

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

包封膜

Encapsulation film

【技術領域】

[0001] 本發明係關於包封膜，其可靠性評估方法，及包含彼之有機電子裝置，及使用彼製造有機電子裝置之方法。

【先前技術】

[0002] 有機電子裝置(OED)係包括使用電洞和電子產生電荷的交流電之有機材料層的裝置，且其例子可包括光伏打裝置、整流器、發射器、或有機發光二極體(OLED)等。

[0003] 相較於現有的光源，以上的有機電子裝置中，有機發光二極體(OLED)的能量消耗較低且回應速率較快，且有利於顯示裝置或照明設備的薄化。此外，OLED亦具有空間利用性並因此而被預期施用於涵蓋各種可攜式裝置、螢幕、筆記型電腦、和TV的各種領域。

[0004] OLED的商品化和應用之擴展，最關鍵的問題是耐久性問題。OLED中所含的有機材料和金屬電極等極易被外在因素(例如濕氣)所氧化。為了解決以上問

題，將用於阻斷濕氣的包封膜施用至有機電子裝置。

[0005] 但是，在用於阻斷濕氣的包封膜施用至有機電子裝置之前，必須先核實性能，但在包封膜已整合金屬層的情況中，有著性能核實困難的問題。

【發明內容】

所欲解決技術問題

[0006] 本申請案提出在將用於阻斷自外部引入的濕氣或氧進入有機電子裝置之包封膜施用於有機電子裝置之前，能夠預測包封膜之可靠性的可靠性評估方法，及在濕氣阻斷性能方面具有極佳可靠性的包封膜。

解決問題之技術手段

[0007] 本發明係關於包封膜和該包封膜的可靠性評估方法。該包封膜可施用於封裝或包封有機電子裝置，例如，OLED。此說明書中，“可靠性”是指關於包封膜之濕氣阻斷性能的可靠性。

[0008] 此說明書中，“有機電子裝置”是指具有包含使用介於彼此面對的電極對之間的電洞和電子產生電荷的交流電之有機材料層之結構的物件或裝置，其例子可包括，但不限於，光伏打裝置、整流器、發射器和有機發光二極體（OLED）等。本發明的一個例子中，該有機電子裝置係 OLED。

[0009] 例示的包封膜可包含金屬層和形成於該金屬

層上的包封層。該包封層可包含濕氣吸附劑。一個例子中，該包封膜的可靠性評估方法包含根據以下等式 1，該包封膜於 550nm 波長之對於包封層之鏡面反射率 R 為 6.5 或更低。即，可由本申請案之評估方法定出鏡面反射率 R 在 6.5 或更低的範圍內之包封膜具有極佳的可靠性。鏡面反射率之測定可藉由以具有 550nm 波長的光照射在形成於金屬層上的包封層的方式進行，此例如圖 3 中所示者。一個例子中，該包封膜具有根據以下等式 1，於 550nm 波長之鏡面反射率 R 為 6.5 或更低的區域。

(等式 1)

$$R = SCI - SCE$$

以上的等式 1 中，SCI 是包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率（包括鏡面向量，Specular Component Included, SCI），而 SCE 是排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率（排除鏡面向量，Specular Component Excluded, SCE）。明確言之，SCI 是指總反射率，而 SCE 是指藉散射造成的不規則反射率。反射率可藉此技術已知的方法測定，且例如，可以使用得自 Konika Minolta 的 CM2006d 測定（測定條件：M/I+E、M/SCI、M/SCE、S/I+E、S/SCI 和 S/SCE 的任一組值，UV 0% 至 100% 的任一組值，D65、D50、C、A、F2、F6、F7、F8、F10、F11 和 F12 的任一光源，10°或 2°的觀察視野）。

[0010] 藉由將該包封膜的鏡面反射率控制於 6.5 或更低，6.3 或更低，6.0 或更低，或 5.9 或更低，本申請案可

提供高度可靠的膜作為濕氣阻擋膜。通常，含於膜中的濕氣吸附劑可降低因為與滲入膜內的濕氣之水合反應產生水合物而產生的散射，並因此可降低能夠與濕氣反應之有效的濕氣吸附劑聚集體的尺寸。此外，藉由因水合反應而造成之濕氣吸附劑的折射率變化，可達到與樹脂相符的折射率（即，折射率以類似的方式收斂）以降低折射率。因此，根據散射是否存在，僅藉濁度測定可測定該膜的可靠性。但是，當包封層和金屬層例如本發明之整合時，因為該金屬層，所以難根據透光性的存在與否，僅簡單地藉由測定濁度來核實可靠性。因此，本申請案藉由提供該金屬層和包封層整體來達到程序的便利性，並同時藉由例如等式 1 中測定鏡面反射率而提供可靠度高的膜。

[0011] 在本申請案之具體實施例中，以下描述之本發明之包封樹脂的折射率在 1.3 至 1.6 的範圍內。該濕氣吸附劑的折射率是在 1.6 至 2.5 的範圍內。該包封樹脂的折射率低於該濕氣吸附劑的折射率。該折射率可使用 Abbe 折射計測定。

[0012] 一個例子中，該包封膜之可靠性評估方法包含根據等式 2，該包封膜的鏡面反射率 r 低為 0.5 或更低，0.3 或更低，0.151 或更低，0.150 或更低，或 0.147 或更低。藉本申請案之可靠性評估方法可定出，鏡面反射率在以上述範圍內的該包封膜具有極佳的濕氣阻斷性能。

（等式 2）

$$r = (SCI - SCE) / SCI$$

[0013] 以上的等式 2 中，SCI 是包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率，而 SCE 是排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率。此處，鏡面反射率的比是指鏡面反射率對總反射率的比。鏡面反射率的比為 0.5 或更低之包封膜係濕氣吸附劑的功能耗損較低者。在該包封膜的情況中，存在於該包封膜中的濕氣吸附劑的功能會因為在施用至有機電子裝置之前，在分佈和儲存期間內，吸收空氣中的濕氣而耗損。本申請案提出一種此種功能耗損最小化的膜。在一個例子中，該包封層的厚度在 15 μm 至 70 μm 的範圍內。本申請案可藉由將該包封層的厚度控制於 15 μm 或更高而改良塗覆性，及藉由將厚度控制於 70 μm 或更低以縮短乾燥時間而改良加工性。此外，該金屬層的厚度在 20 μm 至 150 μm 的範圍內。本申請案可藉由將該金屬層的厚度控制於 20 μm 或更高而改良濕氣阻擋性，並藉由將厚度控制於 150 μm 或更低而改良切割加工性。

