



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103608407 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201280029922. 4

H01L 33/00(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 06. 18

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

10-2011-0059097 2011. 06. 17 KR

US 2010025724 A1, 2010. 02. 04,

US 6207728 B1, 2001. 03. 27,

CN 101838464 A, 2010. 09. 22,

JP 2010085579 A, 2010. 04. 15,

JP 2006299251 A, 2006. 11. 02,

WO 2011002826 A1, 2011. 01. 06,

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 12. 17

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/KR2012/004819 2012. 06. 18

审查员 叶坤

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/173459 K0 2012. 12. 20

(73) 专利权人 LG 化学株式会社

地址 韩国首尔

(72) 发明人 高敏鎔 郑宰昊 姜大昊

(74) 专利代理机构 北京鸿元知识产权代理有限公司

公司 11327

代理人 李静 黄丽娟

(51) Int. Cl.

C08L 83/04(2006. 01)

C08K 5/56(2006. 01)

C08G 77/04(2006. 01)

G02B 1/04(2006. 01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

高折射组合物

(57) 摘要

本申请涉及一种高折射组合物。本申请的组合物显示优异的透明度、防潮性、耐热性、耐水性、耐候性、耐光性和耐久性,并且能够形成具有高折射率的高折射膜。所述组合物在加工过程中或之后几乎不表现出释气,并且可以采用溶液涂布法来应用,因此可以有效地用于多种电子光学器件。

1. 一种高折射组合物, 包含:

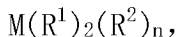
具有化学式1的平均组成式的硅树脂或其前体; 和

由化学式9表示的化合物、该由化学式9表示的化合物的缩合产物或由化学式12表示的化合物:

[化学式1]

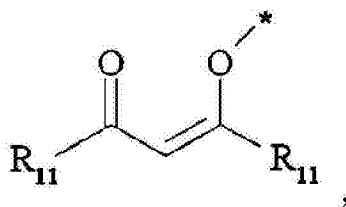


[化学式9]



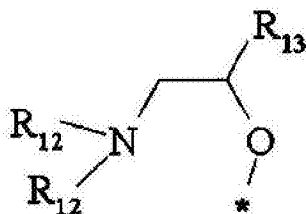
其中, 各个R为连接到硅原子上的取代基, 并且独立地表示氢、烷基或芳基; X表示氢原子或烷基; a、b、c、d和e的总和为1, a为0至0.6, b为0至0.97, c为0至0.8, d为0至0.4, e为0或正数, 化学式9的M为选自元素周期表中的第3-第5族和第12-第15族的金属元素中的金属元素, 化学式9的R¹为连接到M上且由化学式10或11表示的有机官能团, 化学式9的R²为可缩合的官能团, 化学式9的n为0至2:

[化学式10]



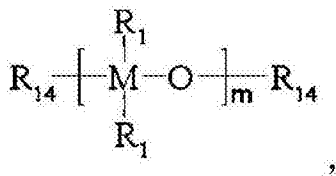
其中, 化学式10的标记“*”表示O连接到化学式9的M上, 化学式10的R₁₁表示氢、烷基或-OR³, 其中R³为氢或一价烃基;

[化学式11]



其中, 化学式11的标记“*”表示O连接到化学式9的M上, 在至少一个R₁₂为氢或烷基的情况下, 化学式11的各个R₁₂表示氢、烷基或芳基; 化学式11的R₁₃表示氢或烷基;

[化学式12]



其中, 化学式12的M为选自元素周期表第3至第5族和第12至第15族的金属元素中的金属元素, 化学式12的R₁为烷氧基或烷基氧基烷氧基, 化学式12的m表示2以上的数值, 化学式12的R₁₄表示氢、烷氧基或一价烃基。

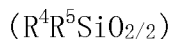
2. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 在固化之前或之后的折射率为1.50以上。

3. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述硅树脂为交联的硅树脂。

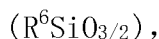
4. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述硅树脂包含芳基。

5. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述硅树脂包含由化学式3或化学式4表示的硅氧烷单元:

