

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-305580

(P2008-305580A)

(43) 公開日 平成20年12月18日(2008.12.18)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H05B 33/04 (2006.01)	H05B 33/04	3K107
H05B 33/10 (2006.01)	H05B 33/10	4J036
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A	
C08G 59/40 (2006.01)	C08G 59/40	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 15 頁)

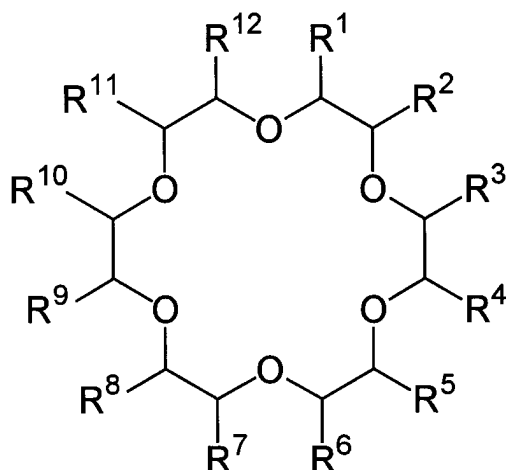
(21) 出願番号	特願2007-149567 (P2007-149567)	(71) 出願人	000002174
(22) 出願日	平成19年6月5日(2007.6.5)		積水化学工業株式会社
			大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
		(74) 代理人	100086586
			弁理士 安富 康男
		(74) 代理人	100119529
			弁理士 諸田 勝保
		(72) 発明者	七里 徳重
			大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内
		Fターム(参考)	3K107 AA01 BB01 CC23 CC45 EE49
			EE55
			4J036 AD07 AD08 AF06 AF08 AJ05
			AJ08 AK01 AK03 CD04 CD09
			DB30 FA10 GA03 GA07 GA08
			GA10 GA25 GA26 HA02 JA07

(54) 【発明の名称】 光後硬化性組成物、有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤、有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法、及び、有機エレクトロルミネッセンス表示装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 光照射により硬化反応が進行する一方、光照射後に十分な可使時間を確保することができ、有機エレクトロルミネッセンス素子の封止剤として用いることができる光後硬化性組成物を提供する。

【解決手段】 光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤及び下記一般式(1)で表される構造を有する硬化遅延剤を含有する光後硬化性組成物。



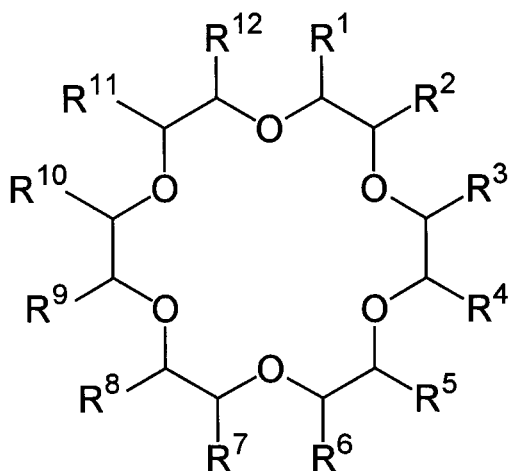
(1)

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、及び、下記一般式（１）で表される構造を有する硬化遅延剤を含有することを特徴とする光後硬化性組成物。

【化 1】



(1)

10

一般式（１）中、 $R^1 \sim R^{12}$ は、少なくとも１つが炭素数１～２０のアルキル基を表す。また、前記アルキル基は、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数１～２０のアルコキシル基、ハロゲン原子、 $-OH$ 基、 $-COOH$ 基及び $-COO-$ アルキルエステル基（ただし、アルキル部分は、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数１～２０残基である）からなる群より選択される１以上の官能基で置換されていてもよく、更に、隣接する R^n 及び R^{n+1} （但し、 n は、１～１１の奇数を表す）は、共同して環状アルキル骨格を形成していてもよい。

20

【請求項 2】

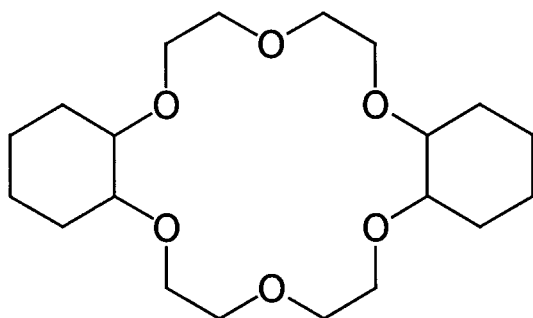
硬化遅延剤は、少なくとも１つのシクロヘキシル基を有することを特徴とする請求項 1 記載の光後硬化性組成物。

【請求項 3】

硬化遅延剤は、下記化学式（２）で表される構造を有する化合物を含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の光後硬化性組成物。

30

【化 2】



(2)

40

【請求項 4】

光カチオン重合性化合物 100 重量部に対して、硬化遅延剤を 0.1～5.0 重量部含有することを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の光後硬化性組成物。

【請求項 5】

請求項 1、2、3 又は 4 記載の光後硬化性組成物を用いてなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤。

【請求項 6】

請求項 5 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤を基材の全面又は一部に塗布した後、光を照射し、前記有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤が硬化するまでの間に、前記基材と有機エレクトロルミネッセンス素子とを貼合して前記有機エレクトロル

