



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105324420 B

(45)授权公告日 2018.09.04

(21)申请号 201480035544.X

(22)申请日 2014.06.18

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105324420 A

(43)申请公布日 2016.02.10

(30)优先权数据
10-2013-0070636 2013.06.19 KR
10-2014-0074588 2014.06.18 KR

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2015.12.21

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/KR2014/005386 2014.06.18

(87)PCT国际申请的公布数据
W02014/204223 KO 2014.12.24

(73)专利权人 LG化学株式会社
地址 韩国首尔

(72)发明人 沈廷燮 赵允京 张锡基 柳贤智
李承民 背同烈

(74)专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
代理人 顾晋伟

(51)Int.Cl.
C08J 5/18(2006.01)
C08L 23/22(2006.01)
C08L 101/02(2006.01)
H01L 23/29(2006.01)

(56)对比文件
CN 102083930 A,2011.06.01,说明书第17,
21-24,31,44,-45,47-49,64-66,99段.
WO 2011/062167 A1,2011.05.26,权利要求
1-13.
US 4502970 A,1985.03.05,权利要求1-9.

审查员 韩晓洁

权利要求书2页 说明书17页

(54)发明名称

用于包封膜的组合物、包封膜以及包括该包封膜的电子器件

(57)摘要

本申请提供用于包封膜的组合物、包封膜以及包括该包封膜的电子器件。本申请可以提供具有优异的湿气阻隔性质、可操作性、加工性能以及耐久性的包封膜,以及包括被该包封膜包封的元件的结构物。

1. 一种包封膜, 包含:

第一层和包含可固化树脂组合物的第二层;

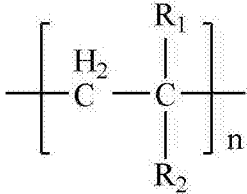
所述第一层包含:

基体树脂, 该基体树脂具有以下化学式1的重复单元,

添加剂, 该添加剂具有其重复单元为以下化学式1的主链和连接到所述主链上的极性官能团, 和

增粘剂, 相对于100重量份的树脂组分, 该增粘剂的含量为5重量份至100重量份:

[化学式1]



其中, 在化学式1中,

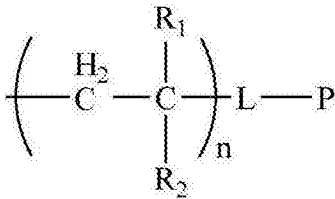
R₁和R₂各自独立地表示氢或具有1至12个碳原子的烷基, 以及

n为1以上。

2. 权利要求1的包封膜,

其中, 所述添加剂是化学式2表示的化合物:

[化学式2]



其中, 在化学式2中,

R₁和R₂与权利要求1中所限定的相同,

L表示单键或由选自亚烷基、亚芳基、醚、酯、羰基、烯丙基、烷基烯丙基、丙烯酰基和亚烯基或其组合中的至少一种构成的有机连接基,

P表示极性官能团, 以及

n为1以上。

3. 权利要求1的包封膜, 其中, 所述添加剂具有与所述基体树脂的相容性。

4. 权利要求1的包封膜, 其中, 所述基体树脂是含有90摩尔%以上的聚异丁烯或异丁烯的共聚物。

5. 权利要求1的包封膜, 其中, 所述极性官能团是选自酸酐基团、酰胺基团、烷氧基基团、醇基团、醛基团、羰基基团、羧基基团、酯基团、醚基团、环氧基团、氨基基团、砜基团、羟基基团和马来酸中的至少一种。

6. 权利要求1的包封膜, 其中, 所述添加剂是选自聚异丁烯丁二酸酐、聚异丁烯胺和聚异丁烯醇中的至少一种。

7. 权利要求4的包封膜, 其中, 所述基体树脂具有100,000至2,000,000的重均分子量。

8. 权利要求1的包封膜, 其中, 相对于100重量份的所述基体树脂, 所述添加剂的含量为

1至50重量份。

9. 权利要求1的包封膜,进一步包含吸湿剂。

10. 权利要求9的包封膜,其中,相对于100重量份的所述基体树脂,所述吸湿剂的含量为1重量份至100重量份。

11. 权利要求1的包封膜,进一步包含可固化树脂。

12. 权利要求1的包封膜,其中,所述包封膜满足通式1:

[通式1]

$$P_r \geq 2000 \text{gf/in}$$

其中,在通式1中, P_r 表示在室温、10毫米/秒的剥离速率和 180° 的剥离角度下测得的该包封膜相对于玻璃的剥离强度。

13. 权利要求1的包封膜,其中,所述包封膜满足通式2:

[通式2]

$$P_h \geq 500 \text{gf/in}$$

其中,在通式2中, P_h 表示在该包封膜在 85°C 和85%的相对湿度的条件下保持24至100小时后在10毫米/秒的剥离速率和 180° 的剥离角度下测得的该包封膜相对于玻璃的剥离强度。

14. 权利要求1的包封膜,其中,在 100°F 和100%的相对湿度的条件下,所述包封膜具有小于 $10\text{g/m}^2 \cdot \text{天}$ 的湿气透过率。

15. 一种电子器件,包括:

上基板;

下基板;和

如权利要求1所述的包封膜,其被设置在所述上基板与所述下基板之间并包封元件。

用于包封膜的组合物、包封膜以及包括该包封膜的电子器件

技术领域

[0001] 本申请涉及用于包封膜的组合物、包封膜以及包括该包封膜的电子器件。

背景技术

[0002] 包封剂材料可用于保护对外部因素如湿气或氧气敏感的元件和器件等等。可以由包封剂材料保护的元件或器件包括例如有机电子器件、太阳能电池、或可充电电池如锂可充电电池。特别地,在这些元件或器件中,有机电子器件容易受外部因素如水或氧气的影响。

[0003] 有机电子器件是包含功能性有机材料的器件。作为有机电子器件或包含在该有机电子器件中的有机电子元件,可以例举光伏器件、整流器、发送器和有机发光二极管(OLED)等。

[0004] 通常,有机电子器件容易受到外部因素如水的影响。例如,有机发光元件通常包括存在于一对包含金属或金属氧化物的电极之间、由功能性有机材料制成的层。当水从外部渗透时,存在以下问题,由有机材料制成的层在与电极的界面处由于水的影响而释放,电极被水氧化,这导致电阻值升高,并且有机材料自身发生变化,导致发光功能损失或亮度降低。因此,为了保护有机发光元件免受外部环境元素如水的影响,使用其中在基板上形成的有机发光元件被玻璃或金属罐(在其中提供有吸气剂或吸湿剂)覆盖并用粘合剂固定的封装结构。

发明内容

[0005] 技术问题

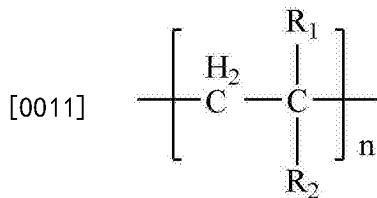
[0006] 本申请提供用于包封膜的组合物、包封膜以及具有该包封膜的电子器件。

[0007] 技术方案

[0008] 根据本发明的一个方面,提供用于包封膜的组合物。用于包封膜的组合物的一个实例包括基体树脂和具有极性官能团的添加剂。因此,由于具有极性官能团的添加剂的骨架与该基体树脂具有相容性,由该组合物制成的包封膜可以确保在高温度和高湿度条件下的粘结可靠性,该膜的光学性质不会降低并且湿气阻隔性能不会降低。因此,即使当该膜应用于例如具有大面积的器件以保护元件时,该膜可以在该元件上层压,而不会产生气泡等,并可以在包封过程后有效地保护该元件免受外部组分如湿气的影。