[0014] 在本申請案的具體實施例中，該金屬層可為薄金屬箔片或澱積有金屬的聚合物基底層。可以無限制地使用具有導熱性和濕氣阻擋性的材料作為該金屬層。該金屬層包含金屬、金屬氧化物、金屬氮化物、金屬碳化物、金屬氧氮化物、金屬氧硼化物、和其組合中之任一者。例如，該金屬層可包含其中一或多種金屬元素或非金屬元素加至一金屬中之合金，且可包含，例如，鐵-鎳合金或不銹鋼（SUS）。此外，在一個例子中，該金屬層包含銅、

鋁、鎳、氧化矽、氧化鋁、氧化鈦、氧化銦、氧化錫、氧化銦錫、氧化鉭、氧化鋯、氧化鋮、和其組合。該金屬層可藉電解、滾軋、熱蒸發、電子束蒸發、濺鍍、反應性濺鍍、化學蒸鍍、電漿化學蒸鍍或電子迴旋加速器共振電漿源化學蒸鍍的方式澱積。本發明的一個例子中，該金屬層可藉反應性濺鍍而澱積。

[0015] 較佳地，該金屬層的導熱度為 50 W/mK 或更高，60 W/mK 或更高，70 W/mK 或更高，80 W/mK 或更高，90 W/mK 或更高，100 W/mK 或更高，110 W/mK 或更高，120 W/mK 或更高，130 W/mK 或更高，140 W/mK 或更高，150 W/mK 或更高，200 W/mK 或更高，或 250 W/mK 或更高。藉由具有此高導熱度，在該金屬層黏合程序期間內，在黏合界面處生成的熱可更迅速地釋出。此外，因為高導熱性，所以在有機電子裝置的操作中累積的熱會迅速釋放至外部，藉此而使得該有機電子裝置本身維持於較低溫度，且可減少破裂和缺陷的發生。

[0016] 文中所用“導熱性”為材料藉傳導而轉移熱的能力之程度，其表示單位是 W/mK。此單位是材料於相同溫度和距離的熱傳導程度，且是指相對於距離的單位 (meter) 和溫度的單位 (kelvin) 之熱的單位 (watt)。

[0017] 在一個例子中，在根據 ASTM E1164-12E1 測得之含括鏡面向量 (SCI) 測定中，該金屬層的反射率可為 50%至 80%，53%至 77%，或 55%至 75%。此外，在根據 ASTM E1164-12E1 測得之排除鏡面向量 (SCE) 測定

中，該金屬層的反射率可為 5%至 35%，8%至 33%，或 10%至 30%。此處，待測定的該金屬層的反射率可為沒有該包封層存在之該金屬層表面的反射率。藉由將該金屬層的反射率控制在上述範圍內，經由根據上述等式 1 之膜的鏡面反射率，本申請案可評估和提供可靠度高的膜。

[0018] 在本申請案的具體實施例中，該包封層可包含壓敏性黏著組成物或黏著組成物，且在一個例子中，該包封層可包含包封樹脂。在一個例子中，該包封層可為單層或二或更多層的多層結構。當二或更多層構成該包封層時，該包封層中的各層之組成可相同或相異。在一個例子中，該包封層可為壓敏性黏著層或黏著層。

[0019] 該包封層可包含包封樹脂。在一個例子中，該包封層包含苯乙烯樹脂或彈性體、聚烯烴樹脂或彈性體、其他彈性體、聚氧伸烷基樹脂或彈性體、聚酯樹脂或彈性體、聚氯乙烯樹脂或彈性體、聚碳酸酯樹脂或彈性體、聚苯硫醚樹脂或彈性體、烴的混合物、聚醯胺樹脂或彈性體、丙烯酸酯樹脂或彈性體、環氧樹脂或彈性體、聚矽氧樹脂或彈性體、氟樹脂或彈性體或其混合物等。

[0020] 此處，苯乙烯樹脂或彈性體可為，例如，苯乙烯-乙炔-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物 (SEBS)、苯乙烯-異戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物 (SIS)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物 (ABS)、丙烯腈-苯乙烯-丙烯酸酯嵌段共聚物 (ASA)、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物 (SBS)、苯乙烯均聚物或其混合物。烯烴樹脂或彈性體

可為，例如，高密度聚乙烯樹脂或彈性體、低密度聚乙烯樹脂或彈性體、聚丙烯樹脂或彈性體或其混合物等。該彈性體可為，例如，酯熱塑性彈性體、烯烴彈性體、聚矽氧彈性體、丙烯酸系彈性體或其混合物等。特別地，烯烴熱塑性彈性體可為，例如，聚丁二烯樹脂或彈性體或聚異丁烯樹脂或彈性體。聚氧伸烷基樹脂或彈性體可為，例如，聚氧伸甲基樹脂或彈性體、聚氧伸乙基樹脂或彈性體或其混合物等。聚酯樹脂或彈性體可為，例如，聚伸乙基對酞酸酯樹脂或彈性體、聚伸丁基對酞酸酯樹脂或彈性體或其混合物等。聚氯乙烯樹脂或彈性體可為，例如，聚偏二氯乙烯等。烴的混合物可為，例如，三十六烷或烷烴等。聚醯胺樹脂或彈性體可為，例如，尼龍等。丙烯酸酯樹脂或彈性體可為，例如，聚（甲基）丙烯酸丁酯等。環氧基樹脂或彈性體可為，例如，雙酚型（例如雙酚 A 型、雙酚 F 型、雙酚 S 型）和其氫化產物；清漆型，例如酚清漆型或甲酚清漆型；含氮的環型，例如三環氧丙基三聚異氰酸酯型或乙內醯胺型；脂族環型；脂族型；芳族型，例如萘型或聯苯型；環氧丙基型，例如環氧丙醚型、環氧丙胺型、或環氧丙酯型；二環型，例如二環戊二烯型；酯型；醚酯型；或彼等之混合物等。聚矽氧樹脂或彈性體可為，例如，聚二甲基矽氧烷等。此外，氟樹脂或彈性體可為聚三氟乙烯樹脂或彈性體、聚四氟乙烯樹脂或彈性體、聚氯三氟乙烯樹脂或彈性體、聚六氟丙烯樹脂或彈性體、聚偏二氟乙烯、聚氟乙烯、聚伸乙基伸丙基氟化物、或其混合物

