



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117813342 A

(43) 申请公布日 2024. 04. 02

(21) 申请号 202280053499.5

(22) 申请日 2022.07.25

(30) 优先权数据

63/232,358 2021.08.12 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.01.31

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/IB2022/056853 2022.07.25

(87) PCT国际申请的公布数据

WO2023/017342 EN 2023.02.16

(71) 申请人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 吉坦德拉·S·拉特尔

卡拉·A·迈耶斯

尼古拉斯·T·加布里尔

卡伊拉·C·皮查

霍华德·M·卡普兰

肖恩·C·多兹

柳德米拉·A·佩库罗夫斯基

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限  
责任公司 11219

专利代理师 郭国清 宫方斌

(51) Int. Cl.

C08G 77/12 (2006.01)

C08G 77/16 (2006.01)

C08G 77/18 (2006.01)

C09J 183/04 (2006.01)

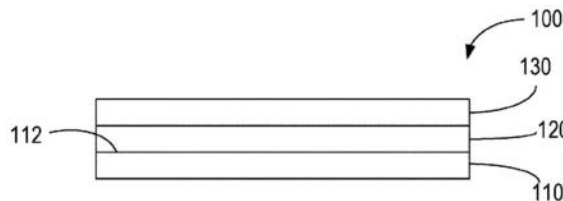
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54) 发明名称

可固化组合物、固化组合物和复合制品及其制备方法

(57) 摘要

可固化组合物包含硅氧烷化合物和原钛酸四烷基酯。该硅氧烷化合物包含m个由式-SiH(R<sup>1</sup>)O-表示的二价单元、n个由式-Si(R<sup>1</sup>)(OR<sup>2</sup>)O-表示的二价单元和p个由式-Si(R<sup>1</sup>)<sub>2</sub>O-表示的二价单元,其中每个R<sup>1</sup>独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团,每个R<sup>2</sup>独立地表示H或具有1至4个碳原子的烷基基团,m和n是大于或等于1的整数,并且p是大于或等于0的整数。还公开了至少部分固化的可固化组合物和包含其的复合制品。



1. 一种可固化组合物,所述可固化组合物包含:

(i) 硅氧烷化合物,所述硅氧烷化合物包含:

m个由式  $\left[ \begin{array}{c} R^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{H} \end{array} \right]$  表示的二价单元,

n个由式  $\left[ \begin{array}{c} R^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{OR}^2 \end{array} \right]$  表示的二价单元,和

p个由式  $\left[ \begin{array}{c} R^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ R^1 \end{array} \right]$  表示的二价单元,

其中每个 $R^1$ 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团,每个 $R^2$ 独立地表示H或具有1至4个碳原子的烷基基团,m和n是大于或等于1的整数,并且p是大于或等于0的整数;以及

(ii) 原钛酸四烷基酯。

2. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中所述硅氧烷化合物具有400克/摩尔至10000克/摩尔的分子量。

3. 根据权利要求1或2所述的可固化组合物,其中所述原钛酸四烷基酯包括钛酸四(2-乙基己基)酯。

4. 根据权利要求1至3中的任一项所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物基本上不含水。

5. 根据权利要求1至4中的任一项所述的可固化组合物,其中p为0。

6. 根据权利要求5所述的可固化组合物,其中所述硅氧烷化合物是环状的。

7. 根据权利要求1至6中的任一项所述的可固化组合物,其中比率m:n:p为1-5:1-20:0-50。

8. 根据权利要求1至7中的任一项所述的可固化组合物,其中比率m:n在1:20至20:1的范围内,包括端值在内。

9. 根据权利要求1至8中的任一项所述的可固化组合物,所述可固化组合物还包含至少一种三烷氧基硅烷。

10. 一种至少部分固化的根据权利要求1至9中的任一项所述的可固化组合物。

11. 一种复合制品,所述复合制品包括:

基底,所述基底具有主表面;以及

粘接层,所述粘接层设置在所述基底的所述主表面上,所述粘接层包含根据权利要求10所述的至少部分固化的可固化组合物。

12. 根据权利要求11所述的复合制品,所述复合制品还包含与所述粘接层接触的有机硅弹性体。

13. 根据权利要求11或12所述的复合制品,其中所述基底包括聚合物膜。

14. 根据权利要求13所述的复合制品,其中所述聚合物膜包含聚酰亚胺或聚氨酯中的

至少一种。

15. 一种制备复合制品的方法,所述方法包括:

提供基底,所述基底具有设置在其表面上的粘接层,所述粘接层包含根据权利要求10所述的至少部分固化的可固化组合物;

将可固化含硅树脂设置在所述粘接层上;以及

至少部分地固化所述可固化含硅树脂。

16. 根据权利要求15所述的方法,其中所述至少部分地固化所述可固化含硅树脂包括光固化。

## 可固化组合物、固化组合物和复合制品及其制备方法

### 背景技术

[0001] 有机硅封装剂用于保护电子设备中的各种部件免受环境损害。在许多情况下,有机硅封装剂必须良好地粘附到由聚酰亚胺或热塑性聚氨酯制成的柔性聚合物膜上。

### 发明内容

[0002] 许多有机硅封装剂不能牢固地粘合到柔性聚合物膜诸如聚酰亚胺和热塑性聚氨酯上。本公开通过提供这样的材料和方法来解决此问题,该材料和方法可用于提供粘接层以改善有机硅封装剂与聚合物膜的粘合。

[0003] 在第一方面,本公开提供了一种可固化组合物,该可固化组合物包含:

[0004] (i) 硅氧烷化合物,该硅氧烷化合物包含:

[0005] m个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{H} \end{array} \right]$  表示的二价单元,

[0006] n个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{OR}^2 \end{array} \right]$  表示的二价单元,和

[0007] p个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{R}^1 \end{array} \right]$  表示的二价单元,

[0008] 其中每个 $\text{R}^1$ 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团,每个 $\text{R}^2$ 独立地表示H或具有1至4个碳原子的烷基基团,m和n是大于或等于1的整数,并且p是大于或等于0的整数;以及

[0009] (ii) 原钛酸四烷基酯。

[0010] 在另一方面,本公开提供了一种根据本公开的至少部分固化的可固化组合物。

[0011] 在又一方面,本公开提供了一种复合制品,该复合制品包括:

[0012] 基底,该基底具有主表面;以及

[0013] 粘接层,该粘接层设置在基底的主表面上,该粘接层包含根据本公开的至少部分固化的可固化组合物。

[0014] 在又一方面,本公开提供了一种制备复合制品的方法,该方法包括:

[0015] 提供基底,该基底具有设置在其表面上的粘接层,该粘接层包含根据本公开的至少部分固化的可固化组合物;

[0016] 使可固化含硅树脂与粘接层接触;以及

[0017] 至少部分地固化该可固化含硅树脂。

[0018] 如本文所用:

[0019] 术语“硅氧烷化合物”是指具有基于交替的硅和氧原子的链的分子结构的化合物,该链具有连接到硅原子上的有机基团;并且

[0020] 术语“粘接层”是指如果设置在不同的粘附体之间,则可改善它们之间的粘附性的层。在每种情况下,粘接层可以不设置在两个粘附体之间(例如,它可以设置在单个基底上,如同底漆一样)。

[0021] 在考虑具体实施方式以及所附权利要求书时,将进一步理解本公开的特征和优点。

### 附图说明

[0022] 图1为根据本公开的示例性复合制品100的示意性侧视图。

[0023] 在说明书和附图中重复使用的参考符号旨在表示本公开的相同或类似的特征结构或元件。应当理解,本领域的技术人员可设计出落入本公开原理的范围和实质内的许多其他修改形式和实施方案。附图可不按比例绘制。

### 具体实施方式

[0024] 根据本公开的可固化组合物包含硅氧烷化合物和原钛酸四烷基酯。

[0025] 硅氧烷化合物包含:

[0026] m个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{H} \end{array} \right]$  表示的二价单元,

[0027] n个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{OR}^2 \end{array} \right]$  表示的二价单元,和