50

ミネッセンス素子を封止する工程を有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1、2、3 又は 4 記載の光後硬化性組成物、若しくは、請求項 5 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示用封止剤を用いてなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス表示装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、光照射により硬化反応が進行する一方、光照射後に十分な可使時間を確保することができ、表示素子、特に有機エレクトロルミネッセンス素子の封止剤として好適に用いることができる光後硬化性組成物、有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤、有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法、及び、有機エレクトロルミネッセンス表示装置に関する。

10

【背景技術】

【0002】

従来、光照射直後に硬化せず、可使時間が確保できる遅延硬化型の硬化性組成物が種々提案されている。

例えば、特許文献 1 には、ビスフェノール型エポキシ樹脂とヒドロキシル基含有有機化合物及び光重合開始剤を配合してなる光硬化性樹脂組成物が記載されており、ヒドロキシル基含有有機化合物をエポキシ樹脂 100 重量部に対して 0.2 ~ 200 重量部含有することで優れた遅延硬化特性を示すことが記載されている。

20

また、例えば、特許文献 2 には、カチオン重合性化合物と、高分子ポリマーと、光カチオン重合開始剤を含む接着剤組成物において、アルキレングリコール、ポリヒドロキシルアルカン、ポリオキシアルキレンポリオール等のヒドロキシル基含有化合物を含むことにより、紫外線照射後の接着可能時間を調整しうることが記載されている。

このような遅延硬化型の硬化性組成物は、光の照射により損傷しやすい部品を貼り合わせたり封止したりする場合に有効であると考えられる。

【0003】

光照射による損傷を受ける部品の例として、例えば、有機エレクトロルミネッセンス (EL) 素子が挙げられる。有機 EL 素子は、近年、従来のボトムエミッション方式の有機 EL 素子に代わって、有機 EL 素子から発せられた光を上側から取り出すトップエミッション方式の有機 EL 素子が注目されている。この方式は、開口率が高く、低電圧駆動となることから、長寿命化に有利であるという利点がある。このようなトップエミッション方式の有機 EL 素子では、通常、積層体を 2 枚のガラス等の透明材料からなる防湿性基材により挟み込み、該防湿性基材間を充填剤で充填することにより封止している (例えば、特許文献 3 参照)。

30

【0004】

このようなトップエミッション方法の有機 EL 素子は、硬化遅延型でない充填剤を用いて封止しようとする、防湿性基板間に充填した充填剤を硬化させる際に加えられる光に有機 EL 素子が直接さらされる可能性がボトムエミッションに比べて格段に高くなり、有機 EL 素子の性能の低下や劣化が生じるといった問題があった。そこで、上述の遅延硬化型の硬化性組成物を、有機 EL 素子を封止する充填剤として用いると、該硬化性組成物を防湿性基板間に充填する前に、光を照射して活性化させておき、その可使時間内に防湿性基板間に充填し、その後硬化させることで、有機 EL 素子が光に直接さらされることを防止することができる。

40

【0005】

しかしながら、従来の遅延硬化型の硬化性組成物は、十分な可使時間を確保するために硬化遅延剤の配合量を多くする必要があったため、封止剤の硬化時に発生するアウトガス量が多くなり、例えば、有機 EL 素子等の表示素子の封止に用いた場合、有機 EL 素子等の

50

表示素子の性能の低下又は劣化を招く場合があった。

【特許文献１】特開平 7 - 1 0 9 3 3 3 号公報

【特許文献２】特開 2 0 0 1 - 0 9 8 2 4 2 号公報

【特許文献３】特開 2 0 0 1 - 3 5 7 9 7 3 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

本発明は、上記現状に鑑み、光照射により硬化反応が進行する一方、光照射後に十分な可使用時間を確保することができ、表示素子、特に有機エレクトロルミネッセンス素子の封止剤として好適に用いることができる光後硬化性組成物、有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤、有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法、及び、有機エレクトロルミネッセンス表示装置を提供することを目的とする。

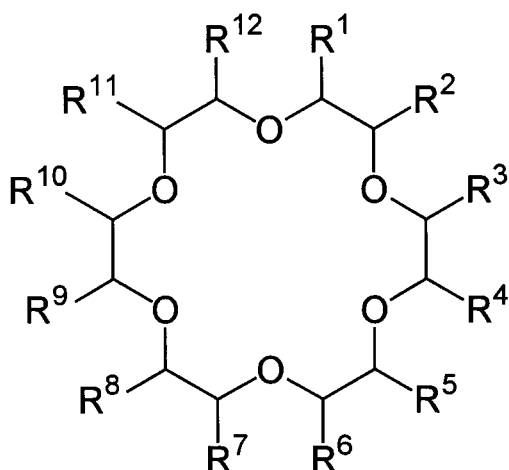
10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

本発明は、光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、及び、下記一般式（１）で表される構造を有する硬化遅延剤を含有する光後硬化性組成物である。

【化 1】



(1)

20

30

一般式（１）中、 $R^1 \sim R^{12}$ は、少なくとも１つが炭素数 1 ～ 2 0 のアルキル基を表す。また、前記アルキル基は、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数 1 ～ 2 0 のアルコキシ基、ハロゲン原子、 $-OH$ 基、 $-COOH$ 基及び $-COO-$ アルキルエステル基（ただし、アルキル部分は、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数 1 ～ 2 0 残基である）からなる群より選択される 1 以上の官能基で置換されていてもよく、更に、隣接する R^n 及び R^{n+1} （但し、 n は、1 ～ 1 1 の奇数を表す）は、共同して環状アルキル骨格を形成していてもよい。