[0009] 根据本申请的方面的组合物包括所述基体树脂与所述添加剂。在一个实例中,该基体树脂具有以下化学式1的重复单元,并且该添加剂具有其重复单元为以下化学式1的主链。

[0010] [化学式1]



[0012] 在化学式1中, R₁和R₂各自独立地表示氢或具有1至12个碳原子的烷基, 并且n为1以上。

[0013] 在上面的说明中, R₁和R₂可以例如是具有1至8个碳原子、或1至4个碳原子的烷基, 如甲基、乙基和丙基, 但是该烷基不限于此。

[0014] 当基体树脂具有基于上述化学式1的重复单元, 并且添加剂具有包含基于上述化学式1的重复单元的主链时, 添加剂的主链与基体树脂可以具有相容性。因此, 如上所述, 可以提供不会降低光学性质或湿气阻隔性能的包封膜。

[0015] 在一个实例中, 该包封膜的基体树脂可以是含有90摩尔%以上的聚异丁烯树脂或异丁烯的共聚物, 例如异丁烯-异戊二烯共聚物。基体树脂是指除任选组分如添加剂之外的组成(configuration)。在一个实例中, 当向膜中加入添加剂如增粘剂时, 基体树脂可以是指除该增粘剂之外的组成。

[0016] 聚异丁烯树脂是在主链或侧链具有聚异丁烯骨架的树脂, 并且由于该树脂本身具有低湿气透过率而具有优异的湿气阻隔性质。同样, 该聚异丁烯树脂具有低表面能。因此, 具有聚异丁烯树脂作为基体树脂的粘合剂组合物适于包封对基板热膨胀系数的差异敏感的塑料有机电子器件。

[0017] 具体而言, 作为该聚异丁烯树脂, 可以使用例如异丁烯单体的均聚物; 通过共聚合异丁烯单体与其它可聚合单体获得的共聚物等。这里, 可与该异丁烯单体聚合的其它单体的实例可以包括1-丁烯、2-丁烯、异戊二烯和丁二烯等。

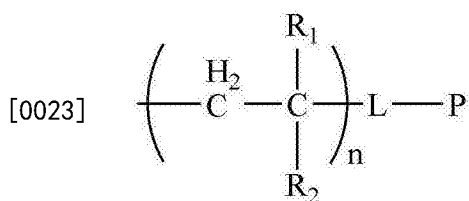
[0018] 充当基体树脂的聚异丁烯树脂的重均分子量(M_w)可以为大约100,000至2,000,000、100,000至1,500,000或100,000至1,000,000, 但是该分子量不限于此。本说明书中的术语“重均分子量”指的是使用凝胶渗透色谱(GPC)测得的标准聚苯乙烯的转换值。

[0019] 同样, 该基体树脂可以具有适当的玻璃化转变温度以便具有优异的湿气阻隔性质并在室温下具有橡胶状态。例如, 该基体树脂的玻璃化转变温度可以为-50℃以下, 例如-60℃以下, 或-70℃以下。

[0020] 但是, 该聚异丁烯树脂本身是不具有极性官能团的疏水性树脂, 并在高温度和高湿度条件下具有低粘结可靠性。当评价有机电子器件的可靠性时, 除了在室温下的粘合性之外, 重要的是在高温度和高湿度条件下保持粘结可靠性。因此, 在本申请中, 引入具有极性官能团的添加剂以补足该弱点。

[0021] 在一个实例中, 该添加剂可以是化学式2表示的化合物。

[0022] [化学式2]



[0024] 在化学式2中, R_1 和 R_2 各自独立地表示氢或具有1至12个碳原子的烷基, L表示单键或由选自亚烷基、亚芳基、醚、酯、羰基、烯丙基、烷基烯丙基、丙烯酰基和亚烯基或其组合中的至少一种构成的有机连接基, P表示极性官能团, 并且n为1以上。

[0025] 由于所述添加剂具有重复单元基于化学式1的主链, 该添加剂与基体树脂具有相容性, 并且不会影响膜的透明性。在一个实例中, 该添加剂的主链可以是聚异丁烯基, 但是该主链不限于此。

[0026] 在一个实例中, 该极性官能团可以包括选自酸酐基团、酰胺基团、烷氧基基团、醇基团、醛基团、羰基基团、羧基基团、酯基团、醚基团、环氧基团、氨基基团、砷基团、羟基基团和马来酸的至少一种。该极性官能团是可以提供对玻璃、金属或塑料表面的粘合性的官能团。该官能团的一部分可以参与固化反应或交联反应, 并控制基质中构成该膜的组分的流动。

[0027] 在一个实例中, 所述添加剂可以是选自聚异丁烯丁二酸酐、聚异丁烯胺和聚异丁烯醇的至少一种。当该添加剂是聚异丁烯丁二酸酐时, 该添加剂因其结构具有带有酸酐基团的末端双键。此类反应物可以参与固化或交联结构形成, 并固定具有低分子量的添加剂以使得该添加剂在交联反应后不会悬浮在基质或表面中。

[0028] 该添加剂的重均分子量可以为100克/摩尔至10,000克/摩尔, 优选1,000克/摩尔至5,000克/摩尔, 但是该分子量不限于此。

[0029] Glissopal SA (BASF SE) 是一种市售的极性添加剂, 但是, 聚异丁烯可以按照以下反应官能化并使用, 但本发明不限于此。

[0030] i) 提供通过反应性聚异丁烯和芳族羟基化合物在烷基化催化剂的存在下的反应用聚异丁烯烷基化的芳族羟基化合物,

[0031] ii) 提供通过反应性聚异丁烯和过氧化物的反应环氧化的聚异丁烯,

[0032] iii) 反应性聚异丁烯和具有取代双键的链烯烃的反应,

[0033] iv) 提供通过反应性聚异丁烯、一氧化碳和氢气在甲酰化催化剂的存在下的反应甲酰化的聚异丁烯,

[0034] v) 提供通过反应性聚异丁烯、卤化磷或磷酰氯的反应用磷酰基官能化的聚异丁烯,

[0035] vi) 提供通过反应性聚异丁烯与硼烷的反应和随后的氧化分解羟基化的聚异丁烯,

[0036] vii) 提供通过反应性聚异丁烯与 SO_3 源如硫酸乙酰酯的反应具有末端砷基团的聚异丁烯,

[0037] viii) 提供通过反应性聚异丁烯与氮氧化物的反应以及随后的氢化具有末端氨基基团的聚异丁烯,

[0038] ix) 提供通过反应性聚异丁烯、硫化氢或硫醇的反应用硫醇基团官能化的聚异丁烯。

[0039] 当该添加剂是聚异丁烯丁二酸酐 (PIBSA) 时, 根据其分子量可以使用各种等级的聚异丁烯丁二酸酐, 因为粘度通常随分子量提高而提高。例如, 具有1000至10,000克/摩尔的数均分子量的聚异丁烯丁二酸酐可用于本申请的组合物。

[0040] 可以相对于100重量份的充当基体树脂的聚异丁烯树脂以1至50重量份和在另一

实施例中以5至30重量份的量包含添加剂。除非在本文中另行具体规定,单位“重量份”指的是重量比。

[0041] 除了基体树脂之外,该组合物可以进一步包括其它树脂组分。例如,可以包括苯乙烯类树脂、聚烯烃类树脂、热塑性弹性体、聚氧化烯类树脂、聚酯类树脂、聚氯乙烯类树脂、聚碳酸酯类树脂、聚苯硫醚类树脂、烃类的混合物、聚酰胺类树脂、丙烯酸酯类树脂、环氧类树脂、有机硅类树脂、氟类树脂或其混合物。

