



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105122940 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201480018936. 5

代理人 刘建

(22) 申请日 2014. 03. 10

(51) Int. Cl.

(30) 优先权数据

H05B 33/04(2006. 01)

2013-074750 2013. 03. 29 JP

C08K 5/057(2006. 01)

C08L 23/22(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

C08L 57/00(2006. 01)

2015. 09. 28

G09F 9/30(2006. 01)

(86) PCT国际申请的申请数据

H01L 27/32(2006. 01)

PCT/JP2014/056199 2014. 03. 10

H01L 51/50(2006. 01)

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/156593 JA 2014. 10. 02

(71) 申请人 古河电气工业株式会社

地址 日本国东京都

(72) 发明人 斋藤惠司 青山真沙美 石黑邦彦

三原尚明 三枝哲也

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任

公司 11021

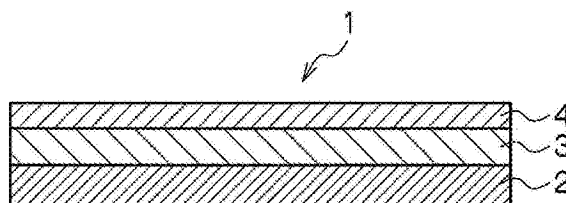
权利要求书2页 说明书18页 附图2页

(54) 发明名称

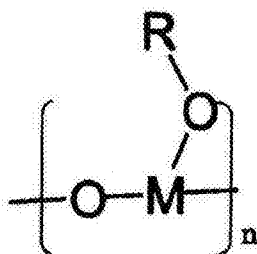
有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、有机电致发光元件及图像显示装置

(57) 摘要

本发明提供一种不仅捕集在有机电子器件用元件密封用树脂组合物的表面、侧面的水分,也捕集透过有机电子器件用元件密封用树脂组合物的内部的水分,由此长期可靠性优异且可视性优异的有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、以有机电子器件用元件密封用树脂组合物密封的有机电子器件用元件及图像显示装置。本发明的有机电子器件用元件密封用树脂组合物的特征在于在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且以重均分子量(Mw)为30万以上的聚异丁烯树脂(A)和增粘剂(B)作为主成分,并含有具有吸湿性的有机金属化合物(C),且含水率为1000ppm以下。



1. 一种有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,
 以在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且重均分子量 M_w 为 30 万以上的聚异丁烯树脂 (A) 和增粘剂 (B) 作为主成分,
 含有具有吸湿性的有机金属化合物 (C),
 含水率为 1000ppm 以下。
2. 如权利要求 1 所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,所述树脂组合物的透湿度低于 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,相对于总量含 10 ~ 80 质量%所述增粘剂 (B)。
4. 如权利要求 1 ~ 3 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,所述增粘剂 (B) 为选自石油树脂的氢化物、氢化松香及氢化萘烯树脂中的 1 种或 2 种以上的氢化树脂。
5. 如权利要求 1 ~ 5 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,在 2 张玻璃板之间密封的状态的一边的最大长度与在 2 张玻璃板之间密封的状态下在温度 85℃、相对湿度 85% 的条件下放置 150 小时后的一边的最大长度之差,即露出量低于 2mm。
6. 如权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,相对于总量含 0.05 ~ 2.0 质量%的金属。
7. 如权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,其特征在于,所述有机金属化合物 (C) 由下述化学式 (1) 表示,



式中, R 表示氢、含有可具有取代基的碳数 8 个以下的烷基、芳基、烯基、烷氧基、环烷基、杂环基、酰基的有机官能团, M 表示 2 价 ~ 4 价的金属原子, n 表示聚合度且为 1 以上的整数, 另外, R 可分别为相同的有机官能团也可为不同的有机官能团。

8. 如权利要求 1 ~ 7 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物, 其特征在于, 所述有机金属化合物 (C) 为其配体为选自醇、二酮、 β -酮酯、醚中的有机金属。
9. 如权利要求 1 ~ 9 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物, 其特征在于, 在 550nm 的波长区域的透光率为 85% 以上。
10. 一种有机电子器件用元件密封用树脂片, 其特征在于, 至少具有以权利要求 1 ~ 9 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物形成的密封层。
11. 如权利要求 10 所述的有机电子器件用元件密封用树脂片, 其特征在于, 在所述密封层的与贴合于有机电子器件用元件的面相反侧的面设有与所述密封层一起用于密封所述有机电子器件用元件的密封基板。
12. 如权利要求 10 或 11 所述的有机电子器件用元件密封用树脂片, 其特征在于, 所述

密封层的厚度为 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ 。

13. 一种有机电致发光元件, 其特征在于, 用权利要求 1 ~ 9 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物进行密封。

14. 一种有机电致发光元件, 其特征在于, 使用权利要求 10 ~ 12 中任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂片的所述密封层进行密封。

15. 一种图像显示装置, 其特征在于, 具有权利要求 14 所述的有机电致发光元件。

有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用 元件密封用树脂片、有机电致发光元件及图像显示装置

技术领域

[0001] 本发明涉及用于保护有机电子器件用元件免受氧、水分影响的有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、以有机电子器件用元件密封用树脂组合物密封的有机电子器件用元件及图像显示装置。

现有技术

[0002] 近年来,积极进行着关于有机电致发光(以下也称为“有机 EL”)显示器、或有机 EL 照明、进而有机半导体、有机太阳能电池等各种有机电子器件的研究。特别是,由于有机 EL 显示器的特征为高精度、高视野,故期待取代液晶显示器作为下一代显示器,且由显示用背光灯、夜间照明灯等照明领域扩展到平板计算机型终端显示器、电视的图像显示器等平板显示器领域。

[0003] 已知有机 EL 由含发光层的有机化合物层与夹持该有机化合物层的一对电极构成,具体以阳极/有机发光层/阴极的构成为基本,在其中适当设置了空穴注入层、电子注入层。另外,这样的有机 EL 元件具有低驱动电压、高效率、高亮度的性质,另外,由于为自发光型装置,故也可自阳极层、阴极层的任一者取出光,故作为其发光方式存在顶发光式和底发光式。

[0004] 另一方面,有机 EL 元件容易受到水分、氧等的影响,在大气中驱动有机 EL 元件时发光特性会急剧降低,因水分的浸入而产生非发光部(暗点)。该暗点的产生在显示器等的光源中成为重大缺陷。因此,需要以不使水分、氧等浸入到有机 EL 层的方式,保持有机 EL 元件的气密性,实现作为有机 EL 元件特性的亮度的高寿命化。

[0005] 因此,已开发出将利用防湿性高分子膜与粘接层形成的密封膜覆盖于有机 EL 元件的方法(参照例如专利文献 1)、以聚异丁烯树脂作为主体的密封膜(参照例如专利文献 2 及专利文献 3)。

[0006] 进一步,已试图尝试使用低透水性树脂实现粘接膜的低透水化,另一方面将水分捕捉剂、所谓的收集剂(getter)分散于树脂中以实现更低透水化。例如,将金属烷氧化物添加于将长链烃系高分子与羧基末端硅油配合而成的树脂组合物的例子(参照例如专利文献 4)、将有机化粘土添加于聚异丁烯中的例子(参照例如专利文献 5)。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献 1:日本特开平 05-101884 号公报

[0010] 专利文献 2:日本特开 2009-524705 号公报

[0011] 专利文献 3:日本特开 2007-057523 号公报

[0012] 专利文献 4:日本特开 2012-38660 号公报

[0013] 专利文献 5:日本特开 2012-193335 号公报

发明内容

[0014] 发明要解决的课题

[0015] 然而,专利文献 1~3 中记载的发明存在密封层本身具有的水对元件造成影响的情况。另外,通过包含元件基板和玻璃等密封基板,隔着密封层密封有机 EL 元件时,抑制水分从密封层与元件基板及密封基板未接触的密封层端面(侧面)浸入并不充分。另外,专利文献 4 中记载的发明中,金属烷氧化物与羧基引起凝胶化反应而对制造性带来大幅影响,专利文献 5 中记载的发明存在因作为无机物的有机化粘土与树脂的折射率差而可视性(透光率)大幅降低的问题。进一步,专利文献 2 中,具备金属氧化物、有机金属化合物等捕获层而尝试低透水化,但捕获层与密封层无法形成同一层,由于形成不同构成,因此除去从密封层内部通过的水分的效果低。

