

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5076267号
(P5076267)

(45) 発行日 平成24年11月21日(2012.11.21)

(24) 登録日 平成24年9月7日(2012.9.7)

(51) Int. Cl.	F I	
B 2 9 C 65/48 (2006.01)	B 2 9 C 65/48	
B 2 9 C 63/02 (2006.01)	B 2 9 C 63/02	
B 3 2 B 7/02 (2006.01)	B 3 2 B 7/02	1 0 3
B 3 2 B 27/00 (2006.01)	B 3 2 B 27/00	1 0 3
C 0 9 J 7/02 (2006.01)	C 0 9 J 7/02	Z
請求項の数 6 (全 10 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2001-274833 (P2001-274833)
 (22) 出願日 平成13年9月11日(2001.9.11)
 (65) 公開番号 特開2003-80600 (P2003-80600A)
 (43) 公開日 平成15年3月19日(2003.3.19)
 審査請求日 平成20年5月12日(2008.5.12)

(73) 特許権者 000002141
 住友ベークライト株式会社
 東京都品川区東品川2丁目5番8号
 (72) 発明者 宮本 知治
 東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
 ベークライト株式会社内
 (72) 発明者 大野 晋児
 東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
 ベークライト株式会社内
 (72) 発明者 池田 昌弘
 東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
 ベークライト株式会社内
 審査官 大村 博一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高分子シートの製造方法およびこれを用いた表示素子用基板

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

厚さ 0 . 1 mm 以下の剥離用基材 (b) 上に、保護層とガス・水蒸気バリア層を形成し、前記ガス・水蒸気バリア層の外表面をコロナまたはプラズマ放電によって処理した転写フィルムを基材 (a) にラミネートすることによって成形する高分子シートの製造方法であって、

基材 (a) にはガス・水蒸気バリア層との密着性を高めるための密着層が塗工されているとともに前記密着層が光硬化性樹脂を主成分とする樹脂組成物であり、
 前記保護層が光硬化性樹脂を主成分とする樹脂組成物であり、

前記剥離用基材 (b) が光硬化性樹脂を硬化させることが可能な特定の波長の光を透過するものである高分子シートの製造方法。

10

【請求項 2】

基材 (a) がポリエーテルスルホンを含む高分子フィルムである請求項 1 記載の高分子シートの製造方法。

【請求項 3】

剥離用基材 (b) がラミネート後に、剥離することが可能である請求項 1 または 2 に記載の高分子シートの製造方法。

【請求項 4】

剥離用基材 (b) 剥離後の全光線透過率が 8 0 % 以上である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の高分子シートの製造方法。

20

【請求項 5】

請求項1～4のいずれかに記載の高分子シートを用いて作製した表示素子用基板。

【請求項 6】

請求項5記載の表示素子用基板を用いて作製した表示素子。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、主として液晶表示装置に用いられるプラスチック基板に使用可能な光学用高分子シートに関する。

【0002】**【従来の技術】**

液晶表示装置用プラスチック基板では、枚葉シートに蒸着やスパッタリング等の真空成膜プロセスで、ガス・水蒸気バリア層となる酸化珪素膜や酸化アルミニウム膜を成膜する方法がよく用いられている。これに対し、シート厚が0.3mm程度より薄い場合にはロール・ツー・ロールで蒸着やスパッタリングで同様の成膜を行う方法も可能であり、特に厚みが0.1mm以下の場合にはこのロール・ツー・ロールによる方法が一般的である。一般にロール・ツー・ロールによる方法は枚葉シートに成膜する方法より生産性が高いが、シートの厚さが厚くなるに従い長さに対するロール径が大きくなるので1回に真空装置内に投入できるシート長さが短くなり、生産性や成膜コストの点でロール・ツー・ロール法の優位性を十分に発揮できなくなる。しかし、液晶表示装置の組立工程上、シート厚は少なくとも0.1mm以上の厚さが要求されるため、成膜コスト低下のためには、より生産性を上げることが重要である。

