記載される部、百分率、比率などはすべて、重量による。用いた溶媒及びその他の試薬は、特に異なる指定のない限り、Sigma - Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI) から入手した。

【0016】

材料

90% Si / 10% Al ターゲットは、Academy Precision Materials Inc. (Albuquerque, NM) から入手した。

【0017】

99.999% Si ターゲットは、Academy Precision Materials Inc. (Albuquerque, NM) から入手した。

【0018】

ETFE フィルム : St. Gobain Performance Plastics (Wayne, NJ) から「NORTON (登録商標) ETFE」の商標名で入手できるエチレン - テトラフルオロエチレンフィルム。

【0019】

ETIMEX (登録商標) 496.10 : SOLUTIA Inc. (Dietenheim, Germany) の子会社であるETIMEX Solar GmbH から入手できる EVA フィルム、VI STASOLAR (登録商標)。

【0020】

SR - 833S : Sartomer USA, LLC (Exton, PA) から入手できるトリシクロデカンジメタノールジアクリレート。

【0021】

Madico テープ : Madico (Woburn, MA) から「TAPE」の商標表記で市販されているバックシートフィルム。

【0022】

N - n - ブチル - アザ - 2 , 2 - ジメトキシシラシクロペンタンは、Gelest, Inc. (Morrissville, PA) から「Cyclic AZA Silane 1932.4」の商標名で入手した。

【0023】

T - 剥離試験方法

バリアコーティングを有するフィルムを 20 cm (8 インチ) × 30.5 cm (12 インチ) の方形切片に切断した。次に、底部のバックシート (Madico テープ) 、バッ

10

20

30

40

50

クシートに隣接する E T I M E X 496.10 のシート、及び E V A シート上面上のバリアフィルムを含む積層構成体内に、バリアコーティングが E V A 封入材に向く状態でこれらの切片を含めた。この構成体を、150°で12分間、かつ圧力 10^5 Pa (1気圧) で積層した。約 25 mm 幅 × 20 cm 長の2片のプラスチック材料を、20 cm 長の両方の縁部に沿ってバリアフィルムと E V A 層との間に置き、未接合縁部を形成した。次に得られた積層体を、一方の端部が、試験機の把持グリップに設置されることになる 25 mm の未接合端部を含むように、25 mm 幅 × 152 mm 長のストリップに切断した。ASTM D1876-08 「Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test)」に従って、フィルムの2つの未接合端部を引張試験機に設置した。グリップ距離 12.7 m 10 m 及び剥離速度 254 mm / 分 (10インチ / 分) を用いた。特に明記しない限り、ASTM D1876-08 に従って T - 剥離試験を完了した。3枚のサンプルについてピーク剥離力を測定し、平均して結果を得た。

【0024】

比較例 C - 1

エチレンテトラフルオロエチレン (E T F E) 基材フィルムを、アクリレート平滑層、無機ケイ素アルミニウム酸化物 (S i A l O x) バリア層、酸化ケイ素 (S i O x) 層、アクリレート保護層、及び第2の無機バリア層のスタックで覆った。バリアアセンブリは、米国特許第5,440,446号 (Shawら) 及び同第7,018,713号 (Padiyathら) に記載されている塗布機と類似した真空塗布機上で作製された。個々の層は以下のように形成された。20