[0016] 因此,本发明的目的在于提供一种不仅可捕获有机电子器件用元件密封用树脂组合物的表面、侧面的水分,且也可捕获透过有机电子器件用元件密封用树脂组合物内部的水分,由此长期可靠性优异、且可视性优异的有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、以有机电子器件用元件密封用树脂组合物密封的有机电子器件用元件及图像显示装置。

[0017] 解决课题的手段

[0018] 为解决上述课题,本发明的有机电子器件用元件密封用树脂组合物的特征在于在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且以重均分子量(Mw)为 30 万以上的聚异丁烯树脂(A)和增粘剂(B)作为主成分,并含有具有吸湿性的有机金属化合物(C),且含水率为 1000ppm 以下。

[0019] 上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物的上述树脂组合物的透湿度优选低于 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 。

[0020] 另外,上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物中,相对于总量优选含 10~80 质量%上述增粘剂(B)。

[0021] 另外,上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物中,上述增粘剂(B)优选为选自石油树脂的氢化物、氢化松香及氢化萜烯树脂中的 1 种或 2 种以上的氢化树脂。

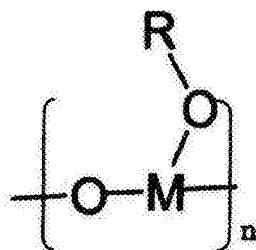
[0022] 另外,上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物中,在 2 张玻璃板之间密封的状态的一边的最大长度、与在 2 张玻璃板之间密封的状态下在温度 85℃、相对湿度 85% 的条件放置 150 小时后的一边的最大长度之差即露出量优选低于 2mm。

[0023] 另外,上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物优选相对于总量含 0.05~2.0 质量%的金属。

[0024] 另外,上述有机金属化合物(C)优选以下述化学式(1)表示,

[0025] 【化 1】

[0026]



[0027] (式中, R 表示氢、含有可具有取代基的碳数 8 个以下的烷基、芳基、烯基、烷氧基、

环烷基、杂环基、酰基的有机官能团, M 表示 2 价~ 4 价的金属原子, n 表示聚合度且为 1 以上的整数, 另外, R 可分别为相同的有机官能团也可不同的有机官能团)。

[0028] 另外, 上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物中, 上述有机金属化合物 (C) 优选为其配体为选自醇、二酮、 β -酮酯、醚中的有机金属。

[0029] 另外, 上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物在 550nm 的波长区域的透光率优选为 85% 以上。

[0030] 另外, 为解决上述课题, 本发明的有机电子器件用元件密封用树脂片的特征在于至少具有以上述任一项所述的有机电子器件用元件密封用树脂组合物形成的密封层。

[0031] 另外, 上述有机电子器件用元件密封用树脂片中, 在上述密封层的与贴合于有机电子器件用元件的面相反侧的面优选设有与上述密封层一起用于密封上述有机电子器件用元件的密封基板。

[0032] 另外, 上述有机电子器件用元件密封用树脂片的上述密封层的厚度优选为 1 ~ 50 μm 。

[0033] 另外, 本发明的有机电致发光元件的特征在于以上述任一者的有机电子器件用元件密封用树脂组合物进行密封。另外, 本发明的有机电致发光元件的特征在于使用上述任一者的有机电子器件用元件密封用树脂片的上述密封层进行密封。

[0034] 另外, 本发明的图像显示装置的特征在于具有上述有机电致发光元件。

[0035] 发明效果

[0036] 本发明的有机 EL 元件密封用透明树脂组合物及有机电子器件用元件密封用树脂片由于含有有机金属化合物, 故自有机电子器件用元件密封用树脂组合物的侧面侵入而透过有机电子器件用元件密封用树脂组合物的内部的水分也可由该有机金属化合物捕获, 由此抑制暗点的产生。因此, 可提供长期可靠性优异的有机 EL 元件密封用透明树脂组合物及有机电子器件用元件密封用树脂片。另外, 由于含有的是有机金属化合物从而可视性优异, 因此不仅可应用于底发光型的有机 EL 器件, 而且对于顶发光型的有机 EL 器件也特别有用。

[0037] 另外, 本发明的有机电致发光元件及图像显示装置以本发明的有机 EL 元件密封用透明树脂组合物密封, 有机电子器件用元件密封用树脂组合物中所含有机金属化合物也能捕获自有机电子器件用元件密封用树脂组合物的侧面侵入而透过有机电子器件用元件密封用树脂组合物内部的水分, 因此能抑制暗点的产生, 使图像的可视性良好, 长期可靠性也优异。

附图说明

[0038] 图 1 是示意性显示本发明的实施方式的有机电子器件用元件密封用树脂片的结构的剖面图。

[0039] 图 2 是示意性显示使用本发明的实施方式的有机电子器件用元件密封用树脂片的图像显示装置的结构剖面图。

[0040] 图 3 是用于示意性说明本发明的实施方式的有机电子器件用元件密封用树脂片的使用例的说明图。

具体实施方式

[0041] 以下对本发明的实施方式加以详细说明。

[0042] 本发明的实施方式的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 在基材片 2 的至少单面形成至少 1 层密封层 3。图 1 是显示本发明的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的优选的实施方式的概略剖面图。如图 1 所示,有机电子器件用元件密封用树脂片 1 具有基材片 2,且在基材片 2 上形成密封层 3。另外,有机电子器件用元件密封用树脂片 1 在密封层 3 上进一步具备用以保护密封层 3 的脱模膜 4。

[0043] 以下,对本实施方式的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的各构成要素加以详细说明。

[0044] (基材片 2、脱模膜 4)

[0045] 基材片 2 使构成密封层 3 的树脂组合物成为膜状时,为了使处理性良好而使树脂组合物暂时附着。另外,脱模膜 4 为了保护密封层 3 而使用。

[0046] 基材片 2 及脱模膜 4 并无特别限制,可列举例如聚乙烯膜、聚丙烯膜、聚丁烯膜、聚丁二烯膜、聚甲基戊烯膜、聚氯乙烯膜、氯乙烯共聚物膜、聚对苯二甲酸乙二醇酯膜、聚苯二甲酸乙二醇酯膜、聚对苯二甲酸丁二醇酯膜、聚氨基甲酸酯膜、乙烯/乙酸乙烯酯共聚物膜、离聚物树脂膜、乙烯/(甲基)丙烯酸共聚物膜、乙烯/(甲基)丙烯酸酯共聚物膜、聚苯乙烯膜、聚碳酸酯膜、聚酰亚胺膜、氟树脂膜等。另外也使用它们的交联膜。另外,也可为在原纸的单面或两面涂布这些膜而成的脱模纸。进而也可为它们的层叠膜。尤其就成本、处理性等方面而言,优选使用聚对苯二甲酸乙二醇酯。

[0047] 作为自基材片 2 及脱模膜 4 剥离密封层 3 时的剥离力的例子,优选为 0.3N/20mm 以下,更优选为 0.2N/20mm。剥离力的下限并无特别限制,实际上为 0.005N/20mm 以上。另外,为使处理性良好,基材片 2 和脱模膜 4 优选使用自密封层 3 的剥离力不同的基材片 2 和脱模膜 4。

[0048] 基材片 2 及脱模膜 4 的膜厚通常为 5 ~ 300 μm ,优选为 10 ~ 200 μm ,最优选为 20 ~ 100 μm 左右。

[0049] (密封层 3)