【0003】

特開平8-234181号公報には、ガス・水蒸気バリア層と接着層をフィルム上に形成し、これを基材であるシートに転写する方法が提案されている。前記公報に記載の方法を利用し、転写フィルムの厚さを薄くした場合には、ガス・水蒸気バリア層を薄い転写フィルム上に成形できるので、ガス・水蒸気バリア層の生産性を向上することができ、結果として、プラスチック表示素子用基板の製造コストを下げるのが可能となる。しかし、前記公報に記載されているような転写フィルム側に接着層を形成する場合、接着層に基材との密着性を考慮して熱硬化樹脂または光硬化性樹脂を適用すると、その可使用時間が限られ、例えばコスト低減のために前記公報に示される転写フィルムを大量に在庫した場合に、接着層の劣化による密着性の低下、ひいてはガス・水蒸気バリア性の低下をきたすことがあった。また、薄いフィルム上に形成されたガス・水蒸気バリア層の上に接着層をコーティングするため、塗工方法によっては皺が寄り、ガス・水蒸気バリア層を損傷させる事もあった。更に、酸化珪素や酸化アルミニウムをガス・水蒸気バリア層に用いる場合、一般に成膜後に上層にコーティングをする前に空気中で放置することによりガス・水蒸気バリア性が向上するため1日から2週間程度の時間放置することを行うので、コーティングまでを行った状態で在庫する場合にはこの時間が余分に必要になるという生産性上の無駄があった。また、転写フィルムの剥離性についてもバリア層を基材に確実に転写し、しかも簡単に剥離できることが生産性の上で重要である。

【0004】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明は、高度なガス・水蒸気バリア性を持つ光学用高分子シートを安価に、高い生産性で製造できる方法を提供するものであり、こうして得られた光学用高分子シートを用いた液晶表示素子用基板および液晶表示装置を提供するものである。

【0005】**【課題を解決するための手段】**

すなわち本発明は、

(1) 厚さ0.1mm以下の剥離用基材(b)上に、保護層とガス・水蒸気バリア層またはガス・水蒸気バリア層のみを形成し、前記ガス・水蒸気バリア層の外表面をコロナまた

10

20

30

40

50

はプラズマ放電によって処理した転写フィルムを基材 (a) にラミネートすることによって成形することを特徴とする高分子シートの製造方法。

(2) 基材 (a) がポリエーテルスルホンを含む高分子フィルムから成ることを特徴とした (1) の高分子シートの製造方法。

(3) 基材 (a) にガス・水蒸気バリア層との密着性を高めるための密着層を塗工した後に前記転写フィルムをラミネートすることによって成形されることを特徴とする (1) 、 (2) の高分子シートの製造方法。

