



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201034747 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：098142559

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 12 月 11 日

(51)Int. Cl.：

B01J20/18 (2006.01)

C08K9/04 (2006.01)

C08G59/06 (2006.01)

C03C27/10 (2006.01)

(30)優先權：2008/12/12 義大利 MI2008A002206

(71)申請人：沙斯格特斯有限公司 (義大利) SAES GETTERS S.P.A. (IT)

義大利

(72)發明人：波納西 安東尼奧 BONUCCI, ANTONIO (IT)；馬德基 羅伯特 MACCHI, ROBERTO (IT)；佐安那東尼歐 羅伯特 GIANNANTONIO, ROBERTO (IT)

(74)代理人：林志剛

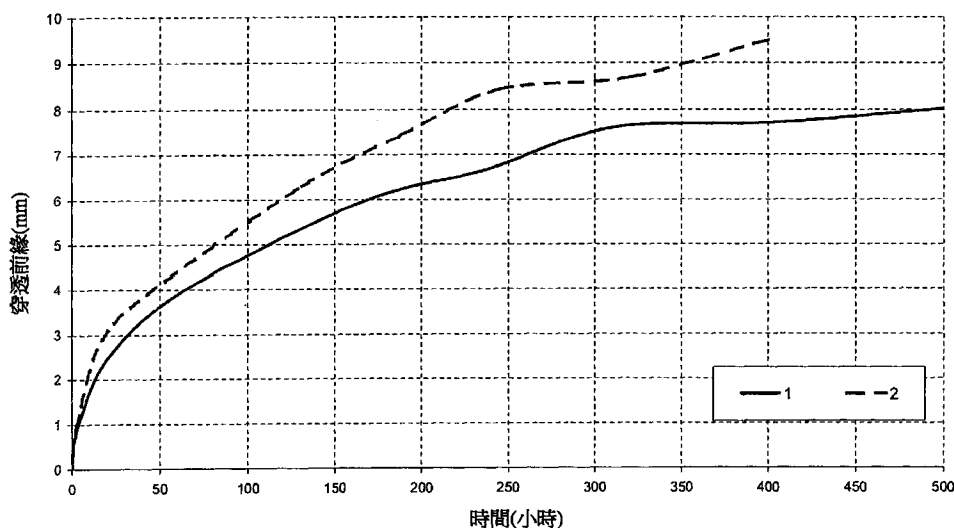
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：1 共 27 頁

(54)名稱

用於保護對 H_2O 敏感之裝置而以分散在聚合型基質中之表面官能化奈米沸石為底質的複合材料
COMPOSITE MATERIAL FOR THE PROTECTION OF H_2O SENSITIVE DEVICES BASED ON
SURFACE FUNCTIONALIZED NANOZEOLITES DISPERSED IN A POLYMERIC MATRIX

(57)摘要

本發明有關一種用於保護敏感裝置之內部環境的濕氣阻擋層，其包括含有屬於與聚合化合物中之至少一種官能基相同化學種類之表面改質有機基的經表面官能化奈米沸石之均質分散體；有關製造該阻擋層的方法；及有關包含該等阻擋層之敏感裝置。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201034747 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：098142559

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 12 月 11 日

(51)Int. Cl.：

B01J20/18 (2006.01)

C08K9/04 (2006.01)

C08G59/06 (2006.01)

C03C27/10 (2006.01)

(30)優先權：2008/12/12 義大利 MI2008A002206

(71)申請人：沙斯格特斯有限公司 (義大利) SAES GETTERS S.P.A. (IT)

義大利

(72)發明人：波納西 安東尼奧 BONUCCI, ANTONIO (IT)；馬德基 羅伯特 MACCHI, ROBERTO (IT)；佐安那東尼歐 羅伯特 GIANNANTONIO, ROBERTO (IT)

(74)代理人：林志剛

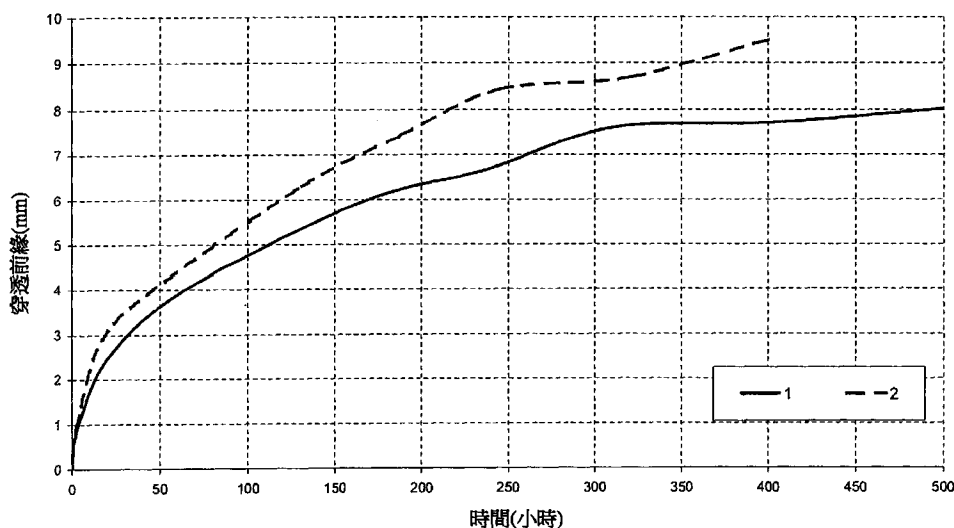
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：1 共 27 頁