等。

[0021] 上列樹脂或彈性體亦可以下列方式使用：例如，經順丁烯二酸酐等接枝、與其他樹脂或彈性體經由用於製造樹脂或彈性體之單體共聚、及藉由以其他化合物改質使用。以上的其他化合物的例子包括羧基終端的丁二烯-丙烯腈共聚物等。

[0022] 在一個例子中，在作為包封樹脂的上述類型中，該包封層包含，但不限於，烯烴彈性體、聚矽氧彈性體或丙烯酸系彈性體等。

[0023] 在本申請案的一個具體實施例中，該包封樹脂係烯烴樹脂。在一個例子中，該烯烴樹脂可為均聚物、或二烯和包含一個碳-碳雙鍵的烯烴化合物之共聚物。此處，該烯烴化合物包括異丁烯、丙烯或乙烯等，且該二烯可為能夠與該烯烴化合物聚合的單體，且例如，包括 1-丁烯、2-丁烯、異戊二烯或丁二烯。即，可以使用，例如，異丁烯單體的均聚物；藉由使異丁烯單體和其它可聚合的單體共聚而製得的共聚物；或彼等之混合物作為本申請案之包封樹脂。在一個例子中，包含一個碳-碳雙鍵的烯烴化合物和二烯之共聚物可為丁基橡膠。藉由使用以上的特定樹脂，可滿足本發明欲實現的濕氣阻斷性。此外，因為現有的異丁烯聚合物的濕氣穿透性低且耐熱性低，所以，本申請案可藉由在該包封層中實現特定的交聯結構，以改良耐濕氣性和耐熱性。

[0024] 在該包封層中，該樹脂或彈性體組份具有可

使得該壓敏性黏著劑組成物可製成膜形狀之重量平均分子量 (Mw)。例如，該樹脂或彈性體的重量平均分子量是約 90,000 至 2,000,000，100,000 至 1,500,000，或 100,000 至 1,000,000 等。文中的“重量平均分子量”是藉 GPC (凝膠穿透層析法) 測得之相對於聚苯乙烯標準品的轉換值。但是，該樹脂或彈性體組份不一定得具有上述重量平均分子量。例如，在該樹脂或彈性體組份的分子量不足以形成膜的情況中，可將另外的黏合劑樹脂混入該壓敏性黏著劑組成物中。

[0025] 另一具體實施例中，根據本申請案之包封樹脂可為可固化的樹脂。未特別限制可用於本申請案之可固化的樹脂的特定類型，且例如，可以使用此領域中已知之各種熱固化或光可固化的樹脂。“熱固化樹脂”是指可經由適當的施熱或老化程序加以固化的樹脂，而“光可固化的樹脂”是指可藉電磁波照射加以固化的樹脂。此外，可固化的樹脂亦可為包括熱固化和光可固化特徵二者之雙重可固化的樹脂。

[0026] 未特別限制本申請案中之可固化的樹脂的特定種類，只要其具有上述特徵即可。例如，在固化之後展現黏著性的樹脂可包括含括一或多個熱可固化的官能基 (例如，環氧丙基、異氰酸酯基、羥基、羧基或醯胺基) 的樹脂，或含括一或多個能夠藉電磁波照射而固化之官能基 (例如，環氧基、環狀醚基、硫醚基、縮醛基或內酯基) 的樹脂。上述樹脂的特定種類包括丙烯酸系樹脂、聚

酯樹脂、異氰酸酯樹脂或環氧樹脂等，但不在其限。

[0027] 本申請案中，可以使用芳族或脂族；或直鏈或支鏈環氧樹脂作為可固化的樹脂。本申請案之具體實施例中，可以使用環氧基當量為 180 g/eq 至 1,000 g/eq 之含有二或更多個官能基的環氧樹脂。藉由使用環氧基當量在上述範圍內的環氧樹脂，可以有效地維持固化產物的特徵，例如黏著性能和玻璃轉變溫度。此環氧樹脂的例子包括甲酚清漆環氧樹脂、雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 A 型清漆環氧樹脂、酚清漆環氧樹脂、四官能性環氧樹脂、聯苯型環氧樹脂、三酚甲烷型環氧樹脂、經烷基改質的三酚甲烷環氧樹脂、萘型環氧樹脂、二環戊二烯型環氧樹脂或經二環戊二烯改質的酚型環氧樹脂中之一者或其中的二或更多者之混合物。

[0028] 本申請案中，可以使用分子結構中包含環狀結構的環氧樹脂及包含芳基（例如，苯基）的環氧樹脂作為可固化的樹脂。環氧樹脂包含芳基時，固化產物具有極佳的熱和化學安定性且同時展現低的濕氣吸收量，藉此改良有機電子裝置的包封結構的可靠性。可用於本申請案之含有芳基的環氧樹脂的特定例子可為，聯苯型環氧樹脂、二環戊二烯型環氧樹脂、萘型環氧樹脂、經二環戊二烯改質的酚型環氧樹脂、以甲酚為基礎的環氧樹脂、以雙酚為基礎的環氧樹脂、以二甲苯為基礎的環氧樹脂、多官能性環氧樹脂、酚清漆環氧樹脂、三酚甲烷型環氧樹脂、和經烷基改質的三酚甲烷環氧樹脂中之一者或二或更多者之混

合物，但不在其限。

[0029] 本申請案中，亦可使用經矽烷改質的環氧樹脂或經矽烷改質之具有芳基的環氧樹脂作為環氧樹脂。使用經矽烷改質並因此而結構上具有矽烷基的環氧樹脂時，對於有機電子裝置的玻璃基板或基板無機材料的黏著性可被最大化，並改良濕氣阻擋性或耐久性和可靠性。未特別限制可用於本申請案之例如上的環氧樹脂的特定種類，且容易自販售場所（例如，Kukdo Chemical, Co., Ltd.）得到此樹脂。