(4) 密着層が熱硬化樹脂または光硬化性樹脂を主成分とする樹脂組成物である (3) の高分子シートの製造方法。

(5) 保護層が熱硬化樹脂または光硬化性樹脂を主成分とする樹脂組成物である (1) ~ (4) の高分子シートの製造方法。 10

(6) 剥離用基材 (b) がラミネート後に、剥離することが可能であることを特徴とする (1) ~ (5) の高分子シートの製造方法。

(7) 剥離用基材 (b) が特定波長の光を透過し、通過した光が光硬化樹脂を硬化させることが可能である (1) ~ (6) の高分子シート。

(8) 剥離用基材 (b) 剥離後の全光線透過率が 80 % 以上である (1) ~ (7) の光学用高分子シート。

(9) (8) の光学用高分子シートを用いて作製した表示素子用基板。

(10) (9) の表示素子用基板を用いて作製した表示素子。

である。 20

【 0 0 0 6 】

【 発明の実施の形態 】

本発明の基材 (a) に使用される高分子材料としては、配向膜焼成工程において、約 150 加熱が行われ、また、外部回路との接続のために異方性導電フィルムと熱圧着させるときも、150 程度の加熱が必要であるため、その材料に関しては、ガラス転移温度が 160 以上であることが必要である。ガラス転移温度が 160 以上の耐熱性熱可塑性樹脂としては、芳香族ポリエーテルスルホン、熱可塑性芳香族ポリエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリフェニレンスルフィド、ポリアリレート、環状ポリオレフィン及びそのコポリマー等が挙げられるが、中でも液晶表示素子製造上、透明性、耐熱性、加工性、耐衝撃性のバランスの良いポリエーテルスルホンが特に好ましい。また、ガラス転移温度が 160 を下回らなければ、熱可塑性ポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネートなどの樹脂や、滑剤、耐熱安定剤、耐候安定剤、顔料、染料、無機質充填剤などを適宜ブレンドしても良い。 30

【 0 0 0 7 】

これらの基材 (a) の中には、ガス・水蒸気バリア層との密着性が良いものもあるが、より高い信頼性を得るためには、基材に密着層を塗工した後に、転写フィルムをラミネートしても良い。前記密着層は、熱硬化樹脂又は光硬化樹脂を主成分とする樹脂組成物が好ましく、熱硬化樹脂の例としては、オルトクレゾールノボラック型エポキシ、ビスフェノール A 型エポキシ、ビスフェノール F 型エポキシ、ビスフェノール S 型エポキシ、ピフェニル型エポキシ、ジシクロペンタジエン型エポキシ等のエポキシ樹脂や、フェノール樹脂、ビスマレイミド、不飽和ポリエステル等を挙げることができ、また、光硬化樹脂としては、エポキシアクリレート、ウレタンアクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、グリセロールメタクリレート等のアクリル樹脂や脂環式エポキシ樹脂を挙げることができるが、特に限定はしない。また、これらを同時に用いることも構わない。 40

【 0 0 0 8 】

本発明の転写フィルムは、剥離用基材 (b) 上に保護層とまたはガス・水蒸気バリア層のみを形成したものである。即ち、接着層を有しないので可使用時間が限られることが無く、この状態で保管することで十分にガス・水蒸気バリア性が発揮されるだけの放置処理を行うこともできるものである。前記剥離用基材 (b) は、生産性や成膜コストを高めるために、できるだけ薄い方が望ましく、その厚さは、0.1 mm 以下が望ましい。ただし、 50

厚さが0.01mm未満と著しく薄くなると、剥離する際に切れてしまう等の取り扱いの困難さを生じるので0.01mm以上であることが好ましい。また、密着層に光硬化樹脂を使用する場合には、硬化に必要な波長の光を通過させることが可能な材質であることが望ましく、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、脂肪族ポリアミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリカーボネート等を挙げることができる。さらに、前記剥離用基材(b)は、ラミネートした後に剥離し易いことが望ましく、面平均粗さ(Ra)が10~5000nmであるような表面の粗さを持つものがさらに好ましい。

【0009】

本発明の保護層は、ガス・水蒸気バリア層を保護するもので、ガス・水蒸気バリア層との密着性が良く、ある程度の表面高度を持つ材質であることが好ましい。一例としては、熱硬化樹脂又は光硬化樹脂を主成分とする樹脂組成物が好ましく、熱硬化樹脂の例としては、オルソクレゾールノボラック型エポキシ、ビスフェノールA型エポキシ、ビスフェノールF型エポキシ、ビスフェノールS型エポキシ、ピフェニル型エポキシ、ジシクロペンタジエン型エポキシ等のエポキシ樹脂や、フェノール樹脂、ビスマレイミド、不飽和ポリエステル等およびこれらにシリカ等の無機フィラーを含有させたものを挙げることができ、また、光硬化樹脂としては、エポキシアクリレート、ウレタンアクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、グリセロールメタクリレート等のアクリル樹脂や脂環式エポキシ樹脂等およびこれらにシリカ等の無機フィラーを含有させたものを挙げることができるが、特に限定はしない。