[0042] 在上面的说明中,该苯乙烯类树脂的实例可以包括苯乙烯-乙烯-丁二烯-苯乙烯(SEBS)嵌段共聚物、苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯(SIS)嵌段共聚物、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)嵌段共聚物、丙烯腈-苯乙烯-丙烯酸酯(ASA)嵌段共聚物、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯(SBS)嵌段共聚物、苯乙烯类均聚物、或其混合物。烯烃类树脂的实例可以包括高密度聚乙烯类树脂、低密度聚乙烯类树脂、聚丙烯类树脂或其混合物。该热塑性弹性体的实例可以包括酯类热塑性弹性体、烯烃类热塑性弹性体或其混合物。其中,作为该烯烃类热塑性弹性体,可以使用聚丁二烯树脂等。聚氧化烯类树脂的实例可以包括聚氧甲烯类树脂、聚氧乙烯类树脂或其混合物。聚酯类树脂的实例可以包括聚对苯二甲酸乙二醇酯类树脂、聚对苯二甲酸丁二醇酯类树脂或其混合物。聚氯乙烯类树脂的实例可以包括聚偏二氯乙烯等等。烃类混合物的实例可以包括三十六烷和石蜡等等。聚酰胺类树脂的实例可以包括尼龙等等。丙烯酸酯类树脂的实例可以包括聚(甲基)丙烯酸丁酯等等。该环氧类树脂的实例可以包括双酚类型如双酚A型、双酚F型、双酚S型及其水加成材料;酚醛型,如苯酚酚醛型和甲酚酚醛型;含氮环型,如异氰尿酸三缩水甘油酯型和乙内酰脲型;脂环型;脂族型;萘型,芳族型,如联苯型;缩水甘油型如缩水甘油醚型、缩水甘油胺型和缩水甘油酯型;双环型,如二环戊二烯型;酯型;醚酯型,或其混合物。有机硅类树脂的实例可以包括聚二甲基硅氧烷等等。并且,氟类树脂的实例可以包括聚三氟乙烯树脂、聚四氟乙烯树脂、聚氯三氟乙烯树脂、聚六氟丙烯树脂、聚偏二氯乙烯、聚氟乙烯、聚(氟化乙烯-丙烯)、或其混合物。

[0043] 当使用列举的树脂时,它们可以与例如马来酸酐等接枝,可以与其它列举的树脂或用于制备树脂的单体共聚合,或可以通过其它化合物来改性。其它化合物的实例可以包括羧基封端的丁二烯-丙烯腈共聚物等。

[0044] 此外,为了通过固化表现粘结性能,列举的树脂可以包括例如可以通过热来固化的至少一种官能团或部分,如缩水甘油基、异氰酸酯基、羟基基团、羧基基团或酰胺基团,或可以通过活性能量射线的辐射来固化的至少一种官能团或部分,如环氧基团、环醚基团、硫醚基团、缩醛基团或内酯基团。

[0045] 在一个实例中,所述组合物可以包含吸湿剂。在本说明书中的术语“吸湿剂”可以是指例如可以通过与渗透到该包封膜中的水或湿气发生化学反应来去除湿气的材料。相对于100重量份的基体树脂,可以以1重量份至100重量份的量包含该吸湿剂,但是该比例不限于此。

[0046] 在一个实例中,吸湿剂在膜中可以处于均匀分散的状态。在本文中,均匀分散的状态可以是指其中吸水剂在膜的基质的任何部分中具有相同的密度或基本相同的密度的状态。在上面的说明中,要使用的吸湿剂可以包括例如金属氧化物、硫酸盐或有机金属氧化物。具体而言,金属氧化物的实例可以包括氧化镁、氧化钙、氧化锶、氧化钡或氧化铝,并且硫酸盐的实例可以包括硫酸镁、硫酸钠或硫酸镍,并且有机金属氧化物的实例可以包括辛

酸氧化铝。作为吸湿剂,可以使用上述配置的一种类型或两种或多种类型。在一个实例中,当两种或多种类型用作吸湿剂时,可以使用煅烧的白云石等等。

[0047] 吸湿剂可以根据膜的使用目的控制为具有适当的尺寸。在一个实例中,该吸湿剂可以控制为具有10至15000纳米的平均粒径。具有上述范围内的尺寸的吸湿剂易于储存,因为与湿气的反应速率不会太快,不会造成对包封元件的破坏,并可以有效地去除湿气。

[0048] 同样,在一个实例中,该包封膜可以进一步包括分散剂以便令该吸湿剂均匀分散在树脂组分中。作为本文中可以使用分散剂,例如可以使用对与亲水性吸湿剂表面具有亲和力和与该树脂组分具有良好相容性的非离子表面活性剂。在一个实例中,作为该非离子表面活性剂,可以使用化学式3表示的化合物。

[0049] [化学式3]

[0050] R-X

[0051] 在化学式3中,R表示饱和或不饱和的烃基团,X表示羟基基团、羧基基团、氨基基团或碳水化合物残基。

[0052] 在化学式3中,R可以是具有4至28个碳原子、4至24个碳原子、4至20个碳原子或6至20个碳原子的饱和或不饱和的烃基团。

[0053] 此外,其中化学式3中X是碳水化合物残基的化合物可以指其中碳水化合物的任何氢被R取代的化合物。碳水化合物的实例可以包括葡萄糖等。

[0054] 化学式3的化合物的实例可以包括脂肪酸如硬脂酸、棕榈酸、油酸或亚油酸;脂肪醇如鲸蜡醇、硬脂醇、十六十八醇或油醇;或烷基葡萄糖苷如辛基葡萄糖苷、癸基葡萄糖苷或月桂基葡萄糖苷。

[0055] 分散剂的含量可以根据吸湿剂的类型和/或尺寸来控制。具体而言,由于吸湿剂的表面积随吸湿剂尺寸的减小而增大,当使用大量分散剂时,可以均匀地分散吸湿剂。在一个实例中,当使用具有大约40纳米的平均粒径的吸湿剂时,相对于100重量份的吸湿剂可以使用大约5重量份以上的分散剂。在另一个实例中,当使用具有大约1000纳米的平均粒径的吸湿剂时,相对于100重量份的吸湿剂可以使用大约0.05重量份以上的分散剂。因此,考虑到吸湿剂的类型和/或尺寸,相对于100重量份的吸湿剂可以使用大约0.01至500重量份的分散剂。在此范围内,可以均匀地分散吸湿剂,而不会影响一般物理性质如膜的粘合性。

[0056] 作为向树脂组分中添加吸湿剂与分散剂的方法,可以没有限制地使用相关领域中所采用的方法。但是,例举能够通过调节混和顺序将吸湿剂均匀分散到树脂组分中的方法。首先,将分散剂分散在溶剂中以制备分散溶液。这里,可以根据涂布性能、干燥温度与树脂组分的相容性等等来选择溶剂。当聚异丁烯树脂是基体树脂时,芳族溶剂如甲苯或二甲苯可以用作分散剂的溶剂。在该分散溶液中投入并混合吸湿剂。在这种情况下,将吸湿剂与分散溶液混合的方法可以附加地使用物理分散法以提高吸湿剂的分散程度。物理分散法的实例可以包括使用振荡器的方法、超声处理法、球磨法等等。可以将分散有吸湿剂与分散剂的溶液投入到用于制造膜的组合物中。任选将分散有吸湿剂与分散剂的溶液过滤以过滤非常大的粒子,并可以将该溶液投入到含有树脂组分的溶液中。通过上述方法,可以制造吸湿剂与分散剂均匀分散在其中的膜。但是,该方法不限于上面的描述,而是可以由本领域技术人员简单地改变。