[0028] p个由式  $\left[ \begin{array}{c} \text{R}^1 \\ | \\ \text{Si}-\text{O} \\ | \\ \text{R}^1 \end{array} \right]$  表示的二价单元。

[0029] 每个R<sup>1</sup>独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团。示例包括甲基、乙基、丙基以及丁基。

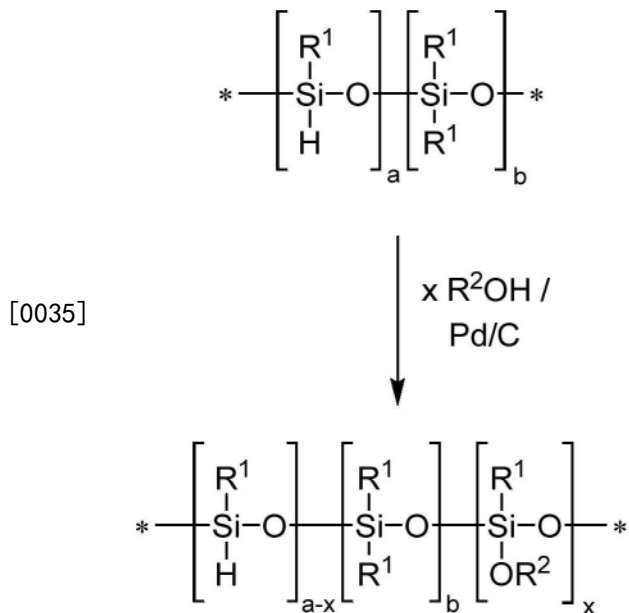
[0030] 每个R<sup>2</sup>独立地表示H或具有1至4个碳原子的烷基基团。示例包括H、甲基、乙基、丙基以及丁基。

[0031] 在一些实施方案中,每个R<sup>1</sup>和R<sup>2</sup>为甲基。在一些实施方案中,每个R<sup>1</sup>为甲基,并且每个R<sup>2</sup>为乙基。

[0032] m和n均独立地表示大于或等于1的整数(例如,≥1、≥2、≥3、≥4、≥5、≥10、≥15、≥20或≥50),并且p表示大于或等于0的整数(例如,≥0、≥1、≥2、≥3、≥4、≥5、≥10、≥15、≥20或≥50)。在一些实施方案中,相对比率m:n:p为1-5:1-20:0-50。在一些实施方案中,比率m:n(即m/n)在1:20至20:1(包括端值)的范围内,优选地在1:25至1.35(包括端值)的范围内。

[0033] 在一些实施方案中,硅氧烷化合物是线性的。在这些实施方案中,硅氧烷化合物可包含线性聚合物。在一些实施方案中,线性聚合物的数均分子量(M<sub>n</sub>)为400克/摩尔至10000克/摩尔,优选500克/摩尔至2000克/摩尔,但也可使用更高和更低的分子量。

[0034] 前述类型的硅氧烷化合物可例如通过具有 $-\text{OSiH}(\text{R}^1)\text{O}-$ 和任选地 $-\text{OSi}(\text{R}^1)_2\text{O}-$ 二价基团的有机硅上的一部分氢化物基团与链烷醇的反应来制备,这导致氢化物被相应的醇盐取代,如以下方案I中一般性说明:

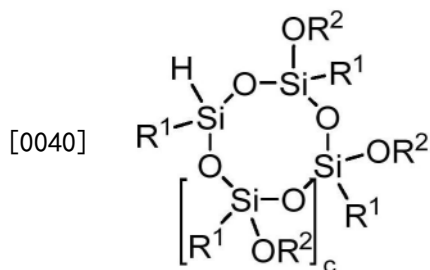


[0036] 方案I

[0037] 其中 $\text{R}^1$ 和 $\text{R}^2$ 如先前所定义, $a$ 和 $x$ 表示大于或等于1的整数,并且 $b$ 表示大于或等于0的整数。 $*$ 表示由Si、C、H和/或O原子的组合(例如分别为三甲基甲硅烷氧基和甲基)组成的附加的未指明的结构,或者两个 $*$ 合在一起可形成共价键,从而产生如下文所讨论的环状结构。

