

(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2013-157204

(P2013-157204A)

(43) 公開日 平成25年8月15日(2013.8.15)

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

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2012-17027 (P2012-17027)	(71) 出願人	000002174
(22) 出願日	平成24年1月30日 (2012.1.30)		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	110000914
			特許業務法人 安富国際特許事務所
		(72) 発明者	孫 ウンチョル
			大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内
		(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 CC25 CC45 DD03 EE55 FF15 FF18

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤

(57) 【要約】

【課題】塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤を提供する。

【解決手段】硬化性樹脂と、ゲル化剤と、体積平均粒子径が0.1～1μmである無機微粒子と、光カチオン重合開始剤とを含有し、前記硬化性樹脂は、常温で液状のエポキシ樹脂及び常温で固体のエポキシ樹脂を含有する有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

硬化性樹脂と、ゲル化剤と、体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子と、光カチオン重合開始剤とを含有し、前記硬化性樹脂は、常温で液状のエポキシ樹脂及び常温で固体のエポキシ樹脂を含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素子用封止剤。

【請求項 2】

硬化性樹脂は、重量平均分子量が $100 \sim 1000$ の脂環式エポキシ樹脂を含有することを特徴とする請求項 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【請求項 3】

常温で液状のエポキシ樹脂は、ビスフェノール A 型エポキシ樹脂及び / 又はビスフェノール F 型エポキシ樹脂であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【請求項 4】

常温で固体のエポキシ樹脂は、ビスフェノール A 型エポキシ樹脂及び / 又はビスフェノール F 型エポキシ樹脂であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【請求項 5】

ゲル化剤は、有機粒子であることを特徴とする請求項 1、2、3 又は 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【請求項 6】

有機粒子は、コアシェル粒子であることを特徴とする請求項 5 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【請求項 7】

体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子は、タルクであることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤に関する。

【背景技術】

【0002】

有機エレクトロルミネッセンス（以下、有機 EL ともいう）表示素子は、互いに対向する一対の電極間に有機発光材料層が挟持された積層体構造を有し、この有機発光材料層に一方の電極から電子が注入されるとともに他方の電極から正孔が注入されることにより有機発光材料層内で電子と正孔とが結合して発光する。このように有機 EL 表示素子は自己発光を行うことから、バックライトを必要とする液晶表示素子等と比較して視認性がよく、薄型化が可能であり、しかも直流低電圧駆動が可能であるという利点を有している。

【0003】

近年、従来のボトムエミッション方式の有機 EL 表示素子に代わって、有機発光材料層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 表示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 表示素子では、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、該防湿性基材間に充填剤を充填することにより封止している（例えば、特許文献 1 参照）。しかしながら、このようなトップエミッション方式の有機 EL 表示素子では、光の取り出し方向を遮蔽してしまわないようにするために乾燥剤を配置するスペースがなく、充填剤を充填したとしても十分な防湿効果が得られにくく寿命が短くなるという問題があった。

【 0 0 0 4 】

そこで従来は、透湿度を指標として防湿性の高い封止剤が選択され用いられてきたが、従来の封止剤を、有機EL表示素子のパネルの周辺部に閉じたパターンを形成するための外周シール剤として用いる場合、真空条件でパネルを貼り合わせた際に、貼り合わせたパネルの内部と外部とに生じる圧力差によってシール部に空気の差し込みが発生し、シールパターンに破れが生じるという問題があった。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 5 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 1 - 3 5 7 9 7 3 号 公 報

10

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 6 】

本発明は、塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤を提供することを目的とする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 7 】

本発明は、硬化性樹脂と、ゲル化剤と、体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子と、光カチオン重合開始剤とを含有し、上記硬化性樹脂は、常温で液状のエポキシ樹脂及び常温で固体のエポキシ樹脂を含有する有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤である。

20

以下に本発明を詳述する。

【 0 0 0 8 】

本発明者らは、常温で液状のエポキシ樹脂と、常温で固体のエポキシ樹脂と、光カチオン重合開始剤とを含有する有機EL表示素子用封止剤に、ゲル化剤、及び、体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子を組み合わせることで配合することにより、塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みの発生を抑制することができる有機EL表示素子用封止剤を得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。

30

【 0 0 0 9 】

本発明の有機EL表示素子用封止剤は、ゲル化剤を含有する。上記ゲル化剤は、常温において樹脂中で膨潤し、有機EL表示素子用封止剤の粘度を向上させるため、体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子と組み合わせることで用いることにより、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる。

【 0 0 1 0 】

上記ゲル化剤は、有機粒子が好ましく、コアシェル粒子がより好ましい。なかでも、コア層が常温以下にガラス転移温度 (T_g) を有する (メタ) アクリル樹脂からなり、シェル層がコア層より高い温度領域に T_g を有する (メタ) アクリル樹脂からなるコアシェル粒子が更に好ましい。

40

このようなゲル化剤のうち、市販されているものとしては、例えば、ガンツ化成社製のコアシェルアクリレート共重合体微粒子「F351」等が挙げられる。

なお、本明細書において、上記「(メタ)アクリル」とは、アクリル又はメタクリルを示す。

【 0 0 1 1 】

上記ゲル化剤の含有量は、硬化性樹脂 100 重量部に対して、好ましい下限が 1 重量部、好ましい上限が 30 重量部である。上記ゲル化剤の含有量が 1 重量部未満であると、得られる有機EL表示素子用封止剤の粘度が不十分となり、基板を真空貼り合わせする際に封止剤部に空気の差し込みが発生することがある。上記ゲル化剤の含有量が 30 重量部を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記

50

ゲル化剤の含有量のより好ましい下限は 5 重量部、より好ましい上限は 20 重量部である。

【0012】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子を含有する。上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子は、本発明の有機 E L 表示素子用封止剤の耐湿性を向上させ、かつ、上述したように、上記ゲル化剤と組み合わせる用いることにより、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制する役割を有する。

上記無機微粒子の体積平均粒子径が $0.1 \mu\text{m}$ 未満であると、無機微粒子の作製が困難となる。上記無機微粒子の体積平均粒子径が $1 \mu\text{m}$ を超えると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤を塗布した基板を真空貼り合わせする際に封止剤部に空気の差し込みが発生する。上記無機微粒子の体積平均粒子径のより好ましい下限は $0.2 \mu\text{m}$ 、より好ましい上限は $0.9 \mu\text{m}$ である。

