



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0119953
(43) 공개일자 2013년11월01일

- | | |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H05B 33/20 (2006.01) H05B 33/22 (2006.01)
C08G 18/79 (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2013-7016346</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2011년11월21일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2013년06월24일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/EP2011/070555</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2012/069411
국제공개일자 2012년05월31일</p> <p>(30) 우선권주장
10 2010 061 963.9 2010년11월25일 독일(DE)</p> | <p>(71) 출원인
바이엘 머티리얼사이언스 아게
독일 51368 레버쿠젠</p> <p>(72) 발명자
바그너, 요아킵
독일 51061 쾰른 켐멜바이스스트라쎄 135
되르, 제바스티안
독일 40593 뒤셀도르프 안거스트라쎄 99
베르너트, 토마스
독일 54331 오버빌리크 임 피터 1</p> <p>(74) 대리인
위혜숙, 양영준</p> |
|--|--|

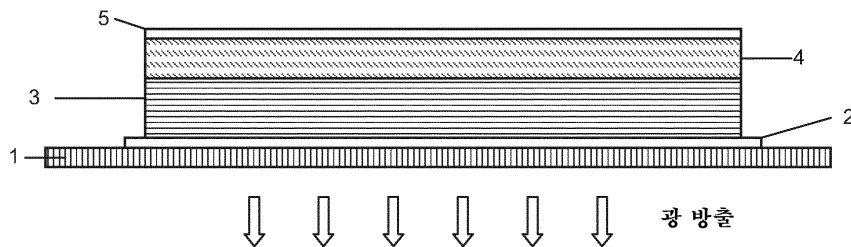
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **블로킹된 이소시아네이트 기를 갖는 가교계를 포함하는 안료 층을 함유하는 EL 소자**

(57) 요약

본 발명은 기관, 적어도 부분적으로 투명한 정면 전극, 적어도 하나의 안료 층, 임의로 유전체 층, 배면 전극 및 전극 접촉을 위한 버스바, 임의로 커버 층 또는 라미네이트로 이루어지는 전계발광 소자의 제조를 위한 제제에 관한 것이다. 본 발명은 또한 바람직하게는 스크린 인쇄를 이용하여 전계발광 소자를 제조하는 방법에 관한 것이다. 안료 및 유전체 층을 제조하기 위한 제제는 이소시아네이트-반응성 성분 및 블로킹된 이소시아네이트 및/또는 블로킹된 디이소시아네이트 및/또는 폴리이소시아네이트를 결합제로서 함유한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

기관, 정면 및 배면 전극 및 안료 층을 포함하며, 여기서 안료 층은

a) 열 가역적으로 블로킹된 이소시아네이트 기를 갖는 성분 aa) 및

하나 이상의 이소시아네이트-반응성 성분 ab)

를 포함하는 결합제계, 및

b) 전기장 내에서 발광성인 안료 또는 결정

을 포함하는 것인 EL 소자.

청구항 2

제1항에 있어서, 결합제계가 성분 aa)로서, 지방족, 시클로지방족, 아르지방족 및/또는 방향족 디- 또는 트리이소시아네이트 및 이들과, 2개 이상의 유리 NCO 기를 갖는 이미노옥사디아진디온, 이소시아누레이드, 우레트디온, 우레탄, 알로파네이트, 뷰렛, 우레아, 옥사디아진트리온, 옥사졸리디논, 아실우레아 및/또는 카르보디이미드 구조와의 고분자량 2차 생성물을 함유하고, 성분 ab)로서, 페놀, 부타논 옥심, 아세톤 옥심 또는 시클로헥산 옥심과 같은 옥심, ϵ -카프로락탐과 같은 락탐, N-tert-부틸벤질아민 또는 디이소프로필아민과 같은 아민, 3,5-디메틸피라졸, 트리아졸, 말론산 디에틸 에스테르, 아세토아세트산 에틸 에스테르와 같은 탈양성자화 성 기를 함유하는 에스테르, 또는 이들의 혼합물 및/또는 기타 블로킹제와의 혼합물을 함유하는 것인 EL 소자.

청구항 3

제2항에 있어서, 성분 aa)가 테트라메틸렌-디이소시아네이트, 시클로헥산-1,3- 및 1,4-디이소시아네이트, 헥사메틸렌-디이소시아네이트 (HDI), 1-이소시아네이트-3,3,5-트리메틸-5-이소시아네이트메틸시클로헥산 (이소포론-디이소시아네이트, IPDI), 메틸렌-비스-(4-이소시아네이트시클로헥산), 테트라메틸크실릴렌-디이소시아네이트 (TMXDI), 트리아이소시아네이트노난, 톨루일렌-디이소시아네이트 (TDI), 디페닐메탄-2,4'- 및/또는 4,4'-디이소시아네이트 (MDI), 트리페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트, 나프틸렌-1,5-디이소시아네이트, 4-이소시아네이트메틸-1,8-옥탄-디이소시아네이트 (노난-트리아이소시아네이트, 트리아이소시아네이트노난, TIN) 및 1,6,11-운데칸-트리아이소시아네이트로 이루어진 군으로부터 적어도 하나로부터 선택된 것인 EL 소자.

청구항 4

제2항에 있어서, 성분 ab)가 부타논 옥심, 아세톤 옥심, 3,5-디메틸피라졸, 말론산 디에틸 에스테르 및 아세토아세트산 에틸 에스테르로 이루어진 군으로부터 적어도 하나로부터 선택된 것인 EL 소자.

청구항 5

제1항에 있어서, 이소시아네이트 기 aa)의 이소시아네이트 함량이 (성분 aa)를 기준으로) 0.5 내지 60중량%인 EL 소자.