[0050] 构成密封层 3 的本发明的有机电子器件用元件密封用树脂组合物以在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且重均分子量 (M_w) 为 30 万以上的聚异丁烯树脂 (A) 和增粘剂 (B) 作为主成分,并含有具有吸湿性的有机金属化合物 (C),且含水率为 1000ppm 以下。

[0051] (聚异丁烯树脂 (A))

[0052] 聚异丁烯树脂 (A) 若在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且重均分子量 (M_w) 为 30 万以上则可无特别限制地使用。包含异丁烯单体与作为共聚单体的 1 种或其以上的烯烃,优选与共轭烯烃的共聚物。聚异丁烯树脂通常使用二氯甲烷作为介质,使用 Friedel-Crafts 催化剂作为聚合引发剂的一部分,以浆液法进行制备。这样的聚异丁烯树脂的特征在于水蒸气阻隔性及粘性高。

[0053] 聚异丁烯树脂 (A) 的质均分子量 (M_w) 低于 30 万时,不光是无法达成期望的透湿度,在高温下的树脂组合物的流动性也变高,露出量变大,会有对密封后的有机电子器件用元件周边的电子零件造成污染的可能性。

[0054] 作为聚异丁烯树脂 (A),可列举 BASF 公司制的 Oppanol B50、Oppanol B80、Oppanol B100、Oppanol B150 等。它们可单独使用,也可组合 2 种以上进行粘度调整而使用。

[0055] 〔增粘树脂 (B)〕

[0056] 增粘树脂为了赋予适度的粘度和粘接性而使用。作为增粘树脂,可列举松香、松香衍生物(氢化松香、歧化松香、聚合松香、松香酯(醇、甘油、季戊四醇等酯化松香等))、萜烯树脂(α -蒎烯、 β -蒎烯)、萜烯酚醛树脂、芳香族改性萜烯树脂、氢化萜烯树脂、C5系石油树脂、C9系石油树脂、使C5系石油树脂与C9系石油树脂共聚而得的石油树脂、DCPD型石油树脂、C5系石油树脂的氢化物、C9系石油树脂的氢化物、使C5系石油树脂与C9系石油树脂共聚而得的石油树脂的氢化物、DCPD型石油树脂的氢化物、香豆素-茚树脂、苯乙烯系树脂、酚醛树脂、二甲苯树脂、聚丁烯等。

[0057] 其中,从与聚异丁烯树脂(A)相容性良好、可形成透明性优异的树脂组合物方面考虑,可优选地使用选自各石油树脂的氢化物、氢化松香系树脂、及氢化萜烯系树脂中的1种或2种以上的氢化树脂。它们中,从水蒸气阻隔性能良好方面考虑,可优选使用C5系石油树脂的氢化物、C9系石油树脂的氢化物、使C5系石油树脂与C9系石油树脂共聚而得的石油树脂的氢化物。

[0058] 上述石油树脂的氢化物的软化点优选为 $60 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 。低于 60°C 时因组合物的凝聚降低故高温时的保持特性降低,因此会有露出量变大的情况。超过 150°C 时由于组合物的流动性降低故密封性降低。

[0059] 上述石油树脂的氢化物例如由荒川化学工业公司、出光兴产公司等销售且可购得。

[0060] 增粘剂(B)的配合量虽为任意,但相对于上述有机电子器件用元件密封用树脂组合物总量优选含 $10 \sim 80$ 质量%。更优选为 $30 \sim 80$ 质量%,进一步优选为 $40 \sim 65$ 质量%的范围。低于 10 质量%时无法充分发挥赋予粘度和粘接性的功能,密封性降低。超过 80 质量%时,组合物的流动性降低故有密封性降低的情况。

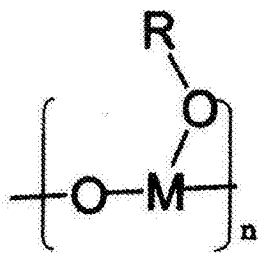
[0061] 〔有机金属化合物(C)〕

[0062] 添加有机金属化合物(C)的目的为捕获树脂组合物的体系内存在的微量水分、或形成密封层3或有机EL元件密封用透明树脂层8(密封后状态的密封层3,参照图2)时自密封层3或有机EL元件密封用透明树脂层8的表面、侧面侵入而透过内部的水分、形成密封层3或有机EL元件密封用透明树脂层8后自密封层3或有机EL元件密封用透明树脂层8的侧面侵入而透过内部的水分。通过添加有机金属化合物(C),可抑制有机EL元件6(参照图2)因水分造成的劣化,可提供长期可靠性优异的有机电子器件用元件密封用树脂片1。另外,由于为有机金属化合物,故可减少透明性、可视性的降低。

[0063] 有机金属化合物(C)优选以下述化学式(1)表示。

[0064] 【化1】

[0065]



[0066] (式中,R表示氢、含有可具有取代基的碳数8个以下的烷基、芳基、烯基、烷氧基、

环烷基、杂环基、酰基的有机官能团, M 表示 2 价~4 价的金属原子, n 表示聚合度且为 1 以上的整数, 另外, R 可分别为相同的有机官能团也可不同的有机官能团)。

[0067] 另外, 作为有机金属化合物 (C), 优选为有机金属络合物, 特别优选其配体为选自醇、二酮、 β -酮酯、醚中的有机金属络合物, 且具有至少一个烷基乙酰乙酸酯基的有机金属络合物。通过使用这样的有机金属络合物, 能显示与聚异丁烯或石油树脂的良好的相容性。

[0068] 其中, 尤其从由于对聚异丁烯树脂 (A) 的相容性高而可形成透明性优异的树脂组合物的观点考虑而优选使用碳数 1~8 的烷基乙酰乙酸铝类。

[0069] 上述碳数 1~8 的烷基乙酰乙酸铝类例如由川研精细化学公司、HOPE 制药公司销售且可购得。另外, 这些有机金属络合物可单独使用, 或组合 2 种以上使用。

[0070] 有机金属化合物 (C) 的配合量优选为使金属的含量相对于有机电子器件用元件密封用树脂组合物总量成为 0.05~2.0 质量%的方式配合, 更优选为 0.5~2.0 质量%。金属的含量为低于 0.05 质量%的那样的配合量时, 会有无法充分捕获水分的情况。另一方面, 超过 2.0 质量%的配合量时, 会有阻碍增粘剂的功能、密封性降低的情况。

[0071] (增塑剂)

[0072] 有机 EL 元件密封用透明树脂组合物也可含增塑剂。通过导入增塑剂可改变流动性。作为增塑剂可列举蜡、石蜡、邻苯二甲酸酯、己二酸酯、聚丁烯等。其中, 具有异丁烯骨架的聚丁烯由于粘度降低效果高, 且与聚异丁烯树脂 (A) 相容性良好故优选。

[0073] 增塑剂的数均分子量优选为 300 以上且 50000 以下, 更优选为 300 以上且 10000 以下, 进一步优选为 300 以上且 3000 以下。低于 300 时, 增塑剂向有机电子器件用元件转移, 会有产生暗点的情况。超过 50000 时, 使粘度降低的效果变小。增塑剂的分子量在例如聚丁烯时, 在使用氯化铝作为聚合催化剂的制造方法中可通过调整氯化铝的添加量、反应温度加以控制。

[0074] 增塑剂的配合量相对于有机电子器件用元件密封用树脂组合物总量, 优选为 5~30 质量%, 更优选为 5~20 质量%。低于 5 质量%时使粘度降低的效果变小。超过 30 质量%时, 组合物的凝聚力降低故会有露出量变大的情况。

[0075] (其他添加剂)

[0076] 有机 EL 元件密封用透明树脂组合物也可含有硅烷偶联剂。通过使用硅烷偶联剂而对玻璃等被粘合体的化学键合量增加, 且粘接力提高。作为硅烷偶联剂, 具体可列举 3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、2-(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、N-苯基- γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)3-氨基丙基甲基二甲氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)3-氨基丙基甲基三甲氧基硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷、乙烯基三甲氧基硅烷、N-(2-(乙烯基苄基氨基)乙基)3-氨基丙基三甲氧基硅烷盐酸盐、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷等硅烷偶联剂等。这些硅烷偶联剂也可混合 2 种以上。硅烷偶联剂的含量相对于有机 EL 元件密封用透明树脂组合物总量优选为 0.05~10 质量%, 更优选为 0.1~1 质量%。