なお、上記体積平均粒子径は、レーザ回折 / 散乱式粒子径分布測定装置等を用いて測定することができる。

【0013】

上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子としては、例えば、タルク、石綿、シリカ、スメクタイト、ベントナイト、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、アルミナ、モンモリロナイト、珪藻土、酸化マグネシウム、酸化チタン、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、ガラスビーズ、硫酸バリウム、石膏、珪酸カルシウム、セリサイト活性白土等が挙げられる。なかでも、ブロッキング性が良くなり、耐湿性が向上するため、板状のタルクが好適である。

【0014】

上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 100 重量部に対して、好ましい下限は 1 重量部、好ましい上限は 30 重量部である。上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子の含有量が 1 重量部未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤を塗布した基板を真空貼り合わせする際に封止剤部に空気の差し込みが発生することがある。上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子の含有量が 30 重量部を超えると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記体積平均粒子径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ である無機微粒子の含有量のより好ましい下限は 2 重量部、より好ましい上限は 28 重量部である。

【0015】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、硬化性樹脂を含有する。

上記硬化性樹脂は、常温で液状のエポキシ樹脂を含有する。上記常温で液状のエポキシ樹脂を含有することにより、本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れたものとなる。

なお、本明細書において、上記「常温」とは、 $10 \sim 30$ の範囲を意味する。

【0016】

上記常温で液状のエポキシ樹脂としては、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、ビスフェノール O 型エポキシ樹脂、ビスフェノール S 型エポキシ樹脂、及び、これらの水素化物等のうち常温で液状であるものが挙げられる。なかでも、ガラス転移温度が高く、吸湿性が低く、耐熱性、耐 UV 性、硬化性、及び、接着性に優れることから、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、水素化ビスフェノール A 型エポキシ樹脂、水素化ビスフェノール F 型エポキシ樹脂が好ましい。

【0017】

上記常温で液状のエポキシ樹脂の重量平均分子量の好ましい下限は 150、好ましい上限は 1200 である。上記常温で液状のエポキシ樹脂の重量平均分子量が 150 未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の硬化物のガラス転移温度が低くなったり、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の硬化物が耐湿性に劣るものとなったりすることがある。

上記常温で液状のエポキシ樹脂の重量平均分子量が1200を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性や硬化性に劣るものとなったりすることがある。上記常温で液状のエポキシ樹脂の重量平均分子量のより好ましい下限は200、より好ましい上限は1000である。

なお、本明細書において、上記重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）で測定を行い、ポリスチレン換算により求められる値である。GPCによってポリスチレン換算による重量平均分子量を測定する際のカラムとしては、例えば、Shodex LF-804（昭和電工社製）等が挙げられる。

【0018】

上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量は、硬化性樹脂全体100重量部に対して、好ましい下限が30重量部、好ましい上限が90重量部である。上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量が30重量部未満であると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量が90重量部を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなったり、硬化物が耐湿性に劣るものとなったりすることがある。上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量のより好ましい下限は40重量部、より好ましい上限は80重量部である。

10

【0019】

上記硬化性樹脂は、常温で固体のエポキシ樹脂を含有する。上記常温で固体のエポキシ樹脂を含有することにより、本発明の有機EL表示素子用封止剤は、接着性及び硬化物の耐湿性に優れたものとなる。

20

【0020】

上記常温で固体のエポキシ樹脂としては、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、ビスフェノールO型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、及び、これらの水素化物等のうち常温で固体であるものが挙げられる。なかでも、ガラス転移温度が高く、吸湿性が低く、耐熱性、耐UV性、硬化性、及び、接着性に優れることから、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、水素化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、水素化ビスフェノールF型エポキシ樹脂が好ましい。

【0021】

上記常温で固体のエポキシ樹脂の重量平均分子量の好ましい下限は200、好ましい上限は5000である。上記常温で固体のエポキシ樹脂の重量平均分子量が200未満であると、得られる有機EL表示素子用封止剤が、接着性や硬化物の耐湿性に劣るものとなることがある。上記常温で固体のエポキシ樹脂の重量平均分子量が5000を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が硬化性に劣るものとなったり、軟化点が高くなり、上記常温で固体のエポキシ樹脂と上記常温で液状のエポキシ樹脂との相溶性が悪くなったりすることがある。上記常温で固体のエポキシ樹脂の重量平均分子量のより好ましい下限は250、より好ましい上限は4500である。

30

【0022】

上記常温で固体のエポキシ樹脂の含有量は、硬化性樹脂全体100重量部に対して、好ましい下限が10重量部、好ましい上限が40重量部である。上記常温で固体のエポキシ樹脂の含有量が10重量部未満であると、得られる有機EL表示素子用封止剤の硬化物が耐湿性に劣るものとなることがある。上記常温で固体のエポキシ樹脂の含有量が40重量部を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記常温で固体のエポキシ樹脂の含有量のより好ましい下限は15重量部、より好ましい上限は35重量部である。

40

【0023】

上記硬化性樹脂は、上記常温で液状のエポキシ樹脂又は上記常温で固体のエポキシ樹脂として、重量平均分子量が100～1000の脂環式エポキシ樹脂を含有することが好ましい。上記脂環式エポキシ樹脂は、本発明の有機EL表示素子用封止剤の硬化性を向上させる役割を有する。

50

上記脂環式エポキシ樹脂の重量平均分子量が100未満であると、揮発性が高く、ガスの発生が問題となることがある。上記脂環式エポキシ樹脂の重量平均分子量が1000を超えると、粘度が高くなり、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記脂環式エポキシ樹脂の重量平均分子量のより好ましい下限は150、より好ましい上限は800である。

【0024】

上記脂環式エポキシ樹脂として市販されているものとしては、例えば、セロキサイド2021P、セロキサイド2081P、セロキサイド2000、セロキサイド2083、セロキサイド2085、セロキサイド3000（いずれもダイセル化学工業社製）等が挙げられる。なかでも、粘度が低く、硬化性が優れていることから、セロキサイド2021Pが好ましい。

10

【0025】

上記脂環式エポキシ樹脂の含有量は、硬化性樹脂全体100重量部に対して、好ましい下限が5重量部、好ましい上限が30重量部である。上記脂環式エポキシ樹脂の含有量が5重量部未満であると、有機EL表示素子用封止剤の硬化性を向上させる効果が十分に発揮されないことがある。上記脂環式エポキシ樹脂の含有量が30重量部を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記脂環式エポキシ樹脂の含有量のより好ましい上限は25重量部である。