청구항 6

제1항에 있어서, 유전체 층 및 커버 층으로 이루어진 군으로부터 적어도 하나로부터 선택되는 추가의 층을 포함하는 EL 소자.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 전계발광 필름 소자 (이하 약어 EL 소자로 표기)의 제조를 위한 제제 및 결합제의 경화제 성분으로서 블로킹된 이소시아네이트를 함유하는 페이스트 및 제제를 사용하여, 예를 들어 스크린 인쇄 공정으로 본 발명에 따른 필름 소자를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 2-차원 EL 소자는 선행 기술에 충분히 공지되어 있으며, 3-차원 형태의 EL 소자도 역시 제안되고 있다.
- [0003] DE-A 44 30 907은 곡면 또는 프로파일 표면이 발광성인 3-차원 전계발광 디스플레이의 형성을 위한 배열에 관한 것이다.
- [0004] DE-A 102 34 031은 정보를 담는 캐리어 층을 포함하며, 자유롭게 성형할 수 있는 필름 재료로부터 또는 3-차원 모양의 표면을 갖는 경질 재료로부터 제조되는 전계발광 루미너스 영역에 관한 것이다. 전계발광 루미너스 영역은 먼저 정보를 담는 캐리어 층을 인쇄한 후, 여기에 제1 전기 전도 층, 안료 층, 절연 및 반사 층, 배면 전극 및 임의적인 보호 층을 제공하여 제조한다. 다양한 층을 위한 결합제로서 폴리우레탄은 언급되지 않았다.
- [0005] WO 03/037039는 본체와 전계발광 장치를 포함하는 3-차원 전계발광 디스플레이에 관한 것이다. 전계발광 디스플레이의 본체는 적합한 플라스틱으로 제조되고, 이는 유리하게는 사출 성형 공정으로 가공할 수 있다. 3-차원 전계발광 디스플레이의 제조를 위해, 전계발광 장치를 먼저 제조한다. 그 후, 전계발광 장치를 성형한다. 성형 (열성형) 한 후, 전계발광 장치를, 예를 들어 삽입 성형할 수 있다. 상기 문헌에서도 전계발광 장치의 층의 제조를 위한 제제에 있어서 결합제로서 폴리우레탄은 기재되어 있지 않다.
- [0006] 3-차원 형태의 EL 소자의 제조를 위해, 폴리카르보네이트 필름에 바람직하게는 EL 층 구성을 제공한 후, 바람직하게는, 예를 들어 WO 2009/043539에 기재된 바와 같이 고압 형성 공정 (HPF)으로 열성형한다.
- [0007] 특정 2-성분 폴리우레탄이 이미 선행 기술에서, 3-차원적으로도 성형할 수 있는 EL 소자의 제조를 위한 페이스트에 있어서 바람직한 결합제로서 제안되었다. 따라서, WO 2008/071412에는 가요성 3D-EL-HPF 소자, 그의 제조 방법 및 용도가 기재되어 있다.
- [0008] WO 2008/068016에는 반투명 금속 포일을 포함하는 EL 소자 및 그의 제조 및 용도가 기재되어 있다. 기재된 EL 소자는 마찬가지로 2-성분 폴리우레탄을 사용하여 제조된다.
- [0009] 2-성분 폴리우레탄의 한 성분은 디- 또는 폴리이소시아네이트이고, 다른 성분은 이소시아네이트-반응성 성분, 예컨대, 예를 들어 폴리아민 또는 바람직하게는 디올 및 폴리올이다.
- [0010] 상기 언급된 문헌에는 EL 소자의 제조에 있어서 폴리우레탄의 용도가 기재되어 있으나, 블로킹된 이소시아네이트의 용도 및 그의 장점은 기재되어 있지 않다.
- [0011] EL 소자의 제조에 있어서, 기재된 층은 연속적으로, 바람직하게는 중간 건조 및/또는 가교하면서, 제제, 잉크, 페이스트, 인쇄 잉크 또는 래커로 인쇄 또는 코팅하여 적용한다. 층의 적용에 있어서 적합한 공정은 원칙적으로 당업자에게 공지된 모든 코팅 및 인쇄 공정, 예를 들어 나이프 코팅, 래커 스핀 코팅, 침지 코팅, 분무 코팅, 슬롯 다이 코팅, 커튼 코팅, 릴리프(relief) 인쇄, 평판 인쇄, 스크린 인쇄, 플렉소그래픽 인쇄, 그라비아 인쇄, 음각 인쇄, 패드 인쇄, 오프셋 인쇄, 디지털 인쇄 및 열전사 인쇄이다. 바람직하게는, 공정으로서 스크린 인쇄 공정을 이용한다. 이후, 제제, 잉크, 페이스트, 인쇄 잉크 또는 래커를 일반적으로 제제로 지칭한다.
- [0012] 2-성분 폴리우레탄 기재의 결합제는 실제로 성형에 필요한 가요성을 지닌다. 그러나, 기재된 2-성분 폴리우레탄계는 제제의 포트 수명이 제한되어 있다는 제약을 갖는다. 공정 시간이 흐름에 따라 제제의 점도가 증가하므로 제조 공정에서 불리할 수 있다. 특히 스크린 인쇄에서, EL 소자에 부정적인 영향을 줄 수 있는데, 예를 들어 첫 번째에서 마지막 시트로 가면서 샘플의 층 두께가 일정하지 않을 수 있다. 결과적으로, EL 소자의 발광이 안료 및 유전체 층의 두께가 증가함에 따라 어두워지므로 개별 램프의 휘도 또한 샘플마다 다를 수 있다. 부가적으로, 제제가 제조 이후 계속적으로, 심지어 밀폐된 용기 안에서도 중합되어 점도가 증가하므로 제제의 취급이 어렵다. 제조 공정의 지연시, 제제화된 배치는 따라서 포트 수명이 지났을 때 폐기해야 하고 새로운 배치를 제조해야 한다. 이러한 폴리우레탄을 사용했을 때 이는 공정의 수익성에 부정적인 영향을 준다. 따라서 특히 스크린 인쇄 공정에서 스크린 패브릭의 세척도 2-성분 폴리우레탄을 사용했을 때 더 어렵다.
- [0013] 포트 수명은 제제의 제작에서 그의 가공성의 끝까지의 시간을 나타내는 용어이다. 스크린 인쇄에서, 인쇄 층에서 품질 손상이 있을 때, 예를 들어 줄무늬 형성, 인쇄 층의 두께 증가 또는 스크린 메쉬의 막힘이 있을 때, 예를 들어 분무의 경우, 분무 건의 막힘, 및 예를 들어 나이프 코팅의 경우, 적용된 층의 층 두께가 증가했을 때 더 이상 페이스트를 가공할 수 없다 (가공성의 끝에 도달함). 허용될 수 있는 층 두께가 제조 공정에 적합되어야 하고, 명시되어야 한다. 이러한 명시된 제한사항을 넘어서는 경우, 제제가 그의 포트 수명을 초과했으므로

제제를 폐기해야 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0014] 본 발명의 목적은 제한된 포트 수명과 같은 기재된 단점을 지니지 않고 가능한 한, 예를 들어 가공이 중단되어도, 가공 동안 점도 증가를 보이지 않는, EL 소자의 제조를 위한 제제에 있어서 결합제로서 2-성분 폴리우레탄을 사용하는 기술을 제공하는 것이었다.