[0030] 此外，本申請案之包封層可包含與包封樹脂的相容性高且可與包封樹脂形成特定交聯結構之活性能量射線可聚合的化合物。

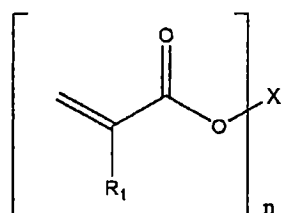
[0031] 例如，本申請案之包封層包括能夠藉由以活性能量射線照射而與包封樹脂聚合之多官能性活性能量射線可聚合的化合物。該活性能量射線可聚合的化合物是指具有二或更多個能夠藉由以活性能量射線照射而參與聚合反應的官能基（例如，包括乙烯系不飽和雙鍵的官能基（例如丙烯醯基或甲基丙烯醯基）、或例如環氧基或環氧丁烷基的官能基）之化合物。

[0032] 可以使用，例如，多官能性丙烯酸酯（MFA）作為該多官能性活性能量射線可聚合的化合物。

[0033] 此外，該能夠藉由以活性能量射線照射而聚合之多官能性活性能量射線可聚合的化合物符合以下的式 1。該活性能量射線可聚合的化合物之含量為 5 至 30 重量

份，5 至 25 重量份，8 至 20 重量份，10 至 18 重量份，或 12 至 18 重量份，此係基於 100 重量份的包封樹脂。

[式 1]



[0034] 以上式 1 中， R_1 是氫或具 1 至 4 個碳原子的烷基， n 是 2 或更大的整數， X 代表自具 3 至 30 個碳原子的直鏈、支鏈或環狀烷基衍生的殘基。此處，當 X 是自環狀烷基衍生的殘基時， X 可為，例如，自具 3 至 30 個碳原子，6 至 28 個碳原子，8 至 22 個碳原子，或 12 至 20 個碳原子的環狀烷基衍生的殘基。此外，當 X 是自直鏈烷基衍生的殘基時， X 可為自具有 3 至 30 個碳原子，6 至 25 個碳原子，或 8 至 20 個碳原子的直鏈烷基衍生的殘基。此外，當 X 是自支鏈烷基衍生的殘基時， X 可為自具有 3 至 30 個碳原子，5 至 25 個碳原子，或 6 至 20 個碳原子的支鏈烷基衍生的殘基。

[0035] 此說明書中，“自烷基衍生的殘基”是指某些化合物的烷基殘基。在一個例子中，當以上式 1 中的 n 是 2 時， X 可為伸烷基。此外，當 n 是 3 或更大時，藉由消除烷基中的二或更多個氫原子， X 可鍵結至式 1 的（甲基）丙烯醯基， n 可為 2 至 20。

[0036] 除非特別指定，否則文中的“烷基”是具 1 至 30 個碳原子，1 至 25 個碳原子，1 至 20 個碳原子，1 至

16 個碳原子，1 至 12 個碳原子，1 至 8 個碳原子，或 1 至 4 個碳原子的烷基。該烷基可具有直鏈、支鏈或環狀結構且可任意地經一或多個取代基取代。

[0037] 除非特別指定，文中的“伸烷基”是具 2 至 30 個碳原子，2 至 25 個碳原子，2 至 20 個碳原子，2 至 16 個碳原子，2 至 12 個碳原子，2 至 10 個碳原子，或 2 至 8 個碳原子的伸烷基。該伸烷基可具有直鏈、支鏈或環狀結構且可任意地經一或多個取代基取代。

[0038] 除非特別指定，否則文中的“烷氧基”是具 1 至 20 個碳原子，1 至 16 個碳原子，1 至 12 個碳原子，1 至 8 個碳原子或 1 至 4 個碳原子的烷氧基。此烷氧基可為直鏈、支鏈或環狀。此外，該烷氧基可任意地經一或多個取代基取代。

[0039] 可以無限制地使用該可藉活性能量射線照射而聚合之多官能性活性能量射線可聚合的化合物，只要其符合式 1 即可。例如，該化合物包括 1,4-丁二醇二（甲基）丙烯酸酯、1,3-丁二醇二（甲基）丙烯酸酯、1,6-己二醇二（甲基）丙烯酸酯、1,8-辛二醇二（甲基）丙烯酸酯、1,12-十二烷二醇二（甲基）丙烯酸酯、新戊二醇二（甲基）丙烯酸酯、二環戊基二（甲基）丙烯酸酯、環己烷-1,4-二醇二（甲基）丙烯酸酯、三環癸烷二甲醇（甲基）丙烯酸酯、二羥甲基二環戊烷二（甲基）丙烯酸酯、經新戊二醇改質的三羥甲基丙烷二（甲基）丙烯酸酯、金剛烷二（甲基）丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三（甲基）丙烯

酸酯、或其混合物。

[0040] 作為該多官能性活性能量射線可聚合的化合物，例如，可使用分子量低於 1,000 並包含二或更多個官能基的化合物。此情況中，分子量是指重量平均分子量或傳統分子量。該多官能性活性能量射線可聚合的化合物中所含括的環結構可為碳環結構或雜環結構；或單環結構或多環結構中之任一者。

[0041] 在本申請案的具體實施例中，該包封層可另外包含單官能性丙烯酸酯。該單官能性丙烯酸酯可包括，例如，丙烯酸正辛酯、丙烯酸異辛酯、丙烯酸異壬酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酸硬脂酯、丙烯酸異硬脂酯、丙烯酸異癸酯、丙烯酸 2-(2-乙氧基乙氧基)乙酯、甲氧基乙二醇丙烯酸酯、或甲氧基聚乙二醇丙烯酸酯。

[0042] 在本申請案之具體實施例中，該包封層可以另外包含自由基引發劑。該自由基引發劑可為光引發劑或熱引發劑。可以考慮固化速率和黃化可能性等，適當地選擇光引發劑的特定種類。例如，可以使用以苯偶姻為基礎、以羥基酮為基礎、以胺基酮為基礎或以氧化膦為基礎的光引發劑等，且特定言之，可使用苯偶姻、苯偶姻甲醚、苯偶姻乙醚、苯偶姻異丙醚、苯偶姻正丁醚、苯偶姻異丁醚、苯乙酮、二甲胺基苯乙酮、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮、2,2-二乙氧基-2-苯基苯乙酮、2-羥基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮、1-羥基環己基苯基酮、2-甲基-1-[4-(甲巰基)苯基]-2-嗎啉-丙-1-酮、4-(2-羥基乙氧基)苯基-2-