[0038] 适用于上述反应的三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢硅氧烷-二甲基硅氧烷共聚物可通过常规方法制得和/或从商业供应商处获得,诸如,例如:宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特有限公司(Gelest Inc., Morrisville, Pennsylvania)(例如产品代码:HMS-013、HMS-031、HMS-053、HMS-064、HMS-071、HMS-082、HMS-151、HMS-301\*和HMS-501);中国南京西斯博硅烷和有机硅公司(SiSiB Silanes and Silicones, Nanjing, China)(例如,商品名SISIB HF2050,等级100H75、15H75、55H55、22H55、60H36、15H36、15H100、60H120、15H43、115H41、21H20、70H18和20H11);或密歇根州米德兰的道康宁公司(Dow Corning, Midland, Michigan)(例如,商品名SYL-OFF 7678)。

[0039] 在一些实施方案中,硅氧烷化合物是环状的。示例性的此类硅氧烷化合物可由下式表示

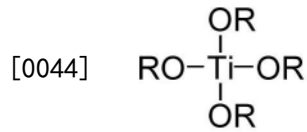


[0041] 其中 $\text{R}^1$ 和 $\text{R}^2$ 如先前所定义,并且 $c$ 为0、1或2。

[0042] 可以使用环状硅氧烷化合物的组合和线性硅氧烷化合物的组合。也可以使用环状

和线性硅氧烷化合物的组合。

[0043] 原钛酸四烷基酯是由下式表示的化合物：



[0045] 其中每个R独立地表示烷基基团。在一些优选的实施方案中,每个R独立地具有1至12个碳原子,更优选1至8个碳原子。R的示例包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、正戊基、异戊基、正己基、异己基、正庚基、正辛基、异辛基、2-乙基-1-己基、正癸基和正十二烷基。典型地,所有四个R基团是相同的,尽管这不是必需的。

[0046] 原钛酸四烷基酯可例如通过四氯化钛与烷醇的反应制得,或者它们可从商业供应商处获得,诸如密苏里州圣路易斯的西格玛奥德里奇化学公司(Sigma-Aldrich Chemical Co., Saint Louis, Missouri)或特拉华州威尔明顿市的杜邦公司(DuPont, Wilmington, Delaware)。

[0047] 原钛酸四烷基酯通过烷氧基基团的硅氢加成和相应醇的生成来催化硅氧烷化合物的交联。原钛酸四烷基酯相对于硅氧烷化合物的量可以是任何量,例如,取决于相对分子量和/或当量。在许多实施方案中,基于原钛酸四烷基酯和硅氧烷化合物的组合总重量计,原钛酸四烷基酯以5%或更少的量存在。

[0048] 在一些实施方案中,可固化组合物还包含至少一种三烷氧基硅烷,该三烷氧基硅烷优选地具有3至18个碳原子,更优选3至12个碳原子,并且更优选3至6个碳原子。示例性三烷氧基硅烷包括三甲氧基硅烷、三乙氧基硅烷、三丙氧基硅烷和三丁氧基硅烷。

[0049] 典型地,可固化组合物被配制成基本上不含水;即,不含超过非预期的偶然量的水(例如,小于0.01重量%、小于0.001重量%或甚至小于0.0001重量%的水)。

[0050] 可通过施加热能使可固化组合物至少部分地固化(例如,固化至至少不可流动状态或完全固化);例如,通过在约80°C的烘箱中加热或通过使用加热灯或加热枪。

[0051] 可将可固化组合物施加到基底上并至少部分地固化(优选地完全固化),以在与另一种材料(诸如,例如有机硅封装树脂)接触时提供粘接层。

[0052] 因此,图1描绘了复合制品100,该复合制品包括具有主表面112的基底110和设置在主表面112上的粘接层120。粘接层包含根据本公开的至少部分固化的可固化组合物。任选的有机硅弹性体130层设置在粘接层120的至少一部分上。