(54)名稱

用於保護對 H_2O 敏感之裝置而以分散在聚合型基質中之表面官能化奈米沸石為底質的複合材料
COMPOSITE MATERIAL FOR THE PROTECTION OF H_2O SENSITIVE DEVICES BASED ON
SURFACE FUNCTIONALIZED NANOZEOLITES DISPERSED IN A POLYMERIC MATRIX

(57)摘要

本發明有關一種用於保護敏感裝置之內部環境的濕氣阻擋層，其包括含有屬於與聚合化合物中之至少一種官能基相同化學種類之表面改質有機基的經表面官能化奈米沸石之均質分散體；有關製造該阻擋層的方法；及有關包含該等阻擋層之敏感裝置。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明有關一種用於保護敏感裝置以免來自外部環境之 H_2O 滲透的複合材料，該複合材料係由分散在聚合型基質中之奈米沸石形成。

【先前技術】

已知 H_2O 即使以微量形式存在亦會對於許多裝置的正確操作有害，該等裝置係在其領域中習知為 MEMS（微機電系統）之微機電裝置、OLED 型有機顯示器（有機發光二極體），及光伏打電池，諸如 OSC（有機太陽能電池）或 DSSC（對染料敏感之太陽能電池），此為部分最重要實例。下文中，以「敏感裝置」措辭指稱該等裝置，且更廣泛地指稱內部存在 H_2O （即使少量（低於 5000 ppm））會造成有害後果的任何密封裝置。

敏感裝置中存在 H_2O 可能導致該等裝置的性能漸進地惡化。有關該污染之影響的更多資訊可見科學論文："Correlation between dark spot growth and pinhole size in organic light-emitting diodes"，Shuang Fang Lim 等人著，於 2001 年 4 月 9 日發表於 Applied Physics Letters，第 78 卷，第 15 號，其主題有關 OLED 顯示器；以及 "Organic Photovoltaics - Concepts and Realization" 一書第五章，Brabec 等人著，2003 年由 Springer-Verlag 出版，其主題有關 OSC 型光伏打電池。

本技術中已習知使用吸附劑從對於氣態雜質之存在敏感的裝置之外殼中去除該等氣態雜質。例如，以本申請人名義申請之國際專利公告 WO 2004/072604 揭示使用分散在適用多孔基質中的活性成分；另一方面，在國際專利公告 WO 2007/013118 與 WO 2007/013119（二者均以本申請人之名義申請）揭示奈米結構系統，其中該活性成分被限制在分散於聚合型基質中之多孔機構內，而分散在可滲透聚合型基質中之官能化核的使用係揭示於國際公告 WO 2007/074494（以本申請人之名義申請）。

然而，使用上述解決方法可能不足以令敏感裝置的壽命延長到可與該裝置應用領域匹配的時間長度，當 H₂O 的滲透通量之速度高於複合吸氣劑之吸附性質所給定的吸氣量時尤甚。來自外部環境的滲透速度實際上取決於製造步驟期間該裝置的密封方式，即，取決於此種密封所使用之材料的化學物理性質。

在裝置的整體壽命期間，該密封材料必須能作為阻擋層以保護已封裝裝置免於受到來自外部環境的可能污染物污染。若通過該密封劑的污染物之滲透導致置入該裝置內的吸氣劑材料在過短（或者，總之與該裝置的預期應用不匹配）時間之後即飽和，則無法確保其對於可能惡化過程的保護作用：該阻擋層理應具有水滲透方面的適當特徵以保證可接受使用期限，且吸氣劑材料存在該敏感裝置中可與該阻擋層具有協同效果，避免該吸氣劑材料過早飽和。或者，當進入該裝置的有效滲透速度高於該吸氣劑材料的

吸附速度時，無法確保該保護。若以低於滲透速度的吸附速度捕獲該污染物，則即使該吸氣劑材料並未因飽和而無活性時，亦無法避免敏感裝置的損壞。

本技術中已習知，由於不同聚合型材料對於不同類型污染的低滲透性緣故，在敏感裝置的製造過程中使用不同聚合型材料確使該等裝置之密封與保護以免受外部環境影響。例如，以 3M Innovative Properties Co. 名義申請之國際公告 WO 2003/011939 揭示環氧樹脂與包含羥基之有機化合物可作為在固結處理之後使得能獲得表面黏著性與低透濕率（通常稱為 WVTR，水蒸氣穿透率）係數的化學組成物的基底。