[0077] (水解延迟剂)

[0078] 进而, 若为不损害透明性、透湿度的范围, 则可配合相对于有机 EL 元件密封用透明树脂组合物总量为 0.1~5 质量%的苯胺等胺系化合物作为水解延迟剂。

[0079] 只要可达成本发明的目的,也可进一步添加其他成分,例如保存稳定剂、抗氧化剂、增塑剂、粘性调整剂或树脂稳定剂等,但有因这些添加成分中的水分、杂质而图像显示装置的可视性恶化的可能性,故需要注意。

[0080] 有机EL元件密封用透明树脂组合物的以JIS K 0068规定的卡尔费休法测定的含水率为1000ppm以下。更优选为500ppm以下,进一步优选为100ppm以下。含水率的下限并无特别限制,但实际上为30ppm以上。通过将以卡尔费休法测定的含水量抑制在1000ppm以下,可抑制密封层本身具有的水对元件造成影响,结果可充分延迟密封后的有机电子器件用元件的劣化。

[0081] 为了将有机电子器件用元件密封用树脂组合物的以卡尔费休法测定的含水量设为1000ppm以下,只要配合有机金属化合物,利用有机金属化合物捕获树脂组合物中的水分即可。另外,为了使树脂组合物处于含水率小的状态,也可进行添加硅胶等将树脂组合物干燥、随后以过滤器除去硅胶等处理。另外,也可通过锥型干燥机(conical dryer)、蒸发器等干燥机、在加工成膜状时通过干燥炉,除去有机EL元件密封用透明树脂组合物中的水分或溶剂、挥发性有机分子。

[0082] 有机EL元件密封用透明树脂组合物在获得膜状的密封层3时,也可含有溶剂。作为这样的溶剂,可列举甲基乙基酮、甲苯、乙醇、异丙醇的有机溶剂,特别优选为甲基乙基酮、甲苯。可以在这样的溶剂中添加树脂组合物所含的各原材料,混合分散,将得到的树脂溶液通过辊刀涂布法、凹版涂布法、模头涂布法、反转涂布法等通常公知的方法,直接或通过转印而涂布于基材片2的剥离面上,并使其干燥而获得密封层3。

[0083] 另外,作为不使用有机溶剂而获得膜状密封层3的方法,可通过使有机EL元件密封用透明树脂组合物在高温熔融,且以热熔融涂布器等通常公知的机构挤出,随后冷却,由此获得密封层3。

[0084] 密封层3的厚度优选为 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$,更优选为 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ 。

[0085] 另外,密封层3和该密封层3所接触的贴合对象的表面粗糙度Ra更优选为 $2 \mu\text{m}$ 以下。该表面粗糙度超过 $2 \mu\text{m}$ 时,即使有机EL元件密封用透明树脂组合物本身的追随性高,但密封层3无法充分追随贴合对象表面的可能性也会提高。因此若表面粗糙度在适度范围,则由于能使密封层3与贴合对象密合,故可视性提高。贴合对象的表面粗糙度可通过研磨、或表面处理而改变,密封层3的表面粗糙度在形成为膜状时可通过改变冷却辊的表面粗糙度、改变脱模膜4的表面粗糙度来变更。

[0086] 有机电子器件用元件密封用树脂片1可具有2层以上的密封层3,也可具有密封层3以外的层。作为密封层3以外的层,例如可以在密封层3的与基材片1相反侧的面(与贴合于有机电子器件用元件的面相反侧的面)压接而贴合气体阻隔膜、玻璃板、金属板或金属箔等。该情况下,也可不设置脱模膜4。特别是,在密封层3的与密封层3的基材片1相反侧的面(与贴合于有机电子器件用元件的面相反侧的面)优选与密封层一起设置用于密封有机电子器件用元件的密封基板。

[0087] 密封层3的透湿度优选低于 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 。透湿度为 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 以上时,有机EL元件的密封效果变低故不优选。

[0088] (透湿度的测定方法)

[0089] 密封层3的透湿度可通过JIS Z 0208所规定的方法(杯法)测定。测定使用恒

温恒湿槽,在 40℃、90% RH 的条件进行。

[0090] 为了使密封层 3 的透湿度低于 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$,除了使用低透水性材料以外,也可添加可除去树脂中水分的有机金属化合物等干燥剂。

[0091] 关于有机 EL 元件密封用透明树脂组合物,透湿度也优选低于 $100 \mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}$ 。有机 EL 元件密封用透明树脂组合物的透湿度如下测定。在 $20 \mu\text{m}$ 厚的未实施防湿处理的玻璃纸上以 $20 \mu\text{m}$ 厚涂布透明树脂组合物,制作透湿度测定用样品。接着,将氯化钙投入透湿度测定用杯中后,将透湿度测定用样品的玻璃纸的面贴附于透湿度测定用杯,由在恒温恒湿槽 (40℃、90% RH) 中 24 小时后的重量变化算出透湿度。本发明的透湿度以下式 (1) 算出。另外,为了排除因未实施防湿处理的玻璃纸的吸湿等造成的影响,将仅贴附未实施防湿处理的玻璃纸的杯作为参考进行测定,补正透湿度的值。

$$[0092] \quad \text{透湿度} (\mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}) = \{[W_1 - W_0] \times t\} / \{S \times D\} \quad (1)$$

[0093] $W_0(\text{g})$:放入恒温恒湿槽前的杯的质量

[0094] $W_1(\text{g})$:放入恒温恒湿槽后的杯的质量

[0095] $t(\mu\text{m})$:透明树脂组合物与玻璃纸的整体厚度

[0096] $S(\text{m}^2)$:透湿度测定用杯的开口部的面积

[0097] $D(\text{天})$:试验天数

[0098] 密封层 3 优选对具有 550nm 波长的光的透光率为 85% 以上。其原因为若 550nm 的透光率低于 85% 则可视性降低。透光率可通过选定树脂而选择。

[0099] (透光率的测定方法)

[0100] 透光率可使用分光光度计 (日立高新技术公司制,分光光度计 U-4100 型固体试料测定系统) 测定透过光的光量而求出。

[0101] 有机 EL 元件密封用透明树脂组合物对于具有 550nm 波长的光的透光率也优选为 85% 以上。有机 EL 元件密封用透明树脂组合物的透光率的测定方法为将透明树脂组合物以成为 $20 \mu\text{m}$ 的方式涂布于无碱玻璃,以使光相对于玻璃面以法线方向侵入的方式,求出在 25℃ 的 550nm 的光对于玻璃的透光率。具体而言,以下式 (2) 算出。

$$[0102] \quad \text{透光率 } I(\%) = I_1/I_0 \quad (2)$$

[0103] $I_1(\%)$:含树脂组合物的玻璃的透光率

[0104] $I_0(\%)$:玻璃的透光率

[0105] 密封层 3 在密封于 2 张玻璃板之间的状态下,在温度 85℃、相对湿度 85% 的条件放置 150 小时后的露出量优选低于 2mm,更优选低于 1.5mm。

[0106] 有机发光二极管 (Organic Light-emitting diode, OLED) 在可靠性评价试验等有时会处于高温下 (例如 85℃),此时,在密封后状态的密封层 3 低粘度化而自有机 EL 元件的外周伸出时,会有污染有机 EL 元件、其周边部的零件的可能。该露出量为层压性的简易评价之一,露出量为 2mm 以上时树脂的流动性高,对元件周边部造成污染。若低于 2mm 则层叠性不会发生问题。