[0057] 所述组合物还可以包含湿气阻隔剂。本说明书中的术语“湿气阻隔剂”是指几乎不

或完全不与渗透到膜中的湿气反应的材料,或可以阻隔或防止水或湿气在膜中流动的材料。该湿气阻隔剂的实例可以包括粘土、滑石、针状二氧化硅、板状二氧化硅、多孔二氧化硅、沸石、二氧化钛、氧化锆或其组合。同样,该湿气阻隔剂的表面可以用有机改性剂等等处理以促进有机材料的渗透。作为有机改性剂,例如可以使用二甲基苄基氢化牛脂季铵、二甲基氢化牛脂季铵、甲基牛脂双-2-羟乙基季铵、二甲基氢化牛脂2-乙基己基季铵、二甲基二氢化牛脂季铵或其混合物的有机改性剂。

[0058] 可以包含在该组合物中的湿气阻隔剂的含量可以根据吸湿剂与树脂组分的基质结构之间的关系来适当地调节。在一个实例中,相对于100重量份的树脂组分,该湿气阻隔剂的含量可以在大约0至50重量份或1至30重量份之间调节。在此范围内,有可能提供具有优异的湿气阻隔性质和机械性质的膜。

[0059] 在一个实例中,即使当该组合物包含吸湿剂与湿气阻隔剂两者,也可以通过控制组分混和顺序在该树脂组分中均匀地分散吸湿剂和湿气阻隔剂。

[0060] 例如,首先,将湿气阻隔剂投入到溶剂中以制备第一分散溶液。在这种情况下,该第一分散溶液可以通过诸如超声处理、珠磨、球磨、高速分散和高压分散的方法以均匀分散的分散溶液形式获得。此外,制备如上所述的吸湿剂和/或分散剂分散在其中的第二分散溶液。将所制备的第一分散溶液和第二分散溶液投入并混合在含有树脂组分的溶液中。当这些溶液混合时,考虑到粘度调节和树脂组合物的涂布性能,可以进一步投入溶剂。根据此类方法,可以制造吸湿剂与阻隔剂均匀分散在其中的膜。当改变对本领域技术人员显而易见时,该制造方法可以自由地改变。

[0061] 所述组合物可以包括增粘剂。作为增粘剂,例如可以使用通过将石油树脂氢化所获得的氢化石油树脂。该氢化石油树脂可以被部分或完全氢化,或者可以是其混合物。作为增粘剂,可以选择对该树脂组分具有良好的相容性和优异的湿气阻隔性质的增粘剂。氢化石油树脂的具体实例可以包括氢化萘烯类树脂、氢化酯类树脂、氢化二环戊二烯类树脂等等。该增粘剂可以具有大约200至5,000的重均分子量。可以根据需要适当调节该增粘剂的含量。例如,该增粘剂可以相对于100重量份的树脂组分以5重量份至100重量份的比率包含在膜中。

[0062] 作为增粘剂,可以使用具有80至150°C的软化温度的增粘剂,但是该增粘剂不限于此。

[0063] 除了上述组分之外,根据该膜的使用以及该膜的制造方法,在所述组合物中可以包含各种添加剂。例如,考虑到耐久性、可加工性等等,可以进一步包含可固化材料。此处,可固化材料是指除上述树脂组分之外单独包含的具有热固性官能团和/或活性能量射线可固化官能团的材料。此外,可以根据该膜的所需物理性质来调节可固化材料的含量。

[0064] 在一个实例中,所述组合物可以包括可固化树脂或可固化单体。作为可固化树脂,可以使用在相关领域中已知的热固性树脂、活性能量射线可固化树脂或混合的可固化树脂。在本说明书中术语“热固性树脂”是指可以通过施加适当的热或老化过程来固化的树脂。术语“活性能量射线可固化树脂”是指可以通过活性能量射线的辐射固化的树脂。术语“混合的可固化树脂”是指可以通过热固性与活性能量射线可固化树脂的同时或相继的固化途径固化的树脂。此外,在上面的说明中,活性能量射线的实例可以包括微波、红外(IR)射线、紫外(UV)射线、X射线、 γ 射线、或粒子束如 α -粒子束、质子束、中子束或电子束。

[0065] 作为可固化树脂,可以使用能够通过固化表现出粘合性的树脂。例如,可以使用具有可以通过热来固化的至少一种官能团或部分(如缩水甘油基、异氰酸酯基、羟基基团、羧基基团或酰胺基团)的树脂,并且可以使用具有可以通过活性能量射线的辐射来固化的至少一种官能团或部分(如环氧基团、环醚基团、硫醚基团、缩醛基团或内酯基团)的树脂。可固化树脂的实例可以包括具有至少一种上述官能团或部分的丙烯酸树脂、聚酯树脂、异氰酸酯树脂或环氧树脂,但是可固化树脂不限于此。

[0066] 在一个实例中,作为可固化树脂,可以使用环氧树脂。该环氧树脂可以是芳族类或脂族类环氧树脂。作为环氧树脂,可以使用热固性环氧树脂,或者可以使用活性能量射线可固化树脂,例如由于活性能量射线的辐射通过阳离子聚合反应固化的环氧树脂。

[0067] 该实例的环氧树脂可以具有150g/eq至2,000g/eq的环氧当量。在该范围内的环氧当量下,固化产物的性质如粘合性能或玻璃化转变温度可以保持在适当的范围内。

[0068] 在一个实例中,该环氧树脂可以是硅烷改性的环氧树脂。作为硅烷改性的环氧树脂,例如可以使用硅烷化合物与上述环氧树脂中的至少一种环氧树脂的反应产物。在上面的说明中,作为该硅烷化合物,例如可以例举由化学式4表示的化合物。

[0069] [化学式4]

[0070] $D_nSiQ_{(4-n)}$

[0071] 在化学式4中,D表示乙烯基基团、环氧基团、氨基基团、丙烯酰基基团、甲基丙烯酸基团、巯基基团、烷氧基基团、或异氰酸酯基团、或被其中任意官能团取代的烷基基团,Q表示氢、烷基基团、卤素、烷氧基基团、芳基基团、芳氧基基团、酰氧基基团、烷硫基基团、或亚烷基氧基硫基(alkyleneoxythio group),并且n为1至3。

[0072] 在化学式4的化合物中,官能团D可以与环氧树脂中包含的官能团反应并形成硅烷改性环氧树脂。

[0073] 当该官能团是例如氨基基团时,该氨基基团可以与环氧树脂的环氧基团反应,形成“-CH(OH)-CH₂-NH-”键,并且可以将硅烷化合物引入到环氧基团中。

[0074] 同样,当该官能团D是异氰酸酯基团或烷氧基基团时,该硅烷化合物可以通过与含有羟基基团(OH)的环氧树脂反应来引入,所述含有羟基基团(OH)的环氧树脂例如是双酚型环氧树脂,如双酚F型环氧树脂、双酚F型酚醛环氧树脂、双酚A型环氧树脂、或双酚A型酚醛环氧树脂。

[0075] 在化学式4中,作为烷基基团,可以例举具有1至20个碳原子、1至16个碳原子、1至12个碳原子、1至8个碳原子或1至4个碳原子的烷基基团。该烷基基团可以是直链、支链或环状类型的烷基基团。