[0053] 示例性基底包括柔性膜(和其他柔性基底),其包含聚合物,诸如,例如聚酰亚胺、热塑性聚氨酯、聚酯、聚烯烃(例如聚乙烯和聚丙烯)、聚酰胺和丙烯酸酯;尤其是用于电子应用的那些(例如,聚酰亚胺和热塑性聚氨酯)。基底也可以是刚性的(例如,环氧树脂电路板)或柔性和刚性的组合。基底可包括无机材料诸如玻璃或陶瓷,或有机材料诸如有机聚合物或木材。

[0054] 可通过任何合适的方法将可固化组合物施加到基底上,包括例如喷涂、辊涂、喷墨印刷、丝网印刷、浸涂、刮涂、幕涂、刷涂、棒涂、槽涂和绕线棒涂。可使用任何期望的厚度。在许多实施方案中,以0.5微米至10微米的干燥和/或固化厚度施加可固化组合物。

[0055] 为了便于涂布/印刷,可固化组合物可含有任何量的有机溶剂(例如,乙酸乙酯和/或庚烷)。

[0056] 在一些实施方案中,可将可固化的含硅树脂设置在粘接层上并固化。可使用任何可固化的含有机硅树脂。示例包括RTV和可湿固化有机硅树脂。在一些优选的实施方案中,可固化的含硅树脂可通过硅氢加成反应固化,并含有有效量的硅氢加成催化剂。示例性的可硅氢加成固化的有机硅树脂包括与硅氢加成催化剂结合的含氢化物的有机硅与含乙烯基的有机硅树脂的混合物。

[0057] 硅氢加成(也被称为催化硅氢加成)描述了在不饱和键上加成Si-H键。硅氢加成反应通常由铂催化剂催化,并且通常施加热以实现反应。在该反应中,Si-H在双键上加成以形成新的C-H和Si-C键。该方法描述于例如PCT公布W0 2000/068336号(Ko等人)以及PCT公布W0 2004/111151号(Nakamura)和W0 2006/003853(Nakamura)中。

[0058] 有用的硅氢加成催化剂可包括热催化剂(其可在室温或高于室温下活化)和/或光催化剂。在这些催化剂中,由于延长的储存稳定性和易于处理性,光催化剂可以是优选的。示例性热催化剂包括铂络合物,诸如 $H_2PtCl_6$ (Speier催化剂);有机金属铂络合物,诸如,例如铂和二乙烯基二硅氧烷的配位络合物(卡斯特催化剂);和三(三苯基-膦)氯化铑(I)(威尔金森催化剂),

[0059] 有用的铂光催化剂公开于例如美国专利7,192,795号(Boardman等人)和其中引用的参考文献中。某些优选的铂光催化剂选自由下列络合物组成的组:Pt(II) $\beta$ -二酮络合物(诸如美国专利5,145,886号(Oxman等人)中公开的络合物)、( $\eta^5$ -环戊二烯基)三( $\delta$ -脂族)铂络合物(诸如美国专利4,916,169号(Boardman等人)以及美国专利4,510,094号(Drahnak)中公开的络合物)、以及C7-20-芳基取代的( $\eta^5$ -环戊二烯基)三( $\delta$ -脂族)铂络合物(诸如美国专利6,150,546号(Butts)中公开的络合物)。硅氢加成光催化剂例如根据已知方法通过暴露于光化辐射(通常是紫外光)来活化。

[0060] 硅氢加成催化剂的量可以是任何有效量。在一些实施方案中,硅氢加成催化剂的量是每一百万重量份其中存在该催化剂的总组合物约0.5重量份铂至约30重量份铂的量,但也可以使用更多和更少的量。

[0061] 可硅氢加成固化的有机硅树脂可商购获得和/或可根据已知方法制得,例如,如美国专利10,793,681号(Sweier等人)和美国专利申请公布2021/0032469号(Hayashi等人)中所述。可硅氢加成固化的有机硅树脂的商业供应商包括:日本东京的信越化学工业株式会社(Shin-Etsu Chemical Co.,Ltd.,Tokyo,Japan);密歇根州米德兰的陶氏有机硅公司(Dow Silicones,Midland,Michigan);纽约州沃特福德的迈图高新材料公司(Momentive Performance Materials,Waterford,New York);密苏里州阿德里安的瓦克化学公司(Wacker Chemicals,Adrian,Missouri)和宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特有限公司(Gelest,Inc,Morrisville,Pennsylvania)。