[化学式3]



[化学式4]



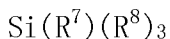
其中, 在 R^4 和 R^5 中的至少一个为芳基的情况下, R^4 和 R^5 独立地表示烷基或芳基; R^6 为芳基。

6. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述硅树脂的重均分子量在500至100,000的范围内。

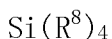
7. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述前体为可加成固化的组合物、可缩合固化或可缩聚固化的组合物、可紫外固化的组合物或者可过氧化物硫化的组合物。

8. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述硅树脂的前体包含由化学式8表示的化合物或由化学式13表示的化合物:

[化学式8]



[化学式13]



其中, R^7 为连接到硅原子上的取代基, 并且表示氢、烷基或芳基, R^8 为可缩合固化的官能团。

9. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 所述化学式9或化学式12的M为元素周期表中的第4族或第12族的金属。

10. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 由化学式12表示的化合物的重均分子量为1,000以下。

11. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 其中, 相对于100重量份的所述硅树脂或其前体, 所述由化学式9表示的化合物、由化学式9表示的化合物的缩合产物或由化学式12表示的化合物的含量为10重量份至800重量份。

12. 根据权利要求1所述的高折射组合物, 还包含溶剂。

13. 一种电子光学器件, 包括:

基板; 和

在所述基板上形成的权利要求1所述的组合物的固化产物。

14. 根据权利要求13所述的电子光学器件, 其中, 所述基板为平面屏幕显示器、光学传感器、光子芯片、光子电路、发光二极管、有机发光二极管、或光电池的发光部位或光敏部位。

15. 一种制备电子光学器件的方法, 包括: 通过溶液涂布法将权利要求1所述的组合物涂布在基板上; 和固化所述组合物。

高折射组合物

技术领域

[0001] 本申请涉及一种高折射组合物。

背景技术

[0002] 高折射性树脂可以用于需要具有减反射效果、光散射效果或光提取效果的光学元件。例如,高折射性树脂可以用于塑料光学透镜、用于光盘记录的高精度透镜、棱镜、光纤、光波导管、光学粘合剂、光学半导体封装或功能材料,例如,减反射膜、光散射膜、视角增大膜;亮度提高膜或滤光片,其可以应用于PDP(等离子体显示面板)或LCD(液晶显示器)。此外,高折射性树脂可以用于防止塑性劣化的添加剂、用于化妆品的添加剂或用于车辆的窗户玻璃等。

[0003] 作为制备高折射性树脂的方法,已知引入基于硫的树脂的方法(专利文献1)、使用引入卤素的树脂的方法(专利文献2)和使用金属氧化物的方法(专利文献3至5)。

[0004] 然而,根据常规的方法,可实现的折射率受限,而且耐热性、耐候性等下降。此外,甚至在固化步骤之后,在高温条件下会持续发生释气现象,这在制备器件时导致问题。尽管已知使用金属氧化物作为能够赋予高折射率的材料的方法,如果金属氧化物的量超过某一水平时,其在固化产物中聚集,导致光散射并且严重地劣化透明度。此外,不能保持金属氧化物粒子的稳定分散,以及粒子趋向下沉。

[0005] [现有技术文献]

[0006] [专利文献]

[0007] (专利文献1)日本专利公开特许公报第2006-307200号

[0008] (专利文献2)日本专利公开特许公报第2001-011109号

[0009] (专利文献3)日本专利公开特许公报第2008-280202号

[0010] (专利文献4)日本专利公开特许公报第2007-084374号

[0011] (专利文献5)日本专利公开特许公报第2009-137774号

发明内容

[0012] 技术问题

[0013] 本申请提供具有高折射性的组合物。

[0014] 技术方案

[0015] 在本申请中具有高折射性的组合物的实例可以包括硅树脂或其前体,和有机金属化合物或其缩合产物。在本说明书中的术语“硅树脂”可以表示在其骨架中包含选自硅氧烷单元M、D、T和Q中的至少两种硅氧烷单元的化合物。