과제의 해결 수단

- [0015] 이제, 당업자에게 놀랍게도 블로킹된 디이소시아네이트 및 블로킹된 폴리이소시아네이트 또한 EL 소자를 제조할 수 있는 제제의 제조에 적합함을 확인했다. 블로킹된 이소시아네이트/디- 또는 폴리이소시아네이트가 이소시아네이트-반응성 성분, 예를 들어 폴리올과 반응하지 않고, 블로킹 기가 분리된 후에만 반응하므로, 포트 수명이 연장된다. 수 시간이 아닌, 예를 들어 3개월을 초과한다. 그 결과, 원리적으로는 장기간 안정성을 지닌 1-성분계를 특정 층의 제조에 있어서 제공할 수 있다. 제제의 점도는 따라서, 적용 공정 동안에는 화학적 가교로 인해 더 이상 증가하지 않고, 첨가된 임의의 용매의 증발만이 점도를 약간 증가시킬 수 있다. 그러나, 이것은 정확히 용매가 첨가된 선행 기술의 모든 제제에서의 경우이다. 비교적 고비점 용매, 예를 들어 메톡시프로필 아세테이트 (비점 범위 145 - 147℃) 또는 에톡시프로필 아세테이트 (비점 범위 158 - 160℃)를 사용함으로써 용매의 증발을 최소화시킬 수 있다. 따라서 안정한 층 두께가 인쇄 동안 달성될 수 있다. 예를 들어, 벨트 건조기 및/또는 건조 캐비닛 안에서 승온에서의 건조 동안에만 블로킹 기가 분리되고, 이소시아네이트가 폴리올과 반응한다. 본 발명의 문맥에서 블로킹 기는 이소시아네이트와 블로킹제의 반응에 의해 이소시아네이트 기에 결합되고 이소시아네이트의 가열시 열 분리되고, 블로킹제와 반응하기 전에 존재했던 것 같은 이소시아네이트를 남기는 이소시아네이트 상의 화학적 기이다. 블로킹된 이소시아네이트와 이소시아네이트-반응성 화합물의 반응은 또한 연속적인 탈블로킹과 함께 화학적인 방식으로 진행될 수 있다. 본 발명의 맥락에서 블로킹 기는 또한 경화 동안 분리되지 않으나 다른 반응 (예, 말로네이트-블로킹된 폴리이소시아네이트와 폴리올의 반응의 경우 에스테르교환에 의해 분지화 또는 가교를 야기하는 이소시아네이트 상의 화학적 기이다. 이소시아네이트 기를 위한 블로킹제는 당업자에게 공지되어 있다.
- [0016] 2-성분 폴리우레탄계가 사용되는 경우, 이미 제조된 제제는 사용 후 더이상 사용할 수 없지만, 블로킹된 디이소시아네이트 및 폴리이소시아네이트를 사용하는 2-성분계의 경우, 사용되지 않은 잔여물은 밀폐된 용기 안에 저장되고 이후에 사용될 수 있다. 안료 층에 사용되는 발광 안료 비용이 가장 높으므로, 이는 수익성을 증가시킨다.
- [0017] EL 소자는 캐리어 또는 기판 (1), 적어도 부분적으로 투명한 정면 전극 (2), 전기장 내에서 발광성인 결정을 함유하는 층 (3), 임의로 층 구성의 유전체 강도를 증가시키고 가능한 높은 유전체 상수를 갖는 유전체 층 (4), 추가의 전극 층 (5), 임의로 전극을 위한 은 증폭기, 소위 은 버스바(busbar) (6) 및 임의로 커버 층 (7)을 갖는다. 또한 EL 소자는 외부 영향으로부터 이를 보호하기 위해 임의로 라미네이팅될 수 있다.
- [0018] 따라서 본 발명은 기판, 정면 및 배면 전극 및 안료 층을 포함하며, 여기서 안료 층은
- [0019] a) 열 가역적으로 블로킹된 이소시아네이트 기를 갖는 성분 aa)
- [0020] 및 하나 이상의 이소시아네이트-반응성 성분 ab)
- [0021] 를 포함하는 결합제계 및
- [0022] b) 전기장 내에서 발광성인 안료 또는 결정
- [0023] 을 포함하는 것인 EL 소자를 제공한다.
- [0024] 기재된 층 구성은 램프가 기판 (1) (통상적 구성)을 통과하며 발광함을 의미한다. 그러나, 층은 램프가 기판의 반대쪽을 향하는 면으로 발광하도록 배열할 수 있다 (층 구성, 예를 들어, (1), (5), (4), (3), (2), (6)). 그렇다면 커버 층 (6) 또는 보호 라미네이트는 적어도 부분적으로 투명해야 한다. 이러한 배열은 인버스라고 지칭한다. 추가로 EL 소자는 또한 두 방향으로 발광할 수 있다. 이러한 배열은 양면으로 지칭한다. 적어도 부분적으로 투명한 커버 층 또는 적어도 부분적으로 투명한 보호 라미네이트는 적어도 1%의 입사광이 투과되는 커버 층 또는 보호 라미네이트를 의미한다.