(羥基 -2-丙基) 酮、二苯基酮、對-苯基二苯基酮、4,4'-二乙胺基二苯基酮、二氯二苯基酮、2-甲基蒽醌、2-乙基蒽醌、2-三級丁基蒽醌、2-胺基蒽醌、2-甲基噻噸酮、2-乙基噻噸酮、2-氯噻噸酮、2,4-二甲基噻噸酮、2,4-二乙基噻噸酮、苄基二甲縮酮、乙醯苯二甲縮酮、對-二甲胺基苯甲酸酯、寡聚[2-羥基-2-甲基-1-[4-(1-甲基乙烯基)苯基]丙酮]和 2,4,6-三甲基苄醯基-二苯基-氧化磷等。

[0043] 該自由基引發劑的含量比例為 0.2 至 20 重量份，0.5 至 18 重量份，1 至 15 重量份，或 2 至 13 重量份，此係基於 100 重量份該活性能量射線可聚合的化合物。結果，有效地誘發活性能量射線可聚合的化合物之反應，且亦可防止該壓敏性黏著組成物的物理性質因為固化之後殘留的組份而受損。

[0044] 在本申請案的具體實施例中，包封膜的包封層可以另外包含固化劑，此取決於該包封樹脂的種類。例如，可以另外包含能夠藉由與上述包封樹脂反應而形成交聯結構的固化劑之類。

[0045] 取決於該包封樹脂的類型或該樹脂中含括的官能基，適當地選擇和使用固化劑的種類。

[0046] 在一個例子中，當該包封樹脂是環氧樹脂時，該固化劑是此技術中已知之環氧樹脂的固化劑，且可以使用，例如，胺固化劑、咪唑固化劑、酚固化劑、磷固化劑或酸酐固化劑等中之一或二或更多者，但不在此限。

[0047] 在一個例子中，所用的該固化劑可為咪唑化

合物，其於室溫為固體且具有 80°C 或更高的熔點或分解溫度。此化合物可為，例如，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-苯基咪唑等，但不在其限。

[0048] 可以取決於組成物之組成（例如，包封樹脂的類型或比例）而選擇固化劑的含量。例如，該固化劑的含量可為 1 至 20 重量份，1 至 10 重量份或 1 至 5 重量份，此係基於 100 重量份的包封樹脂。但是，可以取決於包封樹脂的類型和比例、或樹脂的官能基、或欲實現的交聯密度等而改變重量比。

[0049] 包封樹脂為可藉活性能量射線照射而固化的樹脂時，例如，可以使用陽離子性光聚合反應引發劑作為引發劑。

[0050] 可以使用鎘鹽或有機金屬鹽系列之離子化的陽離子性引發劑、或有機矽烷或潛在的磺酸系列之離子化的陽離子性光聚合反應引發劑作為陽離子性光聚合反應引發劑。鎘鹽系列的引發劑的例子為二芳基碘鎘鹽、三芳基硫鎘鹽、或芳基疊氮鎘鹽等，有機金屬鹽系列的引發劑的例子為鐵芳烴等，有機矽烷系列的引發劑的例子為鄰-硝基苄基三芳基矽基醚、三芳基矽基過氧化物、或醯基矽烷，潛在的磺酸系列的引發劑的例子為 α -磺醯氧基酮或 α -羥基甲基苯偶姻磺酸酯，但不限於此。

[0051] 在一個例子中，使用離子化的陽離子性光聚合反應引發劑作為陽離子性引發劑。

[0052] 在一個例子中，該包封層另包括賦黏劑，其中該賦黏劑較佳地為氫化的環狀烯烴聚合物。作為賦黏劑，例如，可使用藉由將石油樹脂加以氫化而得之氫化的石油樹脂。該氫化的石油樹脂可經部分或完全氫化且亦可為此類樹脂之混合物。此賦黏劑可經選擇以具有對於壓敏性黏著劑組成物之良好的相容性、極佳的濕氣阻擋性、且為低揮發性有機組份。氫化的石油樹脂的特定例子可包括氫化的萜烯樹脂、氫化的酯樹脂或氫化的二環戊二烯樹脂等。該賦黏劑的重量平均分子量為約 200 至 5,000。必要時，可適當地調整賦黏劑的含量。例如，可以考慮下文將描述的凝膠含量等而選擇該賦黏劑的含量。根據一個例子，其比例為 5 至 100 重量份，8 至 95 重量份，10 至 93 重量份或 15 至 90 重量份，此係基於 100 重量份的固體含量。

[0053] 該包封層可以另外包含濕氣吸附劑，此例如前述者。“濕氣吸附劑”是指，例如，能夠藉由與濕氣或水氣之化學反應移除滲入包封膜的濕氣或水氣之材料。當本申請案之包封層包含濕氣吸附劑時，可實現極佳的濕氣阻擋性。特定言之，在製成膜時，可施用該包封層以包封有機電子裝置。在此情況中，其包含濕氣吸附劑以展現極佳的濕氣阻擋性，藉此，其可用於包封底部發射型有機電子裝置，但不在此限。

[0054] 例如，該濕氣吸附劑可以均勻分散的狀態存在於該包封層或該包封膜中。此處，均勻分散的狀態是指

該濕氣吸附劑以相同或實質上相同的密度均勻地存在於該包封層或該包封膜的任何部分。可用於上述之濕氣吸附劑可為濕氣反應性吸附劑，且例如，可包括金屬氧化物、硫酸鹽或有機金屬氧化物等。特定言之，硫酸鹽的例子包括硫酸鎂、硫酸鈉或硫酸鎳等，有機金屬氧化物的例子包括氧化鋁辛酸酯。此處，金屬氧化物的特定例子包括五氧化磷 (P_2O_5)、氧化鋰 (Li_2O)、氧化鈉 (Na_2O)、氧化鋇 (BaO)、氧化鈣 (CaO) 或氧化鎂 (MgO) 等，金屬鹽的例子包括硫酸鹽，例如硫酸鋰 (Li_2SO_4)、硫酸鈉 (Na_2SO_4)、硫酸鈣 ($CaSO_4$)、硫酸鎂 ($MgSO_4$)、硫酸鈷 ($CoSO_4$)、硫酸鎵 ($Ga_2(SO_4)_3$)、硫酸鈦 ($Ti(SO_4)_2$) 或硫酸鎳 ($NiSO_4$)，金屬鹵化物，例如氯化鈣 ($CaCl_2$)、氯化鎂 ($MgCl_2$)、氯化銻 ($SrCl_2$)、氯化釷 (YCl_3)、氯化銅 ($CuCl_2$)、氟化銫 (CsF)、氟化鉭 (TaF_5)、氟化鈮 (NbF_5)、溴化鋰 ($LiBr$)、溴化鈣 ($CaBr_2$)、溴化銫 ($CeBr_3$)、溴化硒 ($SeBr_4$)、溴化釩 (VBr_3)、溴化鎂 ($MgBr_2$)、碘化鋇 (BaI_2) 或碘化鎂 (MgI_2)；或金屬氯酸鹽，例如過氯酸鋇 ($Ba(ClO_4)_2$) 或過氯酸鎂 ($Mg(ClO_4)_2$) 等，但不在此限。由於該濕氣吸附劑可含括於該包封層中，所以亦可使用上述構份中之一或二或更多者。一個例子中，當使用二或更多者作為濕氣吸附劑時，可使用經煅燒的白雲石等。