在該等組成物的適用添加劑中，已預見使用惰性無機材料以降低在裝置之密封環境內的 H_2O 滲透。然而，使用惰性材料限制了對於最終聚合型基質而言很基本的阻擋性質，且該公告並未解決與製備組成物相關之獲致該等無機材料的均質分散體的技術問題。

由含有具有微米粒徑特徵之吸附物質的聚合型基質組成之阻擋層的實例的其他缺點係難以在裝置製造步驟期間獲得充分均勻沉積物，尤其是若厚度必須為約 $15\ \mu m$ 或更低時更加困難。此伴隨著確保對於該裝置或在固結步驟之後的包封結構之相關表面具有充足黏著性的額外困難度。此外，當密封材料含有具有奈米粒徑特徵（特別是奈米沸石）之吸附物質時，該等限制更常以該等吸附物質的大表面積所導致的黏聚傾向之故而難以確保其在聚合型基質內

均質分散的方式表現。難以控制黏聚現象會造成難以獲得經固結材料的可重現最終性能，因此難以將其適當地用於工業製造過程。

該等複合材料的可能解決方法係揭示於以 Agency For Science Technology And Research 名義提出申請之國際公告 WO 2008/057045，該案描述使用可吸附在以環氧樹脂為底質之組成物內部的水與氧分子之反應性奈米粒子。然而，該文件教示在多層結構中使用該組成物能獲得來自敏感裝置外部的低滲透值。事實上，在敏感裝置之包封技術領域中已為人熟知當使用一或更多層吸附層（以聚合型吸氣劑複合材料為底質或僅以吸氣劑材料為底質）且外部偶合所謂（嚴格地說）「密封層」（即，以低滲透材料為底質不含反應性物質）時，獲得較佳阻擋性質。總之，該等多層結構通常需要比使用單一層阻擋層更複雜之製造過程。

Chen 等人之 "Characterization and preparation of epoxy resin/zeolite nanocomposite" 一文（收編於 2002 年，Diqui Kexue 第 27 卷，第 403-407 頁）教示使用界面活性劑或模板劑以克服獲得奈米粒子在聚合型基質中之均質分散體的困難。類似地，其他科學文章，例如 Wang 等人之 "Preparation and Characterization of epoxy composites filled with functionalized nano-sized MCM-41 particles"（收編於 2008 年 4 月 4 日之 Journal of Material Sciences，第 43 卷，第 3683-3688 頁）已研究無機官能化或模板劑

對於改善無機粒子與聚合型基質之間的相互作用之效果。所有該等公告均描述用於改善對無機表面與有機相之相互作用的控制之不同方法。

如公告為 WO 2008/000457 之國際專利申請案所述，可在上述奈米沸石表面塗布，其中該化學表面改質的特徵係藉由共價鍵與沸石表面鍵結的疏水有機基團。該公告描述含有該等奈米沸石之最終複合材料的部分可能應用（與奈米沸石在有機材料中之均勻性有關）。特別是，此參考資料著重於解決分布均勻性問題，但完全未提及官能化對沸石的吸收性質的影響以及對於密封材料之阻擋性質的影響之定量評估方面。

【發明內容】

本發明目的係克服仍存在本技術中有關將密封材料用於對 H_2O 敏感之裝置的限制，其係藉由確保吸附物質之均質分散體在聚合型基質內部中，且同時藉由最大化其阻擋層性質以儘可能避免外部環境之污染物進入敏感裝置之經封裝元件。即使最新技術顯示可提高奈米複合材料之機械及/或光學性質的方式，但未提及如何根據導入所選定之離子物質、嵌段共聚物或表面官能化所給定的有益效果改善阻擋層性質，以及改善保護敏感裝置之阻擋層的較佳化學組成物。

本發明第一方面的本質係抗 H_2O 進入之阻擋層複合材料，該阻擋層複合材料包含表面官能化奈米沸石在可聚合

化合物中或在含彼等之溶劑中的均質分散體，其特徵在於該奈米沸石含有與該可聚合化合物中之至少一種官能基屬於相同化學種類的表面改質有機基。在本發明描述中，可聚合化合物係定義為使用聚合方法藉由適當固化處理提供交聯度更高之結構的有機組成物（其為非部分聚合或僅部分聚合）。

茲使用圖 1 進一步描述本發明，圖 1 顯示本發明之複合材料與先前技術之複合材料之間的阻擋層性質的比較。

事實上，當預期使用奈米沸石作為反應性物質時，針對獲致均質分散體之前述問題的適當解決方法係以有機基官能化該等奈米沸石表面以降低其聚集傾向，以及獲得最終複合材料之阻擋層性質相較於含有非官能化或不適當官能化之奈米沸石的複合材料的意外改善。