【0010】

本発明のガス・水蒸気バリア層は、液晶保護のため又は基板自体の寸歩変化を防ぐためのもので、ポリビニルアルコールやポリ(エチレンビニルアルコール)のような有機材料や酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化錫、酸化インジウム錫等の無機材料が挙げられるが、これらの中でもガス・水蒸気バリア性の湿度依存性を有しない無機材料の薄膜を成膜する事によって得られるものが望ましく、成膜方法の例としては、ゾル-ゲル法、真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリング、CVD等を挙げることができるが、緻密でガス・水蒸気バリア性に優れる膜が得られやすいところから真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリング、CVD等の真空成膜法が好ましい。また、基材(a)との密着性を高め、剥離用基材(b)を剥離しやすくするためには、ガス・水蒸気バリア層の外表面をコロナまたはプラズマ放電によって処理すると良い。こうすることによって、ガス・水蒸気バリア層の外表面の濡れ性が高まり、基材(a)または密着層との密着を高めることができる。

【0011】

本発明の転写フィルムは、基材(a)の片面もしくは両面にラミネートすることができ、片面にラミネートした場合はその裏面に、両面にラミネートした場合は一面に、場合によってはアンダーコート層を介して透明導電層を形成して表示素子用基板が完成する。

【0012】

【実施例】

以下実施例に基づき説明するが、本発明はこれらにより何ら制限されるものではない。

(実施例1)

(1) 転写フィルムの作成

厚さ0.03mmの延伸ポリプロピレンフィルム上に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。コーター部にキスコーターを用いてジシクロペンタジエン型エポキシ10重量部、オルソクレゾールノボラック型エポキシ5重量部、メルカプトプロピオン酸10重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート45重量部の混合液を乾燥後膜厚1μmとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100℃で5分間加熱して溶媒を除去するとともに硬化を行った。この上に、スパッタリング法により500nm厚のSiO_xを得た。xの値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより1.6~1.8とした。次に、この

SiO_x表面を春日電機(株)製HFS-402型コロナ放電処理装置で、プレート電流100mAの条件下にてコロナ処理を行い、ガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。このときのガス・水蒸気バリア層の濡れ性は、処理前42dyn/cm、処理後52dyn/cmであった。作成後、温度30℃湿度60%の環境で1ヶ月間保存した。

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ0.2mmのポリエーテルスルホンを基材として用い、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、高圧水銀灯、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。まず、紫外線硬化性樹脂組成物として融点70℃のエポキシアクリレートプレポリマー100重量部、酢酸ブチル300重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート100重量部、ベンゾインエチルエーテル2重量部を50℃にて攪拌、溶解して均一な溶液としたものをコーター部のグラビヤロールコーターで乾燥後膜厚5μmとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100℃で5分間加熱して溶媒を除去した。続いて温度を80℃に設定したラミネートロールを用いて、前記の転写フィルムをガス・水蒸気バリア層と塗布面をあわせてラミネートし、転写フィルム面側から高圧水銀灯を用いて紫外線を500mJ/cm²照射し、紫外線硬化性樹脂組成物を硬化した。

ラミネート後、延伸ポリプロピレンフィルムを剥離し、光学用高分子シートを得た。延伸ポリプロピレンフィルムの剥離性は良好で、転写したガス・水蒸気バリアの剥がれは無かった。このシートの温度23℃湿度90%における酸素透過度をJIS K7126のB法(等圧法)を用いて測定したところ、0.1cm³/m²・24h・atmであった。また、このシートの温度40℃湿度90%における水蒸気透過度をJIS K7129のB法(赤外センサー法)を用いて測定したところ、0.2g/m²・dayであった。さらにこのシートの全光線透過率をJIS K7105の方法で測定したところ、88%であった。一般に、表示素子用基板としての全光線透過率は、80%以上が要求されており、本発明の光学用高分子シートは、表示素子用基板として十分使用できるものであることがわかった。