【0025】

(層1 - 平滑高分子層) 厚さ 0.127 mm × 幅 366 mm の E T F E フィルムの 350 メートル長ロールを、ロールツーロール真空処理チャンバに装着した。チャンバを圧力 1×10^{-5} トル (0.0013 Pa) に減圧した。フィルムの背面と、-10°に冷却されたコーティングドラムとの接触を維持しながら、ウェブ速度を 3.7 メートル / 分に維持した。フィルムがドラムと接触した状態で、フィルム表面を、0.05 kW のプラズマ出力で窒素プラズマ処理した。次に、フィルム表面をトリシクロデカンジメタノールジアクリレート (SR-833S) でコーティングした。コーティングに先立ち、ジアクリレートを圧力 20 ミリトル (2.7 Pa) で真空脱ガスし、周波数 60 kHz で作動された超音波噴霧器を介して流速 1.0 mL / 分で噴出させた。100°に加熱した 10 立方センチメートル毎分 (scm) の窒素ガス流を、超音波噴霧器内でジアクリレートに集中的に添加した。ジアクリレート及び気体混合物を、25 scm の更なる加熱窒素ガスと共に、260°に維持した加熱蒸発チャンバ内に導入した。得られたモノマー蒸気流をフィルム表面上で凝結させ、9.0 kV 及び 3.1 mA にて操作した多フィラメント電子ビーム硬化銃を用いて電子ビーム架橋したところ、720 nm のアクリレート層を生じた。³⁰

【0026】

(層2 - 無機層) アクリレート堆積の直後、フィルムが依然としてドラムと接触した状態で、長さ 350 メートルのアクリレートコーティングされたウェブ表面上に S i A l O x 層をスパッタ堆積した。2つの交流 (AC) 電源を使用して2つの対のカソードを制御し、各カソードは2つの 90% Si / 10% Al ターゲットを収容した。スパッタ堆積中、各電源からの電圧信号を比例 - 積分 - 差動制御ループに関する入力として使用して、各カソードに対する所定の酸素の流れを維持した。AC 電源は、3500 ワットの電力を使用して、スパッタ圧 3.5 ミリトル (0.46 Pa) で、850 立方センチメートル毎分 (scm) のアルゴンと 63 scm の酸素とを含有する気体混合物により、90% Si / 10% Al ターゲットをスパッタした。これにより、層1のアクリレート上に堆積された厚さ 30 nm の S i A l O x 層が提供された。⁴⁰

【0027】

(層3 - 無機層) S i A l O x 堆積の直後、フィルムが依然としてドラムと接触した状態で、長さ 350 メートルのアクリレートコーティングされたウェブ表面上に S i A l O x 層をスパッタ堆積した。2つの交流 (AC) 電源を使用して2つの対のカソードを制御し、各カソードは2つの 90% Si / 10% Al ターゲットを収容した。スパッタ堆積中、各電源からの電圧信号を比例 - 積分 - 差動制御ループに関する入力として使用して、各カソードに対する所定の酸素の流れを維持した。AC 電源は、3500 ワットの電力を使用して、スパッタ圧 3.5 ミリトル (0.46 Pa) で、850 立方センチメートル毎分 (scm) のアルゴンと 63 scm の酸素とを含有する気体混合物により、90% Si / 10% Al ターゲットをスパッタした。これにより、層1のアクリレート上に堆積された厚さ 30 nm の S i A l O x 層が提供された。⁵⁰

態で、99.999% Siターゲットを使用して、同一の長さ350メートルのSiAlO_x及びアクリレートコーティングされたウェブ表面上にケイ素の亜酸化物(SiO_x、式中x<2)結合層をスパッタ堆積した。1000ワットの電力を使用して、スパッタ圧1.5ミリトル(0.19Pa)で、200sccmのアルゴンと10sccmの酸素とを含有する気体混合物により、SiO_xをスパッタし、層2上に厚さ約3~6nmのSiO_x層を提供した。

【0028】

(層4 - 保護高分子層) SiO_x層堆積の直後、フィルムが依然としてドラムと接触した状態で、第2のアクリレート(層1と同一のアクリレート)を、以下を除いては層1と同一の一般条件を用いて、同一の長さ350メートルのウェブ上にコーティングし、架橋した。電子ビーム架橋は、9kV及び0.40mAにて操作した多フィラメント電子ビーム硬化銃を用いて行った。これにより、層3上に720nmのアクリレート層が提供された。