【0026】

上記硬化性樹脂は、(メタ)アクリル樹脂を含有してもよい。上記(メタ)アクリル樹脂としては、エポキシ(メタ)アクリレートが好ましい。

20

なお、本明細書において、上記「(メタ)アクリレート」とは、アクリレート又はメタクリレートを示し、上記「エポキシ(メタ)アクリレート」とは、エポキシ樹脂中の全てのエポキシ基を(メタ)アクリル酸と反応させた化合物のことを表す。

【0027】

上記エポキシ(メタ)アクリレートのうち市販されているものとしては、例えば、EBECRYL860、EBECRYL3200、EBECRYL3201、EBECRYL3412、EBECRYL3600、EBECRYL3700、EBECRYL3701、EBECRYL3702、EBECRYL3703、EBECRYL3800、EBECRYL6040、EBECRYLRDX63182（いずれもダイセルサイテック社製）、EA-1010、EA-1020、EA-5323、EA-5520、EA-CHD、EMA-1020（いずれも新中村化学工業社製）、エポキシエステルM-600A、エポキシエステル40EM、エポキシエステル70PA、エポキシエステル200PA、エポキシエステル80MFA、エポキシエステル3002M、エポキシエステル3002A、エポキシエステル1600A、エポキシエステル3000M、エポキシエステル3000A、エポキシエステル200EA、エポキシエステル400EA（いずれも共栄社化学社製）、デナコールアクリレートDA-141、デナコールアクリレートDA-314、デナコールアクリレートDA-911（いずれもナガセケムテックス社製）等が挙げられる。

30

【0028】

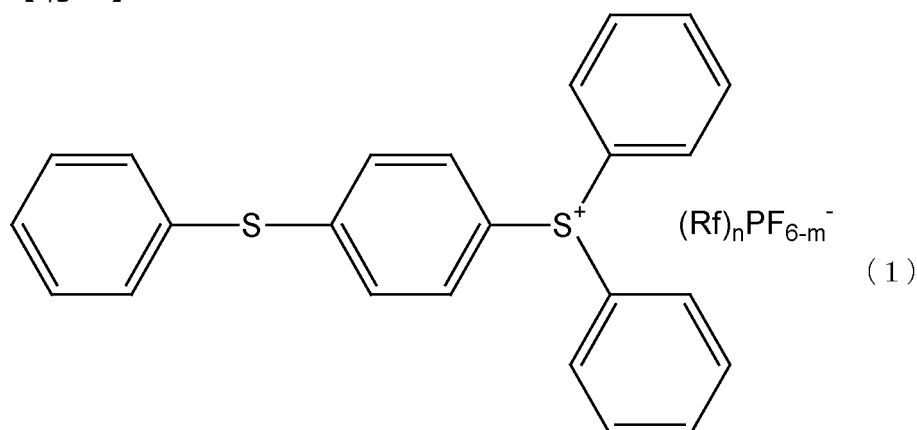
本発明の有機EL表示素子用封止剤は、光カチオン重合開始剤を含有する。

40

上記光カチオン重合開始剤は、光照射によりプロトン酸又はルイス酸を発生するものであれば特に限定されず、イオン性光酸発生型であってもよいし、非イオン性光酸発生型であってもよい。なかでも、得られる有機EL表示素子用封止剤が、基板に対する接着性に特に優れたものとなることから、アンチモン錯体、6フッ化リンイオンを有する塩、又は、下記式(1)で表される塩が好ましい。

【0029】

【化 1】



10

【0030】

式(1)中、 n は1～12の整数を表し、 m は1～5の整数を表し、 Rf は、アルキル基の全部又は一部の水素がフッ素に置換されてなるフルオロアルキル基を表す。

【0031】

上記アンチモン錯体は特に限定されないが、スルホニウム塩であることが好ましい。
 上記アンチモン錯体であるスルホニウム塩としては、具体的には例えば、テトラフェニル(ジフェニルスルフィド-4,4'-ジイル)ビススルホニウム・ジ(六フッ化アンチモン)、テトラ(4-メトキトフェニル)[ジフェニルスルフィド-4,4'-ジイル]ビススルホニウム・ジ(六フッ化アンチモン)、ジフェニル(4-フェニルチオフェニル)スルホニウム・六フッ化アンチモン、ジ(4-メトキシフェニル)[4-フェニルチオフェニル]スルホニウム・六フッ化アンチモン等が挙げられる。

20

上記アンチモン錯体のうち市販されているものとしては、例えば、アデカオプトマーSP170(ADEKA社製)等が挙げられる。

【0032】

上記六フッ化リンイオンを有する塩のうち市販されているものとしては、例えば、WPI-113(和光純薬工業社製)、CPI-100P(サンアプロ社製)等が挙げられる。
 上記式(1)で表される塩のうち市販されているものとしては、例えば、CPI-200K、CPI-210S(いずれも、サンアプロ社製)等が挙げられる。

30

【0033】

上記光カチオン重合開始剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂100重量部に対して、好ましい下限は0.5重量部、好ましい上限は5重量部である。上記光カチオン重合開始剤の含有量が0.5重量部未満であると、カチオン重合が十分に進行しなかったり、得られる有機EL表示素子用封止剤の硬化反応が遅くなりすぎたりすることがある。上記光カチオン重合開始剤の含有量が5重量部を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤の硬化反応が速くなりすぎて、作業性が低下したり、得られる有機EL表示素子用封止剤の硬化物が不均一となったりすることがある。上記光カチオン重合開始剤の含有量のより好ましい下限は1重量部、より好ましい上限は4重量部である。

【0034】

本発明の有機EL表示素子用封止剤は、熱硬化剤を含有してもよい。上記熱硬化剤を含有することで、本発明の有機EL表示素子用封止剤に熱硬化性を付与することができる。

40

【0035】

上記熱硬化剤は特に限定されず、例えば、ヒドラジド化合物、イミダゾール誘導体、酸無水物、ジシアンジアミド、グアニジン誘導体、変性脂肪族ポリアミン、各種アミンとエポキシ樹脂との付加生成物等が挙げられる。