以下に本発明を詳述する。

【 0 0 0 8 】

本発明者らは、鋭意検討した結果、特定の構造を有する硬化遅延剤を含有する光後硬化性組成物は、光照射により硬化反応が進行する一方、硬化遅延剤の含有量を少なくしても光照射後の可使用時間を十分に確保することができ、更に、硬化時に生じるアウトガス量を少なくすることができ、表示素子、特に有機 EL 素子を、性能を低下又は劣化させることなく封止する封止剤として好適に用いることができることを見出し、本発明を完成させるに至った。

40

【 0 0 0 9 】

本発明の光後硬化性組成物は、上記一般式（１）で表される構造を有する硬化遅延剤（以下、本発明に係る硬化遅延剤ともいう）を含有する。このような本発明に係る硬化遅延剤を含有することで、本発明の光後硬化性組成物は、光照射後の十分な可使用時間を確保することが可能となる。

【 0 0 1 0 】

50

上記本発明に係る硬化遅延剤において、一般式(1)中、 $R^1 \sim R^{12}$ は、少なくとも1つが炭素数1~20のアルキル基を表す。

上記一般式(1)中の $R^1 \sim R^{12}$ のうち、少なくとも1つが炭素数1~20のアルキル基であることにより、上記本発明に係る硬化遅延剤の添加量が少量であっても、本発明の光後硬化性組成物に優れた硬化遅延性を付与できる。本発明の光後硬化性組成物では、本発明に係る硬化遅延剤の添加量を少量ですむことにより、光照射後の硬化時における本発明に係る硬化遅延剤の分解等によるガス発生の問題が軽減されることが考えられる。

なお、上記本発明に係る硬化遅延剤が炭素数1~20のアルキル基を有することにより優れた硬化遅延性が得られる理由としては、該アルキル基を有することで、18-クラウン-6-エーテルの骨格に歪み等を生じさせることが少なく、本発明の光後硬化性組成物中で十分に相溶するからであると考えられる。

10

【0011】

上記炭素数が1~20のアルキル基を少なくとも1つ有する本発明に係る硬化遅延剤としては、具体的には、例えば、2-メチル-18-クラウン-6-エーテル、2-エチル-18-クラウン-6-エーテル等の1つのアルキル基を有する化合物；2、3-ジメチル-18-クラウン-6-エーテル、2、3-ジエチル-18-クラウン-6-エーテル等の2つのアルキル基を有する化合物等が挙げられる。これらの本発明に係る硬化遅延剤は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

【0012】

上記本発明に係る硬化遅延剤は、上記炭素数1~20のアルキル基が、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数1~20のアルコキシ基、ハロゲン原子、-OH基、-COOH基及び-COO-アルキルエステル基(ただし、アルキル部分は、直鎖状又は分枝鎖状の炭素数1~20残基である)からなる群より選択される1以上の官能基(以下、他の官能基ともいう)で置換されていてもよい。

20

【0013】

上記炭素数1~20のアルキル基が他の官能基で置換された本発明に係る硬化遅延剤としては、具体的には、例えば、2-アリロキシメチル-18-クラウン-6-エーテル、2-ヒドロキシメチル-18-クラウン-6-エーテル等が挙げられる。

【0014】

更に、本発明に係る硬化遅延剤は、上記一般式(1)中の隣接する R^n 及び R^{n+1} (但し、 n は、1~11の奇数を表す)が、共同して環状アルキル骨格を形成していてもよい。

30

上記環状アルキル骨格を有する本発明に係る硬化遅延剤としては、具体的には、例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、アダマンチル基、ノルボルネン基等の環状アルキル基を有する化合物が挙げられる。なかでも、シクロヘキシル基は、クラウンエーテルの形状を固定化して、クラウンエーテルの構造の揺らぎを抑えることにより、物質を包摂しやすい形状に保つため、上記本発明に係る硬化遅延剤は、少なくとも1つのシクロヘキシル基を有することが好ましい。

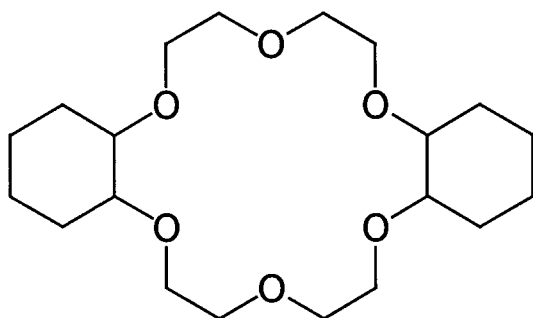
【0015】

上記本発明に係る硬化遅延剤は、下記化学式(2)で表される構造を有する化合物を含有することが好ましい。

40

【0016】

【化 2】



(2)

10

【 0 0 1 7 】

上記化学式 (2) で表される構造を有する化合物は、18 - クラウン - 6 - エーテル分子の中央を通る線に対して線対称となる位置に2個のシクロヘキシル基を有するため、18 - クラウン - 6 - エーテル分子の骨格に歪み等を生じさせることなく相溶性を向上させる効果が大きくなると考えられる。

【 0 0 1 8 】

上記硬化遅延剤の含有量としては、後述する光カチオン重合性化合物100重量部に対して、好ましい下限は0.05重量部、好ましい上限は5.0重量部である。0.05重量部未満であると、本発明の光後硬化性組成物に遅延効果が充分得られない場合があり、5.0重量部を超えると、本発明の光後硬化性組成物を硬化させる際に発生するアウトガス等が多くなり、該アウトガス等が大きな影響を与える用途に本発明の光後硬化性組成物を使用しにくくなることがある。より好ましい下限は0.1重量部、より好ましい上限は3.0重量部である。