続いて、以下のような手順で液晶表示用素子を作製した。まず、上記光学用高分子シートに透明導電膜として、DCマグネトロン法により初期真空度3×10⁻⁴Paの状態から酸素/アルゴンガス4%の混合ガスを導入して1×10⁻¹Paの条件下においてスパッタリングを行いIn/(In+Sn)の原子比が0.98である酸化インジウム錫(ITO)からなる透明導電膜を得た。測定の結果、膜厚は1600Å、比抵抗は4×10⁻⁴Ω-cmであった。ITOを成膜後、レジストを塗布して現像し、エッチング液として10vol% HCl、液温40℃中でパターンエッチングし、対角長さ3インチ、L/S=150/50μmの表示パターンを形成した。パターン形成後、STN用配向膜を塗布し、150℃・2hrの焼成処理を行った後、240度ツイストの配向となるようラビング処理を行った。ラビング処理後、スペーサーを散布し、シール剤を塗布し、130℃でシール硬化させてセル化し、STN用液晶組成物を注入した。偏光板をコントラストの最大となる位置に貼り合わせて液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不足による気泡の発生がなく表示欠点は観察されなかった。

【0013】

(実施例2)

(1) 転写フィルムの作成

厚さ0.012mmの耐熱ポリエステルフィルム上に、スパッタリング法により1000Å厚のSiO_xを得た。xの値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより1.6~1.8とした。次に、このSiO_x表面を春日電機(株)製HFS-402型コロナ放電処理装置で、プレート電流300mAの条件下にてコロナ処理を行い、ガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。このときのガス・水蒸気バリア層の濡れ性は、処理前42dyn/cm、処理後54dyn/cmであった。このようにしてガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。作成後、温度30℃湿度60%の環境で1ヶ月間保存した。

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ0.15mmのポリカーボネートを基材として用い、巻出装置、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いてラミネートロール温度を140に設定し、ラミネートを行った。

ラミネート後、耐熱ポリエステルフィルムを剥離した。耐熱ポリエステルフィルムの剥離性は良好で、転写したガス・水蒸気バリアの剥がれは無かった。次に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、高圧水銀灯、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。まず、紫外線硬化性樹脂組成物として融点70のエポキシアクリレートプレポリマー100重量部、酢酸ブチル300重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート100重量部、ベンゾインエチルエーテル2重量部を50にて攪拌、溶解して均一な溶液としたものをコーター部のグラビヤロールコーターで乾燥後膜厚2 μ mとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100で5分間加熱して溶媒を除去した。続いて塗布面側から高圧水銀灯を用いて紫外線を500mJ/cm²照射し、紫外線硬化性樹脂組成物を硬化して光学用高分子シートを得た。このシートの温度23湿度90%における酸素透過度をJIS K7126のB法(等圧法)を用いて測定したところ、0.1cm³/m²・24h・atmであった。また、このシートの温度40湿度90%における水蒸気透過度をJIS K7129のB法(赤外センサー法)を用いて測定したところ、0.2g/m²・dayであった。さらにこのシートの全光線透過率をJIS K7105の方法で測定したところ、87%であった。

10

続いて実施例1と同様に液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不足による気泡の発生がなく表示欠点は観察されなかった。

20

【0014】

(実施例3)

(1) 転写フィルムの作成

厚さ0.03mmの延伸ポリエステル上に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、高圧水銀灯、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。コーター部にキスコーターを用いて、紫外線硬化性樹脂組成物として融点70のエポキシアクリレートプレポリマー100重量部、酢酸ブチル300重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート100重量部、ベンゾインエチルエーテル2重量部を50にて攪拌、溶解して均一な溶液としたものを乾燥後膜厚2 μ mとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100で5分間加熱して溶媒を除去した。続いて塗布面側から高圧水銀灯を用いて紫外線を500mJ/cm²照射し、紫外線硬化性樹脂組成物を硬化した。この上に、スパッタリング法により500厚のSiO_xを得た。xの値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより1.6~1.8とした。次に、このSiO_x表面を春日電機(株)製AGI-020D型プラズマ放電処理装置で、窒素雰囲気下にてプラズマ処理を行い、ガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。このときのガス・水蒸気バリア層の濡れ性は、処理前42dyn/cm、処理後54dyn/cmであった。このようにしてガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。作成後、温度30湿度60%の環境で1ヶ月間保存した。