上記ヒドラジド化合物は特に限定されず、例えば、1,3-ビス[ヒドラジノカルボノエチル-5-イソプロピルヒダントイン]等が挙げられる。

上記イミダゾール誘導体は特に限定されず、例えば、1-シアノエチル-2-フェニルイミダゾール、N-[2-(2-メチル-1-イミダゾリル)エチル]尿素、2,4-ジア

50

ミノ - 6 - [2 ' - メチルイミダゾリル - (1 ')] - エチル - s - トリアジン、N , N ' - ビス (2 - メチル - 1 - イミダゾリルエチル) 尿素、N , N ' - (2 - メチル - 1 - イミダゾリルエチル) - アジポアミド、2 - フェニル - 4 - メチル - 5 - ヒドロキシメチルイミダゾール、2 - フェニル - 4 , 5 - ジヒドロキシメチルイミダゾール等が挙げられる。

上記酸無水物は特に限定されず、例えば、テトラヒドロ無水フタル酸、エチレングリコール - ビス (アンヒドロトリメリテート) 等が挙げられる。

これらの熱硬化剤は、単独で用いられてもよいし、2種類以上が併用されてもよい。

【 0 0 3 6 】

上記熱硬化剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して、好ましい下限は 1 重量部、好ましい上限は 1 0 重量部である。上記熱硬化剤の含有量が 1 重量部未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤に十分な熱硬化性を付与できないことがある。上記熱硬化剤の含有量が 1 0 重量部を超えると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の保存安定性が不十分となったり、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の硬化物の耐湿性が悪くなったりすることがある。上記熱硬化剤の含有量のより好ましい下限は 2 重量部、より好ましい上限は 8 重量部である。

10

【 0 0 3 7 】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、チクソ性付与剤を含有してもよい。

上記チクソ性付与剤のうち市販されているものとしては、例えば、AEROSIL 9 0 G、AEROSIL 1 3 0、AEROSIL 2 0 0、AEROSIL 2 0 0 V、AEROSIL 2 0 0 C F、AEROSIL 2 0 0 F A D、AEROSIL 3 0 0、AEROSIL 3 0 0 C F、AEROSIL 3 8 0、AEROSIL R 9 7 2、AEROSIL R 9 7 2 V、AEROSIL R 9 7 2 C F、AEROSIL R 9 7 4、AEROSIL R 2 0 2、AEROSIL R 8 0 5、AEROSIL R 8 1 2 S、AEROSIL O X 5 0、AEROSIL T T 6 0 0、AEROSIL M O X 8 0、AEROSIL 1 7 0、AEROSIL C O K 8 4、AEROSIL R X 2 0 0、AEROSIL R Y 2 0 0 (いずれも日本アエロジル社製) 等が挙げられる。

20

【 0 0 3 8 】

上記チクソ性付与剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して、好ましい下限は 1 重量部、好ましい上限は 1 0 重量部である。上記チクソ性付与剤の含有量が 1 重量部未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤のチクソ性が不十分となることがある。上記チクソ性付与剤の含有量が 1 0 重量部を超えると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤が塗工性に劣るものとなることがある。上記チクソ性付与剤の含有量のより好ましい下限は 2 重量部、より好ましい上限は 8 重量部である。

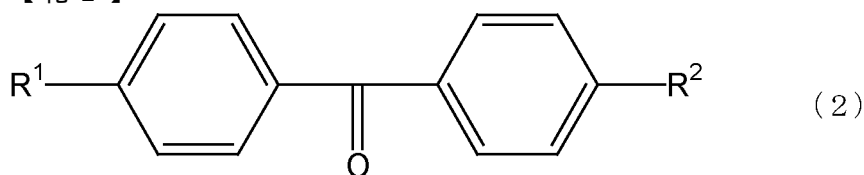
30

【 0 0 3 9 】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、下記式 (2) で表されるベンゾフェノン誘導体からなる増感剤を含有することが好ましい。上記増感剤は、上記光カチオン重合開始剤の重合開始効率をより向上させて、本発明の有機 E L 表示素子用封止剤の硬化反応を適度に促進させる役割を有する。

【 0 0 4 0 】

【 化 2 】



40

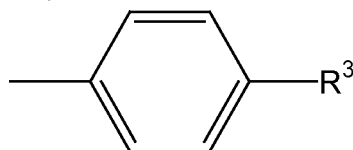
【 0 0 4 1 】

式 (2) 中、R¹ 及び R² は、水素、下記式 (3 - 1) で表される置換基、又は、下記式 (3 - 2) で表される置換基を表す。上記 R¹ 及び R² は互いに同一であってもよいし、異なってもよい。

50

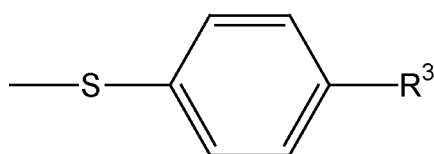
【 0 0 4 2 】

【 化 3 】



(3 - 1)

10



(3 - 2)

【 0 0 4 3 】

式 (3 - 1)、(3 - 2) 中、 R^3 は、水素、炭素数 1 ~ 2 0 の直鎖状又は分枝状のアルキル基、炭素数 1 ~ 2 0 のアルコキシ基、ハロゲン原子、水酸基、カルボキシ基、又は、炭素数 1 ~ 2 0 のカルボン酸アルキルエステル基を表す。

【 0 0 4 4 】

上記式 (2) で表されるベンゾフェノン誘導体としては、具体的には例えば、ベンゾフェノン、2, 4 - ジクロロベンゾフェノン、o - ベンゾイル安息香酸メチル、4, 4' - ビス (ジメチルアミノ) ベンゾフェノン、4 - ベンゾイル - 4' - メチルジフェニルサルファイド等が挙げられる。

20

【 0 0 4 5 】

上記増感剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して、好ましい下限は 0 . 0 5 重量部、好ましい上限は 3 重量部である。上記増感剤の含有量が 0 . 0 5 重量部未満であると、増感効果が十分に得られないことがある。上記増感剤の含有量が 3 重量部を超えると、吸収が大きくなりすぎて深部まで光が伝わらないことがある。上記増感剤の含有量のより好ましい下限は 0 . 1 重量部、より好ましい上限は 1 重量部である。

【 0 0 4 6 】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、更に、シランカップリング剤を含有することが好ましい。上記シランカップリング剤は、本発明の有機 E L 表示素子用封止剤と基板等との接着性を向上させる役割を有する。