可共價鍵結於奈米沸石表面或連接（仍藉由共價鍵連接）於可聚合材料之主鏈的有機官能基可以根據其化學種類分類：例如，在本發明下列說明中，此分類將考慮到脂族基團諸如烷基-、烯基-（例如乙烯基-）或炔基-、芳族基團（如苯基-或苯甲基-）。此外，官能基可以分成胺基-、亞胺基-、丙烯酸基-與甲基丙烯酸基-、環氧基-（epoxidic-）、異氰酸酯基-等基團。

發明人已發現，一但選用較佳密封樹脂之可聚合組成物，只能確保該等奈米沸石的某些類型之官能化，在固結步驟之後，與氣態物質之內部濃度的維持相符的 H₂O 穿透度低於與敏感裝置之期望壽命相當的時間之臨界值。因此

，已發現特殊化學調配物包含被視為特別有利的聚合型基質之前驅物以及表面官能化之奈米沸石。

至於待用作本發明阻擋層複合材料之聚合化合物的特徵，較佳者顯示在 25℃ 及 60% 相對濕度下低於 $10 \text{ g mm m}^{-2} \text{ 天}^{-1}$ 之滲透性。關於本發明之分配材料的調配物，環氧樹脂特別適於作為聚合型基質的前驅物，特別是單一成分調配物、丙烯酸樹脂（以獲得例如聚甲基丙烯酸甲酯 PMMA）、胺基甲酸酯（聚胺基甲酸酯 PU）、烯烴（聚乙烯，PE 或 HDPE、聚丙烯 PP、乙烯丙烯橡膠 EPR），以及苯乙烯（聚苯乙烯 PS）聚合物，以及以異丁烯/異戊二烯為底質之共聚物（習知為丁基橡膠 BR）。在環氧樹脂當中，以雙酚 A 與表氯醇為底質之樹脂（習知縮寫為 DGEBA（雙酚 A 之二縮水甘油醚）、酚醛清漆樹脂與環脂族樹脂特別有利。

關於已證實適於作為待置入至該聚合型基質中之反應性物質的奈米沸石，有表面經改質之林德（Linde）A 型（LTA）沸石、林德 L 型（LTL）沸石、八面沸石（FAU）、絲光沸石（MOR）或水鈣沸石（GIS）。

至於其官能化的特殊類型，發明人已發現特別是使用芳族基團（諸如苯基（POD）或五氟苯基（PFOD））、或有機基（諸如乙烯基（VN）、烯丙基（ALL）、胺基（AMP）、縮水甘油氧基（GTO）、甲基丙烯酸（MCR）或其他脂族基（例如異丁基，OD））可獲得較佳結果。

存在該分配組成物內部的可能適用添加劑為陽離子光

起始劑、增塑添加劑、提供可撓性之添加劑、反應性稀釋劑、固結/交聯劑，及黏著促進劑。

發明人已發現阻擋層性質係取決於該含有分配材料與奈米沸石之組成物，且在不同情況下主要可以根據奈米沸石的不同表面官能化而加以區分：

- a. 未有機官能化；
- b. 以與該可聚合化合物中所含有機基屬於不同化學種類的有機基官能化；
- c. 以與該可聚合化合物中所含有機基屬於相同化學種類但不同的有機基官能化；或
- d. 以與該可聚合化合物中所含有機基中之至少一種屬於相同化學種類且相同的有機基官能化。

此外，在情況 d) 中，存在該奈米沸石表面與在該可聚合化合物中的相同有機基可為可聚合基團或非可聚合基團。

可考慮不同參數（例如延遲時間或失效時間）評估介於上述所報導者之特定情況與阻擋層性質之間的關係。在 A. Siegel 之論文 "Reactive barrier membranes: some theoretical observations regarding the time lag and breakthrough curves"（2004 年發表於 Journal of Membrane Science，第 229 卷，第 33-41 頁）中描述及研究該等物理性質。因奈米沸石在聚合型基質中時比其呈粉末形式且未併入基質中時之吸附性能降低的影響，該等性質亦可與在聚合型基質中之奈米沸石的有效吸附能力有關

發明人已發現相較於未經表面官能化奈米沸石以及未負載聚合型材料二者，使用官能化奈米沸石可以提供更佳結果。舉例來說，圖 1 顯示已發現特別有利之調配物。該組成物提供以芳族基團 POD 官能化之奈米沸石 LTA 4A 在以 DGEBA 為底質之環氧樹脂中的均質分散體，其可經由機械性攪拌而獲得。事先熱活化奈米沸石。比較所獲得之複合材料與已載於相同聚合型材料之未官能化 LTA 4A 奈米沸石。

已使用玻璃接玻璃構造評估滲透前緣，該滲透前緣係表示所給定材料之阻擋層性質特徵的參數，其中在該玻璃接玻璃構造中事先沉積密封劑組成物以完全填充兩片玻璃之間的空隙。將該參數定義為對應於特定臨界 H_2O 濃度之沉積在玻璃接玻璃構造中的阻擋層材料的長度，其可因有興趣的最終裝置而異。因此，其可以以任何能測量聚合型材料中之 H_2O 局部量的分析技術加以監測。