[0076] 在化学式4中,作为卤素原子,可以例举氟(F)、氯(Cl)、溴(Br)和碘(I)等等。

[0077] 同样,在化学式4中,作为烷氧基基团,可以例举具有1至20个碳原子、1至12个碳原子、1至8个碳原子或1至4个碳原子的烷氧基基团。该烷氧基基团可以是直链、支链或环状类型。

[0078] 同样,在化学式4中,作为芳基基团或在芳氧基基团中包含的芳基中,除芳基基团之外可以包含芳烷基基团等。例如,芳基基团是指具有至少一个苯环或其中两个或多个苯环连接或耦合的结构化合物或衍生自其衍生物的一价残基。该芳基基团可以例如是具有6至25个碳原子、6至21个碳原子、6至18个碳原子或6至12个碳原子的芳基基团。芳基基团的

实例可以包括苯基基团、二氯苯基基团、氯苯基基团、苯乙基基团、苯丙基基团、苜基基团、甲苯基基团、二甲苯基基团或萘基基团。

[0079] 同样,在化学式4中,作为酰氧基基团,可以例举具有1至20个碳原子、1至16个碳原子或1至12个碳原子的酰氧基基团。

[0080] 同样,在化学式4中,作为烷硫基基团,可以例举具有1至20个碳原子、1至16个碳原子、1至12个碳原子、1至8个碳原子或1至4个碳原子的烷硫基基团。作为亚烷基氧基硫基,可以例举具有1至20个碳原子、1至16个碳原子、1至12个碳原子、1至8个碳原子或1至4个碳原子的亚烷基氧基硫基。

[0081] 所述烷基基团、烷氧基基团、芳基基团、酰氧基基团、烷硫基基团或亚烷基氧基硫基可以任意地被至少一个取代基取代。该取代基的实例可以包括羟基基团、环氧基团、烷基基团、链烯基基团、炔基基团、烷氧基基团、酰基基团、硫醇基团、丙烯酰基基团、甲基丙烯酰基基团、芳基基团或异氰酸酯基团,但是该取代基不限于此。

[0082] 在化学式4中,官能团D例如可以是上文中的烷氧基基团、氨基基团、或异氰酸酯基团。

[0083] 同样,在化学式4中,至少一个、两个或多个、或三个官能团Q可以例如是卤素原子、烷氧基基团、芳氧基基团、酰氧基基团、烷硫基基团、亚烷基氧基硫基基团、或烷氧基基团。

[0084] 作为硅烷改性的环氧树脂,例如,可以使用相对于100重量份的环氧树脂引入大约0.1重量份至大约10重量份、大约0.1重量份至大约9重量份、大约0.1重量份至大约8重量份、大约0.1重量份至大约7重量份、大约0.1重量份至大约6重量份、大约0.1重量份至大约5重量份、大约0.1重量份至大约4重量份、大约0.1重量份至大约3重量份、大约0.3重量份至2重量份、或大约0.5重量份至大约2重量份的硅烷化合物的环氧树脂。当使用在其结构中具有硅烷基团的硅烷改性环氧树脂时,该电子器件的封装层表现出优异的与基板等的粘合性质,并可以表现出优异的湿气阻隔性质、耐久性和可靠性。

[0085] 所述组合物可以进一步包含可以根据可固化树脂的类型通过与该可固化树脂反应形成交联结构等的固化剂或可以引发该树脂的固化反应的引发剂。

[0086] 固化剂的类型可以根据可固化树脂或该树脂中包含的官能团的类型来适当地选择和使用。

[0087] 在一个实例中,当可固化树脂是环氧树脂时,相关领域中已知的环氧树脂的固化剂,例如胺固化剂、咪唑固化剂、酚固化剂、磷固化剂、酸酐固化剂或其混合物可以用作固化剂,但是该固化剂不限于此。

[0088] 在一个实例中,作为固化剂,可以使用在室温下为固体状态并具有80°C以上的熔点或分解温度的咪唑化合物。此类化合物的实例可以包括2-甲基咪唑、2-十七烷基咪唑、2-苯基咪唑、2-苯基-4-甲基咪唑、或1-氰基乙基-2-苯基咪唑,但是该化合物不限于此。

[0089] 可以根据所述组合物的配置,例如可固化树脂的类型或比率来选择固化剂的含量。例如,相对于100重量份的可固化树脂,可以以1重量份至20重量份、1重量份至10重量份、或1重量份至5重量份的量包含固化剂。但是,该重量比可以根据该可固化树脂、该树脂的官能团的类型和比率、要实现的交联密度等等来改变。

[0090] 当该可固化树脂是可以通过活性能量射线的辐射来固化的环氧树脂时,作为引发剂,例如可以使用阳离子光聚合引发剂。

[0091] 作为阳离子光聚合引发剂,可以使用鎊盐类或有机金属盐类离子化阳离子引发剂、有机硅烷类或潜磺酸类引发剂或非离子化阳离子光聚合引发剂。作为鎊盐类引发剂,可以例举二芳基碘鎊盐、三芳基鎊盐、芳基重氮鎊盐等等。作为有机金属盐类引发剂,可以例举铁芳烃等等。作为有机硅烷类引发剂,可以例举邻硝基苄基三芳基甲硅烷基醚、三芳基甲硅烷基过氧化物、酰基硅烷等等。作为潜磺酸类引发剂,可以例举 α -磺酰氧基酮、 α -羟甲基苯偶姻磺酸盐等等,但是该引发剂不限于此。

[0092] 在一个实例中,作为阳离子引发剂,可以使用离子化阳离子光聚合引发剂。

[0093] 类似于固化剂,可以根据可固化树脂、该树脂的官能团的类型与比率、要实现的交联密度等等来改变引发剂的含量。例如,相对于100重量份的可固化树脂,该引发剂可以以0.01重量份至10重量份或0.1重量份至3重量份的比率混合。当该引发剂的含量太小时,固化可能不能充分地进行。当其含量过大时,固化后离子材料的含量提高。因此,该粘合剂的耐久性降低,或由于引发剂的性质而形成共轭酸,这对光学耐久性方面是不利的,并且视基板情况可能发生腐蚀。鉴于这些问题可以选择适当的含量范围。

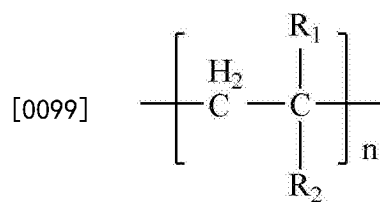
[0094] 同样,在不会影响所需效果的范围内,可以进一步包含添加剂如增塑剂、紫外线稳定剂和/或抗氧化剂。

[0095] 根据本申请的另一方面,提供了上述组合物形成的包封膜。

[0096] 本申请的包封膜包括基体树脂和具有极性官能团的添加剂。因此,该膜可以确保高温度和高湿度条件下的粘结可靠性,由于具有极性官能团的添加剂的骨架与该基体树脂具有相容性而不会降低该膜的光学性质,并且不会降低湿气阻隔性能。因此,即使当该膜应用到例如具有大面积的器件上以保护元件时,该膜可以在该元件上层压,而不会产生气泡等,并可以在包封过程后有效地保护该元件免受外部成分如湿气的影晌。

[0097] 本申请的一种示例性膜包括基体树脂与添加剂。在一个实例中,该基体树脂具有以下化学式1的重复单元,并且该添加剂具有其重复单元基于化学式1的主链。

[0098] [化学式1]