[0107] 为了使露出量低于 2mm,需要使有机 EL 元件密封用透明树脂组合物高粘度化那样的组成设计,将聚异丁烯的分子量设为 30 万以上、将增粘剂的软化温度设为 60℃ 以上、添加有机金属化合物均有效。

[0108] 关于有机 EL 元件密封用透明树脂组合物,在 2 张玻璃板之间密封的状态,在温度

85℃、相对湿度 85% 的条件放置 150 小时后的露出量也优选低于 2mm, 更优选低于 1.5mm。

[0109] 〈使用方法〉

[0110] 接着, 对有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的使用方法加以说明。

[0111] 本发明的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 在设置于元件基板 5 上(参照图 2、3) 的有机 EL 元件 6 与密封基板 9(参照图 2、3) 之间配设, 以元件基板 5 和密封基板 9 气密密封有机 EL 元件 6, 以获得固体密合密封结构的各种有机电子器件而使用。作为有机电子器件, 可列举有机 EL 显示器、有机 EL 照明、有机半导体、有机太阳能电池等。

[0112] 以下, 作为有机电子器件的例子, 对有机 EL 显示器(图像显示装置) 加以说明。有机 EL 显示器 11 如图 2 所示, 设于元件基板 5 上的有机 EL 元件 6 隔着有机 EL 元件密封用透明树脂层 8(密封状态的密封层 3) 通过密封基板 9 进行密封。

[0113] 有机 EL 元件 6 例如如图 2 所示, 在包含玻璃基板等的元件基板 5 上, 具有将导电材料图案化形成的阳极 61、层叠于阳极 61 的上面的以有机化合物材料的薄膜形成的有机层 62、及层叠于有机层 62 的上面的将具有透明性的导电材料图案化形成的阴极 63。另外, 阳极 61 及阴极 63 的一部份被拉出至元件基板 5 的端部而与未图示的驱动电路连接。有机层 62 从阳极 61 侧依序层叠空穴注入层、空穴输送层、发光层、电子输送层而成, 发光层层叠蓝色发光层、绿色发光层、红色发光层而成。另外, 发光层在蓝色、绿色、红色各发光层间也可具有非发光性的中间层。另外, 形成有机层 62 及阴极 63 后, 以覆盖它们的方式形成气体阻隔性的有机及无机的薄膜时, 能与有机 EL 元件密封用透明树脂层 8 效果相辅, 更有效地防止有机发光器件的劣化。有机 EL 显示器 11 中, 在阴极 63 上面形成包含无机化合物的阻隔性薄膜层 7, 在阻隔性薄膜层 7 上设置有机 EL 元件密封用透明树脂层 8。

[0114] 密封基板 9 只要为具有不会大幅阻碍有机 EL 显示器 11 的显示内容的可视性的性质的材料即可, 例如可使用玻璃、树脂等。

[0115] 接着, 对包含无机化合物的阻隔性薄膜层 7 加以说明。包含无机化合物的阻隔性薄膜层防止水蒸气、氧等气体的透过。形成阻隔性薄膜层的材料并无特别限制, 可使用硅、铝、铬、镁等金属的氧化物、氮化物、氟化物、或含锡的氧化铟(ITO) 等复合氧化物、氮化物等透明且具有氧、水蒸气等气体阻隔性的材料。其中, 可优选地使用金属氧化物, 且优选为氧化铝(Al_2O_3)、氧化硅(SiO_x)、铟与锡的复合氧化物(ITO), 其中, SiO_x 、ITO 由于透明性、防湿性均比其他金属氧化物优异故更优选。另外也可为加入少许氮的 SiO_xN_y 。另外也可为混合后的材料。

[0116] 作为在基材膜上形成包含金属氧化物等的阻隔性薄膜层 7 的方法有多种, 可通过电阻加热式真空蒸镀法、EB(电子束) 加热式真空蒸镀法、感应加热式真空蒸镀法等真空蒸镀法形成。另外, 也可使用作为其他的薄膜形成方法的溅射法或离子镀法、等离子体化学气相沉积法(PECVD 法) 等。但若考虑生产性, 则目前真空蒸镀法最优。作为真空蒸镀法的加热手段优选使用电子束加热方式或电阻加热方式、感应加热方式的任一方式。另外为了提高蒸镀薄膜层与基材的密合性及蒸镀薄膜层的致密性, 也可使用等离子体辅助法、离子束辅助法进行蒸镀。另外, 为了提高蒸镀膜膜的透明性而进行蒸镀时, 使用吹入氧等各种气体等的反应蒸镀也完全没关系。

[0117] 气体阻隔性薄膜层 7 的厚度依据所用的无机化合物种类、构成而最佳条件不同, 但通常宜在 1.0nm ~ 300nm 的范围, 优选为 5nm 以上且 100nm 以下, 进一步优选为 10nm 以

上且 80nm 以下。但是,膜厚低于 5nm 时,有无法获得均匀的膜、膜厚不充分的情况,有无法充分发挥作为气体阻隔材料的功能的情况。另外,膜厚超过 100nm 时,无法在薄膜中保持柔性,有因弯曲、拉伸或因温度变化所致的伸缩等外在要因,在薄膜中产生龟裂 (crack) 的可能性,因此存在问题。进一步,因材料使用量增加、膜形成时间的长时间化等导致成本增加,从经济的观点考虑也不优选。

[0118] 接着,对在阻隔性薄膜层 7 上形成的有机 EL 密封用透明树脂层 8 进行说明。

[0119] 有机 EL 元件密封用透明树脂层 8 使用上述的有机电子器件用元件密封用树脂物或有机电子器件用元件密封用树脂片 1 形成,可由以下工序形成。使用有机电子器件用元件密封用树脂组合物时,可使用点胶机等直接涂布在阻隔性薄膜层 7。另一方面,使用将树脂组合物片化后的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 时,首先,如图 3(A) 所示,剥离有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的脱模膜 4,且如图 3(B) 所示,将密封层 3 辊贴合于密封基板 9。接着,如图 3(C) 所示,剥离贴合于密封基板 9 的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的基材片 2。随后,如图 3(D) 所示,将贴合于密封基板 9 的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的密封层 3 隔着阻隔性薄膜层 7 而层压于有机 EL 元件 6 的阴极 63 侧。有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的密封层 3 构成有机 EL 显示器 111 的有机 EL 元件密封用透明树脂层 8。

[0120] 上述贴合及层叠优选在 100℃ 以下的温度进行。超过 100℃ 时会有有机 EL 元件 6 的构成材料劣化、发光特性降低的可能。

[0121] 另外,上述有机 EL 元件密封用透明树脂层 8 的形成工序中,最初将有机电子器件用元件密封用树脂片 1 辊贴合于密封基板 9,但也可贴合于有机 EL 元件 6。该情况下,剥离有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的基材片 2 后,将密封层 3 层压于密封基板 9。

[0122] 在一个实施方式中,使用具有水蒸气阻隔特性的气体阻隔膜。适用于基板的柔性材料为树脂材料,例如含氟聚合物,例如三氟化聚乙烯、聚氯三氟乙烯 (PCTFE)、偏二氟乙烯 (VDF) 与氯三氟乙烯 (CTFE) 的共聚物、聚酰亚胺、聚碳酸酯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、脂环式聚烯烃或乙烯-乙醇共聚物。基板可通过含有 SiO₂、SiN 或 DLC (类金刚石碳) 等无机材料的气体阻隔无机膜进行涂覆。无机膜可使用真空气相沉积、溅射及等离子体 CVD (化学气相成膜法) 等方法形成。也可使用本说明书中未明确述及的其他材料。

[0123] 另外,密封层 3 与密封基板 9 之间也可夹设有气体阻隔膜,也可使用预先将气体阻隔膜贴合在密封层 3 的与基材片 2 相反侧的面的有机电子器件用元件密封用树脂片 1。使用预先将气体阻隔膜贴合在密封层 3 的与基板片 2 相反侧的面的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 时,在剥离基材片 2 后,以将密封层 3 贴合于有机 EL 元件 6 的方式,制作带气体阻隔膜及密封层 3 的有机 EL 元件。