【0029】

(層5 - 無機層) ロールツーロール真空処理チャンバ中の別の逆方向パスにおいて、3.7メートル/分で移動するウェブにより、層3と同一条件を用いて、第2のSiAlO_x(層3と同一の無機層)を同一の長さ350メートルのウェブ長上にスパッタ堆積した。これにより、層4の保護アクリレート層上に堆積された厚さ30nmのSiAlO_x層が提供された。

【0030】

得られた高分子基材上の5層スタックは、入射角0°にて測定すると、平均分光透過率Tvis=92%(400nm~700nmでパーセント透過率を平均して決定)を示した。水蒸気透過率は、ASTM F-1249に従って50及び100%RHで測定したところ、結果は、MOCON PERMATRAN-W(登録商標)Model 700 WVTTR試験システム(MOCON, Inc (Minneapolis, MN)から市販されている)の検出下限である0.005g/m²/日を下回った。

【0031】

T - 剥離試験方法に記載の通りT - 剥離試験を実施した。T - 剥離引張力の平均初期ピーク接着値は1.9N/cm(1.11bf/インチ)であった。T - 剥離試験の結果は表1にまとめられている。

【0032】

実施例1 - N - n - プチル - アザ - 2 , 2 - ジメトキシシラシクロペンタンで作られたバリアスタック

エチレンテトラフルオロエチレン(ETFE)基材フィルムを、アクリレート平滑層、無機ケイ素アルミニウム酸化物(SiAlO_x)バリア層、SR-833S及びN-n-ブチル-アザ-2,2-ジメトキシシラシクロペンタンを含有するアクリレート処方から作製した保護層、及び第2の無機バリア層のスタックで覆った。バリアアセンブリは、米国特許第5,440,446号(Shawら)及び同第7,018,713号(Padiyathら)に記載されている塗布機と類似した真空塗布機上で作製された。個々の層は以下のように形成された。

【0033】

(層1 - 平滑高分子層) 厚さ0.127mm×幅366mmのETFEフィルムを、ロールツーロール真空処理チャンバに装着した。チャンバを圧力1×10⁻⁵トル(0.0013Pa)に減圧した。フィルムの背面と、-10に冷却されたコーティングドラムとの接触を維持しながら、ウェブ速度を3.7メートル/分に維持した。フィルムがドラムと接触した状態で、フィルム表面を、0.05kWのプラズマ出力で窒素プラズマ処理した。次に、フィルム表面をトリシクロデカンジメタノールジアクリレート(SR-833S)でコーティングした。コーティングに先立ち、ジアクリレートを圧力20ミリトル(2.7Pa)で真空脱ガスし、周波数60kHzで作動された超音波噴霧器を介して流速1.0mL/分で噴出させた。100に加熱した10立方センチメートル毎分(sccm)で

10

20

30

40

50

c m) の窒素ガス流を、超音波噴霧器内でジアクリレートに集中的に添加した。ジアクリレート及び気体混合物を、25 sccmの更なる加熱窒素ガスと共に、260 °Cに維持した加熱蒸発チャンバ内に導入した。得られたモノマー蒸気流をフィルム表面上で凝結させ、9.0 kV及び3.1 mAにて操作した多フィラメント電子ビーム硬化銃を用いて電子ビーム架橋したところ、720 nmのアクリレート層を生じた。

【0034】

(層2 - 無機層) アクリレート堆積の直後、フィルムが依然としてドラムと接触した状態で、長さ20メートルのアクリレートコーティングされたウェブ表面上にSiAlO_x層をスパッタ堆積した。2つの交流(AC)電源を使用して2つの対のカソードを制御し、各カソードは2つの90% Si / 10% Alターゲットを収容した。スパッタ堆積中、各電源からの電圧信号を比例・積分・差動制御ループに関する入力として使用して、各カソードに対する所定の酸素の流れを維持した。AC電源は、3500ワットの電力を使用して、スパッタ圧3.7ミリトル(0.5 Pa)で、850 sccmのアルゴンと82 sccmの酸素とを含有する気体混合物により、90% Si / 10% Alターゲットをスパッタした。これにより、層1のアクリレート上に堆積された厚さ30 nmのSiAlO_x層が提供された。
10