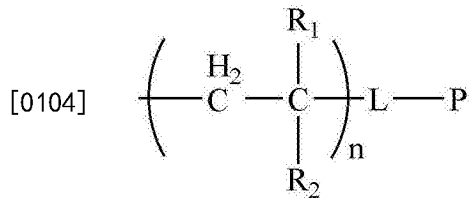


[0100] 在化学式1中, R_1 和 R_2 各自独立地表示氢或具有1至12个碳原子的烷基,并且 n 为1以上。在上面的说明中, R_1 和 R_2 可以例如是具有1至8个碳原子或1至4个碳原子的烷基,如甲基、乙基和丙基,但是该烷基不限于此。

[0101] 当该基体树脂具有基于化学式1的重复单元,并且该添加剂具有包含基于化学式1的重复单元的主链时,基体树脂与添加剂的主链可以具有相容性。因此,如上所述,可以提供不会降低光学性质或湿气阻隔性能的包封膜。

[0102] 该添加剂可以是化学式2表示的化合物。

[0103] [化学式2]



[0105] 在化学式2中, R₁和R₂各自独立地表示氢或具有1至12个碳原子的烷基, L表示单键或选自亚烷基、亚芳基、醚、酯、羰基、烯丙基、烷基烯丙基、丙烯酰基和亚烯基或其组合的至少一种构成的有机连接基, P表示极性官能团, 并且n为1以上。

[0106] 由于该添加剂具有其重复单元基于化学式1的主链, 该添加剂具有与基体树脂的相容性, 并且不会影响膜的透明性。

[0107] 除基体树脂与添加剂之外, 该膜可以包括上述组合物中包含的组分。由于基体树脂、添加剂和其它具体组分的描述与组合物中的那些相同, 省略其重复的描述。

[0108] 在一个实例中, 该包封膜可以满足通式1。

[0109] [通式1]

[0110] $P_r \geq 2000 \text{gf/in}$

[0111] 在通式1中, P_r代表在室温、10毫米/秒的剥离速率和180°的剥离角度下测得的该包封膜相对于玻璃的剥离强度。

[0112] 例如, 在本申请的包封膜中, 在室温、10毫米/秒的剥离速率和180°的剥离角度下测得的该包封膜相对于玻璃的剥离强度可以是2000gf/in以上, 例如2100gf/in以上, 2200gf/in以上, 2300gf/in以上, 或2400gf/in以上, 优选2500gf/in以上。

[0113] 此外, 本申请的包封膜可以满足通式2。

[0114] [通式2]

[0115] $P_h \geq 500 \text{gf/in}$

[0116] 在通式2中, P_h表示在该包封膜在85℃和85%的相对湿度的条件下保持24至100小时后在10毫米/秒的剥离速率和180°的剥离角度下测得的该包封膜相对于玻璃的剥离强度。

[0117] 例如, 当本申请的包封膜在85℃和85%的相对湿度的条件下保持24至100小时后并随即在10毫米/秒的剥离速率和180°的剥离角度下测量该包封膜在玻璃上的剥离强度时, 剥离强度可以是500gf/in以上, 例如1000gf/in以上, 1500gf/in以上, 1800gf/in以上, 2000gf/in以上, 2300gf/in以上, 2600gf/in以上, 或3000gf/in以上, 优选3500gf/in以上。

[0118] 也就是说, 当本申请的包封膜包括所述具有极性官能团的添加剂时, 可以提供在室温下与基板的优异的粘合性, 并且即使当该膜留在高温度和高湿度条件下时也可以提供优异的粘结可靠性。

[0119] 同样, 在100°F和100%的相对湿度的条件下, 该包封膜可以具有小于10g/m²·天, 例如5g/m²·天以下、3g/m²·天以下, 优选2g/m²·天以下的湿气透过率。

[0120] 水蒸气透过率可以是制造具有100微米厚度的膜并在100°F和100%相对湿度的条件下在该膜的厚度方向上测量该速率时的水蒸气透过率。如上所述, 本申请可以通过控制水蒸气透过率来提供表现出优异的湿气阻隔性质的膜。当水蒸气透过率降低时, 湿气阻隔性质变得优异, 因而其下限没有特别的限制。例如, 该树脂组分的水蒸气透过率的下限可以

为 $0\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 、 $0.1\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 、 $0.01\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 、或 $0.001\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 。

[0121] 该包封膜可以具有各种结构,并可以由例如单一层、或由含有聚异丁烯树脂的多个层制成,并且除了含有聚异丁烯树脂的层之外进一步包括单独的层。

[0122] 在一个实例中,该包封膜可以具有多层结构,其包括含有聚异丁烯树脂的第一层和含有聚异丁烯树脂之外的树脂的第二层。

[0123] 作为形成该第二层的粘合剂树脂,可以使用苯氧基树脂、丙烯酸酯树脂、或高分子量环氧树脂。在上面的说明中,高分子量环氧树脂可以指例如具有大约2,000至70,000或大约4,000至6,000的重均分子量的树脂。作为高分子量环氧树脂,可以例举固体类型双酚A型环氧树脂、固体类型双酚F型环氧树脂等等。作为粘合剂树脂,可以使用橡胶组分如含有高极性官能团的橡胶或含有高极性官能团的反应性橡胶。在一个实例中,作为粘合剂树脂,可以使用苯氧基树脂。

[0124] 当该包封膜具有双层结构时,各层可以具有不同的弹性模量。当第一层具有比第二层更小的弹性模量时,该膜可以有益地施加到具有大面积的器件上,并可以通过调节层之间的吸湿剂的比率有效地向该膜提供湿气阻隔性质。通常,当吸湿剂与该膜中的湿气反应时,其体积根据吸湿剂与湿气反应的程度膨胀,并导致应力。因此,当不能提供足以减轻湿气去除中的膨胀应力的弹性时,该膜可能从被沾粘物上脱落,或可能在多层结构膜中造成层间分离等。但是,本申请的膜使用具有远低于室温的玻璃化转变温度的聚异丁烯树脂作为基体树脂,使得不会造成膨胀应力,并因而不会造成层间分离。

[0125] 在一个实例中,该包封膜可以包含该吸湿剂。在这种情况下,该第一层可以包含比第二层更大量的吸湿剂。该第二层可以包含比第一层更少的吸湿剂,或不包含吸湿剂。如下面将要描述的那样,例如在上述结构中,当实现第二层与元件接触的包封结构时,可以实现优异的水或湿气阻隔性质,而不会损坏该元件。例如,该第一层可以包含树脂组分并可以相对于100重量份树脂组分包含5重量份以上、10重量份以上、20重量份以上、30重量份以上、40重量份以上、或45重量份以上的吸湿剂。第一层的吸湿剂比率的上限根据所需湿气阻隔性质而改变,并且没有特别的限制。例如,该第一层可以相对于100重量份树脂组分包含250重量份以下、230重量份以下、或210重量份以下的吸湿剂。该第二层可以不含有吸湿剂。即使包含吸湿剂时,可以包含少量的吸湿剂。例如,该第二层可以相对于100重量份的该第二层的固含量包含小于5重量份或小于3重量份的吸湿剂。由于该第二层可以不含有吸湿剂,该第二层的吸湿剂含量的下限可以是0重量份。