- [0025] 개별 층 및 구성요소의 설명
- [0026] 기관 (1)
- [0027] EL 소자를 위한 기관으로서 다수의 재료를 사용할 수 있다. EL 소자는 통상적으로 기관 (통상적 구성)을 통과 하며 발광한다. 적어도 부분적으로 투명한 재료, 예컨대, 예를 들어, 유리, 플라스틱 또는 플라스틱 필름이 따 라서 기관으로서 특히 적합하다. 모든 공지된 재료는 플라스틱의 필름에 있어서 재료로서 적합하다. 다수의 전계발광 소자는 폴리에스테르 필름 또는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름을 캐리어 재료로서, 예를 들어 스퍼 터링 공정에서 증착된 전기 전도성의 고도로 투명한 층에 상에 포함한다. 부가적으로, 이러한 EL 소자는 일반 적으로 추가의 층, 예를 들어 보호 층을 포함한다. EL 소자의 제조를 위해 선행 기술에서 적용된 이러한 층이 종종 취성 특징을 가지거나 고온의 성형 공정을 견딜 수 없으므로, 통상적 EL 소자는 일반적으로 평면 구성이며, 이는 예를 들어 3-차원 기하구조를 갖는 물품의 경우 정보의 지각력 및 작동가능성을 손상시킬 수 있 다. 특히, 예를 들어 매크로폴(Makrofol)® 및 베이폴(Bayfol)® (바이엘 머티리얼사이언스 아게(Bayer MaterialScience AG), D-51368 레버쿠젠, www.bayermaterialscience.com)로 지칭되는 필름 중에 함유된 바와 같은 폴리카르보네이트는 특히 3-차원 형태의 EL 소자에 있어서 매우 특히 적합하다.
- [0028] 전기 전도 층 (2) 및 (4)
- [0029] 통상적 구성에서, 적어도 부분적으로 투명한 제1 전기 전도 층은, 전기 전도 층이 안료 층에 적용되는 인버스 구성으로 기관에 적용된다. 적어도 부분적으로 투명한 전기 전도 층은, 층을 통과하는 입사광의 투과가 30% 이 상, 바람직하게는 70% 초과, 특히 바람직하게는 80% 초과임을 의미한다. 이러한 층은 선행 기술에 공지되어 있 고, 산화인듐주석 (ITO) 또는 산화안티모니주석 (ATO)은 3-차원 형태가 아닌 EL 소자에 종종 사용된다. ITO 코팅을 갖는 PET 필름은, 예를 들어 셀달(Seldahl) (미국 미네소타주 55057 노스필드 셀달 로드 1150)로부터 상 업적으로 입수가 가능하다. 적어도 부분적으로 투명한 전기 전도 코팅의 제조에 있어서 적합한 스크린 인쇄가능 체제, 예를 들어 듀폰 (영국 BS16 1QD 브리스톨 프렌체이 콜드하버 레인 듀폰 (UK) 리미티드)으로부터 명칭 7162E 또는 7164인 ATO 스크린 인쇄 페이스트가 또한 입수가 가능하다. 또한 전기 전도 중합체, 예컨대 에이치.씨. 스타아크 (H.C. Starck; 에이치.씨. 스타아크 게엠베하, 독일 38615 고슬라르 포스트파크 2540)로부 터 상표명 클레비오스(Clevios)®로 입수가 가능한 PEDOT/PSS (폴리-3,4-디옥시티오펜), 또는 전기 전도 전극 층의 형성에 있어서 적합한 폴리아닐린이 있다. 이러한 중합체성 전기 전도 재료를 함유하는 스크린 인쇄 페이스트 는, 예를 들어 아그파(Agfa) (아그파-게바트 엔브이(Agfa-Gevaert NV), 벨기에 B-2640 모르트셀 셉테스트라트 27)로부터의 오르가콘(Orgacon) EL-P 3000 시리즈 또는 오르메콘(Ormecon) (오르메콘 게엠베하, 독일 D-22941 암머스백, 페르디난트-하르텐 스트라세 7)로부터의 스크린 인쇄 페이스트와 같이 시판된다. 바람직하게는, 용 매, 첨가제 및 중합체 분산제와 제제화되는 에이치.씨. 스타아크 게엠베하로부터의 클레비오스 폴리(3,4-에틸렌 디옥시티오펜)계가, 전계발광 소자의 적어도 부분적으로 투명한 전극의 제조를 위한 제제의 전기 전도 구성성분 으로서 적용된다.
- [0030] EL 소자의 발광의 반대 측에 배열되는 전기 전도 층은 투명한 필요가 없다. 적어도 부분적으로 투명한 전기 전도 층에서 사용하기에 적합하지 않은 추가의 재료를 따라서 사용할 수 있다. 예를 들어, 은 충전제 내용물을 갖는 전기 전도 스크린 인쇄 페이스트가 배면 전극의 제조에 있어서 특히 적합하다. 다른 금속 또는 탄소를 또 한, 전류를 전도하는 충전제로서 사용할 수 있다. 스크린 인쇄가능 은 페이스트는, 예를 들어 애치슨(Acheson) (애치슨 프랑스 에스.에이.에스., 프랑스 에르탱 세텍스 67152)으로부터의 일렉트로다그(Electrodag)® PF 410 또는 일렉트로다그® PM 470 및 듀폰 (듀폰 (UK) 리미티드, 영국 BS16 1QD 브리스톨 프렌체이 콜드하버 레인)으 로부터의 9145 전계발광 은 전도체 페이스트이다. 탄소 충전제 함량을 갖는 비-투명 전극의 제조를 위한 전기 전도성 스크린 인쇄가능 페이스트는, 예를 들어 듀폰 (듀폰 (UK) 리미티드, 영국 BS16 1QD 브리스톨 프렌체이 콜드하버 레인)으로부터의 8144 전계발광 탄소 전도체 페이스트, 또는 애치슨 (애치슨 프랑스 에스.에이.에스., 프랑스 에르탱 세텍스 67152)로부터의 일렉트로다그® PF 407 A이다.
- [0031] 커버 층 (5)
- [0032] 상업적 래커 또는 인쇄 잉크가, 예를 들어 프릴 카게(Proel KG; D-91781 바이센부르크 아이. 베이. 트로이치링 거 스트라세 29)로부터 상표명 노리판 (Noriphan) HTR, 노리판 PCI, 노리판 N2K, 노리크릴(Noricryl) 또는 노 리페트 (NoriPET)으로 입수가 가능하거나, 마라부 게엠베하 앤 컴파니 카게 (Marabu GmbH & Co. KG; D-71732 탑 아스페르게르 스트라세 4)로부터의 마라플렉스(Maraflex) FX, 후지필름 세리콜 도이칠랜드 게엠베하(Fujifilm Sericol Deutschland GmbH; D-46215 보트로프 포스트파크 10 15 55)에 의한 폴리플라스트(Polyplast) PY, 코테 스 스크린 잉크스 게엠베하(Coates Screen Inks GmbH; D-90451 누에른베르크 바이더홀트플라츠 1)로부터의 스크

린 인쇄 잉크 HG, SG, CP, CX, PK, J, TL 및 YN, 또는 나즈다르(Nazdar; 미국 66227-3290 캔자스주 쇼니 핫지 라인 테라스 8501)로부터의 1500 시리즈 UV 플렉시폼, 1600 파워 프린트 시리즈, 1700 베르사 프린트, 3200 시리즈, 1800 파워 프린트 플러스, 9700 시리즈, PP 시리즈, 7200 래커, 7900 시리즈로 시판되고, 이는 커버 층으로서 적합하다. 제제의 구성은 물-기재, 용매-기재 또는 용매-비함유일 수 있다. 제제는 UV 방사, 열 가교 및/또는 건조 및/또는 IR 가교 / 건조를 수단으로 가교가능할 수 있다.

[0033] 커버링 래커에 대안적 또는 이에 부가적으로 EL 소자는 전면 상에 그리고 뒤집어 추가의 보호 층으로 라미네이션할 수 있다. 적합한 보호 층은 당업자에게 라미네이션에 적합한 공지된 모든 재료이다.

[0034] 은 버스바 (6)

[0035] 전극을 접촉시키기 위해, 전극 재료가 접촉 사이트에서 높은 접촉 저항을 야기할 수 있으므로 일반적으로 은 버스바가 사용된다. 은 버스바는 은 전도 페이스트로부터 인쇄되는 구조에 대한 용어이고, 일반적으로 접촉부에서 비교적 넓은 면적으로 전류를 전도한다. 다수의 적합한 은 페이스트, 예를 들어 애치슨 (애치슨 프랑스 에스.에이.에스., 프랑스 에르탱 섀텍스 67152)으로부터의 일렉트로다그® PF 410 또는 일렉트로다그® PM 470, 듀폰 (듀폰 (UK) 리미티드, 영국 BS16 1QD 브리스톨 프렌체이 콜드하버 라인)으로부터의 9145 전계발광 은 전도체 또는 5028 은 전도체 또는 일렉트라 폴리머스 리미티드(Electra Polymers Ltd.; 영국 TN11 9SG 켄트 톤브리지 러프웨이 밀)로부터의 ELX30 은 전도 페이스트가 선행기술에서 사용된다.