20

【 0 0 1 9 】

本発明の光後硬化性組成物は、光カチオン重合性化合物を含有する。

上記光カチオン重合性化合物としては、分子内に少なくとも1個の光カチオン重合性官能基を有する化合物であれば特に限定されない。

上記光カチオン重合性官能基としては特に限定されず、例えば、エポキシ基、オキセタニル基、水酸基、ビニルエーテル基、エピスルフィド基、エチレンイミン基等が挙げられる。

30

【 0 0 2 0 】

上記光カチオン重合性化合物の性状（分子量）としては特に限定されず、例えば、モノマー状、オリゴマー状、ポリマー状のいずれであってもよい。

【 0 0 2 1 】

本発明の光後硬化性組成物において、上記光カチオン重合性化合物は、なかでも、光カチオン重合性が高く、少ない光量でも効率的に光硬化が進行することから、分子内に少なくとも1個のエポキシ基を有する化合物（以下、エポキシ系化合物ともいう）が好適に用いられる。

【 0 0 2 2 】

上記エポキシ系化合物としては特に限定されず、例えば、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂等のビスフェノール型エポキシ樹脂；フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂等のノボラック型エポキシ樹脂；脂肪族エポキシ樹脂、脂環式エポキシ樹脂、異節環状型エポキシ樹脂、多官能性エポキシ樹脂、ピフェニル型エポキシ樹脂、グリシジルエーテル型エポキシ樹脂、グリシジレステル型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂；水添ビスフェノールA型エポキシ樹脂等のアルコール型エポキシ樹脂；臭素化エポキシ樹脂等のハロゲン化エポキシ樹脂；ゴム変性エポキシ樹脂、ウレタン変性エポキシ樹脂、エポキシ化ポリブタジエン、エポキシ化スチレン - ブタジエン - スチレンブロック共重合体、エポキシ基含有ポリエステル樹脂、エポキシ基含有ポリウレタン樹脂、エポキシ基含有アクリル樹脂等が挙げられる。これらのエポキシ系化合物は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されて

40

50

もよい。

【 0 0 2 3 】

上記エポキシ系化合物の市販品としては特に限定されず、例えば、ジャパンエポキシレジン社製の商品名「エピコート 8 0 6」、「エピコート 8 2 8」、「エピコート 1 0 0 1」、「エピコート 1 0 0 2」等の「エピコート」シリーズ、ダイセル化学工業社製の商品名「セロキサイド 2 0 2 1」等の「セロキサイド」シリーズ等が挙げられる。

【 0 0 2 4 】

また、上記エポキシ系化合物以外の他の光カチオン重合性化合物としては、例えば、オキセタニル基、ビニルエーテル類、環状エーテル類、エポキシド類、ビニルアミン類、不飽和炭化水素類、ラクトン類及び他の環状エステル類、ラクタム類、環状カーボネート類、環状アセタール類、アルデヒド類、環状アミン類、環状スルフィド類、シクロシロキサン類、シクロトリホスファゼン類及び他の光カチオン重合可能な基やモノマー等の少なくとも 1 個の光カチオン重合可能基を有している光カチオン重合性化合物が挙げられる。なかでも、エポキシドモノマー等の環状エーテルモノマーやビニル有機モノマー等が好適に用いられる。これらの他の光カチオン重合性化合物は、単独で用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

10

【 0 0 2 5 】

このような他の光カチオン重合性化合物の市販品としては特に限定されず、例えば、2 - ヒドロキシエチルビニルエーテル (H E V E)、ジエチレングリコールモノビニルエーテル (D E G V)、4 - ヒドロキシブチルビニルエーテル (H B V E) (以上、丸善石油化学社製)、アロンオキセタン (東亜合成社製)、エタナコール (宇部興産社製) 等が挙げられる。

20

【 0 0 2 6 】

本発明の光後硬化性組成物は、光カチオン重合開始剤を含有する。

上記光カチオン重合開始剤としては特に限定されず、例えば、イオン性光酸発生型であってもよく、非イオン性光酸発生型であってもよい。

【 0 0 2 7 】

上記イオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤としては特に限定されず、例えば、芳香族ジアゾニウム塩、芳香族ハロニウム塩、芳香族スルホニウム塩等のオニウム塩類、鉄 - アレン錯体、チタノセン錯体、アリアルシラノール - アルミニウム錯体等の有機金属錯体類等が挙げられる。これらのイオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤は、単独で用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

30

【 0 0 2 8 】

上記イオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤の市販品としては特に限定されず、例えば、旭電化工業社製の商品名「アデカオプトマー S P 1 5 0」、「アデカオプトマー S P 1 7 0」等の「アデカオプトマー」シリーズ、ゼネラルエレクトロニクス社製の商品名「U V E - 1 0 1 4」、サートマー社製の商品名「C D - 1 0 1 2」等が挙げられる。