30

【 0 0 4 7 】

上記シランカップリング剤としては、具体的には例えば、 γ - アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ - メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ - イソシアネートプロピルトリメトキシシラン等が挙げられる。これらのシラン化合物は単独で用いてもよいし、2 種以上を併用してもよい。

【 0 0 4 8 】

上記シランカップリング剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して、好ましい下限は 0 . 1 重量部、好ましい上限は 1 0 重量部である。上記シランカップリング剤の含有量が 0 . 1 重量部未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の接着性を向上させる効果がほとんど得られないことがある。上記シランカップリング剤の含有量が 1 0 重量部を超えると、余剰のシランカップリング剤がブリードアウトすることがある。上記シランカップリング剤の含有量のより好ましい下限は 0 . 5 重量部、より好ましい上限は 5 重量部である。

40

【 0 0 4 9 】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、硬化遅延剤を含有してもよい。上記硬化遅延剤を含有することにより、得られる有機 E L 表示素子用封止剤のポットライフを長くすることができる。

50

【 0 0 5 0 】

上記硬化遅延剤は特に限定されず、例えば、ポリエーテル化合物等が挙げられる。

上記ポリエーテル化合物は特に限定されず、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、クラウンエーテル化合物等が挙げられる。なかでも、クラウンエーテル化合物が好適である。

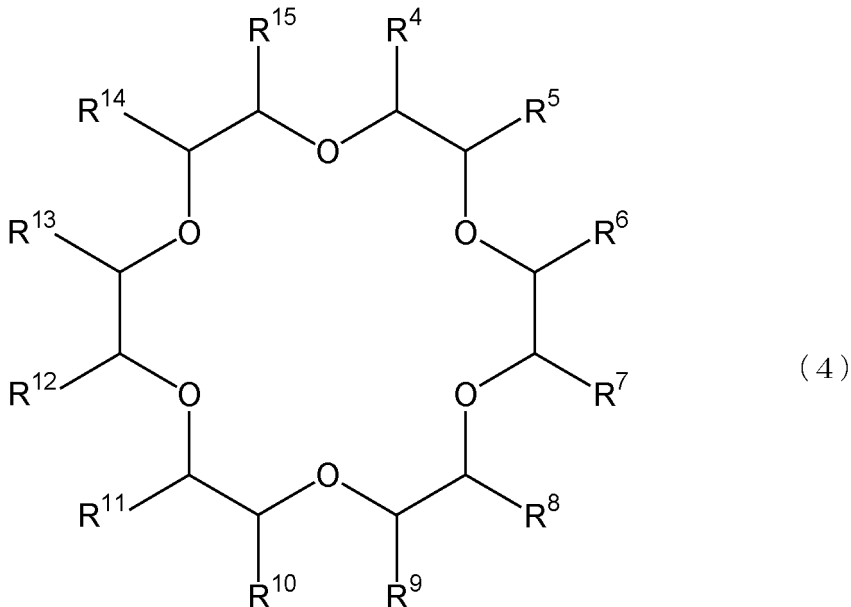
【 0 0 5 1 】

上記クラウンエーテル化合物は特に限定されず、例えば、12 - クラウン - 4、15 - クラウン - 5、18 - クラウン - 6、24 - クラウン - 8、及び、下記一般式 (4) で表される構造を有する化合物等が挙げられる。

【 0 0 5 2 】

10

【 化 4 】



20

【 0 0 5 3 】

式 (4) 中、 $R^4 \sim R^{15}$ 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、上記アルキル基は、炭素数 1 ~ 20 の直鎖状又は分枝状のアルコキシル基、ハロゲン原子、水酸基、カルボキシル基、及び、炭素数 1 ~ 20 のカルボン酸アルキルエステル基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、4 ~ 14 の偶数を表す) は、共同して環状アルキル骨格を形成していてもよい。

30

【 0 0 5 4 】

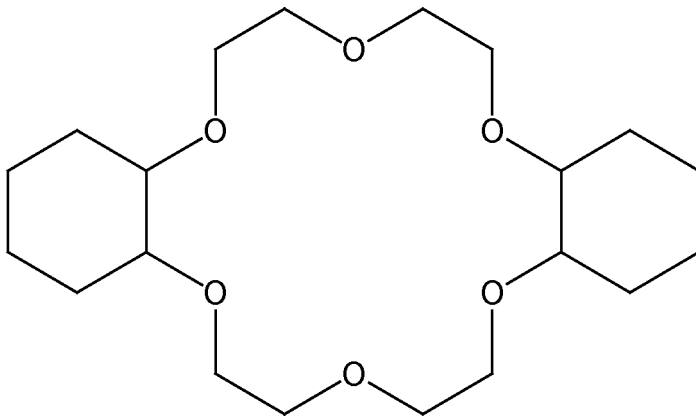
上記一般式 (4) で表される構造を有する硬化遅延剤のなかでも、少なくとも 1 つのシクロヘキシル基を有するものが好適である。上記シクロヘキシル基を有することにより、クラウンエーテルの骨格が安定し、遅延効果が高まる。

上記シクロヘキシル基を有する上記一般式 (4) で表される構造を有する硬化遅延剤としては、具体的には例えば、下記化学式 (5) で表される構造を有する化合物が挙げられる。

40

【 0 0 5 5 】

【化 5】



(5)

10

【 0 0 5 6 】

上記化学式 (5) 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遅延効果が高くなると考えられる。

【 0 0 5 7 】

上記硬化遅延剤の含有量は特に限定されないが、硬化性樹脂 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。上記硬化遅延剤の含有量が 0 . 05 重量部未満であると、得られる有機 EL 表示素子用封止剤に遅延効果を十分に付与できないことがある。上記硬化遅延剤の含有量が 5 . 0 重量部を超えると、得られる有機 EL 表示素子用封止剤を硬化させる際にアウトガスが多量に発生することがある。上記硬化遅延剤の含有量の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 5 8 】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、硬化物の透明性を阻害しない範囲で、素子電極の耐久性を向上させるために、封止剤中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。

【 0 0 5 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、アルカリ金属若しく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。具体的には例えば、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。

30

【 0 0 6 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。

【 0 0 6 1 】

また、本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、必要に応じて補強剤、軟化剤、可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等の公知の各種添加剤を含有してもよい。