[0062] 通过以下非限制性实施例,进一步示出了本公开的目的和优点,但在这些实施例中引用的具体材料及其量以及其他条件和细节不应视为对本公开的不当限制。

[0063] 实施例

[0064] 除非另有说明,否则实施例中的所有份数、百分比、比率等均按重量计。除非另外指明,否则用于实施例中的所有试剂均获自或购自一般化学品供应商,诸如例如密苏里州圣路易斯的西格玛-奥德里奇有限公司(Sigma-Aldrich,Inc.,Saint Louis,Missouri),或者可通过常规方法合成。



[0065] 实施例中所使用的材料在下表1中进行报告。

[0066] 表1

缩写	说明
DMS-V46	DMS-V46 乙烯基封端的 PDMS, 粘度=60,000cSt (0.06m <sup>2</sup> /s), 得自宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特有限公司
DMS-S45	DMS-S45 硅烷醇封端的聚二甲基硅氧烷, 粘度=50,000cSt (0.05m <sup>2</sup> /s), 得自盖勒斯特有限公司。
SYL-OFF 7678	SYL-OFF 7678 硅烷交联剂, 100 重量%固体, 得自密歇根州米德兰的道康宁公司
SYL-OFF 7048	SYL-OFF 7048 硅烷交联剂, 100 重量%固体, 得自道康宁公司
Pd/C	负载在活性炭上的 5.0 重量%钯得自西格玛-奥德里奇有限公司
[0067] 钛络合物-1	2-乙基己醇钛(IV), 称为钛酸四辛酯或原钛酸四(2-乙基己基)酯的 Ti(IV) 络合物, 得自盖勒斯特有限公司
钛络合物-2	丁醇钛(IV), 或者称为原钛酸四丁酯, 购自西格玛-奥德里奇有限公司
Pt 催化剂-1	三甲基(甲基环戊二烯基)铂(IV), 得自西格玛-奥德里奇有限公司
卡斯特催化剂	铂(0)-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的二甲苯溶液 (2.0 重量%), 得自西格玛-奥德里奇有限公司
TES	三乙氧基硅烷, 购自西格玛-奥德里奇有限公司
TMS	三甲氧基硅烷, 得自西格玛-奥德里奇有限公司
VQM-146	VQM-146, 乙烯基 Q 树脂分散体, 得自盖勒斯特有限公司
HQM-105	HQM-105 氢化物 Q-树脂, 得自盖勒斯特有限公司
[0068] PI 膜	聚酰亚胺膜 (厚度: 0.025mm), 得自西格玛-奥德里奇有限公司
TPU 膜	热塑性聚氨酯膜

[0069] 制备环状聚(乙氧基甲基-共-甲基氢)硅氧烷(聚合物1)

[0070] 将SYL-OFF 7048(10g,166.7mmol的SiH)与乙醇(3.8g,82.6mmol)在100mL圆底烧瓶中混合,随后在室温和氮气下添加Pd/C(0.008g)。Pd/C的添加导致氢气的快速释放,表明乙氧基基团的取代。在室温下搅拌4至5小时后,通过对反应混合物的傅里叶变换红外(FT-IR)光谱(Si-H在~2160cm<sup>-1</sup>处还原)分析确认反应完成。为了分离产物,使用1.0微米玻璃过滤器滤出Pd/C,然后使用真空蒸发任何未反应的/残留的乙醇。

[0071] 制备环状聚(甲氧基甲基)-共-聚(甲基氢)硅氧烷(聚合物2)

[0072] 将SYL-OFF 7048(10g,166.7mmol的SiH)与甲醇(2.5g,54.3mmol)在100mL圆底烧瓶中混合,随后在室温和氮气下添加Pd/C(0.008g)。Pd/C的添加导致氢气的快速释放,表明甲氧基基团的取代。在室温下搅拌4至5小时后,通过对反应混合物的FT-IR光谱(Si-H在~2160cm<sup>-1</sup>处还原)分析确认反应完成。为了分离产物,使用1.0微米玻璃过滤器滤出Pd/炭,然后使用真空蒸发任何未反应的/残留的甲醇。