[0016] 在本说明书中,术语“M单元”可以表示通常可以由化学式($R_3SiO_{1/2}$)表示的所谓的单官能硅氧烷单元。术语“D单元”可以表示通常可以由化学式($R_2SiO_{2/2}$)表示的所谓的双官能硅氧烷单元。术语“T单元”可以表示通常可以由化学式($RSiO_{3/2}$)表示的所谓的三官能硅氧烷单元。术语“Q单元”可以表示通常可以由化学式($SiO_{4/2}$)表示的四官能硅氧烷单元。在

此,各个R为直接连接到硅原子上的取代基,并且独立地表示:例如,氢、羟基、环氧基、丙烯酰基(acryl group)、甲基丙烯酰基(methacryl group)、丙烯酰氧基(acryloyl group)、甲基丙烯酰氧基(methacryloyl group)、异氰酸酯基、烷氧基或一价烃基。

[0017] 术语“具有高折射性的组合物”可以表示折射率为,例如,1.50以上,1.55以上,1.60以上,1.65以上,1.7以上,或1.8以上的组合物,或者在固化后具有在任意的上述范围内的折射率的组合物。所述折射率是根据下面描述的方法使用UV-VIS分光计对波长450nm的光测量得到的。

[0018] 所述组合物包含硅树脂或者可以形成所述硅树脂的前体,以及有机金属化合物或其缩合产物。在示例性的实施方式中,所述组合物被固化并成为具有高折射率的硅杂化膜。在加工中,所述组合物不会引起相分离,并且形成具有优异的透明度的高折射性膜。此外,所述组合物或高折射性膜具有包括耐热性、耐候性和机械强度等的优异的性能,并且在加工过程中或之后不会引起释气现象。此外,即使必要时将其它材料沉积或层压在所述高折射性膜上,该高折射性膜不会劣化,因此在制备器件过程中是有利的。

[0019] 所述组合物包含硅树脂或可以形成硅树脂的前体。例如,所述硅树脂可以由化学式1的平均组成式1表示。

[0020] [化学式1]

[0021] $(R_3SiO_{1/2})_a(R_2SiO_{2/2})_b(RSiO_{3/2})_c(SiO_{4/2})_d(XO_{1/2})_e$

[0022] 在化学式1中,各个R为连接到硅原子上的取代基,并且独立地表示氢、烷基或芳基,X表示氢原子或烷基,a+b+c+d+e为1,并且a为0至0.6,b为0至0.97,c为0至0.8,d为0至0.4,e为0或正数。如果所述硅树脂为下面将描述的交联树脂,则在化学式1中,c和d不可以同时为0。

[0023] 在本发明中,所述硅树脂可以由某一平均组成式表示。自然地,当所述组合物包含单一的硅树脂时,所述硅树脂可以由平均组成式表示,并且当所述组合物包含多种硅树脂时,该多种硅树脂的平均组成可以由平均组成式表示。

[0024] 在化学式1中,各个R为连接到硅原子上的取代基,可以彼此相同或不同,并且独立地表示氢、烷基或芳基。当必要时,所述烷基或芳基可以被一个以上的取代基取代。可以用于取代烷基或芳基的取代基可以包括:卤素、羟基、环氧基、丙烯酰基、甲基丙烯酰基、丙烯酰氧基、甲基丙烯酰氧基、异氰酸酯基、巯基、烷氧基或一价烃基。在一个示例性的实施方式中,如果烷基或芳基包含一个以上的取代基,则所述取代基不能包括可热固性或可光固化的取代基,例如,环氧基、羟基、丙烯酰基、甲基丙烯酰基、丙烯酰氧基、甲基丙烯酰氧基、异氰酸酯基或烷基。

[0025] 除非在上下文中指出,术语“烷氧基”可以表示具有1至20个碳原子,1至16个碳原子,1至12个碳原子,1至8个碳原子或者1至4个碳原子的烷氧基。所述烷氧基可以为直链、支链或环状的烷氧基,并且还可以选择性地被一个以上的取代基取代。