40

【 0 0 6 2 】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤を製造する方法は特に限定されず、例えば、ホモディスパー、ホモキサー、万能ミキサー、プラネタリウムミキサー、ニーダー、3 本ロール等の混合機を用いて、硬化性樹脂と、ゲル化剤と、体積平均粒子径が 0 . 1 ~ 1 μm である無機微粒子と、光カチオン重合開始剤と、シランカップリング等の添加剤とを混合する方法が挙げられる。

【 0 0 6 3 】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、コーンローター式粘度計を用いて、25、2 . 5 r p m の条件で測定した粘度の好ましい下限は 5 万 m P a $\cdot$ s、好ましい上限は 100

50

万 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ である。上記有機 EL 表示素子用封止剤の粘度が 5 万 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 未満であると、塗工性が悪くなったり、塗工した有機 EL 表示素子用封止剤が貼り合わせる前に流れたりすることがある。上記有機 EL 表示素子用封止剤の粘度が 100 万 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ を超えると、均一かつ正確に有機 EL 表示素子の封止ができないことがある。上記有機 EL 表示素子用封止剤の粘度のより好ましい下限は 10 万 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 、より好ましい上限は 50 万 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ である。

【0064】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、チクソトロピックインデックスが 1.1 以上であることが好ましい。上記チクソトロピックインデックスが 1.1 未満であると、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合に、封止剤部への差し込みの発生を十分に抑制することができないことがある。上記チクソトロピックインデックスのより好ましい下限は 1.2 である。

なお、本明細書において上記チクソトロピックインデックスは、コーンローター式粘度計を用いて、25、1rpm の条件で測定した粘度を、25、5rpm の条件で測定した粘度で除した値である。

【0065】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、硬化物の 20 から 80 までにおける引張貯蔵弾性率の好ましい下限が $5 \times 10^7 \text{ Pa}$ 、好ましい上限が $5 \times 10^8 \text{ Pa}$ である。引張貯蔵弾性率が上記範囲にある本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、加熱硬化時から常温までの弾性率が低弾性域でほぼ一定となっているため、有機 EL 表示素子を製造する際に、加熱硬化時から常温まで冷却したときに硬化収縮が起こっても応力が緩和され、有機 EL 表示素子に対するダメージが低減される。

【0066】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤の硬化物の波長 380 ~ 800 nm における光の全光線透過率の好ましい下限は 80 % である。上記全光線透過率が 80 % 未満であると、本発明の有機 EL 表示素子用封止剤を用いて有機 EL 表示素子を製造した場合に、十分な光学特性を得られないことがある。上記全光線透過率のより好ましい下限は 85 % である。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。

【0067】

本発明の有機 EL 表示素子封止剤は、硬化物に紫外線を 100 時間照射した後の 400 nm における透過率の下限が 20 μm の光路長にて 85 % 以上であることが好ましい。上記紫外線を 100 時間照射した後の透過率が 85 % 未満であると、透明性が低く、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。上記紫外線を 100 時間照射した後の透過率のより好ましい下限は 90 %、更に好ましい下限は 95 % である。上記紫外線を照射する方法としては特に限定はされず、キセノンランプ、カーボンアークランプ等、従来公知の光源を用いることができる。

【0068】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、硬化物を JIS Z 0208 に従い、60、90 % RH の環境下に 24 時間暴露して測定した 100 μm 厚での透湿度の値が 100 g / m^2 以下であることが好ましい。上記透湿度が 100 g / m^2 を超えると、素子に水分が到達し発光部でのダークスポット発生の原因となる。

【0069】

本発明の有機 EL 表示素子用封止剤は、硬化させた後の硬化物のガラス転移点が 85 以上であることが好ましい。上記硬化物のガラス転移点が 85 未満であると、有機 EL 表示素子が高温多湿の状態に曝されたときに、硬化物が軟化するため、水蒸気が硬化物を透過しやすくなり、有機 EL 表示素子の劣化の原因となる。上記硬化物のガラス転移点のより好ましい下限は 100 である。

【0070】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤は、基板上に形成した有機発光材料層を有する積層体の周辺部に塗布し、基板を貼り合わせ、該封止剤を硬化させることで該積層体の周辺部を封止することができる。本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤を塗布して形成される封止部の形状としては、閉じたパターンであってもよいし、一部開口部を設けたパターンであってもよい。

【００７１】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤を塗布する方法は特に限定されず、例えば、スクリーン印刷、ディスペンサー塗布、フレキソ印刷、グラビア印刷等の方法を用いることができる。

【００７２】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤を塗布する基板（以下、一方の基板ともいう）は特に限定されず、例えば、上記積層体の形成されている基板であってもよく、上記積層体の形成されていない基板であってもよい。上記一方の基板に上記積層体が形成されていない場合、他方の基板を貼り合わせた際に、上記積層体を外気から保護できるように上記一方の基板の周辺部に本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤を塗布すればよい。即ち、他方の基板を貼り合わせた際に上記積層体の位置となる場所の周辺部に、閉じたパターン、又は、一部開口部を設けたパターンを形成すればよい。

【００７３】

一方の基板と他方の基板とを貼り合わせる方法は特に限定されないが、減圧雰囲気下で貼り合わせることが好ましい。本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤を用いれば、減圧雰囲気下で基板を貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる。

上記減圧雰囲気下の真空度の好ましい下限は０．０１ｋＰａ、好ましい上限は１０ｋＰａである。上記減圧雰囲気下の真空度が０．０１ｋＰａ未満であると、真空装置の気密性や真空ポンプの能力から真空状態を達成するのに時間がかかるため現実的でない。上記減圧雰囲気下の真空度が１０ｋＰａを超えると、上記他方の基板を貼り合わせる際の本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤中の気泡の除去が不充分となることがある。

【００７４】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤により、上記積層体の周辺部に閉じたパターンを形成したり、積層体の周辺部に一部開口部を設けた形状のパターンを形成したりする場合、一方の基板と他方の基板とを貼り合わせた後の本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤のシール幅は３ｍｍ以下であることが好ましい。上記シール幅が３ｍｍを超えると、得られる有機ＥＬ表示素子の外観が悪くなることがある。