[0073] 制备线性聚(乙氧基甲基)-共-聚(二甲基)-共-聚(甲基氢)硅氧烷(聚合物3)

[0074] 将SYL-OFF 7678(10g,116.9mmol的SiH)与乙醇(1.0g,21mmol)在100mL圆底烧瓶中混合,随后在室温和氮气下添加Pd/C(0.008g)。Pd/C的添加导致氢气的快速释放,表明乙氧基基团的取代。在室温下搅拌4至5小时后,通过对反应混合物的FT-IR光谱(Si-H在~2160cm<sup>-1</sup>处还原)分析确认反应完成。为了分离产物,使用1.0微米玻璃过滤器滤出Pd/C,然后使用真空蒸发任何未反应的/残留的乙醇。

[0075] 制备线性聚(甲氧基甲基)-共-聚(二甲基)-共-聚(甲基氢)硅氧烷(聚合物4)

[0076] 将SYL-OFF 7678(10g,116.9mmol的SiH)与甲醇(0.8g,25mmol)在100mL圆底烧瓶中混合,随后在室温和氮气下添加Pd/C(0.008g)。Pd/C的添加导致氢气的快速释放,表明甲

氧基基团的取代。在室温下搅拌4至5小时后,通过对反应混合物的FT-IR光谱(Si-H在 $\sim 2160\text{cm}^{-1}$ 处还原)分析确认反应完成。为了分离产物,使用1.0微米玻璃过滤器滤出Pd/C,然后使用真空蒸发任何未反应的/残留的甲醇。

[0077] 实施例EX1-EX18和比较例CE1-CE3

[0078] 通过在100克庚烷/乙酸乙酯混合物(重量比70:30)中混合下表2中列出的材料来制备可固化组合物。

[0079]

表 2

实施例	量 (克)								
	Ti(IV)络合物-1	Ti(IV)络合物-2	聚合物 1	聚合物 2	聚合物 3	聚合物 4	TES	TMS	HQM-105
EX1	5.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX2	5.0	0.0	2.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX3	5.0	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX4	5.0	0.0	0.0	2.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX5	5.0	0.0	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX6	5.0	0.0	0.0	0.0	2.5	0.0	0.0	0.0	0.0
EX7	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0
EX8	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	2.5	0.0	0.0	0.0
EX9	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0
EX10	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	5.0	0.0
EX11	2.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX12	2.0	0.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX13	2.0	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0
EX14	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0
EX15	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	0.0
EX16	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0
EX17	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	2.0
EX18	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	5.0
CE1	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CE2	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CE3	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0	0.0	5.0	0.0	0.0
CE4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

[0080] 在基底上涂覆粘接层

[0081] 使用来自纽约韦伯斯特的R D Specialties公司(R D Specialties, Webster, New

York)的3号绕线棒将表2中的可固化组合物涂覆到PI或TPU膜样本上(标称湿厚度0.05mm),随后在80℃的烘箱中加热15至60秒以除去溶剂并固化可固化组合物。

[0082] 有机硅封装剂、涂覆和固化

[0083] 制备UV固化有机硅:将DMS-V46(100g)或DMS-S45(100g)、SYL-OFF 7678(1.0g)在250.0克不透明塑料瓶中混合。然后,添加百万分之50(ppm)的Pt催化剂-1混合物。将Pt催化剂-1混合物制备为甲苯中的2重量%Pt催化剂。为了测试有机硅弹性体在基底膜上的粘附性,使用刮涂机将有机硅材料涂覆在膜上。为了比较固化的持续时间,所有涂覆的有机硅材料保持在0.025厘米的厚度。在装配有两个15瓦350nm黑色UV灯的台式UV固化系统下进行膜的固化。在固化期间,灯保持在样品上方2.0英寸的高度处。