【0035】

(層3 - 保護高分子層) SiAlO_x層堆積の直後、フィルムが依然としてドラムと接触した状態で、SR-833S内に3%で添加されたN-n-ブチル-アザ-2,2-ジメトキシシラシクロペンタンを含有する第2のアクリレートを、以下を除いては層1と同一の一般条件を用いて、同一の長さ20メートルのウェブ上にコーティングし、架橋した。層1(上記)の様にSR-833Sを脱ガスし、続いて送達用シリنجに投入する前に、1.5 g(3重量%)のN-n-ブチル-アザ-2,2-ジメトキシシラシクロペンタンを十分に攪拌してからその処方を蒸着した。電子ビーム架橋は、9 kV及び0.40 mAで作動された多フィラメント電子ビーム硬化銃を用いて行った。これにより、層3上に720 nmのアクリレート層が提供された。
20

【0036】

(層4 - 無機層) ロールツーロール真空処理チャンバ中の別のパスにおいて、3.7メートル/分のウェブにより、層3と同一条件を用いて、第2のSiAlO_x(層3と同一の無機層)を同一の長さ350メートルのウェブ上にスパッタ堆積した。これにより、層3の保護アクリレート層上に堆積された厚さ30 nmのSiAlO_x層が提供された。
30

【0037】

得られた高分子基材上の4層スタックは、入射角0°にて測定すると、平均分光透過率Tvis = 92%(400 nm ~ 700 nmでパーセント透過率を平均して決定)を示した。水蒸気透過率は、ASTM F-1249に従って50%及び100% RHで測定したところ、結果は、MOCON PERMATRAN-W(登録商標)Model 700 WVT試験システム(MOCON, Inc (Minneapolis, MN)から市販されている)の検出下限である0.005 g/m²/日を下回った。

【0038】

T - 剥離試験方法に記載の通りT - 剥離試験を実施した。T - 剥離引張力の平均初期ピーク接着値は35.0 N/cm(20.0 lb f/インチ)であった。85 °Cの一定温度かつ85%の一定相対湿度に維持した環境試験室内に追加のサンプルを置き、100時間及び250時間経過させた。100時間後、平均化ピークT - 剥離測定を行ったところ、平均ピーク接着値は37.1 N/cm(21.2 lb f/インチ)であった。250時間後に得られた平均ピーク剥離強度は33.6 N/cm(19.2 lb f/インチ)であった。T - 剥離試験の結果は表1にまとめられている。
40

【0039】

【表1】

表1.

実施例	初期ピーク剥離力 (N/cm)	100時間後のピーク剥離力 (N/cm)	250時間後のピーク剥離力 (N/cm)
C-1	1.9	—	—
1	35.0	37.1	33.6

本発明の実施態様の一部を以下の項目[1] - [17]に記載する。

10

[1]

バリアフィルムであって、

基材と、

前記基材に塗布されるベースポリマー層と、

前記ベースポリマー層に塗布される酸化物層と、

前記酸化物層に塗布される上塗りポリマー層と、を含み、

前記上塗りポリマー層が、共堆積されて前記上塗り層を形成するシランと、アクリレートとを含む、バリアフィルム。

[2]

前記基材と前記上塗りポリマーとの間に、前記ベースポリマー層及び前記酸化物層の複数の交互層を更に含む、項目1に記載のバリアフィルム。

20

[3]

前記基材が、可撓性透明フィルムを含む、項目1に記載のバリアフィルム。

[4]

前記ベースポリマー層が、アクリレート平滑層を含む、項目1に記載のバリアフィルム。

[5]

前記酸化物層が、無機ケイ素アルミニウム酸化物の層を含む、項目1に記載のバリアフィルム。

[6]