[0124] 另外,使用预先将密封基板贴合在密封层 3 的与基材片 2 相反侧的面的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 时,不需要像上述那样辊贴合于密封基板 8,仅剥离预先贴合密封基板后的有机电子器件用元件密封用树脂片 1 的基材片 2,将露出的密封层 3 层压于有机 EL 元件 6 的阴极 63 侧即可。

[0125] 以下基于实施例更详细说明本发明的构成,但本发明并不限于这些。

[0126] (原材料)

[0127] < 聚异丁烯树脂 >

- [0128] A1:Oppanol B150 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw250 万)
- [0129] A2:Oppanol B100 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw110 万)
- [0130] A3:Oppanol B80 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw 75 万)
- [0131] A4:Oppanol B50 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw 34 万)
- [0132] A5:Oppanol B30 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw 28 万)
- [0133] A6:Glissopal V1500 (BASF 公司制:聚异丁烯树脂,质均分子量 Mw 4140)
- [0134] <增粘树脂>
- [0135] B1:I-MARV P100 (出光兴产公司制,完全氢化石油树脂,分子量 660)
- [0136] B2:I-MARV P140 (出光兴产公司制,完全氢化石油树脂,分子量 900)
- [0137] B3:Clearon P105 (YASUHARA 化学公司制:氢化萘烯树脂)
- [0138] B4:Pine Crystal KE311 (荒川化学工业公司制:氢化松香酯)
- [0139] B5:Petrotack 90 (TOSOH 公司制:石油树脂,分子量 900)
- [0140] <有机金属化合物>
- [0141] C1:ALCH (川研精细化学公司制:乙酰乙酸乙基铝二异丙酯,分子量 274)
- [0142] C2:ALCH-TR (川研精细化学公司制:三乙基乙酰乙酸铝,分子量 414.4)
- [0143] C3:オリーブ AOS (HOPE 制药公司制:氧化铝硬脂酸盐,分子量 379.4)
- [0144] C4:オリーブ C10-2 (HOPE 制药公司制:双(2-甲基壬氧基)单乙基铝硬脂酸盐,分子量 470)
- [0145] C5:ALUMICHELATE A(W) (川研精细化学公司制:三乙酰乙酸铝,分子量 324.3)
- [0146] (实施例 1)
- [0147] 在容器中添加聚异丁烯树脂 (Oppanol B150, BASF 公司制) 32 重量份、完全氢化石油树脂 (I-MARV P100, 出光兴产公司制) 48 重量份和适量甲苯并充分搅拌后,在氮气氛下添加乙酰乙酸乙基铝二异丙酯 (ALCH, 川研精细化学公司制) 20 重量份并进一步搅拌,获得树脂组合物。将该制备的树脂组合物以干燥后的膜厚成为 20 μm 的方式涂布于作为基材片的厚度 50 μm 的剥离处理聚酯膜 (帝人 Dupont Film 公司制, Purex A-314) 的剥离面,在 120℃干燥数分钟。进一步,在该干燥面上,层压将作为脱模膜的实施硅酮脱模处理后的 25 μm 的聚酯膜 (东洋纺织制,东洋纺 Ester Film E7006) 的脱模处理面,制作实施例 1 的有机 EL 元件密封用透明树脂片。
- [0148] (实施例 2 ~ 43)
- [0149] 除了设置为表 1 ~ 3 所示的配合组成以外与实施例 1 同样,制作实施例 2 ~ 43 的有机电子器件用元件密封用树脂片。
- [0150] (比较例 1 ~ 9)
- [0151] 除了设置为表 3 所示的配合组成以外与实施例 1 同样,制作比较例 1 ~ 9 的有机 EL 元件密封用树脂片。
- [0152] (测定方法、评价方法)
- [0153] 根据以下测定方法、评价方法进行测定及评价。其结果示于表 1 ~ 3。
- [0154] <含水量>
- [0155] 对剥离各实施例、比较例的有机电子器件用元件密封用树脂片的脱模膜及基材片后的密封层,通过基于 JIS K 0068 所规定的水分气化-电量滴定法的卡尔费休法测定含水

量。将设定加热温度设置为 150℃。

[0156] 〈透湿度〉

[0157] 对各实施例、比较例所用的有机电子器件用元件密封用树脂组合物,仿效 JIS Z 0208 规定的方法(杯法),使用恒温恒湿槽,在 40℃、90% RH 的条件进行。有机 EL 元件密封用透明树脂组合物的透湿度如下测定。首先,在 20 μm 厚的未实施防湿处理的玻璃纸以 20 μm 厚涂布透明树脂组合物,制作透湿度测定用样品。接着,将氯化钙投入透湿度测定用杯中后,将透湿度测定用样品的玻璃纸的面贴附于透湿度测定用杯,由在恒温恒湿槽(40℃、90% RH)从 24 小时后的重量变化算出透湿度,本发明的透湿度以下式(1)算出。另外,为了排除因未实施防湿处理的玻璃纸的吸湿等造成的影响,仅将贴附未实施防湿处理的玻璃纸的杯作为参考进行测定,补正透湿度的值。

$$[0158] \quad \text{透湿度} (\mu\text{m} \cdot \text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{天}) = \{[W_1 - W_0] \times t\} / \{S \times D\} \quad (1)$$

[0159] $W_0(\text{g})$:放入恒温恒湿槽前的杯的质量

[0160] $W_1(\text{g})$:放入恒温恒湿槽后的杯的质量

[0161] $t(\mu\text{m})$:透明树脂组合物与玻璃纸的整体厚度

[0162] $S(\text{m}^2)$:透湿度测定用杯的开口部的面积

[0163] $D(\text{天})$:试验天数

[0164] 〈透光率〉

[0165] 将各实施例、比较例所用的有机电子器件用元件密封用树脂组合物以成为 20 μm 的方式涂布于 LCD 用无碱玻璃(日本电气硝子公司制 0A-10G),以使光对于玻璃面向法线方向侵入的方式,求得在 25℃的 550nm 的透光率。透光率使用分光光度计(日立高新技术公司制,分光光度计 U-4100 型,固体试料测定系统)求得,通过下述式(2)算出。

$$[0166] \quad \text{透光率 } I(\%) = I_1/I_0 \quad (2)$$

[0167] $I_1(\%)$:含树脂组合物的玻璃的透光率

[0168] $I_0(\%)$:玻璃的透光率

[0169] 〈露出量〉

[0170] 首先,使 4mm×5mm×25 μm 厚的聚对苯二甲酸乙二醇酯膜(三井化学公司制)与各实施例、比较例所用的有机 EL 元件密封用透明树脂组合物之上重合,并配置于 2 张松浪硝子工业公司制的 Micro Slide Glass(S9213,76mm×52mm,1.3mm 厚)之间。将所得的玻璃-玻璃密封体在高温高湿试验机内,以温度 85℃、相对湿度 85%的条件放置 150 小时,测定密封后的密封层的露出量。以光学显微镜观察自上述聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的伸出部分,密封层自聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的各边以相对于聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的各边垂直方向伸出的长度的最大值作为露出量。

[0171] 〈暗点〉

[0172] 制作在包含绝缘性透明玻璃的元件基板上具有阳极,其上面具有有机层,其上面具有阴极,进而在其上面具有有机/无机透明复合薄膜的底发光式及顶发光式的有机 EL 元件。接着,剥离各实施例、比较例的有机 EL 元件密封用透明树脂片的脱模膜,配置于上述有机 EL 元件的上述阴极的上面。随后,剥离有机 EL 元件密封用透明树脂片的基材片,将作为密封基板的绝缘性透明玻璃配置于有机 EL 元件密封用透明树脂片的密封层上面,在减压下在 80℃以 0.6MPa 的压力加压 1 分钟,制作有机 EL 显示器的模型。