30

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ0.2mmのポリエーテルスルホンを基材として用い、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、第2加熱ゾーン、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。まず、ジシクロペンタジエン型エポキシ10重量部、オルソクレゾールノボラック型エポキシ5重量部、メルカプトプロピオン酸10重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート45重量部の混合液を乾燥後膜厚1 μ mとなるようコーター部にキスコーターを用いて塗布し、加熱乾燥ゾーン中80で3分間加熱して溶媒を除去した。続いて温度を120に設定したラミネートロールを用いて、前記の転写フィルムをガス・水蒸気バリア層と塗布面を合わせてラミネートし、第2加熱ゾーンで1203分間加熱し、エポキシ樹脂組成物を熱硬化した。その後、延伸ポリプロピレンフィルムを剥離し、光学用高分子シートを得た。延伸ポリプロピレンフィルムの剥離性は良好で、転写したガス・水蒸気バリアの剥がれは無かった。このシートの温度23湿度90%

40

50

における酸素透過度を J I S K 7 1 2 6 の B 法 (等圧法) を用いて測定したところ、 $0.1 \text{ cm}^3 / \text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm}$ であった。また、このシートの温度 40°C 湿度 90% における水蒸気透過度を J I S K 7 1 2 9 の B 法 (赤外センサー法) を用いて測定したところ、 $0.2 \text{ g} / \text{m}^2 \cdot \text{day}$ であった。さらにこのシートの全光線透過率を J I S K 7 1 0 5 の方法で測定したところ、 89% であった。

続いて実施例 1 と同様に液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不足による気泡の発生がなく表示欠点は観察されなかった。

【 0 0 1 5 】

(実施例 4)

(1) 転写フィルムの作成

厚さ 0.02 mm の延伸ナイロンフィルム上に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。コーター部にキスコーターを用いてジシクロペンタジエン型エポキシ 10 重量部、オルソクレゾールノボラック型エポキシ 5 重量部、メルカプトプロピオン酸 10 重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 45 重量部の混合液を乾燥後膜厚 $1 \mu\text{m}$ となるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中 100°C で 5 分間加熱して溶媒を除去するとともに硬化を行った。この上に、スパッタリング法により 500 \AA 厚の SiO_x を得た。x の値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより $1.6 \sim 1.8$ とした。次に、この SiO_x 表面を春日電機 (株) 製 AGI-020D 型プラズマ放電処理装置で、酸素雰囲気下にてプラズマ処理を行い、ガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。このときのガス・水蒸気バリア層の濡れ性は、処理前 42 dyn/cm 、処理後 54 dyn/cm であった。このようにしてガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。作成後、温度 30°C 湿度 60% の環境で 1 ヶ月間保存した。

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ 0.2 mm のポリシクロオレフィンフィルムを基材として用い、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、高圧水銀灯、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。まず、紫外線硬化性樹脂組成物として融点 70°C のエポキシアクリレートプレポリマー 100 重量部、酢酸ブチル 300 重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 100 重量部、ベンゾインエチルエーテル 2 重量部を 50°C にて攪拌、溶解して均一な溶液としたものをコーター部のグラビヤロールコーターで乾燥後膜厚 $5 \mu\text{m}$ となるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中 100°C で 5 分間加熱して溶媒を除去した。続いて温度を 80°C に設定したラミネートロールを用いて、前記の転写フィルムをガス・水蒸気バリア層と塗布面をあわせてラミネートし、基材の裏面側から高圧水銀灯を用いて紫外線を $700 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ 照射し、紫外線硬化性樹脂組成物を硬化した。