[0026] 术语“一价烃基”可以表示从碳和氢组成的化合物、或碳和氢组成的且其中至少一个氢原子被某一取代基取代的化合物得到的一价残基。例如,所述一价烃基可以具有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。例如,所述一价烃基可以包括烷基、烯基或芳基。

[0027] 除非在上下文中指出,术语“烷基”可以表示具有1至20个碳原子,1至16个碳原子,

1至12个碳原子,1至8个碳原子或者1至4个碳原子的烷基。所述烷基可以为直链、支链或环状的烷基,并且还可以选择性地被一个以上的取代基取代。

[0028] 此外,除非在上下文中指出,术语“烯基”可以表示具有2至20个碳原子,2至16个碳原子,2至12个碳原子,2至8个碳原子或者2至4个碳原子的烯基。所述烯基可以为直链、支链或环状的烯基,并且还可以选择性地被一个以上的取代基取代。

[0029] 术语“芳基”可以表示从具有苯环或两个以上的苯环连接或稠合的结构或其衍生物得到的一价残基。术语“芳基”不仅可以包括通常称作芳基的官能团,还包括所谓的芳烷基或芳基烷基。例如,所述芳基可以为具有6至25个碳原子或6至21个碳原子的芳基,以及可以包括苯基、二氯苯基、氯苯基、苯基乙基、苯基丙基、苄基、甲基苯基、二甲苯基或萘基。在一个示例性的实施方式中,所述芳基可以为苯基。

[0030] 在化学式1中,至少一个R可以为芳基,例如,苯基。所述硅树脂可以包含芳基,使得芳基(Ar)与所述树脂包含的总的硅原子(Si)的摩尔比(Ar/Si)大于0.3、0.5或0.7。如果所述摩尔比(Ar/Si)超过0.3,则可以保持优异的折射率、光学性能、防潮性、耐候性和硬度性能。对所述摩尔比(Ar/Si)的上限没有特别限制,例如,可以为2.0以下,1.5以下或者1.2以下。

[0031] 在化学式1中,a、b、c、d和e为各单元的摩尔分数。如果(a+b+c+d+e)的总和为1,则a可以为0至0.6或0至0.5,b可以为0至0.97或0至0.8,c可以为0至0.8或0至0.7,d可以为0至0.4或0至0.2,e可以为0或正数。如果e为正数,则可以提高硅树脂的稳定膜内的金属粒子的功能。

[0032] 所述硅树脂可以为,例如,交联的硅树脂。术语“交联的硅树脂”可以表示必然包含T单元或Q单元作为硅氧烷单元的树脂。例如,交联的硅树脂可以表示T单元和Q单元。因此,c和d不同时为0。

[0033] 所述硅树脂可以包含选自由化学式2和3表示的硅氧烷单元中的一种或多种。

[0034] [化学式2]

[0035] $(R^4R^5SiO_{2/2})$

[0036] [化学式3]

[0037] $(R^6SiO_{3/2})$

[0038] 在化学式2和3中, R^4 和 R^5 独立地表示烷基或芳基, R^4 和 R^5 中的至少一个为芳基, R^6 为芳基。

[0039] 化学式2的硅氧烷单元为包含连接到至少一个硅原子上的芳基的D单元。例如,化学式2的硅氧烷可以为化学式4或5的硅氧烷单元。

[0040] [化学式4]

[0041] $(C_6H_5)(CH_3)SiO_{2/2}$

[0042] [化学式5]

[0043] $(C_6H_5)_2SiO_{2/2}$

[0044] 此外,化学式3可以表示包含连接到硅原子上的芳基的T单元,并且例如可以由化学式6表示的硅氧烷单元。

[0045] [化学式6]

[0046] $(C_6H_5)SiO_{3/2}$

[0047] 在所述硅树脂中,在该树脂中包含的连接到所有硅原子上的芳基可以包含于化学式2或3的硅氧烷单元中。此外,在这种情况下,化学式2的单元可以为化学式4或5的单元,化学式3的单元可以为化学式6的单元。