[0055] 此濕氣吸附劑可取決於其用途而控制於適當尺寸。在一個例子中，該濕氣吸附劑的平均粒子直徑可控

制於 0.5 μm 至 5 μm ，1 μm 至 4 μm ，或 2 μm 至 3.5 μm 。尺寸在上述範圍內的濕氣吸附劑與濕氣的反應速率不會過快並因此而容易儲存，且可以有效地移除濕氣，不會損及待包封的元件。

[0056] 未特別限制該濕氣吸附劑的含量且可考慮所所欲的阻斷性，適當地選擇濕氣吸附劑的含量。例如，該濕氣吸附劑的含量為 5 至 100 重量份，10 至 90 重量份，或 15 至 80 重量份，此係基於 100 重量份的包封樹脂。

[0057] 必要時，該包封層亦可另外包括濕氣阻斷劑。此說明書中，“濕氣阻斷劑”是指與濕氣不具反應性或反應性低，但可阻斷或阻礙濕氣或水氣在膜中之移動的材料。可以使用黏土、滑石、針狀矽石、板狀矽石、多孔矽石、沸石、氧化鈦或氧化鋯中之一或二或更多者作為濕氣阻斷劑。此外，該濕氣阻斷劑的表面亦可經有機改質劑之類處理以利於有機物質的滲透。所用的有機改質劑可為，例如，二甲基苄基氫化的牛油四級銨、二甲基氫化的牛油四級銨、甲基牛油雙-2-羥基乙基四級銨、二甲基氫化的牛油 2-乙基己基四級銨、二甲基去氫化的牛油四級銨、或彼等之混合物等。

[0058] 未特別限制該濕氣阻斷劑的含量且可以考慮所欲阻斷性而經適當地選擇。

[0059] 除了上述組份以外，該包封層可包含各種添加劑，此取決於下文將描述之包封膜的應用和製程。例如，該包封層可包括適當含量範圍之可固化的材料、交聯

劑、填料之類，此取決於所欲的物理性質。

[0060] 在本發明之具體實施例中，該包封層可製成單層構造，亦可製成二或更多層。例如，若其包含兩層，則第一和第二層分別可包含或不包含濕氣吸附劑。在一個例子中，不包含濕氣吸附劑的層可接合至以下描述的有機電子元件的整個表面，以與該元件接觸。

[0061] 未特別限制第一層和作為額外積層之第二層的積層順序，且該第二層可形成於該第一層上，及反之，該第一層可形成於該第二層上。該包封層亦可由三或更多層所形成，且例如，該第一層可包括二或更多層，或該第二層可包括二或更多層。

[0062] 本申請案亦係關於包封膜。該包封膜包含上述金屬層和形成於該金屬層的包封層上並包含濕氣吸附劑。根據以下等式 1，該包封膜於 550nm 波長之對於包封層之鏡面反射率 R 為 6.5 或更低。

(等式 1)

$$R = SCI - SCE$$

以上的等式 1 中，SCI 是包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率（包括鏡面向量，Specular Component Included, SCI），而 SCE 是排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率（排除鏡面向量，Specular Component Excluded, SCE）。

[0063] 藉由將該包封膜的鏡面反射率控制於 6.5 或更低，本申請案可提供高度可靠的膜作為濕氣阻擋膜。藉由

整合地提供該金屬膜和該包封層，本申請案可達成製程的便利性，並藉由測定等式 1 中的鏡面反射率，同時提供高度可靠的膜。

[0064] 本申請案亦係關於有機電子裝置。例如圖 2 中所示，該有機電子裝置 (3) 包含基板 (31)；形成該於基板 (31) 上的有機電子元件 (32)；及用於包封該有機電子元件 (32) 之包封膜 (33, 34)。此處，該包封膜可包封，例如，該有機電子元件的頂面和側面的全部。該包封膜可包含包封層 (33)，該包封層 (33) 包含處於交聯狀態的壓敏性黏著劑組成物或黏著劑組成物。此外，該有機電子裝置之形成使得該包封層 (33) 與該有機電子元件的整個表面接觸。

[0065] 此處，該有機電子元件可為，例如，有機發光元件。

[0066] 本發明亦係關於製造有機電子裝置之方法。該有機電子裝置可使用，例如，該包封膜製得。

[0067] 該包封層 (33) 可製成有效地固定和承載該基板 (31) 和該金屬層 (34)，且在有機電子裝置中同時展現極佳的濕氣阻擋性和光學特性之結構化的包封層 (33)。

[0068] 此外，無論該有機電子裝置的形式 (例如，頂部發射或底部發射)，該包封層可製成安定的包封層。

[0069] 此說明書中，包封層是指覆蓋該有機電子元件的所有頂面和側面表面之壓敏性黏著劑。

[0070] 為製造該有機電子裝置，例如，該方法之步驟包含將上述包封膜施用至已有有機電子元件形成於其上的基板，以覆蓋該有機電子元件；和固化該包封膜。該包封膜的固化步驟是指該包封層的交聯或固化。此處，該包封膜之施用可以使得該包封層完全包封該有機電子元件。

[0071] 此說明書中，“固化”是指經由加熱或 UV 照射程序等而使得本發明之壓敏性黏著劑組成物形成交聯結構，並藉此製得壓敏性黏著劑。或者，亦是指黏著劑組成物製成黏著劑形式。