[0173] 接着,在温度 85℃、相对湿度 85%的条件下,放置上述模型 24 小时及 500 小时后,冷却至室温(25℃)后,以电压 10V 通电而使有机 EL 元件起动,观察暗点(非发光部位)。将暗点的面积相对于整体低于 5%时作为暗点的产生抑制优异而评价为“A”,将 5%以上且低于 10%时评价为“B”,将 10%以上且低于 20%时评价为“C”,将 20%以上时作为暗点的产生抑制差而评价为“D”。另外,有机电子器件用元件密封用树脂片的透光率降低,无法明确确认暗点时,不进行评价。

[0174] [表 1]

[0175]

成分		实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例0	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5
聚异丁烯树脂 (重量份)	A1	32						38	38			14			78	
	A2		38	32						38	38		14			78
	A3				38	32								14		
	A4															
	A5															
	A6															
增粘树脂 (重量份)	B1	48	56	48		48	48					76	76	76	12	12
	B2															
	B3									52						
	B4							52	52		52					
	B5															
	C1	20	6	20		20		10	10	10	10	10	10	10	10	10
有机金属化合物 (重量份)	C2						20									
	C3															
	C4															
	C5															
	(wt %)	1.97	0.59	1.97	0.59	1.97	1.30	0.99	0.99	0.99	0.59	0.99	0.99	0.99	0.99	0.99
树脂组合物中 的金属含量																
树脂组合物的含水率	(ppm)	30	70	30	60	40	45	50	70	80	75	40	50	75	30	60
树脂组合物的透湿度	($\mu\text{m g/m}^2$ day)	5	25	10	32	20	20	85	60	60	70	45	45	45	65	50
树脂组合物的露出量	(mm)	0.05	0.6	0.2	1.0	0.2	0.2	0.4	0.8	1.2	1.2	0.1	0.7	0.8	0.2	1.2
树脂组合物的透光率	(%)	98	99	96	99	96	96	98	97	98	98	99	99	99	99	99
暗点评价	24Hr	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
底发光式	500Hr	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	B	B	B
暗点评价	24Hr	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
顶发光式	500Hr	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	B	B	B

[0176] [表 2]
[0177]

成分		实施例16	实施例17	实施例18	实施例19	实施例20	实施例21	实施例22	实施例23	实施例24	实施例25	实施例26	实施例27	实施例28	实施例29	实施例30
聚异丁烯树脂 (重量份)	A1					38	40	38	33							
	A2															
	A3									40	38					
	A4	32	32	38	38							88	14	40	38	38
	A5															
增粘树脂 (重量份)	A6															
	B1	48	48		52	57	59	57	57	59	57	10	81	80		
	B2			52												
	B3														57	
	B4															57
有机金属化合物 (重量份)	B5															
	C1		20	10	10	5	0.7			0.7		5	5	1	5	5
	C2	20						5	5							
	C3															
	C4															
树脂组合物中 的金属含量	C5															
	(wt %)	1.30	1.97	0.99	0.99	0.48	0.07	0.33	0.33	0.07	0.33	0.49	0.49	0.05	0.49	0.49
	(ppm)	130	110	350	400	230	400	250	220	250	200	620	500	380	550	600
	($\mu\text{m g}/\text{m}^2$ day)	30	30	45	40	50	65	55	55	70	60	60	80	80	70	80
	(mm)	1.6	1.6	1.7	1.6	0.1	0.1	0.1	0.8	1.0	1.0	1.4	1.2	1.3	1.3	1.3
树脂组合物的透光率	(%)	96	96	99	99	99	99	99	98	99	99	99	99	99	99	99
	24Hr	8	8	8	8	8	8	8	8	A	B	B	B	B	B	B
	500Hr	8	8	8	8	8	8	8	8	B	B	C	C	C	C	C
	24Hr	8	8	8	8	8	8	8	8	A	B	B	B	B	B	B
	500Hr	8	8	8	8	8	8	8	8	B	B	C	C	C	C	C

[0178] [表 3]

[0179]

成分		实施例31	实施例32	实施例33	实施例34	实施例35	实施例36	实施例37	实施例38	实施例39	实施例40	实施例41	实施例42	实施例43
聚异丁烯树脂 (重量份)	A1							33	38	28				
	A2			38	38						33			
	A3					38								
	A4	40	38				38					28	21	28
	A5													
	A6													
增粘树脂 (重量份)	B1	60	57					42	50	42	42	42		
	B2													
	B3													
	B4													
	B5			52	52	52	52						39	42
	C1			10	10	10	10							
有机金属化合物 (重量份)	C2	1	5		10									
	C3									30		30		30
	C4							25					40	
	C5								12		25			
	(wt %)	0.03	0.33	0.99	0.65	0.99	0.99	1.44	1.80	2.13	2.08	2.13	2.30	2.13
	(ppm)	880	910	85	90	85	85	50	65	35	40	40	35	40
树脂组合物中的金属含量														
树脂组合物中的含水量														
树脂组合物中的透湿度	($\mu\text{m g/m}^2$ day)	70	70	40	45	40	45	35	40	110	130	150	110	110
树脂组合物中的露出量	(mm)	1.4	1.3	0.8	0.8	1.0	1.4	0.8	1.4	0.3	0.4	1.1	1.1	1.1
树脂组合物中的透光率	(%)	99	99	87	88	88	88	67	67	73	73	74	62	70
暗点评价 底发光式	24Hr	B	B	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
	500Hr	C	C	A	A	A	A	A	A	C	C	C	C	C
暗点评价 顶发光式	24Hr	B	B	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
	500Hr	C	C	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A

[0180] [表 4]

[0181]

成分	比较例 1	比较例 2	比较例 3	比较例 4	比较例 5	比较例 6	比较例 7	比较例 8	比较例 9
	A1 40								
聚异丁烯树脂 (重量份)	A2								
	A3	40							
	A4								
	A5		38	38			40		
	A6				32	40		40	40
	B1	60	57	57	48	60	60		60
增粘树脂 (重量份)	B2								
	B3								
	B4							60	
	B5								
	C1		6		20	20			
	C2			5					
有机金属化合物 (重量份)	C3								
	C4								
	C5								
	(wt %)	0.00	0.49	0.33	1.97	1.97	0.00	0.00	0.00
树脂组合物中 的金属含有率		0.00							
树脂组合物的含水率	1100	1300	1700	1500	2100	1800	1500	1600	2000
树脂组合物的透湿度	($\mu\text{m g/m}^2$ day)	90	95		550	600	110	550	1000
树脂组合物的露出量	(mm)	1.0	1.7	1.6	2.1	2.2	2.3	2.1	3.9
树脂组合物的透光率	(%)	99	99	99	96	96	99	96	99
暗点评价 底发光式	24Hr	D	D	D	D	D	D	D	D
	500Hr	D	D	D	D	D	D	D	D
暗点评价 顶发光式	24Hr	D	D	D	D	D	D	D	D
	500Hr	D	D	D	D	D	D	D	D

[0182] 如表 1～3 所示, 实施例 1～43 以在主链或侧链具有聚异丁烯骨架且重均分子量 (M_w) 为 30 万以上的聚异丁烯树脂 (A) 和增粘剂 (B) 为主成分, 且含有具有吸湿性的有机金属化合物 (C), 含水率为 1000ppm 以下, 故透湿度、露出量、透光性、暗点的所有的特性均为良好的结果。

[0183] 与此相对, 如表 4 所示, 未加入如化 1 所示的有机金属化合物或即使含有如上述化学式 1 所示的有机金属化合物聚异丁烯树脂的质均分子量 (M_w) 也为 30 万以下, 故含水率超过 1000ppm, 透湿度也比实施例高, 而成为产生暗点的结果。另外, 就未加入有机金属化合