[0048] 所述硅树脂可以具有范围为500至100,000,理想地1,000至50,000的重均分子量(M_w)。通过如上所述控制所述树脂的分子量,在使用所述组合物的各步骤中可以保持优异的使用性能和加工性能,并且在固化步骤之后还可以保持优异的硬度、光稳定性和耐久性。所述重均分子量为通过凝胶渗透色谱法(GPC)的标准聚苯乙烯转化值。

[0049] 所述组合物可以包含硅树脂或作为可以形成硅树脂的前体的基于硅的材料。术语“前体或基于硅的材料”为可以形成硅树脂的所有种类材料的通称,例如,可以为可加成固化的组合物、可缩合或可缩聚固化的组合物、可紫外线固化的组合物或过氧化物硫化的组合物。在示例性的实施方式中,所述前体可以为,但不限于,可加成固化的组合物、可缩合或可缩聚固化的组合物或可紫外线固化的组合物。

[0050] 可加成固化的硅组合物可以通过氢化硅烷化反应形成硅树脂。在使用可加成固化的硅组合物的情况下,包含连接到硅原子上的氢原子的有机硅化合物和包含连接到硅原子上的烯基的有机硅化合物可以使用催化剂(例如铂类催化剂)固化,由此可以制备硅树脂。

[0051] 此外,可缩合固化或可缩聚固化的组合物包含具有可水解和/或可缩合的官能团(例如, $-Cl$ 、 $-OCH_3$ 、 $-OC(O)CH_3$ 、 $-O(CH_3)_2$ 、 $-OHCCH_3$ 或 $-OCH_3$)的有机硅烷或硅氧烷。所述有机硅烷或硅氧烷可以通过水解和/或缩合反应固化,由此可以制备硅树脂。

[0052] 此外,可紫外线固化的组合物可以包含硅化合物,例如,具有可以通过紫外线聚合的官能团的硅烷或硅氧烷,所述官能团用于水解反应和/或缩合反应,为例如,(甲基)丙烯酸酯基或乙烯基或其水解产物,由此可以制备硅树脂。紫外线可以用于制备硅树脂。

[0053] 在所属的领域中,已经公知多种材料,例如,可以根据所需硅树脂的结构或平均组成式选择的可加成固化的硅材料、可缩合固化或可缩聚固化的硅材料或可紫外线固化的硅材料,以及通过使用这种材料用于制备硅树脂的条件或反应添加剂。通过合适地采用上述材料,本领域的技术人员可以形成基于硅的材料。

[0054] 在示例性的实施方式中,所述前体可以为可缩合固化的组合物,包含由化学式7表示的化合物或由化学式8表示的化合物;或包含由化学式7表示的化合物和由化学式8表示的化合物。

[0055] [化学式7]

[0056] $Si(R^7)(R^8)_3$

[0057] [化学式8]

[0058] $Si(R^8)_4$

[0059] 在化学式7或8中, R^7 为连接到硅原子上的取代基,并且表示氢、烷基或芳基, R^8 为可缩合固化的官能团。

[0060] 在化学式7或8中, R^8 不受特别限制,只要其可以通过缩合反应(例如,溶胶凝胶缩合反应)形成硅氧烷骨架($-Si-O-Si-$)即可。在示例性的实施方式中, R^8 可以为卤素(例如, Cl)、 $-OR^9$ 、 $-OC(=O)R^9$ 、 $-N(R^9)_2$ 、 $-N(-C(=O)R^9)_2$ 或 $-SR^9$ 。在此,例如, R^9 可以独立地表示氢或烷基,但是不限于此。

[0061] 例如,在所述组合物中包含的有机金属化合物或其缩合产物可以为由化学式9表

示的化合物或其缩合产物。

[0062] [化学式9]

[0063] $M(R^1)_2(R^2)_n$

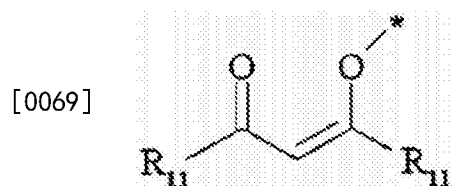
[0064] 在化学式9中, M为选自元素周期表中的第3-第5族和第12-第15族中的任一金属元素, R^1 为连接到M上的有机官能团, R^2 为可缩合官能团, n为0、1或2。