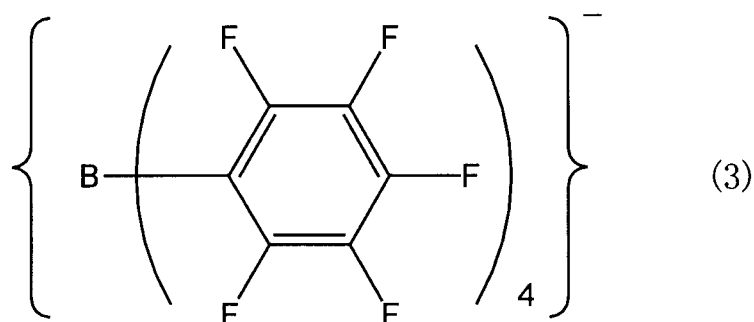
【 0 0 2 9 】

ただし、上記イオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤を用いた場合には、有機 E L 素子の電極と本発明の光後硬化性組成物との界面で電極の酸化が発生して、有機 E L 素子の耐久性に問題が生じることがある。そのため、上記光カチオン重合開始剤としては、下記化学式 (3) で表される嵩高いボロン酸を対アニオンとする塩からなる光カチオン重合開始剤を用いることが好ましい。下記化学式 (3) で表される対アニオンを有する光カチオン重合開始剤は、有機 E L 素子の電極と本発明の光後硬化性組成物との界面で電極の酸化が発生しにくく、耐久性に優れることから好ましい。

40

【 0 0 3 0 】

【化 3】



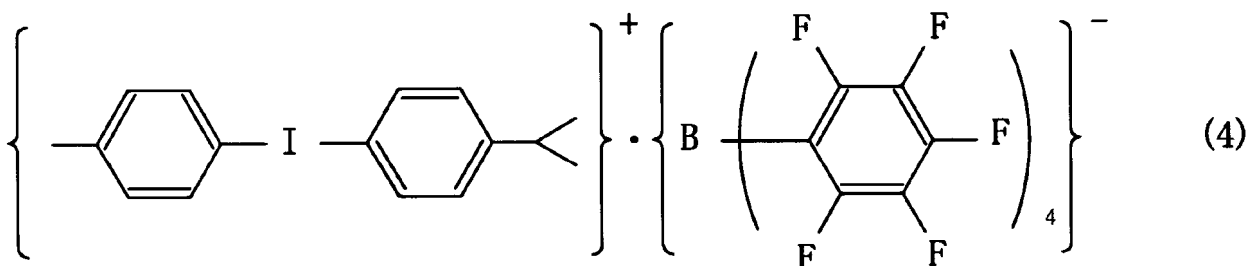
10

【 0 0 3 1】

このような対アニオンを有する光カチオン重合開始剤の市販品としては特に限定されず、例えば、「Photoinitiator 2074」（ローディア社製）、下記化学式（4）で表される商品名「PI-2074」（ローヌブラン社製）、下記化学式（5）で表される商品名「TAG-371R」（東洋インキ社製）、下記化学式（6）で表される商品名「TAG-372R」（東洋インキ社製）等が挙げられる。

【 0 0 3 2】

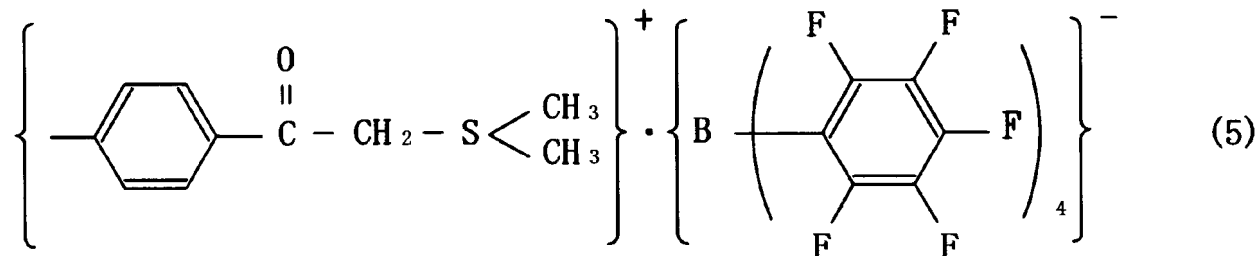
【化 4】



20

【 0 0 3 3】

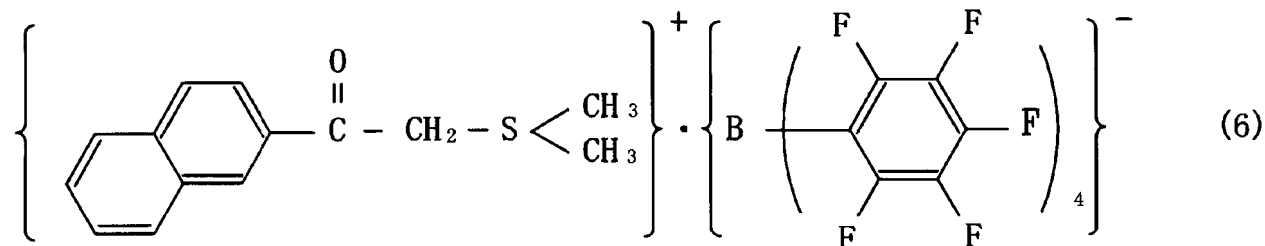
【化 5】



30

【 0 0 3 4】

【化 6】



40

【 0 0 3 5】

上記非イオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤としては特に限定されず、例えば、ニトロベンジルエステル、スルホン酸誘導体、リン酸エステル、フェノールスルホン酸エステル、ジアゾナフトキノン、N-ヒドロキシイミドホスホナート等が挙げられる。これらの非イオン性光酸発生型の光カチオン重合開始剤は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