[0126] 该第二层可以是包含例如可固化树脂组合物的层。该第二层可以是热熔型粘合剂层。在本说明书中术语“热熔型粘合剂层”是指在室温下保持固体或半固体状态,当施加适当的热时熔融并表现粘合性,并能够在固化后作为粘合剂牢固固定目标材料的层。同样,在本说明书中术语“粘合剂的固化”是指能够改变目标材料以表现出粘合性质的化学或物理作用或反应。另外,术语“室温”指的是并未加热或冷却的自然温度,并可以指例如大约 15°C 至 35°C 、大约 20°C 至 25°C 、或大约 25°C 或 23°C 的温度。另外,在上面的说明中,在室温下保持固体或半固体状态是指以下事实,该目标材料在室温下表现出大约 10^6 泊以上、或大约 10^7 泊以上的粘度。在上面的说明中,使用先进流变扩展系统(ARES)测量粘度。在上面的说明中,粘度的上限没有特别限制,可以是例如大约 10^9 泊以下。

[0127] 例如,当第二层中所含有的组分如可固化树脂组合物未固化时,该第二层可以在

室温下保持固体或半固体状态。因此,该第二层可以包含膜形式的可固化树脂组合物。因此,可以提供易于处理的第二层,防止应用包封过程等时元件的物理或化学损坏,并可以顺畅地进行处理。

[0128] 该包封膜可以进一步包含例如基板。该基板可以安置在例如该膜的任一或两个表面上。该基板可以是例如离型处理过的基板 (release-treated substrate)。相关领域中使用的基板可以没有限制地使用。

[0129] 该包封膜可以应用于包封和保护各种对象。特别地,该膜可以有效地保护包括对外部因素(例如水或湿气)敏感的元件的对象。可以应用该包封剂膜的对象实例可以包括光伏器件、整流器、发送器、有机电子器件如有机发光二极管 (OLED) 等等、太阳能电池、可充电电池等等,但是该对象不限于此。

[0130] 根据本申请的又一方面,提供了一种电子器件,其包括上基板;下基板;以及具有在上基板与下基板之间提供的膜并包封元件的包封层。在上面的说明中,术语“元件”是指电子器件的任何组件。受该膜保护的元件的代表性实例可以包括有机电子元件,如有机发光元件等等,但是该元件不限于此。

[0131] 在一个实例中,该膜可以是包含上述聚异丁烯树脂和极性添加剂作为主要成分的包封膜。该膜例如可以为未固化状态。包含此类膜的包封层可以由固化的膜形成的层。

[0132] 在该电子器件中,上基板与下基板可以布置成互相面对。而且,元件可以在下基板的表面上形成,该下基板的表面可以是面对上基板的表面。该膜放置在上基板与下基板之间,并且该膜可以基本覆盖元件的整个表面。另外,当该膜具有多层结构时,含有较少吸水剂的层可以更贴近该元件。因此,可以提供在包封剂层与元件或下基板之间具有优异的界面粘合性的电子器件。

[0133] 在一个实例中,该电子器件可以是有机电子器件。该包封层可以在有机电子器件中表现出优异的湿气阻隔性质和光学性质,并可以有效地固定和支承上基板与下基板。同样,例如,当该吸湿剂被制造为纳米级尺寸并均匀分散在树脂中时,该包封剂层可以表现出优异的透明性,并可以形成稳定的包封剂层,无论该有机电子器件是顶发射或底发射类型。

[0134] 除了包封层由上述膜组成以外,该有机电子器件可以具有相关领域中已知的一般构造。例如,作为下基板和/或上基板,可以使用通常用于相关领域的玻璃、金属、聚合物膜等等。此外,有机电子元件可以包括例如一对电极,以及在该对电极之间形成的有机材料层。这里该对电极中的任一者可以形成为透明电极。另外,该有机材料层可以包括例如空穴传输层、发光层和电子传输层。

[0135] 根据本发明的再一方面,提供了制造电子器件的方法,包括在其上形成有元件的基板上,层压该膜使其与该元件接触。

[0136] 在一个实例中,制造电子器件的方法可以是制造上述电子器件的方法。

[0137] 在上面的说明中,在层压该膜以与该元件接触时,例如,可以应用该膜以使得该膜覆盖元件的整个表面。

[0138] 此外,层压该膜以与元件接触可以包括例如以下方法,其中令该膜与元件接触,加热该膜以具有流动性并紧压到该元件上。因此,即使在具有大面积的电子器件中,也能够提供不因气泡等等造成性能劣化的电子器件。

[0139] 此外,为了防止在元件与膜之间产生气泡等,可以使用真空压机等进行压紧。

[0140] 同样,该制造方法可以包括在层压该膜以与元件接触之后固化该膜。可以根据例如可固化树脂的固化方法在适当的加热室或紫外线室中进行固化过程。可以考虑电子器件的稳定性、可固化树脂组合物的可固化性等等来适当地选择加热条件或活性能量射线的照射条件。

[0141] 在一个实例中,在将膜层压在元件上之前,可以将该膜预先转移到电子器件的上基板上。因此,可以通过令该膜与上基板接触并辊层压来实施膜向上基板的转移。

[0142] 虽然上面已经描述了制造电子器件的一种示例性方法,制造电子器件的方法不限于此。该器件可以通过上述方法制造,但是可以改变该过程的顺序、条件等等。

[0143] 有益效果

[0144] 本申请可以提供具有优异的湿气阻隔性质、可操作性、加工性和耐久性的包封膜,以及包含用该包封膜包封的元件的结构。

具体实施方式

[0145] 在下文中将参照实施例和对比例详细描述该膜,但是该膜的范围不限于所提出的实施例。

[0146] 在下文中,在实施例和对比例中,通过下列方法对物理性质进行评价。

[0147] 1. 评价剥离强度

[0148] 使用实施例或对比例的压敏粘合剂组合物制造压敏粘合剂层具有大约50微米厚度的压敏粘合剂膜。制得的压敏粘合剂膜与未离型的PET基板一起层压的膜,并切割至具有一英寸宽度和20厘米长度的尺寸。随后,将压敏粘合剂膜的离型处理过的基板膜剥离,并将压敏粘合剂层粘贴到玻璃板上以制备试样。随后,使用质构仪测量该试样的180°剥离强度,以10毫米/秒的剥离速率和180°的剥离角度进行剥离。

[0149] 为了评价粘结可靠性,将样品放置在85°C和85%的相对湿度下的烘箱中100小时,随后附加地观察在高温度和高湿度条件下剥离强度方面的改变。

[0150] 2. 测量水蒸气透过率

[0151] 将实施例中使用的基体树脂或对比例中使用的树脂溶解在溶剂中以制备树脂组合物。将该树脂组合物涂布到具有38微米厚度的基板膜上(离型聚酯膜,RS-21G,由SKC Inc.制造),并随后在110°C下干燥10分钟以制造具有膜形状和100微米厚度的层。按照交联条件将各组合物膜交联,随后将该基板膜剥离。同时在100°F和100%相对湿度的条件下提供具有膜形状的层,厚度方向上测量具有膜形状的层的水蒸气透过率。按照ASTM F1249标准测量水蒸汽透过率。

[0152] 3. 评价湿气阻隔性质

[0153] 在具有12毫米×12毫米(长度×宽度)的尺寸的玻璃基板上沉积10毫米×10毫米(长度×宽度)的尺寸的钙(Ca)。此外,将实施例或对比例中制造的膜切割至12毫米×12毫米(长度×宽度)的尺寸。随后,将该膜的表面转移到盖玻片上。随后,将该膜呈现于盖玻片的表面相对的表面层压在该玻璃基板的钙上,并使用高压釜在50°C和5个大气压的条件下进行加热和压缩。按照配置通过在100°C下一小时的固化来形成包封层,或通过2J/cm²光强度下的紫外线辐射来固化包封层,制备试样。随后,该试样在恒温恒湿室中在85°C和85%的相对湿度下保持大约500小时,测量其中钙沉积部分被氧化并变得透明的长度。钙在一个方