【００７５】

一方の基板と他方の基板とを貼り合わせた後の一方の基板と他方の基板とのギャップは、１００μｍ以下であることが好ましい。上記ギャップが１００μｍを超えると、得られる有機ＥＬ表示素子のセルのギャップが大きくなりすぎてギャップの制御が難しくなったり、得られる有機ＥＬ表示素子が重くなりすぎたりすることがある。一方の基板と他方の基板とのギャップは、３０μｍ以下であることがより好ましい。

【００７６】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤は、塗布後、３００ｎｍ～４００ｎｍの波長及び３００～３０００ｍＪ／ｃｍ^２の積算光量の光を照射することによって硬化させることができる。

【００７７】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤は、光を照射した後硬化反応が進行し、接着ができなくなるまでの可使時間が１分以上であることが好ましい。上記可使時間が１分未満であると、基板等を貼り合わせる前に硬化が進行してしまい、十分な接着強度が得られなくなることがある。

【００７８】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤に光を照射するための光源は特に限定されず、例えば

10

20

30

40

50

、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、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。これらの光源は、上記光カチオン重合開始剤の吸収波長に合わせて適宜選択される。

【００７９】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤への光の照射手段としては、例えば、各種光源の同時照射、時間差をおいての逐次照射、同時照射と逐次照射との組み合わせ照射等が挙げられ、いずれの照射手段を用いてもよい。

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤の硬化に際しては、光カチオン重合をより促進して、硬化時間をより短縮するために、光照射と同時に加熱を行ってもよい。上記加熱を行う場合の加熱温度は特に限定されないが、５０～１００程度であることが好ましい。

【発明の効果】

【００８０】

本発明によれば、塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【００８１】

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されない。

【００８２】

（実施例１）

（有機ＥＬ表示素子用封止剤の作製）

常温で液状のビスフェノールＦ型エポキシ樹脂（三菱化学社製、「ＹＬ９８３Ｕ」）５０重量部、常温で液状の脂環式エポキシ樹脂として３，４－エポキシシクロヘキセニルメチル－３’，４’－エポキシシクロヘキセンカルボキシレート（ダイセル化学工業社製、「セロキサイド２０２１Ｐ」）２０重量部、常温で固体のビスフェノールＡ型エポキシ樹脂（三菱化学社製、「ｊＥＲ１００１」）３０重量部、ゲル化剤としてアクリル系コアシエル粒子（ガンツ化成社製、「Ｆ３５１」）２０重量部、体積平均粒子径が０．６μｍのタルク（日本タルク社製、「Ｄ－６００」）１０重量部、光カチオン重合開始剤（サンアプロ社製、「ＣＰＩ－２１０Ｓ」）２重量部、及び、シランカップリング剤としてγ－グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（信越シリコン社製、「ＫＢＭ－４０３」）１重量部を混合し、８０に加熱した後、ホモディスパー型攪拌混合機（プライミクス社製、「ホモディスパーＬ型」）を用い、攪拌速度３０００rpmで均一に攪拌混合して、有機ＥＬ表示素子用封止剤を作製した。

【００８３】

（実施例２）

常温で液状のビスフェノールＦ型エポキシ樹脂に代えて、常温で液状のビスフェノールＡ型エポキシ樹脂（三菱化学社製、「ＹＬ９８０」）５０重量部を用いたこと以外は、実施例１と同様にして有機ＥＬ表示素子用封止剤を作製した。

【００８４】

（実施例３）

常温で固体のビスフェノールＡ型エポキシ樹脂に代えて、常温で固体のビスフェノールＦ型エポキシ樹脂（三菱化学社製、「４００５Ｐ」）３０重量部を用いたこと以外は、実施例１と同様にして有機ＥＬ表示素子用封止剤を作製した。

【００８５】

（実施例４）

常温で液状のビスフェノールＦ型エポキシ樹脂の配合量を８０重量部に変更し、常温で液状の脂環式エポキシ樹脂の配合量を１０重量部に変更し、常温で固体のビスフェノールＡ

10

20

30

40

50

型エポキシ樹脂の配合量を 10 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0086】

(実施例 5)

常温で液状のビスフェノール F 型エポキシ樹脂の配合量を 30 重量部に変更し、常温で液状の脂環式エポキシ樹脂の配合量を 30 重量部に変更し、常温で固体のビスフェノール A 型エポキシ樹脂の配合量を 40 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0087】

(実施例 6)

アクリル系コアシェル粒子の配合量を 30 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0088】

(実施例 7)

アクリル系コアシェル粒子の配合量を 10 重量部に変更し、体積平均粒子径が 0.6 μm のタルクの配合量を 30 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0089】

(実施例 8)

アクリル系コアシェル粒子に代えて、ポリメタクリル酸メチル微粒子 (ガンツ化成社製、「F325」) 20 重量部を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0090】

(実施例 9)

体積平均粒子径が 0.6 μm のタルクに代えて、体積平均粒子径が 7 μm のマイカ (山口マイカ社製、「MICA POWDER」) 10 重量部を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0091】

(比較例 1)

ゲル化剤を用いず、体積平均粒子径が 0.6 μm のタルクの配合量を 20 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0092】

(比較例 2)

体積平均粒子径が 0.6 μm のタルクを用いず、ゲル化剤の配合量を 30 重量部に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0093】

(比較例 3)

体積平均粒子径が 0.6 μm のタルクに代えて、体積平均粒子径が 3 μm のタルク 10 重量部を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示素子用封止剤を作製した。

【0094】

<評価>

実施例及び比較例で得られた有機 E L 表示素子用封止剤について以下の評価を行った。結果を表 1 に示した。

【0095】

(1) 粘度及びチクソトロピックインデックス

実施例及び比較例で得られた有機 E L 表示素子用封止剤について、コーンローター式粘度計 (東機産業社製、「TV-22 型」) を用いて、25 において、2.5 rpm の条件で粘度を測定した。また、25、1 rpm の条件で測定した粘度を、25、5 rpm の条件で測定した粘度で除してチクソトロピックインデックスを導出した。

【0096】

10

20

30

40

50

(2) 接着力

実施例及び比較例で製造した有機EL表示素子用封止剤を、2枚の 15×25 mmの大きさの無アルカリスライドガラス（イーグル社製）のうちの一方に塗工し、もう一枚の無アルカリスライドガラスを張り合わせ、高圧水銀灯を用いて 2000 mJ/cm^2 の紫外線を照射した。次いで、80℃で30分間加熱して有機EL表示素子用封止剤を硬化させ、剥離試験用試料を作製した。得られた剥離試験用試料について、EZ GRAPH（島津製作所社製）を用いて、剥離速度 5 mm/min の条件で剥離試験を行い、接着力を測定した。