50

【 0 0 3 6 】

本発明の光後硬化性組成物において、上記光カチオン重合開始剤の含有量としては特に限定されないが、上記光カチオン重合性化合物 1 0 0 重量部に対して、好ましい下限が 0 . 1 重量部、好ましい上限が 1 0 重量部である。0 . 1 重量部未満であると、光カチオン重合性化合物の光カチオン重合が十分に進行しなかったり、光後硬化性組成物の光硬化が極端に遅くなったりすることがある。1 0 重量部を超えると、本発明の光後硬化性組成物の光硬化が早くなりすぎ、上記硬化遅延剤を含有させているにも関わらず、可使時間が短くなって作業性が低下したり、不均一な硬化物となったりすることがある。

【 0 0 3 7 】

上記光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤及び硬化遅延剤を含有する本発明の光後硬化性組成物は、光を照射した後、硬化反応がゆっくりと進行し、十分な可使時間を確保することができるものである。具体的には、本発明の光後硬化性組成物に 2 0 0 0 m J / m m ² の紫外線を照射した後、E 型粘度計（東機産業社製、T V - 2 2 型）を用いて測定した粘度が初期粘度の 2 倍に到達するまでの時間の好ましい下限が 3 分である。3 分未満であると、基板等を貼り合わせる前に硬化進行してしまい、十分な接着強度を得られなくなることがある。このような本発明の光後硬化性組成物の可使時間は、上述した硬化遅延剤を添加することで好適に調整することができる。

10

【 0 0 3 8 】

本発明の光後硬化性組成物は、硬化物の透明性を阻害しない範囲で、組成物に発生した酸と反応する化合物又はイオン交換樹脂を含有してもよい。本発明の光後硬化性組成物を封止剤として有機 E L 素子の封止を行った場合、素子電極の耐久性を向上させることが可能となるからである。

20

【 0 0 3 9 】

上記発生した酸と反応する化合物としては、酸と中和する物質、例えば、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の炭酸塩又は炭酸水素塩等が挙げられる。具体的には、炭酸カルシウム、炭酸水素カルシウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等が用いられる。

【 0 0 4 0 】

上記イオン交換樹脂としては、陽イオン交換型、陰イオン交換型、両イオン交換型のいずれも使用することができるが、特に塩化物イオンを吸着することのできる陽イオン交換型又は両イオン交換型が好適である。

30

【 0 0 4 1 】

本発明の光後硬化性組成物は、必要に応じて、例えば、硬化物の強度をより向上させるための充填剤、接着性をより向上させるための接着性付与剤、粘度を調整するための粘度調整剤、チキソトロピー性（揺変性）を付与するためのチキソトロピー剤（揺変性付与剤）、引張り特性等を改善するための物性調整剤、増量剤、補強剤、軟化剤（可塑剤）、タレ防止剤、酸化防止剤（老化防止剤）、熱安定剤、難燃剤、帯電防止剤、有機溶剤等の各種添加剤の 1 種又は 2 種以上が含有されていてもよい。

【 0 0 4 2 】

上記充填剤としては特に限定されず、例えば、コロイダルシリカ、タルク、クレー、マイカ（雲母）、酸化チタン等の粉体、ガラスバルーン、アルミナバルーン、セラミックバルーン等の無機中空体、ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコーンビーズ、テフロン（登録商標）ビーズ等の有機球状体、塩化ビニリデンバルーン、アクリルバルーン等の有機中空体、ガラス、ポリエステル、レーヨン、ナイロン、セルロース等の単繊維等が挙げられる。なかでも、水分の浸入を防止する邪魔板効果に優れることから、タルク、クレー、マイカが好適に用いられる。これらの充填剤は、単独で用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

40

【 0 0 4 3 】

上記接着性付与剤としては特に限定されず、例えば、グリシドキシトリメトキシシラン、グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、N - （アミノエチル）アミノプロピルトリメトキシシラン、メルカプトプロピルトリメトキシシラン等のシランカップリング剤、

50

チタンカップリング剤、アルミニウムカップリング剤等が挙げられる。これらの接着性付与剤は、単独で用いられてもよく、２種以上が併用されてもよい。

【００４４】

本発明の光後硬化性組成物の製造方法としては特に限定されず、例えば、ホモディスペー、万能ミキサー、パンバリーミキサー、ニーダー、２本ロール、３本ロール、押出機等の公知の各種混練機を単独で用いるか又は併用して、上記光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤及び硬化遅延剤、並びに、必要に応じて添加する上記充填剤等の各種添加剤の各所定量を、常温下若しくは加熱下で、常圧下、減圧下、加圧下若しくは不活性ガス気流下等の条件下で均一に混練する方法が挙げられる。

【００４５】

本発明の光後硬化性組成物の粘度としては特に限定されないが、例えば、本発明の光後硬化性組成物を、有機ＥＬ素子を封止するための封止剤として用いる場合、２５、５rpmにおいて、好ましい下限が５０mPa・s、好ましい上限が１００万mPa・sである。５０mPa・s未満であると、有機ＥＬ素子を封止できないことがあり、１００万mPaを超えると、本発明の光後硬化性組成物を用いてなる封止剤による有機ＥＬ素子の封止をスクリーン印刷により行う場合に、均一かつ正確に有機ＥＬ素子の封止ができないことがある。また、本発明の光後硬化性組成物を用いてなる封止剤をディスペンサー等で基板に塗布し、もう一方の基板を貼り合わせることにより有機ＥＬ素子を封止する場合、上記封止剤の粘度の好ましい上限は５０万mPa・sである。５０万mPa・sを超えると、基板同士の貼り合わせ時に泡がかみ気泡が混入するおそれがあり、端部まで本発明の光後硬化性組成物を用いてなる封止剤が押し広げられない可能性がある。より好ましい上限は１０００mPaである。