向上具有10毫米的总长度。当由该钙的一端起的氧化部分长度为5毫米时，钙被完全氧化。

[0154] 4. 测量透射率

[0155] 将实施例中制造的膜切割至100毫米×100毫米的尺寸并使用真空层压机(LM-30×30-S,由NPC Inc.制造)在150℃下层压10分钟以制备试样。层压试样的光学透射率使用雾度计(NDH-5000)根据JIS K 7105方法来测定。在未添加吸湿剂时测量光学透射率作为该透射率。

[0156] 实施例1-制造膜

[0157] 以50重量%的固体浓度向甲苯中投入100重量份的煅烧白云石作为吸湿剂和投入0.5重量份的硬脂酸作为分散剂以制备吸湿剂溶液。对该溶液进行球磨工艺24小时。另外，单独地，在室温下将100重量份的具有1,100,000的重均分子量的聚异丁烯树脂(产品名称：B100,制造商：BASF SE)投入反应器中作为基体树脂，并还投入20重量份的聚异丁烯丁二酸酐(PIBSA)。投入2重量份的2-乙基-4-甲基咪唑作为固化剂，投入10重量份的三羟甲基丙烷三缩水甘油醚作为热固性树脂，投入30重量份的氢化二环戊二烯类树脂(产品名称：SU-90,制造商：Kolon Industries Inc.)作为增粘剂，并随后用甲苯稀释以使得固含量为大约20重量%。随后，反应器内部用氮气置换，并将制备的溶液均化。将预先制备的吸湿剂溶液投入均化溶液中，使得煅烧白云石的含量相对于100重量份的基体树脂变为50重量份，并混合以制备组合物。

[0158] 将制备的组合物涂布到离型PET的离型表面上，在110℃下干燥10分钟，形成具有50微米厚度的膜。该膜通过热在100℃下固化一小时(作为热固化条件)。

[0159] 实施例2

[0160] 通过与实施例1中相同的方式制造膜，不同之处在于包含100重量份的聚异丁烯树脂，并包含10重量份的聚异丁烯丁二酸酐。

[0161] 实施例3

[0162] 通过与实施例1中相同的方式制造膜，不同之处在于添加20重量份的聚异丁烯胺取代聚异丁烯丁二酸酐。

[0163] 实施例4

[0164] 通过与实施例1中相同的方式制造膜，不同之处在于使用1重量份的1-羟基-环己基-苯基酮(BASF SE, Irgacure 184)作为自由基引发剂取代热固性剂，并使用10重量份的三羟甲基丙烷三丙烯酸酯作为光固化丙烯酸酯取代热固性树脂。通过在2J/cm²的光强度下照射紫外线来进行膜的光固化。

[0165] [表1]

[0166]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
基体树脂	B100	B100	B100	B100
极性添加剂	PIBSA	PIBSA	PIBA	PIBSA
增粘剂	SU-90	SU-90	SU-90	SU-90
固化剂/引发剂	2E4MZ	2E4MZ	2E4MZ	HCPK
热固性/光固化性树脂	TMPTGE	TMPTGE	TMPTGE	TMPTA
吸湿剂	煅烧白云石	煅烧白云石	煅烧白云石	煅烧白云石

B100: 聚异丁烯树脂
 PIBSA: 聚异丁烯丁二酸酐
 PIBA: 聚异丁烯胺
 SU-90: 氢化二环戊二烯类树脂
 2E4MZ: 2-乙基-4-甲基咪唑
 HCPK: 1-羟基-环己基-苯基酮
 TMPTGE: 三羟甲基丙烷三缩水甘油醚
 TMPTA: 三羟甲基丙烷三丙烯酸酯

[0167] 对比例1

[0168] 通过与实施例1中相同的方式制造膜,不同之处在于使用100重量份的聚异丁烯树脂,而不使用聚异丁烯丁二酸酐。

[0169] 对比例2

[0170] 在室温下将100重量份的硅烷改性环氧树脂(KSR-177,Kukdo Chemical Co., Ltd.)和60重量份的苯氧基树脂(YP-50,Dong Do Tech Co.,Ltd.)投入反应器中并用甲乙酮稀释。向均化溶液中投入10重量份的2-乙基-4-甲基咪唑(Shikoku Chemicals Corp.)用作固化剂,并在高速下搅拌一小时。向均化的溶液中投入预先制备的吸湿剂溶液,使得相对于100重量份硅烷改性环氧树脂,煅烧白云石的含量为50重量份,并混合以制备组合物。

[0171] 将制备的组合物涂布到离型PET的离型表面上,在110℃下干燥10分钟,形成具有50微米厚度的膜。该膜在100℃下固化3小时(作为热固化条件)。

[0172] 对比例3

[0173] 通过与实施例1中相同的方式制造膜,不同之处在于加入10重量份的聚酯丙烯酸酯粘合促进剂(Sartomer Arkema Group,CN704)取代聚异丁烯丁二酸酐。

[0174] [表2]

[0175]

	对比例 1	对比例 2	对比例 3
基体树脂	B100	YP-50	B100
极性添加剂	-	-	PEA
增粘剂	SU-90	-	SU-90
固化剂/引发剂	2E4MZ	2E4MZ	2E4MZ
热固性/光固化性树脂	TMPTGE	KSR-177	TMPTGE
吸湿剂	煅烧白云石	煅烧白云石	煅烧白云石
<p style="text-align: right;">B100: 聚异丁烯树脂 YP-50: 苯氧基树脂 PEA: 聚酯丙烯酸酯 SU-90: 氢化二环戊二烯类树脂 2E4MZ: 2-乙基-4-甲基咪唑 TMPTGE: 三羟甲基丙烷三缩水甘油醚 KSR-177: 环氧树脂</p>			

[0176] [表3]

[0177]

		粘 合 性 (gf/in), 0hr	粘 合 性 (gf/in), 100hr	水蒸气透过率 (g/m ² ·天)	湿 气 阻 隔性质*	透射率 (%)
实施 例	1	2200	1600	3	1	93
	2	2000	1300	4	1	94
	3	2100	1500	3	1	92
	4	2000	1400	3	2	94
对比 例	1	1400	400	3	3	-
	2	2500	300	12	4	-
	3	1500	300	7	3	-
* 在一个方向上由钙的表面氧化的长度 (单位: 毫米)						

[0178] 由物理性质的评价中可以看出, 实施例1至4的膜在室温下具有优异的粘合性, 在高湿度和高湿度条件下也具有优异的粘合性, 小的水蒸气透过率, 并在湿气渗透性方面表现出优异的性质。但是, 可以看出, 由于在对比例1中没有提供聚异丁烯丁二酸酐, 在高湿度和高湿度条件下的粘合性和粘结可靠性并未达到实施例的程度。同样可以看出, 其中未使用聚异丁烯基体树脂的对比例2与使用聚异丁烯基体树脂时相比具有不足的高湿度与高湿

度粘合性。在对比例3中,可以看出,由于粘合促进添加剂与聚异丁烯基体树脂的相容性不足,光学透射率和粘合性降低。当包含用丁二酸酐改性的聚异丁烯树脂时,与用作基体树脂的聚异丁烯树脂的相容性优异,透明性并未降低,由于极性官能团界面粘合性提高,并且在高温度和高湿度条件下的可靠性提高。