【0097】

(3) 硬化物の透湿度

10

実施例及び比較例で製造した有機EL表示素子用封止剤を $100 \mu\text{m}$ の厚さとなるように、ペーカー式アプリケーター（テスター産業社製）にて恒温プレート上に塗布した。その後、高圧水銀灯にて 2000 mJ/cm^2 の紫外線を照射した後、80℃にて30分加熱しフィルムを得た。得られたフィルムの透湿度を、JIS Z 0208に従い、60℃、90% RHの条件に24時間暴露して測定した。

なお、上記透湿度は、JIS Z 0208のように、透湿カップで測定する方法が一般的であるが、アメリカモコン社製のPERMATRAN W3/33を用いて測定することも可能である。

【0098】

(4) 差し込み防止性

20

実施例及び比較例で製造した有機EL表示素子用封止剤を、2枚の 50×50 mmの大きさの無アルカリスライドガラス（イーグル社製）のうちの一方の外周部に塗工し、もう一枚の無アルカリスライドガラスを貼り合わせ、高圧水銀灯を用いて 2000 mJ/cm^2 の紫外線を照射し、差し込み評価用試料を作製した。得られた差し込み評価用試料について目視にて観察し、封止部の形状観察を行った。その結果、封止部の形状が乱れていなかったものを「○」、封止部の形状が乱れていたものを「×」として差し込み防止性を評価した。

【0099】

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	比較例1	比較例2	比較例3
硬化性樹脂	50	—	50	80	30	50	50	50	50	50	50	50
	—	50	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	20	20	20	10	30	20	20	20	20	20	20	20
	—	—	30	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	30	30	—	10	40	30	30	30	30	30	30	30
組成 (重量部)	20	20	20	20	20	30	10	—	20	—	30	20
	—	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—
	10	10	10	10	10	10	30	10	—	20	—	—
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10
	—	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—	—
無機微粒子	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	30万	35万	40万	10万	40万	35万	45万	28万	25万	25万	32万	23万
	1.3	1.3	1.3	1.2	1.3	1.2	1.4	1.2	1.2	1.0	1.1	1.1
	6.5	6.2	6.1	5.7	5.3	6.8	5.9	6.2	5.6	4.5	6.4	5.3
評価	15	14	15	18	13	17	13	14	16	16	27	23
	〇	〇	〇	〇	〇	〇	〇	〇	〇	×	×	×
	常温で液状のビスフェノールF型エポキシ樹脂	—	50	80	30	50	50	50	50	50	50	50
	常温で液状のビスフェノールA型エポキシ樹脂	—	50	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	常温で液状の脂環式エポキシ樹脂	20	20	10	30	20	20	20	20	20	20	20
硬化性樹脂	常温で固体のビスフェノールF型エポキシ樹脂	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	常温で固体のビスフェノールA型エポキシ樹脂	30	30	—	40	30	30	30	30	30	30	30
	アクリル系コアシェル粒子	20	20	20	20	30	10	—	20	—	30	20
	ポリメタクリル酸メチル微粒子	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—
	タルク(体積平均粒子径0.6μm)	10	10	10	10	10	30	10	—	20	—	—
無機微粒子	タルク(体積平均粒子径3μm)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10
	マイカ(体積平均粒子径7μm)	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—	—
	光カチオン重合開始剤	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	シランカップリング剤	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	粘度(mPa・s)	30万	35万	40万	10万	40万	45万	28万	25万	25万	32万	23万
評価	チクソロピクインデックス	1.3	1.3	1.3	1.2	1.3	1.4	1.2	1.2	1.0	1.1	1.1
	接着力(MPa)	6.5	6.2	6.1	5.7	5.3	5.9	6.2	5.6	4.5	6.4	5.3
	硬化物の透湿度(g/m ²) (60°C、90%RH、24h蒸露後)	15	14	15	18	13	17	14	16	16	27	23
	差し込み防止性	〇	〇	〇	〇	〇	〇	〇	〇	×	×	×

【産業上の利用可能性】

【0100】

本発明によれば、基材に対する塗工性、耐湿性、及び、接着性に優れ、基板を減圧雰囲気

10

20

30

40

50

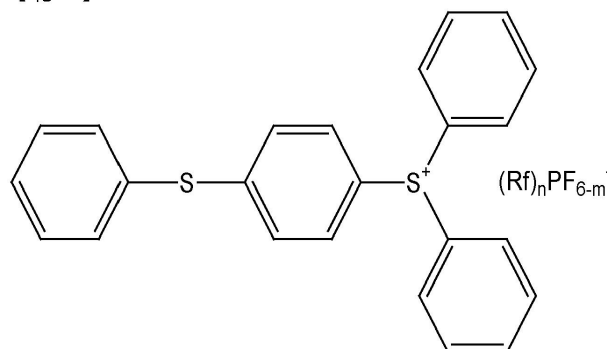
下で貼り合わせる場合でも、封止剤部への空気の差し込みを抑制することができる有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤を提供することができる。

专利名称(译)	用于有机电致发光显示元件的密封剂		
公开(公告)号	JP2013157204A	公开(公告)日	2013-08-15
申请号	JP2012017027	申请日	2012-01-30
[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	孫ウンチヨル 七里徳重		
发明人	孫 ウンチヨル 七里 徳重		
IPC分类号	H05B33/04 H01L51/50		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC25 3K107/CC45 3K107/DD03 3K107/EE55 3K107/FF15 3K107/FF18		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供有机电致发光显示元件密封，其具有优异的可涂布性，防潮性和粘附性，并且即使在减压气氛下粘合基板时也能够抑制空气进入密封剂部分。提供塞子。 解决方案：可固化树脂包含可固化树脂，胶凝剂，体积平均粒径为0.1至1μm的无机细颗粒和光阳离子聚合引发剂，并且可固化树脂是室温下的环氧树脂液体并且，在室温下含有环氧树脂固体的有机电致发光显示元件用密封剂。 【选择图】无

【化1】



【0030】

式(1)中、nは1～12の整数を表し、mは1～5の整数の全部又は一部の水素がフッ素に置換されてなるフルオロ

【0031】