なお、本明細書において、上記粘度は、Ｅ型粘度計（東機産業社製、ＴＶ－２２型）を用いて上記条件下で測定した場合に得られる値である。

【００４６】

本発明の光後硬化性組成物の硬化物の波長３８０～８００nmにおける光の全光線透過率の好ましい下限は８０％である。８０％未満であると、本発明の光後硬化性組成物を、有機ＥＬ素子を封止するための封止剤としたときに、製造する有機ＥＬ表示装置に十分な光学特性を得られないことがある。より好ましい下限は８５％である。

【００４７】

上記全光線透過率を測定する方法としては特に限定はされず、例えば東京電色社製「AUTOMATIC HAZE MATER MODEL TC=III DPK」等の分光計を用いて測定することができる。

【００４８】

また、本発明の光後硬化性組成物は、硬化物に紫外線を１００時間照射した後の４００nmにおける透過率の下限が２０μmの光路長にて８５％であることが好ましい。８５％未満であると、耐光性が低く、発光の損失が大きくなり、かつ、色再現性が悪くなることがある。より好ましい下限は９０％、更に好ましい下限は９５％である。

【００４９】

本発明の光後硬化性組成物は、光を照射することで上記光カチオン重合開始剤が活性化され、上記光カチオン重合性化合物の硬化反応が進行する。このとき照射する光の光源としては、例えば、波長３４０nm以上の近紫外線又は可視光線を含む光を照射し得るものであれば特に限定されず、例えば、低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、エキシマレーザー、ケミカルランプ、ブラックライトランプ、マイクロウェーブ励起水銀灯、メタルハライドランプ、ナトリウムランプ、ハロゲンランプ、キセノンランプ、蛍光灯、太陽光、電子線照射装置等が挙げられる。

これらの光源の使用に際しては、例えば光カットフィルター等を用いて波長３４０nm未満の光を除去することが好ましい。また、上記各種光源は、単独で用いられてもよく、２種以上が併用されてもよい。更に、上記各種光源の本発明の光後硬化性組成物への照射手順としては、例えば、各種光源の同時照射、時間差をおいての逐次照射、同時照射と逐次

10

20

30

40

50

照射との組み合わせ照射等が挙げられ、いずれの照射手順を採ってもよい。

【 0 0 5 0 】

本発明の光後硬化性組成物の用途としては特に限定されず、例えば、接着剤、封止剤、片面テープ、両面テープ、封止フィルム、シーリング剤、コーティング剤、ライニング剤、印刷インキ、エレクトロニクス材料等の種々の用途に好適に用いることができる。なかでも、接着剤や封止剤として用いることが好ましい。また、これら接着剤、封止剤、片面テープ、両面テープ、封止フィルム等を用いて、ディスプレイの基材貼り合わせやフレキシブル回路テープの接続、光学部品の接着、電子部品の実装等、特に不透明な構造体の接着に好適に用いることができる。なかでも、トップエミッション方式の有機 E L 素子の封止剤として極めて好適である。

10

本発明の光後硬化性組成物を用いてなる有機 E L 素子用封止剤もまた、本発明の 1 つである。

【 0 0 5 1 】

本発明の有機 E L 素子用封止剤を用いて有機 E L 素子を封止することで有機 E L 表示装置を製造することができる。

本発明の有機 E L 素子用封止剤を用いて有機 E L 表示装置を製造する方法としては、例えば、本発明の有機 E L 素子用封止剤を基材の全面又は一部に塗布した後、光を照射し、前記有機 E L 素子用封止剤が硬化するまでの間に、前記基材と有機 E L 素子とを貼合して前記有機 E L 素子を封止する工程を有する方法が挙げられる。

このような有機 E L 表示装置の製造方法もまた、本発明の 1 つである。

20

【 0 0 5 2 】

本発明の有機 E L 表示装置の製造方法は、常温常圧で行ってもよいが、水分の制御された空間内や減圧下で行うことが好ましい。

また、上記工程を経て有機 E L 素子を封止した後は、本発明の有機 E L 素子用封止剤の硬化反応をより促進し、硬化時間を短縮するために、有機 E L 素子を劣化させない範囲で、加熱等による他の硬化手段を併用してもよい。加熱により本発明の有機 E L 素子用封止剤の硬化を促進する場合、加熱温度としては特に限定されないが、好ましい下限は 5 0 、好ましい上限は 1 0 0 程度である。

【 0 0 5 3 】

本発明の有機 E L 表示装置の製造方法によると、本発明の有機 E L 素子用封止剤に光を照射し、硬化するまでの間、すなわち、可使時間内に有機 E L 素子の封止を行うため、有機 E L 素子が光にさらされることがなく、有機 E L 素子の性能の低下や劣化を引き起こすことがない。そのため、製造する有機 E L 表示装置は、表示品質に優れたものとすることができる。

30

また、本発明の有機 E L 素子用封止剤は、上述した本発明の光後硬化性組成物を用いてなるため、上記硬化遅延剤の配合量を少なくしても十分な可使時間を確保することができる。また、本発明の有機 E L 素子用封止剤を光硬化させた際に、上記硬化遅延剤に起因するアウトガスの発生を抑制することができる。その結果、本発明の有機 E L 素子用封止剤を用いて製造した有機 E L 表示装置は、上記アウトガスによる有機 E L 素子の性能の低下や劣化を好適に防止することができ、表示品質に優れたものとするすることができる。