不同複合材料之阻擋層材料的性能可以藉由比較已記錄之觀察到相同穿透前緣的不同時間 -- 參考最佳表現材料的相對時間 -- 來評估。事實上，針對選定之 H_2O 量評估該參數，但在該材料中之水的穿透率為常數（即，不會隨著該聚合物中之水濃度而改變）的假設之下，其可被視為一般性質。

表 1 顯示藉由比較不同複合阻擋層之具有相同穿透前緣之相對時間方面的表現而得之某些實驗數據。聚合型基

質中之奈米沸石分散體（以符合黏聚分散相之徑譜的常態分布之標準差評估）並未因其特殊官能化而有意義地改變。受到官能化基之特殊性質極大影響的阻擋層性質則不在此列。因此，阻擋層性能的差異與在最終基質中之無機粒子分散體的均勻性不相關。

使用例如含有相同重量百分比之活性物質、未官能化奈米沸石（無實例）或非適當官能化（POD 實例）的 PMMA 作為聚合型材料對於最終材料的阻擋層性質產生相同效果，然而該聚合型材料中與沸石表面上具有可交聯相同官能基者（MCR 實例）獲得最佳結果。特別在該記錄實例中，可以觀察到由於 PMMA-OD 或 PMMA-MCR 之組成物相對於 PMMA-POD 或 PMMA-無之組成物花費更長時間以具有相同穿透前緣，故 PMMA-OD 或 PMMA-MCR 之組成物不僅能保護敏感元件較長持續時間（約 25 至 100%），亦可用作對照比較組成物具有尺寸縮小的保護塗層或密封周邊沉積物，此在製造與技術發展方面具有顯著優點。

表 2 中，記錄表示複合材料之阻擋層性質的特徵之其他實驗數據，考慮到活性物質之不同濃度以及不同種類之黏著樹脂，例如丙烯酸樹脂（例如由 Epotek Technologies Inc. 所售之 Epotek og-603）、以 DGBEA 為底質之環氧樹脂膠（由 Epotek Technologies Inc. 所售之 Epotek OG-142-17）或以兩種流體 DGBEA 為底質之環氧成分（由 Struers Inc. 所售之 Epofix）為底質的冷固化樹脂。

本發明第二方面係於 H₂O 敏感裝置的包封步驟期間使

用本發明組成物的方法，以便藉由在聚合型基質內部之有機基表面官能化的奈米沸石所形成之複合吸附劑保護該等裝置以免該污染物滲透。

發明人已發現特別適於本發明組成物之沉積技術係絹印（網版印刷）、微分散（例如，使用注射器）、旋轉塗布、噴霧塗布、刮刀技術、噴墨、滴下式方法（one-drop process）。該沉積步驟可經設計以形成僅沿著該敏感裝置邊緣或在該元件之至少部分但較佳係完整覆蓋層或對於該裝置中之濕氣存在特別敏感的表面形成沉積。

該固結步驟係於將欲待偶合的兩個表面適當定位之後進行。在可能步驟當中，已證實 UV 輻射、熱固結或其組合適用於本發明。關於同熱固結，當前驅物為含有活性物質與有機化合物的溶液時，亦可以考慮該前驅物有機化合物之雙成分混合物的室溫固化或溶劑蒸發。

本發明第三方面在於使用本發明阻擋層組成物作為對外部污染之保護的敏感裝置，該外部污染主要係指濕氣與氧。

通常，敏感裝置正常操作期間其內部之 H_2O 濃度不會超過臨界值時，本發明係有利的。該臨界值與敏感裝置之種類有關，且在需要極低水濃度的裝置當中，OLED 通常需要 10 ppm 或更低之濃度，然而太陽能電池發生不可逆惡化現象之前可忍受高至 5000 ppm 之濃度。光伏電池（CIS-CIGS 電池、CdTe 電池、a-Si 電池、OSC、DSSC）、OLED 顯示器、微機電裝置（MEMS 或 MOEMS）、發光

二極體（LED）及儲能裝置（特別指鋰電池組與鋰空氣電池組）係在從本發明方法之應用受益最多的敏感裝置之列。

本發明之組成物於固結處理之後可作為敏感裝置的周邊密封劑材料、作為沿著該裝置之外部密封劑材料偶合的周邊阻擋層沉積物，或作為塗布該裝置之對於外部環境污染敏感的結構及/或功能元件之表面的阻擋層。作為限制實例，該阻擋層可用作完全填充該敏感裝置中之經包封容積的填料材料。

【實施方式】

茲參考下列實施例進一步描述本發明。

實施例 1

將 7.74 克在真空下以 240°C 之熱處理事先活化的 LTA 4A-POD 加至 31.36 克之 Epo-tek OG 142-17 樹脂（以表氯醇和雙酚 A 為底質之單一成分市售環氧樹脂），黏度為 300-500 cPa s，T_g 為 54°C。以簡單機械性攪拌預分散該組成物（DGBEA 環氧樹脂-POD），然後使用所謂 3 滾筒粉碎混合機使之均質。在於乾燥氮氛圍下之室（通常稱為「手套工作箱」）內部進行所有前述操作。