[0072] 特定言之，藉由方法（例如，真空澱積或濺鍍），在作為基板的玻璃或聚合膜上形成透明電極，在透明電極上形成發光有機材料層（例如，由電洞傳輸層、發射層和電子傳輸層等所組成），及之後另外在其上形成電極層，可形成有機電子元件。之後，配置該包封膜的該包封層以覆蓋已進行上述程序之基板的有機電子元件的全部表面。

發明對照先前技術之功效

[0073] 本發明提出一種包封膜，其可形成能夠有效地阻斷濕氣或氧自外部進入有機電子裝置的結構並可在施用至該有機電子裝置之前預測可靠性，及用於該包封膜之可靠性評估方法。

【圖式簡單說明】

[0074] 圖 1 是根據本發明的一個例子之包封膜的截面圖。

[0075] 圖 2 是根據本發明的一個例子之有機電子裝置的截面圖。

[0076] 圖 3 是根據本發明的一個例子之反射率測定方法的圖。

【實施方式】

[0077] 下文中，將參照實例和比較例，詳細描述本申請案，但本申請案之範圍不限於以下所示實例。

[0078]

實例 1

[0079]

包封層溶液之製備

[0080] 在含有 0.3 重量%分散劑的甲苯中，以 50 重量%量分散作為濕氣吸附劑的 CaO（粒子直徑約 1 μm ）以製造 20 g 的分散液。將 50 g 作為包封樹脂的丁基橡膠（BR068，EXXON）、24 g 作為賦黏劑之氫化的烴樹脂（Eastotac H-100L）、15 g 作為單官能性丙烯酸酯的丙烯酸 2-（2-乙氧基乙氧基）乙酯、10 g 作為多官能性活性能量射線可聚合的化合物的三羥甲基丙烷三丙烯酸酯、和 1 g 作為自由基引發劑的 2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙-1-酮（Irgacure 651，Ciba）引至混合槽中，以甲苯稀釋至固體含量約 15 重量%，之後與分散液混合以製得最終塗覆

液，使得相對於 100 重量份的該包封樹脂，該濕氣吸附劑的量為 20 重量份。

[0081]

包封膜之製造

[0082] 將所製得的包封層溶液塗覆於脫模 PET 的脫模面，並在 100°C 的烘箱中乾燥 15 分鐘，以形成厚度為 50 μm 的包封層，此包封層與鋁膜積層以製造包封膜。將紫外射線以 2 J/cm² 照射所製得的膜，測定膜樣品的物理性質。移除脫模 PET，測定反射率。

[0083]

實例 2

[0084] 以與實例 1 中相同的方式製得包封膜，但相較於實例 1 中的重量，該濕氣吸附劑在該包封層中的含量提高 1.5 倍。

[0085]

實例 3

[0086] 以與實例 1 中相同的方式製得包封膜，但相較於實例 1 中的重量，該濕氣吸附劑在該包封層中的含量提高 2 倍。

[0087]

實例 4

[0088] 以與實例 1 中相同的方式製得包封膜，但相較於實例 1 中的重量，該濕氣吸附劑在該包封層中的含量提高 3 倍。

[0089]

實例 5

[0090] 實例 2 中製得的包封膜曝於 25°C 的溫度和 50%的相對濕度達 8 小時。

[0091]

比較例 1

[0092] 以與實例 1 中相同的方式製得包封膜，但未添加濕氣吸附劑。

[0093]

比較例 2

[0094] 以與實例 1 中相同的方式製得包封膜，但相較於實例 1 中的重量，該濕氣吸附劑在該包封層中的含量減少 1/2。

[0095]

比較例 3

[0096] 實例 2 中製得的包封膜曝於 25°C 的溫度和 50%的相對濕度達 24 小時。

[0097]

實驗例 1-反射率 R 之測定

[0098] 移除實例和比較例中製得之包封膜的脫模 PET，以波長 550 nm 的光照射該包封層，測定根據以下的等式 1 之鏡面反射率。特定言之，根據 ASTM E1164-12E1，使用得自 Konika Minolta 的 CM2006d 測定 SCI 和 SCE（測定條件：M/I+E 的設定值，UV 100%的設定值，

D65 光源，10°的觀察視野）。此處，在開始測定之前，進行測定設備的白光校正（white calibration）。在將樣品包封膜置於平面上之後，藉由使得測定儀器的開口與樣品緊密接觸而進行測定。改變測定位置，每個樣品測定 5 次以採用平均值。

（等式 1）

$$R = SCI - SCE$$

[0099]

實驗例 2-元件安定性之評估

[0100] 移除實例和比較例中製得之包封膜的脫模 PET 並將該包封膜的該包封層施用至具有 6 mm 背板的有機電子元件以覆蓋該元件，該元件曝於 85°C 的溫度和 85% 的相對濕度達 850 小時以測試元件安定性。元件未受損時，其結果被歸類為“合格”，而元件受損時，被歸類為“不合格”。

[表 1]

	SCI	SCE	R	元件安定性
實例 1	40.13	34.28	5.85	合格
實例 2	39.86	34.15	5.71	合格
實例 3	38.35	32.76	5.59	合格
實例 4	37.81	32.42	5.39	合格
實例 5	40.05	34.24	5.81	合格
比較例 1	52.03	20.52	31.51	不合格
比較例 2	45.69	38.52	7.17	不合格
比較例 3	43.37	36.75	6.62	不合格

【符號說明】

[0101]

1：包封膜

11、33：包封層

12、34：金屬層

3：有機電子裝置

31：基板

32：有機電子元件

I641478

發明摘要

※申請案號：106108439

※申請日：106年03月13日

※IPC分類：

【發明名稱】(中文/英文)

包封膜

Encapsulation film

【中文】

本發明係關於包封膜，其可靠性評估方法，及包含彼之有機電子裝置及使用彼製造有機電子裝置之方法，並提供在將用於阻斷自外部引入的濕氣或氧進入有機電子裝置之包封膜施用於有機電子裝置之前，能夠預測包封膜之可靠性的可靠性評估方法，及在濕氣阻斷性能方面具有極佳可靠性的包封膜。

【英文】

The present invention relates to an encapsulation film, a reliability evaluation method thereof, and an organic electronic device comprising the same and a method of manufacturing an organic electronic device using the same and provides a reliability evaluation method capable of predicting reliability for an encapsulation film, before the encapsulation film for blocking moisture or oxygen introduced from the outside into an organic electronic device is applied to the organic electronic device and an encapsulation film having excellent reliability for moisture blocking performance.