物而言,在高温高湿下的密封层的流动性变高,露出量变大。

[0184] 符号说明

[0185] 1:有机电子器件用元件密封用树脂片

[0186] 2:基材片

[0187] 3:密封层

[0188] 4:脱模膜

[0189] 5:元件基板

[0190] 6:有机 EL 元件

[0191] 61:阳极

[0192] 62:有机层

[0193] 63:阴极

[0194] 7:阻隔性薄膜层

[0195] 8:有机 EL 元件密封用透明树脂层

[0196] 9:密封基板

[0197] 11:有机 EL 显示器

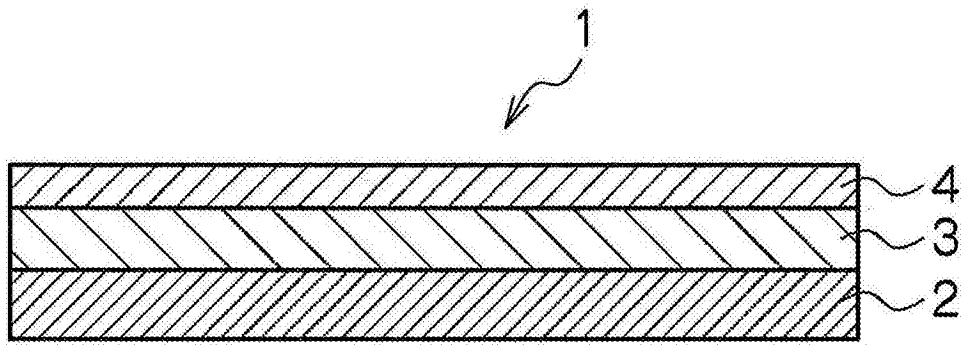


图 1

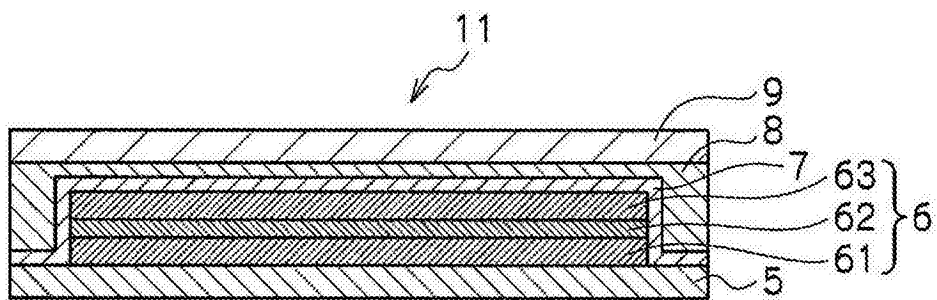


图 2

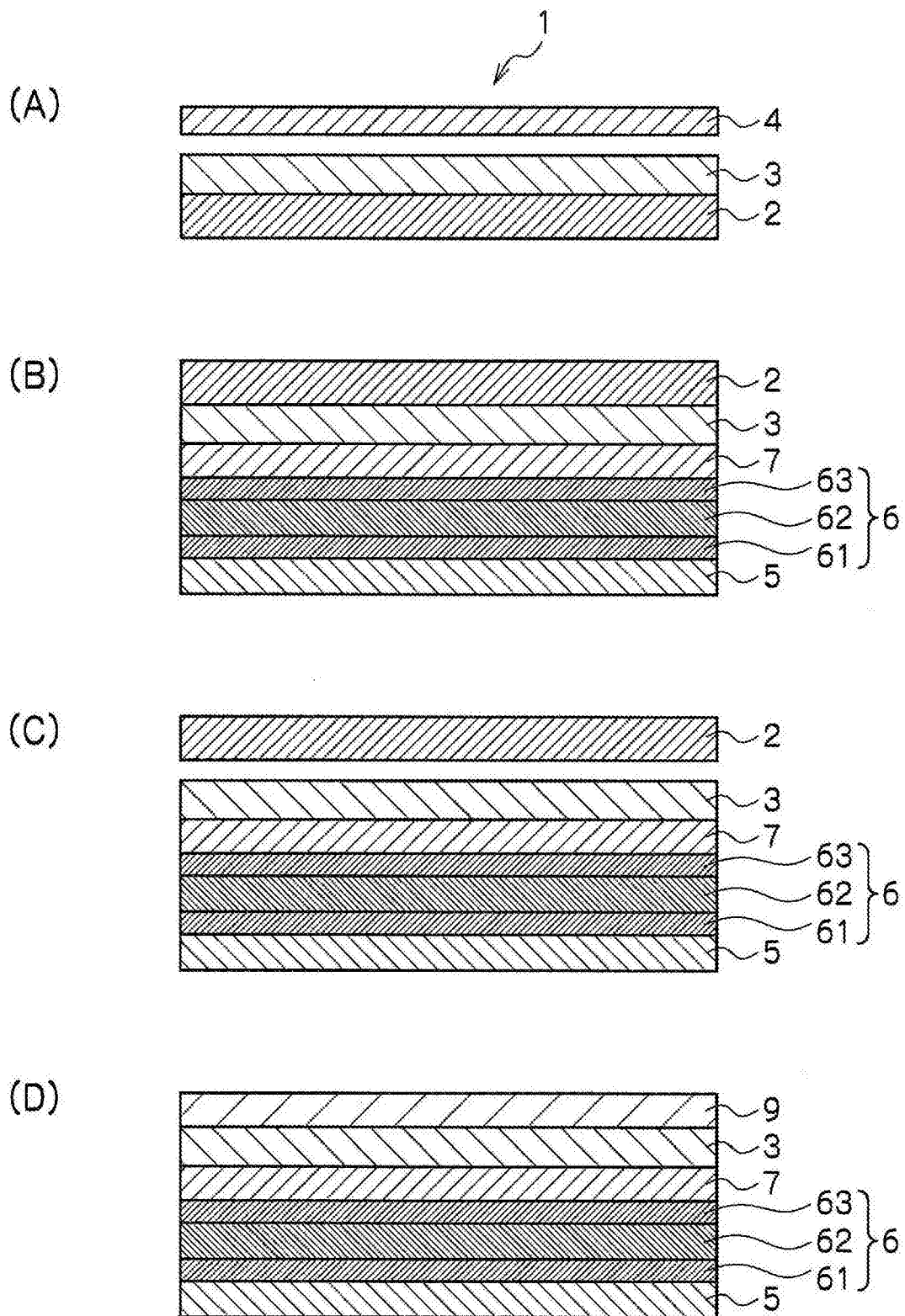


图 3

专利名称(译)	有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、有机电致发光元件及图像显示装置		
公开(公告)号	CN105122940A	公开(公告)日	2015-12-02
申请号	CN201480018936.5	申请日	2014-03-10
申请(专利权)人(译)	古河电气工业株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	古河电气工业株式会社		
[标]发明人	斋藤惠司 青山真沙美 石黑邦彦 三原尚明 三枝哲也		
发明人	斋藤惠司 青山真沙美 石黑邦彦 三原尚明 三枝哲也		
IPC分类号	H05B33/04 C08K5/057 C08L23/22 C08L57/00 G09F9/30 H01L27/32 H01L51/50		
CPC分类号	C08L23/22 C08K5/0091 H01L51/5253 H01L51/5259 H01L51/5246 H01L27/3241 H01L51/0036 H01L51/004 H01L51/0077		
代理人(译)	刘建		
优先权	2013074750 2013-03-29 JP		
其他公开文献	CN105122940B		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明提供一种不仅捕集在有机电子器件用元件密封用树脂组合物的表面、侧面的水分，也捕集透过有机电子器件用元件密封用树脂组合物的内部的水分，由此长期可靠性优异且可视性优异的有机电子器件用元件密封用树脂组合物、有机电子器件用元件密封用树脂片、以有机电子器件用元件密封用树脂组合物密封的有机电子器件用元件及图像显示装置。本发明的有机电子器件用元件密封用树脂组合物的特征在于在主链或侧链含有聚异丁烯骨架且以重均分子量(Mw)为30万以上的聚异丁烯树脂(A)和增粘剂(B)作为主成分，并含有具有吸湿性的有机金属化合物(C)，且含水率为1000ppm以下。