第二組成物（DGBEA 環氧樹脂-無）係使用 3.66 克之非有機官能化 LTA-4A 與 14.50 克之樹脂，以與上述製程相似方式製備。

在防濕氛圍下，將 0.22 克之分配材料沉積於（ 2.54×6.00 ） cm^2 之表面上以獲致 $300 \mu\text{m}$ 之厚度，然後藉由 UV 固化（300 秒， $100\text{mW}/\text{cm}^2$ ， $\lambda=250-400 \text{ nm}$ ），製備玻璃接玻璃構造（每一種組成物製備一個此種構造）。

每一樣本在 85°C 及 85% 相對濕度之曝露條件下的 H_2O 動力穿透程度係列於圖 1 之圖表，其中含有表面經改質之沸石的組成物呈實線 1 之形式，而非官能化之實例呈虛線 2 之形式。表 2 已記錄經比較樣本中具有相同穿透前緣的相對時間。

實施例 2

將 230.8 克之 PMMA（Aldrich，MW 120000）事先溶解於 800 ml 之 99% 無水甲苯（Aldrich）。在 80°C 回流加熱 30 分鐘且機械性攪拌，獲得澄清之具黏性 PMMA/甲苯懸浮液。

將 1.90 克之 LTA 4A（於真空下以 450°C 事先活化）加至 30.05 克之 PMMA/甲苯溶液而製備之組成物 PMMA-無係以簡單機械性攪拌預分散，然後使用所謂 3 滾筒粉碎混合機使之均質。所有操作係在手套工作箱中進行。

該玻璃接玻璃構造係在手套工作箱中進行複合物之沉積，其係沉積在 $2.54 \times 6.00 \times 0.015 \text{ cm}$ 之玻璃基材上，並溫和地加熱至 50°C 達 10 分鐘使該膜固結，然後施加覆蓋玻璃，並在真空下以 80°C 乾燥該玻璃接玻璃樣本 6 小時，直到該系統達到恆重為止。

相似地，分別使用以下各者製備含有表面經改質之奈米沸石的組成物：

- a) PMMA-POD 組成物：於 31.32 克之 PMMA/甲苯溶液中之 1.91 克之 LTA-4A POD（經由 240℃之熱處理事先活化）；
- b) PMMA-OD 組成物：於 31.50 克之 PMMA/甲苯溶液中之 1.90 克之經由 170℃之熱處理事先活化的 LTA-4A OD；或
- c) PMMA-MCR 之組成物：於 29.9 克之 PMMA/甲苯溶液中之 1.79 克之經由 180℃之熱處理事先活化的 LTA-4A MCR。

依照與 PMMA-無之組成物所述相同製程獲得使用該等組成物之玻璃接玻璃構造。

在表 2 中，已記錄經比較樣本中具有相同穿透前緣的相對時間（測試條件為 85℃及 85%相對濕度）。

實施例 3

將 1.50 克在真空下以 240℃之熱處理事先活化的 LTA 4A-POD 加至 28.00 克之 Epo-tek OG-603 樹脂（單一成分丙烯酸樹脂），黏度為 300-500 cPa s，T_g 為 54℃。以簡單機械性攪拌預分散該丙烯酸-POD 組成物，然後使用所謂 3 滾筒粉碎混合機使之均質。所有前述操作係在手套工作箱中進行。

第二組成物（丙烯酸-MCR）係使用 1.05 克之 LTA-

4A MCR 與 20.03 克之樹脂，以與上述製程相似方式製備。

在防濕氛圍下，將 0.49 克之分配材料沉積於（ 2.54×6.00 ） cm^2 之表面上，然後藉由 UV 固化（10 秒， $100\text{mW}/\text{cm}^2$ ， $\lambda=250-400\text{ nm}$ ），製備玻璃接玻璃構造（每一種組成物製備一個此種構造）。

評估在 85°C 及 85% 相對濕度之樣本曝露條件下的 H_2O 動力穿透程度，並在表 2 中記錄經比較樣本中具有相同穿透前緣的相對時間。

實施例 4

將 0.42 克在真空下以 450°C 之熱處理活化的 LTA 4A 加至 1.60 克之 Epofix 底質、0.07 克之 Epofix 硬化劑（市售之雙成分 DGEBA 環氧樹脂）與 0.1 克之（3-縮水甘油氧基丙基）三甲氧基矽烷（ABCR）的混合料中。以簡單機械性攪拌預分散該組成物（冷固化環氧樹脂-無），然後使用所謂 3 滾筒粉碎混合機使之均質。所有操作係在手套工作箱中進行。