[0036] EL 소자의 배면 전극이 이미 은 충전제 내용물을 포함하여 제작되었다면 은 버스바를 사용한 증폭은 일반적으로 필요하지 않다.

[0037] 안료 층 (3)

[0038] 안료 층은

[0039] a) 적어도

[0040] 열 가역적으로 블로킹된 이소시아네이트 기를 갖는 하나의 성분 aa) 및

[0041] 하나 이상의 이소시아네이트-반응성 성분 ab)

[0042] 를 포함하는 결합제,

[0043] b) 전기장 내에서 발광성인 안료 또는 결정,

[0044] c) 임의로 용매

[0045] d) 임의로 첨가제 및 부가적 물질.

[0046] a) 결합제

[0047] 를 포함한다.

[0048] 본 발명에 따른 EL 소자용 인쇄 층의 제조를 위한 스크린 인쇄 페이스트는 블로킹된 이소시아네이트 및 1종 이상의 이소시아네이트-반응성 성분, 바람직하게는 폴리올을 갖는 결합제를 함유한다.

[0049] 반응 파트너의 양의 비율은 바람직하게는, 이소시아네이트에 대해 반응성인 기 대 이소시아네이트의 당량의 비율이 1:0.2 내지 1:3, 바람직하게는 1:0.5 내지 1:1.5, 매우 특히 바람직하게는 1이도록 선택된다.

[0050] 바람직하게는 2 이상의 관능기를 갖는 당업자에게 공지된 NCO-관능성 화합물을 성분 aa)의 제조에 있어서 적합한 폴리이소시아네이트로서 사용할 수 있다. 이는 전형적으로 지방족, 시클로지방족, 아르지지방족 및/또는 방향족 디- 또는 트라이이소시아네이트 및 이들과, 2개 이상의 유리 NCO 기를 갖는 이미노옥사디아진디온, 이소시아누레이트, 우레트디온, 우레탄, 알로파네이트, 뷰렛, 우레아, 옥사디아진트리온, 옥사졸리디논, 아실우레아 및/또는 카르보디이미드 구조와의 고분자량 2차 생성물이다.

[0051] 이러한 디- 또는 트라이이소시아네이트의 예는 테트라메틸렌-다이이소시아네이트, 시클로hexan-1,3- 및 1,4-다이이소시아네이트, hexa메틸렌-다이이소시아네이트 (HDI), 1-이소시아네이트-3,3,5-트리메틸-5-이소시아네이트메틸-시클로hexan (이소포론-다이이소시아네이트, IPDI), 메틸렌-비스-(4-이소시아네이트시클로hexan), 테트라메틸크실릴렌-다이이소시아네이트 (TMXDI), 트라이이소시아네이트노난, 톨루일렌-다이이소시아네이트 (TDI), 디페닐메탄-2,4'- 및/또는 4,4'-다이이소시아네이트 (MDI), 트리페닐메탄-4,4'-다이이소시아네이트, 나프틸렌-1,5-다이이소시아네이트, 4-이소시아네이트메틸-1,8-옥탄-다이이소시아네이트 (노난-트라이이소시아네이트, 트라이이소시아네이트노난, TIN) 및/또

는 1,6,11-운데칸-트라이소시아네이트 및 이의 임의의 목적하는 혼합물 및 임의로 또한 기타 디-, 트리- 및/또는 폴리소시아네이트의 혼합물이다.

[0052] 이러한 폴리소시아네이트의 이소시아네이트 함량은 전형적으로 0.5 내지 60중량%, 바람직하게는 3 내지 30중량%, 특히 바람직하게는 5 내지 25중량%이다.

[0053] 바람직하게는, 이소시아누레이트, 우레탄, 알로파네이트, 뷰렛, 이미노옥사디아진트리온, 옥사디아진트리온 및/또는 우레트디온 기를 가지며 지방족 및/또는 시클로지방족 디이소시아네이트를 기재로 하는 고분자량 화합물이 본 발명에 따른 방법에 적용된다.

[0054] 특히 바람직하게는, 뷰렛, 이미노옥사디아진디온, 이소시아누레이트 및/또는 우레트디온 기를 가지며 헥사메틸렌-디이소시아네이트, 이소포론-디이소시아네이트 및/또는 4,4'-디이소시아네이토디시클로헥실메탄을 기재로 하는 화합물이 본 발명에 따른 방법에서 성분 aa)로 적용된다.

[0055] 매우 특히 바람직하게는, 이소시아누레이트 구조를 가지며 헥사메틸렌-디이소시아네이트 및/또는 이소포론-디이소시아네이트를 기재로 하는 폴리소시아네이트가 적용된다.

[0056] 열에 의해 분리될 수 있고 당업계에서 그 자체가 공지되어 있는 단일관능성 블로킹제는 성분 aa)의 이소시아네이트 기를 위한 블로킹체로서 적용된다. 예는 페놀, 옥심, 예컨대 부타논 옥심, 아세톤 옥심 또는 시클로헥사논 옥심, 락탐, 예컨대 ϵ -카프로락탐, 아민, 예컨대 N-tert-부틸벤질아민 또는 디이소프로필아민, 3,5-디메틸피라졸, 트리아졸, 탈양성자화성 기를 함유하는 에스테르, 예컨대 말론산 디에틸 에스테르, 아세트아세트산 에틸 에스테르 또는 그의 혼합물 및/또는 기타 블로킹체와의 혼합물이다. 부타논 옥심, 아세톤 옥심, 3,5-디메틸피라졸, 말론산 디에틸 에스테르, 아세트아세트산 에틸 에스테르 및/또는 그의 혼합물이 바람직하고, 3,5-디메틸피라졸이 특히 바람직하다.

[0057] 성분 aa)의 제조 및/또는 사용은 용매 중에서 이루어질 수 있고, 그 예는 N-메틸피롤리돈, N-에틸피롤리돈, 크실렌, 용매 나프타, 톨루엔, 부틸 아세테이트, 메톡시프로필 아세테이트, 아세톤 또는 메틸 에틸 케톤이다. 이소시아네이트 기가 반응한 후 용매를 첨가하는 것이 가능하다. 용액을 안정화시키거나 래커 특성을 개선시키는 역할을 하는 양성자성 용매, 예컨대 알콜을 또한 여기에서 사용할 수 있다. 용매의 임의의 목적하는 혼합물 또한 가능하다. 용매의 양은 일반적으로 20 내지 99중량% 농도, 바람직하게는 50 내지 90중량% 농도를 초래하는 양이다. 용매-비함유 계의 제조 또한 가능하다.

[0058] 가교를 가속시키기 위해 결정을 또한 첨가할 수 있다. 적합한 결정은, 예를 들어 3급 아민, 주석, 아연 또는 비스무트의 화합물 또는 염기성 염이다. 디부틸주석 디라우레이트 및 주석 디옥토에이트가 바람직하다.