申請專利範圍

1. 一種包封膜之可靠性評估方法，該包封膜包含金屬層及形成於金屬層上並包含濕氣吸附劑的包封層，

其中，根據以下等式 1，該包封膜於 550nm 波長之對於包封層之鏡面反射率 R 為 6.5 或更低：

(等式 1)

$$R = SCI - SCE$$

其中該等式 1 中，SCI 是包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率，而 SCE 是排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率。

2. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該包封層的厚度是在 15 μm 至 70 μm 的範圍內。

3. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該金屬層的厚度是在 20 μm 至 150 μm 的範圍內。

4. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該包封層包含包封樹脂，且該包封樹脂包含丙烯酸系樹脂、環氧樹脂、聚矽氧樹脂、氟樹脂、苯乙烯樹脂、聚烯烴樹脂、熱塑性彈性體、聚氧伸烷基樹脂、聚酯樹脂、聚氯乙烯樹脂、聚碳酸酯樹脂、聚苯硫醚樹脂、聚醯胺樹脂或其混合物。

5. 如申請專利範圍第 4 項之可靠性評估方法，其中該包封樹脂的折射率是在 1.3 至 1.6 的範圍內。

6. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該濕氣吸附劑是濕氣反應性吸附劑。

7. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該濕氣吸附劑的平均直徑是在 $0.5\ \mu\text{m}$ 至 $5\ \mu\text{m}$ 的範圍內。

8. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該濕氣吸附劑的折射率是在 1.6 至 2.5 的範圍內。

9. 如申請專利範圍第 4 項之可靠性評估方法，其中該濕氣吸附劑含量為 5 至 100 重量份，此係基於 100 重量份的包封樹脂。

10. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該濕氣吸附劑係選自由 P_2O_5 、 Li_2O 、 Na_2O 、 BaO 、 CaO 、 MgO 、 Li_2SO_4 、 Na_2SO_4 、 CaSO_4 、 MgSO_4 、 CoSO_4 、 $\text{Ga}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 、 NiSO_4 、 CaCl_2 、 MgCl_2 、 SrCl_2 、 YCl_3 、 CuCl_2 、 CsF 、 TaF_5 、 NbF_5 、 LiBr 、 CaBr_2 、 CeBr_3 、 SeBr_4 、 VBr_3 、 MgBr_2 、 BaI_2 、 MgI_2 、 $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ 和 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 所組成之群組中之一或多者。

11. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該金屬層之包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率 SCI 是在 50% 至 80% 的範圍內。

12. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該金屬層之排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率 SCE 是在 5% 至 35% 的範圍內。

13. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該金屬層包含金屬、金屬氧化物、金屬氮化物、金屬碳化物、金屬氧氮化物、金屬氧硼化物、和其組合中之任一者。

14. 如申請專利範圍第 1 項之可靠性評估方法，其中該金屬層包含鋁、銅、鎳、氧化矽、氧化鋁、氧化鈦、氧化銻、氧化錫、氧化銻錫、氧化鉭、氧化鋯、氧化鋯、和其組合中之任一者。

15. 一種包封膜，其包含金屬層、和形成於該金屬層上並包含濕氣吸附劑之包封層，且根據以下等式 1，該包封膜於 550nm 波長之對於形成於該金屬層上的包封層之鏡面反射率 R 為 6.5 或更低：

(等式 1)

$$R = SCI - SCE$$

其中該等式 1 中，SCI 是包括根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之總反射率，而 SCE 是排除根據 ASTM E1164-12E1 測得的正向反射之反射率。

16. 一種有機電子裝置，其包含基板；形成該於基板上的有機電子元件；及如申請專利範圍第 15 項之用於包封該有機電子元件之包封膜。

17. 一種製造有機電子裝置之方法，其步驟包含將如申請專利範圍第 15 項之包封膜施用至已有有機電子元件形成於其上的基板，以覆蓋該有機電子元件；和固化該包封膜。

圖式

圖 1

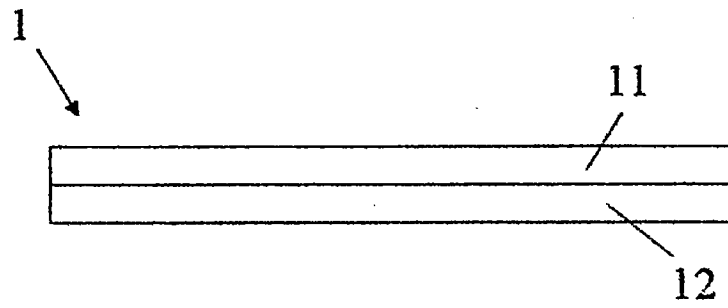


圖 2

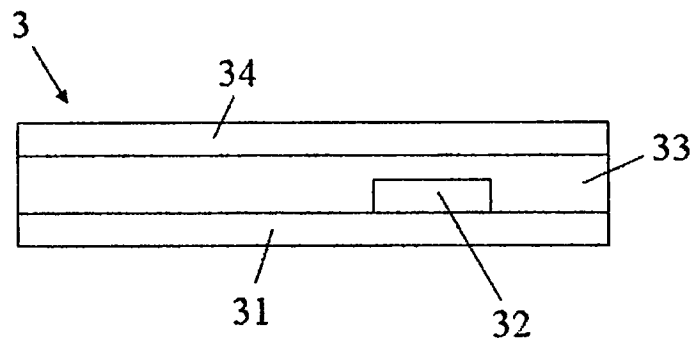
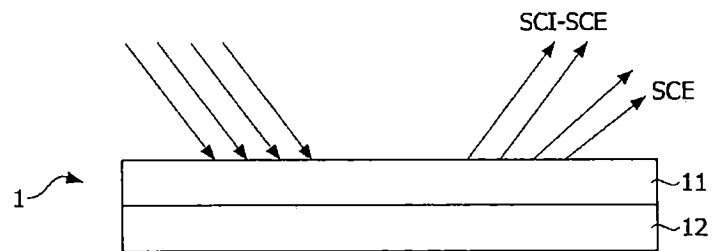


圖 3



【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(1)圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

1：包封膜

11：包封層

12：金屬層

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無