40

【 発明の効果 】

【 0 0 5 4 】

本発明によると、光照射により硬化反応が進行する一方、光照射後に十分な可使時間を確保することができ、表示素子、特に有機エレクトロルミネッセンス素子の封止剤として好適に用いることができる光後硬化性組成物、有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤、有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法、及び、有機エレクトロルミネッセンス表示装置を提供できる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 5 5 】

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定

50

されるものではない。

【 0 0 5 6 】

(実施例 1 ~ 3、比較例 1 ~ 5)

下記表 1 に示す組成に従って、各材料をホモディスペー型攪拌混合機 (ホモディスペー L 型、特殊機化社製) を用い、攪拌速度 3 0 0 0 r p m で均一に攪拌混合して、実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 5 に係る有機 E L 素子用封止剤を製造した。

【 0 0 5 7 】

実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 5 で得られた有機 E L 素子用封止剤に、高圧水銀ランプを用いて $2 0 0 0 \text{ m J / c m}^2$ の紫外線を照射し、粘度を経時測定した。初期粘度は $1 0 \text{ P a} \cdot \text{s}$ で、 $2 0 \text{ P a} \cdot \text{s}$ に達する時間を増粘時間とした。結果を表 1 に示した。

10

【 0 0 5 8 】

(アウトガスの測定)

実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 5 で得られた有機 E L 素子用封止剤 0 . 3 g を専用ガラス管に採取し、高圧水銀ランプを用いて $2 0 0 0 \text{ m J / c m}^2$ の紫外線を照射した。光照射によりガラス管内に発生したアウトガスを抜き取り、ヘッドスペース G C - M S (日本電子社製 G C - M S 装置 J M S K - 9) にて定量測定した。発生したガスのトルエン換算値を表 1 に示した。

【 0 0 5 9 】

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
配合 (重量部)	エピクロン850CRP	90	90	90	90	90	90	90
	エピコート4004P	10	10	10	10	10	10	10
	RP2074	1	1	1	1	1	1	1
	KBM-403	1	1	1	1	1	1	1
	2-アリルオキシメチル-18-クラウン6-エーテル	1	—	—	—	—	—	—
	ジシクロヘキサノ-18-クラウン6-エーテル	—	1	0.2	—	—	—	—
	12-クラウン-4-エーテル	—	—	—	1	—	—	—
	15-クラウン-5-エーテル	—	—	—	—	1	—	—
	24-クラウン-8-エーテル	—	—	—	—	1	—	—
	ベンゾ-18-クラウン-6-エーテル	—	—	—	—	—	1	—
評価	4'-アセチルベンゾ-18-クラウン6-エーテル	—	—	—	—	—	—	1
	増粘時間 (min)	9.5	30	12	0.5	3.5	4	3
	アウトガス量 (ppm)	20	32	11	51	50	42	45

材料

エピクロン850CRP	大日本インキ社製、ビスフェノールA型エポキシ樹脂
エピコート4004P	ジャパンエポキシレジン社製、ビスフェノールF型樹脂
RP2074	ローディア社製、ヨードニウムボレート系カチオン重合開始剤
KBM-403	信越化学社製、エポキシ系シランカップリング剤
クラウンエーテル全種	東京化成社製

【産業上の利用可能性】

10

20

30

40

50

【 0 0 6 0 】

本発明によれば、光照射により硬化反応が進行する一方、光照射後に十分な可使用時間を確保することができ、表示素子、特に有機エレクトロルミネッセンス素子の封止剤として好適に用いることができる光後硬化性組成物、有機エレクトロルミネッセンス素子用封止剤、有機エレクトロルミネッセンス表示装置の製造方法、及び、有機エレクトロルミネッセンス表示装置を提供することができる。

フロントページの続き

【要約の続き】

【選択図】なし

专利名称(译)	光固化性组合物，有机电致发光元件用密封剂，有机电致发光显示装置的制造方法以及有机电致发光显示装置		
公开(公告)号	JP2008305580A	公开(公告)日	2008-12-18
申请号	JP2007149567	申请日	2007-06-05
[标]申请(专利权)人(译)	积水化学工业株式会社		
申请(专利权)人(译)	积水化学工业株式会社		
[标]发明人	七里德重		
发明人	七里 德重		
IPC分类号	H05B33/04 H05B33/10 H01L51/50 C08G59/40		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/10 H05B33/14.A C08G59/40		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC45 3K107/EE49 3K107/EE55 4J036/AD07 4J036/AD08 4J036/AF06 4J036/AF08 4J036/AJ05 4J036/AJ08 4J036/AK01 4J036/AK03 4J036/CD04 4J036/CD09 4J036/DB30 4J036/FA10 4J036/GA03 4J036/GA07 4J036/GA08 4J036/GA10 4J036/GA25 4J036/GA26 4J036/HA02 4J036/JA07		
代理人(译)	诸田 胜保		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种可光后固化的组合物，该组合物可用作有机电致发光器件的密封剂，同时确保光辐照后有足够的适用期，同时通过光辐照进行固化反应。一种光后固化性组合物，其包含具有以下通式（1）表示的结构的阳离子聚合性化合物，阳离子聚合引发剂和固化延迟剂。[选择图]无