[0065] 在由化学式9表示的化合物中, M表示金属, 该金属的氧化物具有1.6以上的折射率, 并且M可以为元素周期表中的第3-第5族和第12-第15族中的任一金属元素。例如, 所述金属可以为在元素周期表中的第4族或第12族中的金属, 或钛、锆或锌。

[0066] 此外, 在化学式9中, R^1 可以为连接到M上的有机残基。所述有机残基与金属之间的键可以包括氢键、离子键、共价键或配位键, 例如, 可以为共价键或配位键。例如, 所述有机残基可以为烷氧基、烷基氧基烷氧基、 β -二酮、 β -二酮配体(beta-diketonate)或链烷醇胺。

[0067] 例如, 由化学式10表示的有机残基可以用作 R^1 。

[0068] [化学式10]

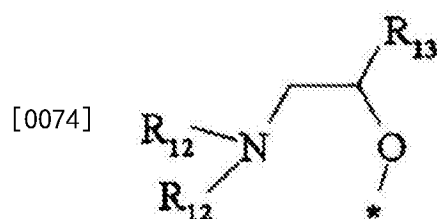


[0070] 在化学式10中, *表示O和M之间的键, 以及 R_{11} 表示氢、烷基或 $-OR^3$ 。在此, R^3 为氢或一价烃基。

[0071] 在化学式10中, 在羰基中包含的氧原子的未共享电子对可以与化学式9中的M形成配位键。

[0072] R^2 可以为由化学式11表示的残基。

[0073] [化学式11]



[0075] 在化学式11中, *表示O和M之间的键, 各个 R_{12} 表示氢、烷基或芳基, 至少一个 R_{12} 可以为氢或烷基, R_{13} 表示氢或烷基。

[0076] 在由化学式11表示的残基中, 例如, 至少一个 R_{12} 可以为2-羟基乙基或2-羟基丙基, 并且 R_{12} 可以各自与相同的原子形成共价键或配位键, 或可以与不同的原子形成共价键或配位键。

[0077] 在由化学式9表示的有机金属化合物中, R^2 表示可缩合的官能团, n表示0、1或2。可缩合的官能团可以包括可以诱导缩合反应的官能团和通过水解反应等可以转化为可缩合的官能团的前体。在有机金属化合物中, R^2 通过水解反应和/或缩合反应可以形成所述化合物的缩合产物。

[0078] R^2 的种类不受特别限制, 例如可以为羟基或烷氧基。在由化学式9表示的化合物中, 例如, R^1 可以为烷氧基、由化学式10表示的残基或由化学式11表示的残基。在另一示例

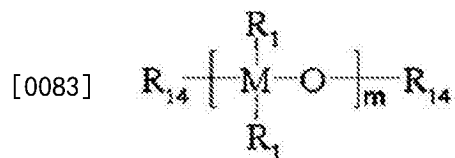
性的实施方式中, R^1 可以为烷氧基、由化学式10表示的残基。

[0079] 由化学式9表示的有机金属化合物可以通过本领域内公知的多种合成方法合成。

[0080] 必要时, 所述组合物可以包含由化学式9表示的有机金属化合物或其缩合产物。

[0081] 例如, 所述有机金属化合物的缩合产物可以由化学式12表示。

[0082] [化学式12]



[0084] 在化学式12中, M为元素周期表中的第3-第5族, 以及第12-第15族中的任一金属元素, R_1 为连接到M上的有机官能团, M如在化学式9中所定义, m表示2以上、或3至10的数值, R_{14} 表示氢、烷氧基或一价烃基。

[0085] 例如, R_{14} 可以为烷氧基或烷基, 例如可以为具有1至8个碳原子的烷氧基或具有1至8个碳原子的烷基。

[0086] 使用由化学式9表示的化合物的 R^1 或 R^2 通过本领域内公知的多种水解反应和/或缩合反应可以制备由化学式12表示的化合物。

[0087] 由化学式9表示的化合物的缩合产物(例如, 由化学式12表示的化合物)可以具有1,000以下的分子量或重均分子量。在该范围内, 所述缩合产物可以以高浓度分散在组合物中, 并且可以形成具有优异的透明度和高折射性的组合物或其固化产物。