ラミネート後、延伸ポリプロピレンフィルムを剥離し、光学用高分子シートを得た。延伸ポリプロピレンフィルムの剥離性は良好で、転写したガス・水蒸気バリアの剥がれは無かった。このシートの温度 23°C 湿度 90% における酸素透過度を J I S K 7 1 2 6 の B 法 (等圧法) を用いて測定したところ、 $0.1 \text{ cm}^3 / \text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm}$ であった。また、このシートの温度 40°C 湿度 90% における水蒸気透過度を J I S K 7 1 2 9 の B 法 (赤外センサー法) を用いて測定したところ、 $0.2 \text{ g} / \text{m}^2 \cdot \text{day}$ であった。さらにこのシートの全光線透過率を J I S K 7 1 0 5 の方法で測定したところ、 89% であった。

続いて実施例 1 と同様に液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不足による気泡の発生がなく表示欠点は観察されなかった。

【 0 0 1 6 】

(実施例 5)

(1) 転写フィルムの作成

厚さ 0.025 mm の延伸ナイロンフィルム上に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。コーター部にキスコーターを用いてジシクロペンタジエン型エポキシ 10 重量部、オルソクレゾール

10

20

30

40

50

ルノボラック型エポキシ5重量部、メルカプトプロピオン酸10重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート45重量部の混合液を乾燥後膜厚1 μ mとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100 $^{\circ}$ Cで5分間加熱して溶媒を除去するとともに硬化を行った。この上に、スパッタリング法により500 \AA 厚のSiO_xを得た。xの値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより1.6~1.8とした。次に、このSiO_x表面を春日電機(株)製HFS-402型コロナ放電処理装置で、プレート電流200mAの条件下にてコロナ処理を行い、ガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。このときのガス・水蒸気バリア層の濡れ性は、処理前42dyn/cm、処理後54dyn/cmであった。このようにしてガス・水蒸気バリア層を有する転写フィルムを作成した。作成後、温度30 $^{\circ}$ C湿度60%の環境で1ヶ月間保存した。

10

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ0.3mmのポリエーテルスルホンを基材として用い、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。まず、熱硬化性樹脂組成物としてポリエステル-ウレタンジオール70重量部、ポリイソシアネート10重量部、酢酸エチル100重量部を25 $^{\circ}$ Cにて攪拌、溶解して均一な溶液としたものをコーター部のグラビヤロールコーターで乾燥後膜厚5 μ mとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中60 $^{\circ}$ Cで5分間加熱して溶媒を除去した。続いて温度を80 $^{\circ}$ Cに設定したラミネートロールを用いて、前記の転写フィルムをガス・水蒸気バリア層と塗布面をあわせてラミネートし、40 $^{\circ}$ C、120時間で熱硬化性樹脂組成物を硬化した。ラミネート後、延伸ナイロンフィルムを剥離し、光学用高分子シートを得た。延伸ナイロンフィルムの剥離性は良好で、転写したガス・水蒸気バリアの剥がれは無かった。このシートの温度23 $^{\circ}$ C湿度90%における酸素透過度をJIS K7126のB法(等圧法)を用いて測定したところ、0.1cm³/m²·24h·atmであった。また、このシートの温度40 $^{\circ}$ C湿度90%における水蒸気透過度をJIS K7129のB法(赤外センサー法)を用いて測定したところ、0.1g/m²·dayであった。さらにこのシートの全光線透過率をJIS K7105の方法で測定したところ、88%であった。続いて実施例1と同様に液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不足による気泡の発生がなく表示欠点は観察されなかった。