[0084] 制备热固化的有机硅:将VQM-146(100g)、SYL-OFF 7678(5.0g)和马来酸二烯丙酯(相对于VQM为50ppm)在250.0g塑料瓶中混合。然后,添加50ppm的卡斯特催化剂。测试有机硅弹性体在基底膜上的粘附性。使用刮涂机将有机硅制剂涂覆在基底膜(例如聚酰亚胺)上。为了比较固化的持续时间,所有涂覆的有机硅材料保持在0.025厘米的厚度。膜的固化在台式烘箱中在120℃/1至2分钟下进行。

[0085] 测量固化的有机硅弹性体与基底膜之间的粘附性

[0086] 通过从基底膜手动剥离固化的有机硅弹性体并记录有机硅弹性体/封装剂的粘附或内聚失效来测量有机硅弹性体/封装剂之间的粘附性。粘附失效表现为容易且干净地剥离封装剂而没有任何剩余的残余物;内聚失效通过剥离时封装剂的撕裂或通过残留在膜上的封装剂的存在来测量。粘附性结果汇总在表3(与PI膜的粘附性)和表4(与TPU膜的粘附性)中。

[0087] 表3

[0088]

实施例	UV 固化的有机硅		热固化的有机硅	
	粘合剂失效	内聚失效	粘合剂失效	内聚失效
EX1	否	是	否	是
EX2	否	是	否	是
EX3	否	是	否	是
EX4	否	是	否	是
EX5	否	是	否	是
EX6	否	是	否	是
EX7	否	是	否	是
EX8	否	是	否	是
EX9	否	是	否	是
EX10	否	是	否	是
EX11	否	是	否	是
EX12	否	是	否	是
EX13	否	是	否	是
EX14	否	是	否	是
EX15	否	是	否	是
EX16	否	是	否	是
EX17	否	是	否	是
EX18	否	是	否	是
CE1	是	否	是	否
CE2	是	否	是	否
CE3	是	否	是	否
CE4	是	否	是	否

[0089] 表4

[0090]

实施例	UV 固化的有机硅		热固化的有机硅	
	粘合剂失效	内聚失效	粘合剂失效	内聚失效
EX1	否	是	否	是
EX2	否	是	否	是
EX3	否	是	否	是
EX4	否	是	否	是
EX5	否	是	否	是
EX6	否	是	否	是
EX7	否	是	否	是
EX8	否	是	否	是
EX9	否	是	否	是
EX10	否	是	否	是
EX11	否	是	否	是
EX12	否	是	否	是
EX13	否	是	否	是
EX14	否	是	否	是
EX15	否	是	否	是
EX16	否	是	否	是
EX17	否	是	否	是

[0091]	EX18	否	是	否	是
	CE1	是	否	是	否
	CE2	是	否	是	否
	CE3	是	否	是	否
	CE4	是	否	是	否

[0092] 为了使本领域的普通技术人员能够实践受权利要求书保护的本公开而给出的前述说明不应理解为是对本公开范围的限制,本公开的范围由权利要求书及其所有等同形式限定。

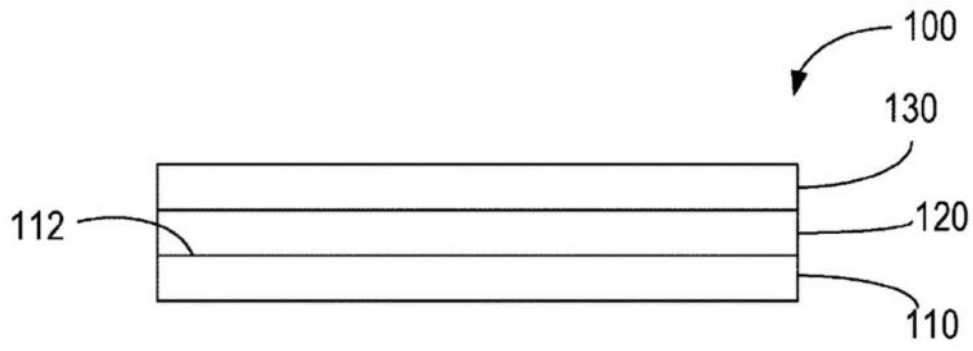


图1