[0059] 이러한 스토빙(stoving) 래커와 관련하여 이소시아네이트-반응성 성분 ab)의 적합한 화합물, 예컨대, 예를 들어 폴리히드록시 화합물이 당업자에게 그 자체로 공지되어 있다. 이는 바람직하게는 그 자체로 공지된 폴리히드록시-폴리에스테르, 폴리히드록시-폴리우레탄, 폴리히드록시-폴리에테르, 폴리카르보네이트 디올 또는 히드록실 기를 함유하는 중합체, 예컨대 폴리히드록시-폴리아크릴레이트, 폴리아크릴레이트-폴리우레탄 및/또는 폴리우레탄-폴리아크릴레이트를 기재로 하는 그 자체로 공지된 결합제이다.

[0060] b) 구리- 또는 망가니즈-도핑된 아연 술피드 결정이 전기장 내에서 발광하는 안료로서 바람직하게 사용된다. 비-캡슐화 안료는 조작 동안 수분에 민감하므로, 이는 무기 층, 예컨대 산화알루미늄으로 캡슐화한다. 캡슐화된 안료는 당업자에게 공지되어 있고, 예를 들어 GTP (Global Tungsten & Powders Corp; 미국 18848 펜실베이니아주 토완다 호스 스트리트)로부터 시판되는 선행 기술이다.

[0061] c) 사용할 수 있는 용매는 원칙적으로, 기재된 폴리우레탄에 있어서 적합한 당업자에게 공지된 모든 용매, 예컨대, 각 경우에 총 페이스트 조성물을 기준으로 바람직하게는 1 내지 50중량%, 바람직하게는 2 내지 30중량%, 특히 바람직하게는 5 내지 15중량%의 양의 메톡시프로필 아세테이트, 에틸 아세테이트, 부틸 아세테이트, 메톡시프로필 아세테이트, 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 메틸 이소부틸 케톤, 시클로헥사논, 톨루엔, 크실렌, 용매 나프타 100 또는 둘 이상의 상기 용매의 임의의 목적하는 혼합물이다.

[0062] d) 유동 특성 및 유동을 개선시키기 위한 0.1 내지 2중량%의 첨가제가 또한 존재할 수 있다. 유동화제의 예는, 부톡실 내에서 40:60 내지 60:40의 혼합 비율의 사이텍 서피스 스페셜티즈 저머니 게엠베하 앤 컴파니 카계 (Cytec Surface Specialties Germany GmbH & Co KG; D-65203 비스마덴, www.cytec.com)로부터의 아디톨 (Additol) XL480이다. 각 경우에 총 페이스트 조성물을 기준으로 0.01 내지 10중량%, 바람직하게는 0.05 내지 5중량%, 특히 바람직하게는 0.1 내지 2중량%의, 제제 내에서 안료 및 충전제의 침강 특성을 감소시키는 레올로

지 첨가제, 예를 들어 BYK 410, BYK 411, BYK 430, BYK 431 (비와이케이-케미(BYK-Chemie; 독일 46483 베젤) 또는 그의 임의의 목적하는 혼합물이 추가의 첨가제로서 존재할 수 있다.

[0063] 유전체 층 (4)

[0064] 일반적으로, 절연 또는 유전체 층이 또한 배면 전극과 안료 층 사이에 존재한다. 이는 두 전극 층 사이의 유전체 강도를 개선시켜 조작 동안 평행관축전지 역할을 한다.

[0065] 유전체 층은

[0066] a) 적어도

[0067] aa) 이소시아네이트 성분

[0068] ab) 이소시아네이트-반응성 성분

[0069] 를 포함하는 결합제계

[0070] b) 임의로 가능한 한 최대의 유전 상수를 갖는 충전제, 바람직하게는 무기 충전제,

[0071] c) 임의로 용매

[0072] d) 임의로 첨가제

[0073] 를 포함한다.

[0074] 유전체 층에 함유되는 결합제계 a)는 안료 층 중에 함유되는 결합제계에 상응하며, 이와 관련하여 기재되어 있다.

[0075] b) 절연, 유전체 층의 제조를 위한 제제는 바람직하게는 바륨 티타네이트를 충전제로서 함유할 수 있다. 기타 재료, 예컨대 지르콘산티타늄산납 또는 이산화티타늄을 또한 사용할 수 있다. 유전체 층의 제조를 위한 추가의 충전제 재료, 예를 들어: BaTiO₃, SrTiO₃, KNbO₃, PbTiO₃, LaTaO₃, LiNbO₃, GeTe, Mg₂TiO₄, Bi₂(TiO₃)₃, NiTiO₃, CaTiO₃, ZnTiO₃, Zn₂TiO₄, BaSnO₃, Bi(SnO₃)₃, CaSnO₃, PbSnO₃, MgSnO₃, SrSnO₃, ZnSnO₃, BaZrO₃, CaZrO₃, PbZrO₃, MgZrO₃, SrZrO₃, ZnZrO₃ 또는 둘 이상의 상기 충전제의 혼합물이 문헌에 기재되어 당업자에게 공지되어 있다. 각 경우에 페이스트의 총 중량을 기준으로 5 내지 80중량%, 바람직하게는 10 내지 75중량%, 특히 바람직하게는 40 내지 70중량%의 충전제 양의 BaTiO₃ 또는 PbZrO₃ 또는 그의 혼합물이 유전체 층의 제조를 위한 페이스트에서 충전제로서 본 발명에 따라 바람직하다.

[0076] c) 사용할 수 있는 용매는 원칙적으로, 기재된 폴리우레탄에 있어서 적합한 당업자에게 공지된 모든 용매, 예컨대 각 경우에 총 페이스트 조성물을 기준으로 바람직하게는 1 내지 50중량%, 바람직하게는 2 내지 30중량%, 특히 바람직하게는 5 내지 15중량%의 양의 에톡시프로필 아세테이트, 에틸 아세테이트, 부틸 아세테이트, 메톡시프로필 아세테이트, 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 메틸 이소부틸 케톤, 시클로헥사논, 톨루엔, 크실렌, 용매 나프타 100 또는 둘 이상의 이들 용매의 임의의 목적하는 혼합물이다.

[0077] d) 유동 특성 및 유동을 개선시키기 위한 0.1 내지 2중량%의 첨가제가 추가로 존재할 수 있다. 유동화제의 예는, 부록실 내에서 40:60 내지 60:40의 혼합 비율의 사이텍 서피스 스펙티즈 저머니 게엠베하 앤 컴파니 카계 (비스바덴 D-65203, www.cyttec.com)로부터의 아디톨 XL480이다. 각 경우에 총 페이스트 조성물을 기준으로 0.01 내지 10중량%, 바람직하게는 0.05 내지 5중량%, 특히 바람직하게는 0.1 내지 2중량%의, 제제 내에서 안료 및 충전제의 침강 특성을 감소시키는 레올로지 첨가제, 예를 들어 BYK 410, BYK 411, BYK 430, BYK 431 (비와이케이-케미, 독일 46483 베젤) 또는 그의 임의의 목적하는 혼합물이 추가의 첨가제로서 존재할 수 있다.