相似地，將 0.42 克之 GTO（經由在真空下以 175°C 之熱處理預活化）加至 1.60 克之 Epofix 底質、0.07 克之 Epofix 硬化劑與 0.1 g 之 ABCR 的混合料中，獲得第二組成物（冷固化樹脂-GTO）。

最後，以相同製程，將 0.42 克之 POD（經由在真空下以 240°C 之熱處理預活化）加入 1.60 克之 Epofix 底質、

0.07 克之 Epofix 硬化劑與 0.1 克之 ABCR 的混合料中，獲得第三組成物（冷固化樹脂-POD）。

爲了獲致每一種組成物的玻璃接玻璃構造，在手套工作箱中將該膠沉積於 2.54 x 6.00 x 0.015 cm 之玻璃基材上，並以另一玻璃片覆蓋。以 80℃ 固化該等樹脂 1 小時。

評估在 85℃ 及 85% 相對濕度之樣本曝露條件下的 H₂O 動力穿透程度，並在表 2 中記錄經比較樣本中具有相同穿透前緣的相對時間。

表 1

聚合物	奈米沸石官能化	w/w%	具有相同穿透前緣的相對時間	奈米沸石分散體
PMMA	無	20%	0,55	12%
PMMA	POD	20%	0,57	13%
PMMA	OD	20%	0,70	10%
PMMA	MCR	20%	1,00	10%

表 2

樹脂	奈米沸石官能化	w/w%	具有相同穿透前緣的相對時間
丙烯酸樹脂	POD	5%	0,75
丙烯酸樹脂	MCR	5%	1,00
DGEBA-環氧樹脂	無	20%	0,81
DGEBA-環氧樹脂	POD	20%	1,00
冷固化環氧樹脂	無	20%	0,68
冷固化環氧樹脂	POD	20%	0,95
冷固化環氧樹脂	GTO	20%	1,00

圖 1 顯示每一樣本於 85℃ 及在 85% 相對濕度之曝露條件下的 H₂O 動力穿透程度。

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98142559

※申請日：98年12月11日

※IPC分類：

B01J 23/18 (2010.01)
C08K 9/04 (2010.01)
C08G 59/06 (2010.01)
C03C 27/10 (2010.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

用於保護對 H₂O 敏感之裝置而以分散在聚合型基質中之表面官能化奈米沸石為底質的複合材料

Composite material for the protection of H₂O sensitive devices based on surface functionalized nanozeolites dispersed in a polymeric matrix

二、中文發明摘要：

本發明有關一種用於保護敏感裝置之內部環境的濕氣阻擋層，其包括含有屬於與聚合化合物中之至少一種官能基相同化學種類之表面改質有機基的經表面官能化奈米沸石之均質分散體；有關製造該阻擋層的方法；及有關包含該等阻擋層之敏感裝置。

三、英文發明摘要：

The present invention relates to a moisture barrier for the protection of internal environment of sensitive devices comprising a homogeneous dispersion of superficially functionalized nanozeolites containing surface modifying organic group belonging to the same chemical class of at least one functional group of the polymeric compound, to a process for the production of said barrier and to sensitive device comprising such barriers.

七、申請專利範圍：

1. 一種抗 H_2O 進入之阻擋層複合材料，其包含在可聚合化合物中之表面官能化奈米沸石的均質分散體，該阻擋層複合材料特徵在於該奈米沸石含有與該聚合化合物中之至少一種官能基屬於相同化學種類的表面改質有機基。
2. 如申請專利範圍第 1 項之阻擋層複合材料，其中該奈米沸石的表面改質有機基與該可聚合化合物中之至少一種官能基相同。
3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之阻擋層複合材料，其中該經表面改質之奈米沸石上的官能化包括芳族基。
4. 如申請專利範圍第 3 項之阻擋層複合材料，其中該芳族基為苯基。
5. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之阻擋層複合材料，其中該表面改質有機基中之至少一者為脂族基。
6. 如申請專利範圍第 2 項之阻擋層複合材料，其中該奈米沸石之表面改質基為可聚合基。
7. 如申請專利範圍第 6 項之阻擋層複合材料，其中該表面改質基為縮水甘油氧基、丙烯酸基或甲基丙烯酸基。
8. 如申請專利範圍第 1 項之阻擋層複合材料，其中該可聚合化合物為環氧樹脂或丙烯酸樹脂之有機樹脂。
9. 如申請專利範圍第 1 項之阻擋層複合材料，其中該聚合化合物為酚醛清漆樹脂。
10. 如申請專利範圍第 1 項之阻擋層複合材料，其中