[0088] 相对于100重量份的硅树脂或其前体, 所述组合物可以包含10重量份至800重量份的由化学式9表示有机金属化合物或其缩合产物。在该范围内, 可以提供具有优异透明度和高折射性的组合物或其固化产物。

[0089] 在本说明书中, 单位“重量份”表示各组分的重量比率。

[0090] 所述组合物可以进一步包含溶剂, 由此可以改善所述组合物的使用性能和加工性能。溶剂的种类不受特别限制, 例如可以包括醇类溶剂、二醇类和醚类溶剂、酯类溶剂、芳族溶剂、酮类溶剂、醚类溶剂或包含两种以上的溶剂的混合溶剂。所述溶剂的量不受特别限制, 可以根据使用性能适当地选择。

[0091] 此外, 根据应用的用途, 所述组合物可以进一步包含某种添加剂, 例如, 染料、表面活性剂或螯合剂。

[0092] 本申请涉及一种电子光学器件, 该电子光学器件包括基板和在该基板上形成的所述组合物的固化产物。

[0093] 所述组合物可以形成具有优异的透明度和高折射性的固化产物, 并且该组合物具有优异的耐热性、耐光性、防潮性和耐候性。在固化步骤中或在固化步骤之后, 不会发生释气现象。此外, 在沉积步骤中, 膜具有优异的稳定性, 并且更少发生释气现象, 使得其能够应用于多种电子光学器件的发光部位或光敏部位, 从而改善这些器件的性能。

[0094] 所述基板可以为平面屏幕显示器、光学传感器、光子芯片或光子电路、发光二极管(LED)、有机发光二极管(OLED)、或光电池的发光部位或光敏部位。此外, 所述基板可以为多种需要具有高折射性和优异透明度的膜的电子光学器件中的发光或光敏部位。

[0095] 本申请涉及电子光学器件的制备方法, 所述方法包括: 通过使用溶液涂布方法将

所述组合物涂布在基板上;和固化所涂布的组合物。

[0096] 可以以高浓度将所述有机金属化合物或其缩合产物分散在所述组合物中,而不会发生由于其聚集引起的透明度的劣化。因此,所述组合物可以用于通过使用溶液涂布方法制备电子光学器件。因此,当制备大面积的电子光学器件时,可以有效地使用所述组合物。

[0097] 上述制备方法包括通过使用溶液涂布方法将所述组合物涂布在基板上的步骤,可以例如通过浸渍涂布法、刮涂法(draw-down coating)、旋涂法、喷涂法或棒涂法实施该步骤。在这种情况下,在其上涂布所述组合物的基板的种类如上所述。

[0098] 上述制备方法包括在涂布步骤之后在合适的条件下固化涂布的组合物步骤。在这种情况下,固化所述组合物的方法不受特别限制,根据材料的种类,可以使用例如加热、紫外线辐照或硫化的方法。

[0099] 当必要时,在合适的温度下处理所述组合物和除去组合物中包含的溶剂之后可以进行制备方法中的固化步骤。

[0100] 有益效果

[0101] 本申请的组合物显示优异的透明度、防潮性、耐热性、耐水性、耐候性、耐光性和耐久性,并且能够形成具有高折射率的高折射膜。所述组合物在加工过程中或之后几乎不显示释气,并且可以应用溶液涂布方法,因此可以有效地用于多种电子光学器件。