20

【0017】

《比較例》

30

(1) 転写フィルムの作成

厚さ0.03mmの延伸ポリエステル上に、巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、高圧水銀灯、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。コーター部にキスコーターを用いて、紫外線硬化性樹脂組成物として融点70 $^{\circ}$ Cのエポキシアクリレートプレポリマー100重量部、酢酸ブチル300重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート100重量部、ベンゾインエチルエーテル2重量部を50 $^{\circ}$ Cにて攪拌、溶解して均一な溶液としたものを乾燥後膜厚2 μ mとなるように塗布し、加熱乾燥ゾーン中100 $^{\circ}$ Cで5分間加熱して溶媒を除去した。続いて塗布面側から高圧水銀灯を用いて紫外線を500mJ/cm²照射し、紫外線硬化性樹脂組成物を硬化した。この上に、スパッタリング法により500 \AA 厚のSiO_xを得た。xの値はスパッタリング時の酸素ガス流量を制御することにより1.6~1.8とした。続いて巻出装置、コーター部、加熱乾燥ゾーン、ラミネートロール、巻取装置を有する製造装置を用いてSiO_x上にジシクロペンタジエン型エポキシ10重量部、オルソクレゾールノボラック型エポキシ5重量部、メルカプトプロピオン酸10重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート45重量部の混合液を乾燥後膜厚1 μ mとなるようコーター部にキスコーターを用いて塗布し、加熱乾燥ゾーン中80 $^{\circ}$ Cで3分間加熱して溶媒を除去した。このようにしてガス・水蒸気バリア層と接着層を有する転写フィルムを作成した。作成後、温度30 $^{\circ}$ C湿度60%の環境で1ヶ月間保存した。

40

(2) 光学用高分子シートの作成

厚さ0.2mmのポリエーテルスルホンを基材として用い、巻出装置、ラミネートロール

50

、加熱ゾーン、巻取装置を有する製造装置を用いて次の加工を行った。温度を120 に設定したラミネートロールを用いて、基材と前記転写フィルムを接着面をあわせてラミネートし、第2加熱ゾーンで120 3分間加熱し、エポキシ樹脂組成物を熱硬化した。その後、延伸ポリプロピレンフィルムを剥離したところ、十分な接着性が得られずガス・水蒸気バリア層を基材側に部分的にしか転写することができなかった。このシートの温度23 湿度90%における酸素透過度をJIS K7126のB法(等圧法)を用いて測定したところ、 $1.8 \text{ cm}^3 / \text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm}$ であった。また、このシートの温度40 湿度90%における水蒸気透過度をJIS K7129のB法(赤外センサー法)を用いて測定したところ、 $2.1 \text{ g} / \text{m}^2 \cdot \text{day}$ であった。さらにこのシートの全光線透過率をJIS K7105の方法で測定したところ、76%であった。

続いて実施例1と同様に液晶表示素子を作製した。この液晶表示素子はガス・水蒸気バリア性不良による気泡の発生があり表示欠点が観察された。

【0018】

【発明の効果】

本発明は、ガス・水蒸気バリア性の良好なプラスチック表示素子用基板に最適な光学用高分子シートを安価に生産性良く製造できるものであり、この方法により製造されたプラスチック表示素子用基板を用いた表示素子は、ガラス基板を用いた表示素子に劣らない良好な表示性能を示した。本発明は、ガラス基板に比べて軽く割れにくい特徴を持つプラスチック表示素子用基板のコストダウンに極めて有効である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 0 9 J 201/00	(2006.01)	C 0 9 J 201/00
G 0 2 F 1/1333	(2006.01)	G 0 2 F 1/1333 5 0 0
B 2 9 L 7/00	(2006.01)	B 2 9 L 7:00
B 2 9 L 9/00	(2006.01)	B 2 9 L 9:00
B 2 9 L 11/00	(2006.01)	B 2 9 L 11:00

- (56)参考文献 特開平 0 8 - 1 7 9 2 9 1 (J P , A)
特開昭 6 0 - 0 2 5 1 0 4 (J P , A)
特開 2 0 0 1 - 1 6 2 7 1 2 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 0 0 6 3 0 2 (J P , A)
特開平 1 1 - 2 6 8 1 7 1 (J P , A)
特開昭 5 8 - 1 3 8 0 1 9 (J P , A)
特開平 0 8 - 2 3 4 1 8 1 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 1 7 8 4 3 7 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 2 0 0 6 9 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B29C 63/00-63/48
B29C 65/00-65/82
B32B 1/00-43/00