該經表面改質之奈米沸石之特徵係其為 LTA、FAU、LTL 或 GIS 沸石。

11. 如申請專利範圍第 8 項之阻擋層複合材料，其中該環氧樹脂之特徵係其為單一成分樹脂。

12. 如申請專利範圍第 11 項之阻擋層複合材料，其中該單一成分樹脂為以雙酚與表氯醇（DGEBA）為底質的樹脂。

13. 一種用於製造如申請專利範圍第 1 項之阻擋層的方法，其先進行阻擋層前驅物的沉積步驟，然後進行固結步驟。

14. 如申請專利範圍第 13 項之方法，其中該沉積係以絹印進行。

15. 如申請專利範圍第 13 項之方法，其中該沉積係以微分散作用而獲得。

16. 如申請專利範圍第 15 項之方法，其中該微分散作用係使用注射器而獲得。

17. 如申請專利範圍第 13 項之方法，其中該固結步驟係選自 UV 照射、熱處理及其組合。

18. 一種敏感裝置，其包含如申請專利範圍第 1 項之阻擋層複合材料。

19. 如申請專利範圍第 18 項之敏感裝置，其中該阻擋層複合材料係存在該敏感裝置的邊緣。

20. 如請求項第 18 項之敏感裝置，其中該阻擋層複合材料覆蓋該敏感裝置的內部零件。

21. 如請求項第 18 項之敏感裝置，其中該裝置為光伏電池。

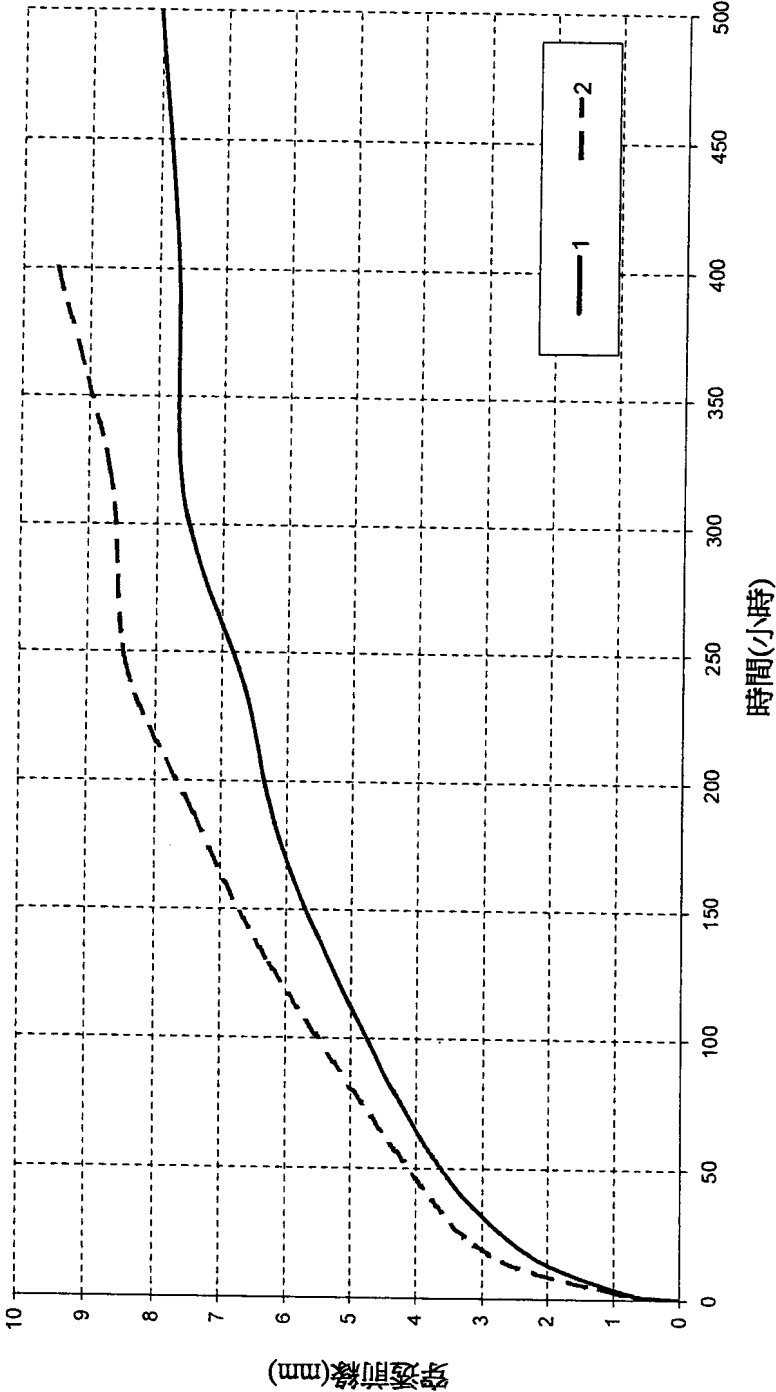
22. 如請求項第 18 項之敏感裝置，其中該裝置為 OLED 螢幕。

23. 如請求項第 18 項之敏感裝置，其中該裝置為微機電裝置。

24. 如請求項第 18 項之敏感裝置，其中該裝置為儲能裝置。

25. 如請求項第 24 項之敏感裝置，其中該裝置為鋰電池。

圖1



四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

0

0

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無