[0078] 본 발명에 따른 제제 및 페이스트는 2-차원 EL 소자 및 이소택틱 고압 형성을 수단으로 3-차원으로 성형되는 EL 소자 둘 다의 제조에 있어서 적합하다. 필름 소자의 3-차원 형상은 본 맥락에서 평판 필름 소자에 하나 이상의 오목 또는 볼록한 부분을 성형하여 구성된다. 제제는 또한 삽입 성형할 수 있는 EL 소자의 제조에 있어서 적합하다. 이를 위해, 본 발명에 따른 제제의 적용 및 건조 및/또는 가교에 의해 제조되는 층은 성형 공정 및 삽입 성형 공정에서의 온도 및 압력을 견딜 수 있어야 한다.

[0079] <부호의 설명>

[0080] 1 - 필름 기관

- [0081] 2 - 정면 전극
- [0082] 3 - 안료 층
- [0083] 4 - 유전체 층
- [0084] 5 - 배면 전극
- [0085] <도면의 간단한 설명>
- [0086] 도 1에는 통상적 구성의 EL 소자가 보여진다. 광은 기관을 통해 방출된다.
- [0087] 도 2에는 인버스 구성의 EL 소자가 보여진다. 광은 기관의 반대쪽을 향하는 면으로 방출된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0088] 실시예
- [0089] 본원에 주어진 실시예는 본 발명을 예시하고 타당성을 부여하기 위함이나, 결코 실시예에 사용된 정보에만 한정되는 것이 아니다.
- [0090] 데스모두르(Desmodur)® BL 3475 BA/SN은 HDI/IPDI를 기재로 하는, 블로킹된 이소시아네이트 기를 갖는 지방족 가교 스토빙 우레탄 수지이다 (솔벤트나프타® 100/부틸 아세테이트 (1:1) 중 대략 75% 농도의 전달 형태, NCO 함량, 대략 8.2% 블로킹, 독일 레버쿠젠 소재의 바이엘 머티리얼사이언스 아게).
- [0091] 데스모펜(Desmophen)® 670 BA는 히드록실 기를 함유하는 약간의 분지형 폴리에스테르이다 (부틸 아세테이트 중 대략 80% 농도의 전달 형태, 히드록실 함량 $3.5 \pm 0.3\%$ (DIN 53 240/2), 독일 레버쿠젠 소재의 바이엘 머티리얼사이언스 아게).
- [0092] 데스모펜® 1800은 OH 기를 함유하는 용매-비함유 폴리에스테르이다 (약간 가교됨, 히드록실 함량 $1.82 \pm 0.09\%$ (ISO 6796), 독일 레버쿠젠 소재의 바이엘 머티리얼사이언스 아게).
- [0093] 실시예 1:
- [0094] 본 발명에 따른 안료 층의 제조에 있어서, 제제는 하기 레시피를 함유한다.
- [0095] <표 1>

물질	레시피 P1	레시피 P2
	중량%로 나타낸 중량	중량%로 나타낸 중량
데스모두르 BL3475 BA/SN (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	22.6	20.12
데스모펜 670 (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	13.1	15.58
에톡시프로필 아세테이트	3.3	3.30
부록실 중 아디플 480 XL (사이텍) (50:50)	2.5	2.50
안료 (GTP, 미국 펜실베이니아주 토완다)	58.5	58.50

- [0096]
- [0097] 본 발명에 따른 유전체 층의 제조에 있어서, 제제는 하기 레시피를 함유한다.
- [0098] <표 2>

물질	레시피 D1	레시피 D2
	중량%로 나타낸 중량	중량%로 나타낸 중량
데스모두르 BL3475 BA/SN (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	25.1	22.37
데스모펜 670 (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	14.6	17.33
에톡시프로필 아세테이트	3.6	3.60
부록실 중 아디플 480 XL (50:50)	2.7	2.70
바륨 티타네이트 (예, 시그마 알드리치 (Sigma Aldrich), www.sigmaaldrich.com)	54.0	54.00

- [0099]
- [0100] 실시예 2:
- [0101] 본 발명에 따른 안료 층의 제조에 있어서, 제제는 하기 레시피를 함유한다.

[0102] <표 3>

물질	레시피 P3	레시피 P4
	중량%로 나타낸 중량	중량%로 나타낸 중량
테스모두르 BL3475 BA/SN (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	12.6	11.62
테스모펜 1800 (바이엘 머티리얼 사이언스)	23.1	21.59
안료 (GTP, 미국 펜실베이니아주 토완다)	58.5	59.04
에톡시프로필 아세테이트	3.3	0
디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르	0	7.38
부록실 중 아디볼 480 XL (50:50)	2.5	0
보르치 골(Borchi Gol) LA200 (OMG 보르처스 게엠베하 (OMG Borchers GmbH), 독일 랑겐펠트 D-40764)	0	0.37

[0103]

[0104] 본 발명에 따른 유전체 층의 제조에 있어서, 제제는 하기 레시피를 함유한다.

[0105] <표 4>

물질	레시피 D3
	중량%로 나타낸 중량
테스모두르 BL3475 BA/SN (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	14.0
테스모펜 1800 (바이엘 머티리얼사이언스 아게)	25.7
에톡시프로필 아세테이트	3.6
부록실 중 아디볼 480 XL (50:50)	2.7
바람 티타네이트 (시그마 알드리치, www.sigmaaldrich.com)	54.0

[0106]

[0107] 블로킹된 이소시아네이트를 함유하는 제제를 사용하여 스크린 인쇄를 통해 EL 소자를 제조하는 실시예:

[0108] 실시예에 기재된 모든 층은 ATMACE 스크린 인쇄기 (ESC 유로파-집드릭마쉬넨-센트룸 버발통스게스. 엠베하 (ESC Europa-Siebdruckmaschinen-Centrum Verwaltungsges. mbH; 독일 32108 바트 잘쭈플렌)를 사용하여 인쇄했다. WO 2008/071412 21쪽 표의 왼쪽 컬럼 (표 5 비교)에 기재된 바와 같은 제1 전기 전도 층을 폴리카르보네이트 필름 (베이폴 CR 1-4 250 μ m, 바이엘 머티리얼사이언스 아게) 상에 인쇄했다:

[0109] <표 5> WO 2008/071412 21쪽 표의 왼쪽 컬럼에 기재된 바와 같은 전기 전도 층의 제조를 위한 제제의 조성물

물질	중량%로 나타낸 중량
클레비오스 P HS (이전에는 페이트론 P HS (Baytron P HS); 에이치.씨. 스타아크)	33.0
실케스트 (Silquest) A187 (OSI 스페셜티즈 (OSI Specialties))	0.4
N-메틸피롤리돈	23.7
디에틸렌 글리콜	26.3
프로글라이드 / DMM	12.6
베이덤 피니쉬 (Bayderm Finish) 85 UD (란세스 (Lanxess))	4.0

[0110]

[0111] 전기 전도 층의 건조 후 (110 $^{\circ}$ C에서 30분), 안료 층 (표 1에 따른 레시피 P1)을 번지기기법(wet-in-wet)으로 인쇄했다. 안료 층을 5분 동안 110 $^{\circ}$ C 벨트 건조기 내에서 건조시킨 후, 추가 10분 동안 110 $^{\circ}$ C 건조 캐비닛 내에서 건조시켰다. 그 후, 유전체 층 (표 2에 따른 레시피 D1)을 번지기기법으로 인쇄하고, 마찬가지로 5분 동안 110 $^{\circ}$ C 벨트 건조기 내에서 건조시킨 후, 10분 동안 건조 캐비닛 내에서 건조시켰다. 건조 캐비닛 내에서 보다 높은 온도에서는 사용된 기관에 물결무늬가 생기고, 사용된 블로킹된 이소시아네이트가 보다 낮은 온도에서는 더 이상 탈블로킹되지 않으므로 상기 온도가 선택되었다. 그 후, 제2 전기 전도 층을 인쇄했으며, 이 때 제1 전기 전도 층과 동일한 제제가 사용되었다. 상기 전기 전도 층을 건조시킨 후 (110 $^{\circ}$ C 건조 캐비닛 내에서 30분), EL 소자는 전극의 전기 전도도를 증폭시키기 위해 위에 은 버스바 (에치슨 일렉트로다그 PM-470)를 인쇄하여 완성했다.

[0112] 이미 사용된 안료 페이스트는 인쇄 후 스크린으로부터 제거할 수 있다. 스크린의 경우에서, 1,150mm x 1,350mm의 프레임 크기, 약 1 내지 1.5kg의 제제의 플러딩 양이 또한 필요하다. 플러딩 양 및 초과로 제조된 잔여물 모두 밀폐된 플라스틱 드럼통 안에 넣어 수 주 동안 저장하고, 언제나 다시 사용할 수 있다. 비교 실시예에서 제조된 페이스트의 경우 (레시피 P2), 결합제의 가교로 인해 수 시간 이내에 페이스트의 점도가 현저히 증가하므로 더 이상 결합없이 인쇄에 사용할 수 없어, 재-사용은 더 이상 가능하지 않다.

[0113] 블로킹된 이소시아네이트를 갖는 계에 의해 제공되는 장점을 기술하기 위해, 제조 후 및 수 시간 후에 점도를 측정했다. 사용된 계는 실시예에 언급된 결합제 테스모두르 3475 BA/SN과 테스모펜 670이었고, W02008068016

(반투명 금속 포일을 함유하는 EL 소자 및 제조 방법 및 용도)에 기재된 계 (테스모두르 N75 MPA 및 테스모펜 670)가 비교 계로 사용되었다. 이소시아네이트와 폴리올의 반응만을 여기서 모니터링하기 때문에, 유동 첨가제 및 충전제는 점도의 측정에 있어서 사용되지 않았다. 점도 측정의 목표는 반응을 모니터링하는 것이다. 이러한 맥락에서, 비-블로킹된 이소시아네이트와의 혼합물 (테스모두르 N75 MPA)의 점도는 결합제의 가교로 인해 증가되는 한편, 블로킹된 이소시아네이트와의 혼합물은 반응하지 않고, 점도도 미미하게 변한다는 것을 확인했다. 점도의 변화는 따라서 확실히 절대적인 값이 아니다. 이는 특히 두 배치에서 상이한 용매의 양에 좌우된다.

[0114] 하기 배치는 점도 측정을 위해 제조했다.

[0115] 비교 실시예 (비-블로킹된 이소시아네이트):

물질	함량 / 중량%
테스모펜 670	35.6
에톡시프로필 아세테이트	37.3
BYK 410	0.5
테스모두르 N75 MPA	26.6

[0116]

[0117] 본 발명에 따른 실시예 (블로킹된 이소시아네이트를 갖는 제제):

물질	함량 / 중량%
테스모펜 670	33.0
에톡시프로필 아세테이트	8.3
BYK 410	0.4
테스모두르 3475 BA/SN	58.3

[0118]

[0119] 이러한 제제의 점도는 제조 후, 4 내지 5시간 후, 및 대략 24시간 후에 측정했다.

[0120] 비-블로킹된 계 (테스모두르 N75 MPA) - 비교 실시예 - 는 첫 5시간 이내에 약간의 점도 증가 ($10s^{-1}$ 의 전단 속도에서 0.388 mPa.s 내지 0.451 mPa.s)만을 보였으나, 총 17시간 후에는 점도가 2배가 되었다 ($10s^{-1}$ 에서 0.953 mPa.s).

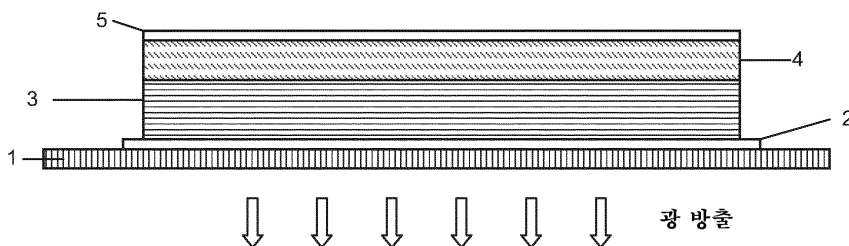
[0121] 블로킹된 계 (테스모두르 3475) - 본 발명에 따른 예 - 는 제제의 제조 후에 $10s^{-1}$ 에서 1.98 mPa의 점도, 제제의 제조 4.5시간 후에 $10s^{-1}$ 에서 1.93 mPa.s의 점도, 27시간 후에 $10s^{-1}$ 에서 2.00 mPa.s의 점도를 가졌다. 점도는 따라서 증가하지 않았다.

[0122] 제제의 제조 3일 후에, 비-블로킹된 계는 고체 (더 이상 측정이 불가능함)인 반면, 블로킹된 계는 변하지 않고 계속 사용할 수 있었다.

[0123] 점도 측정은 안톤 파아르 게엠베하(Anton Paar GmbH; 오스트리아 8054 그라츠)로부터의 피지카(Physica) MCR 301 상에서 수행했다. 모든 측정에 있어서 온도는 $25.0^{\circ}C$ 로 설정했다. 원뿔/판 배열을 사용했고, 원뿔의 직경은 49.966mm이고, 원뿔의 각도는 1.994° 였다.

도면

도면1



도면2