具体实施方式

[0102] 在下文中,参照实施例和对比实施例将详细解释所述组合物,但是所述组合物的范围不限于下面的实施例。

[0103] 在本发明的实施例中,通过下面的方法评价透光率、折射率和释气水平。

[0104] 1.透光率的测量

[0105] 将在实施例和对比实施例中制备的可固化的组合物涂布在玻璃基板上并固化,从而形成厚度为1 μ m的膜。用肉眼检查所述膜,基于下面的标准测量其透光率。

[0106] <透光率评价标准>

[0107] 0:用肉眼没有观察到雾度的情形

[0108] X:用肉眼观察到雾度的情形

[0109] 2.折射率的测量

[0110] 将在实施例和对比实施例中制备的可固化的组合物涂布在基板上并固化,从而形成厚度为1 μ m的膜。通过UV-VIS分光计对波长为450nm的光在常温下测量所述膜的折射率。

[0111] 3.释气水平的测量

[0112] 将在实施例和对比实施例中制备的可固化的组合物涂布在基板上并固化,从而形成厚度为1 μ m的膜。然后,仅取出固化层,并通过使用热分析仪测量,将固化层放置在200℃下6小时之前和之后的质量变化,从而评价释气性能。

[0113] 实施例1

[0114] 在酸催化剂的存在下将300mmol的甲基三甲氧基硅烷和300mmol的四甲氧基硅烷溶胶凝胶聚合,从而制备硅树脂。然后,将2g制备的树脂和8g的聚(钛酸丁酯)(poly(dibutyl titanate))(聚合度:n=4)溶解在10g的乙二醇二乙醚中,从而制备可固化的组合物。然后,旋涂所述组合物,并在200℃的温度下固化30分钟,从而形成高折射性膜。

[0115] 实施例2

[0116] 除了使用8g的双乙酸乙酯化二正丁氧基化钛(titanium di-n-butoxide(bis-2,4-pentanedionate))代替聚(钛酸丁酯)之外,以与实施例1中所述的相同的方式制备高折射性膜。

[0117] 实施例3

[0118] 除了使用8g的叔丁醇锆代替聚(钛酸丁酯)之外,以与实施例1中所述的相同的方式制备高折射性膜。

[0119] 实施例4

[0120] 在酸催化剂的存在下将300mmol的苯基三甲氧基硅烷和300mmol的四甲氧基硅烷溶胶凝胶聚合,从而制备硅树脂。然后,将2g制备的树脂和8g的在实施例1中使用的聚(钛酸丁酯)溶解在10g的乙二醇二乙醚中,从而制备可固化的组合物。然后,旋涂所述组合物,并在200℃的温度下固化30分钟,从而形成高折射性膜。

[0121] 对比实施例1

[0122] 在酸催化剂的存在下将300mmol的甲基三甲氧基硅烷和300mmol的四甲氧基硅烷溶胶凝胶聚合,从而制备硅树脂。然后,将2g制备的树脂溶解在10g的乙二醇二乙醚中,从而制备可固化的组合物。然后,涂布所述组合物,并在200℃的温度下固化30分钟,从而形成膜。

[0123] 对比实施例2

[0124] 除了使用5g的二氧化钛分散溶液(固体浓度:35重量%,平均粒径:10nm)代替聚(钛酸丁酯)之外,以与实施例1中描述的相同的方式制备固化膜。

[0125] 对比实施例3

[0126] 除了使用8g的氧化锆分散溶液(固体浓度:25重量%,平均粒径:20nm)代替聚(钛酸丁酯)之外,以与实施例1中描述的相同的方式制备固化膜。

[0127] 在实施例和对比实施例中制备的膜的性能的测量结果列于下表1中。

[0128] [表1]

[0129]

	实施例				对比实施例		
	1	2	3	4	1	2	3
透光率	O	O	O	O	O	X	X
折射率	1.96	1.91	1.82	2.05	1.43	-	-
重量下降率(释气水平)	0.18	0.19	0.21	0.20	0.15	0.13	0.13

[0130] 如从表1中列出的结果可以看出,根据本申请的组合物具有优异的透明度,并能够形成具有高折射率的固化膜。关于这一点,当使用金属氧化物粒子时,难以形成同时具有透明度和高折射率的固化膜。在对比实施例2和3中,在膜上出现了非常严重的雾度,以及严重的光散射,而因此难以测量折射率。此外,可以看出在根据本申请的所有的组合物中,用于评价释气水平的重量降低率低至0.3%以下。