前記上塗りポリマー層に塗布される無機層を更に含む、項目1に記載のバリアフィルム。

30

[7]

前記無機層が、無機ケイ素アルミニウム酸化物の層を含む、項目6に記載のバリアフィルム。

[8]

バリアフィルムの製造方法であって、

基材を準備する工程と、

前記基材にベースポリマー層を塗布する工程と、

前記ベースポリマー層に酸化物層を塗布する工程と、

40

シラン及びアクリレートを共堆積し、前記酸化物層上に上塗りポリマー層を形成する工程と、を含む、方法。

[9]

前記ベースポリマー層の塗布工程が、前記基材上にベースポリマーを蒸着し、前記蒸着したベースポリマーを硬化させて前記ベースポリマー層を形成することを含む、項目8に記載の方法。

[10]

前記酸化物層の塗布工程が、前記ベースポリマー層上に酸化物をスパッタ堆積して前記酸化物層を形成することを含む、項目8に記載の方法。

[11]

50

前記基材と前記上塗りポリマー層との間に、前記ベースポリマー層及び前記酸化物層の複数の交互層を塗布する塗布工程を繰り返すことを更に含む、項目 8 に記載の方法。

[1 2]

前記共堆積工程が、前記酸化物層上に前記シラン及び前記アクリレートを共蒸着し、前記共蒸着したシラン及びアクリレートを硬化させて前記上塗りポリマー層を形成することを含む、項目 8 に記載の方法。

[1 3]

前記共堆積工程が、前記酸化物層上に前記シラン及び前記アクリレートの混合物を蒸着し、前記蒸着した混合物を硬化させて前記上塗りポリマー層を形成することを含む、項目 8 に記載の方法。

10

[1 4]

前記ベースポリマー層の塗布工程が、前記基材にアクリレート平滑層を塗布することを含む、項目 8 に記載の方法。

[1 5]

前記酸化物層の塗布工程が、前記ベースポリマー層に無機ケイ素アルミニウム酸化物の層を塗布することを含む、項目 8 に記載の方法。

[1 6]

前記上塗りポリマー層に無機層を塗布する工程を更に含む、項目 8 に記載の方法。

[1 7]

前記無機層の塗布工程が、無機ケイ素アルミニウム酸化物の層を塗布することを含む、項目 1 6 に記載の方法。

20

【図 1】

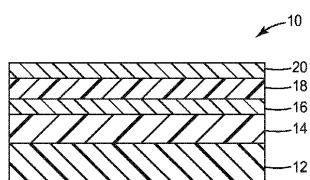


FIG. 1

【図 2】

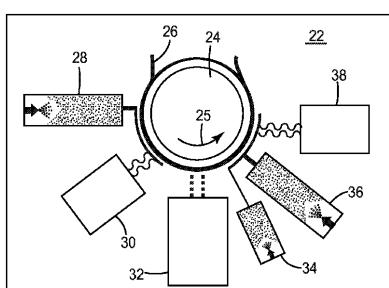


FIG. 2

フロントページの続き

(74)代理人 100111903

弁理士 永坂 友康

(74)代理人 100128495

弁理士 出野 知

(72)発明者 マーク エー.ロエリグ

アメリカ合衆国,ミネソタ 55133-3427,セント ポール,ポスト オフィス ボック
ス 33427,スリーエム センター

(72)発明者 アラン ケー.ナチティガル

アメリカ合衆国,ミネソタ 55133-3427,セント ポール,ポスト オフィス ボック
ス 33427,スリーエム センター

(72)発明者 マーク ディー.ウェイグル

アメリカ合衆国,ミネソタ 55133-3427,セント ポール,ポスト オフィス ボック
ス 33427,スリーエム センター

審査官 加賀 直人

(56)参考文献 特表2010-514562(JP,A)

特表2005-528250(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B32B 27/30

B05D 7/24

B32B 9/00