

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5555614号
(P5555614)

(45) 発行日 平成26年7月23日 (2014. 7. 23)

(24) 登録日 平成26年6月6日 (2014. 6. 6)

(51) Int. Cl.

F I

H05B 33/04 (2006.01)
C09K 3/10 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
C08G 59/68 (2006.01)

H05B 33/04
 C09K 3/10 B
 C09K 3/10 L
 C09K 3/10 E
 H05B 33/14 A

請求項の数 3 (全 21 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-278028 (P2010-278028)
 (22) 出願日 平成22年12月14日 (2010.12.14)
 (65) 公開番号 特開2012-129010 (P2012-129010A)
 (43) 公開日 平成24年7月5日 (2012.7.5)
 審査請求日 平成25年8月2日 (2013.8.2)

(73) 特許権者 000002174
 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 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
 (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

審査官 大竹 秀紀

最終頁に続く

(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) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光硬化性化合物と光カチオン重合開始剤と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って、

前記光硬化性化合物は、ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも1種の常温で固体のエポキシ樹脂、並びに、エポキシ樹脂の有するエポキシ基の20%以上を(メタ)アクリル変性してなる(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂を含有し、

前記光カチオン重合開始剤は、アンチモン錯体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】

光硬化性化合物は、常温で液状の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】

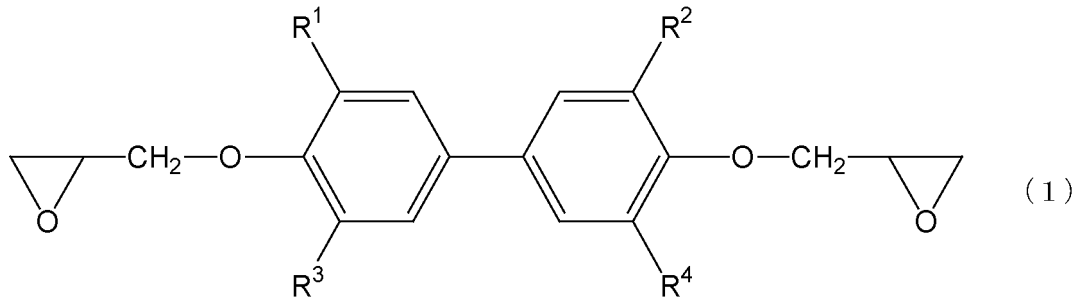
ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも1種の常温で固体のエポキシ樹脂は、下記式(1)で表されるビフェニル骨格を有する

10

20

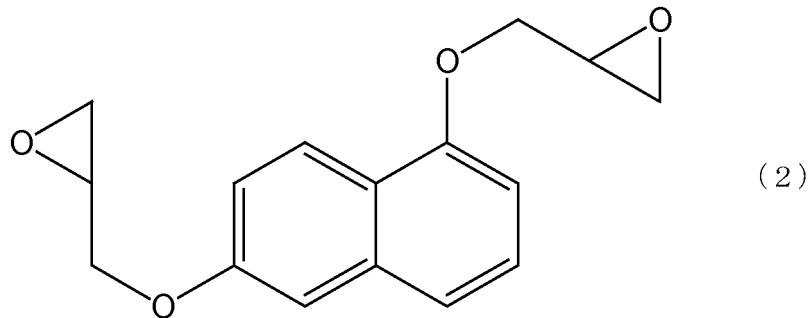
エポキシ樹脂、下記式(2)で表されるナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、下記式(3)で表されるアントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、下記式(4)で表されるジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、下記式(5)で表されるフェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも1種のエポキシ樹脂であることを特徴とする請求項1又は2記載の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤。

【化1】

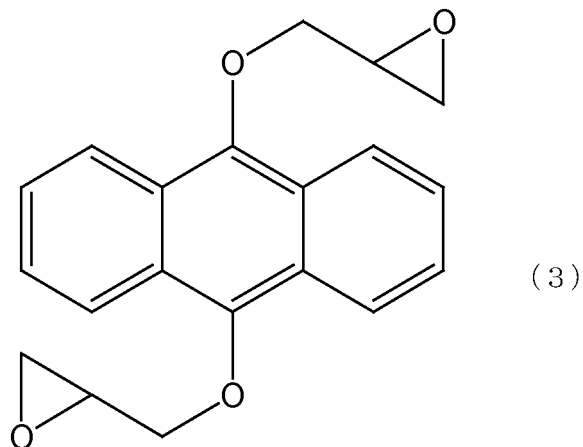


式(1)中、 $R^1 \sim R^4$ は水素、又は、直鎖状若しくは分枝鎖状の炭素数1～12のアルキル基を表し、これらは互いに同一であってもよく、異なってもよい。

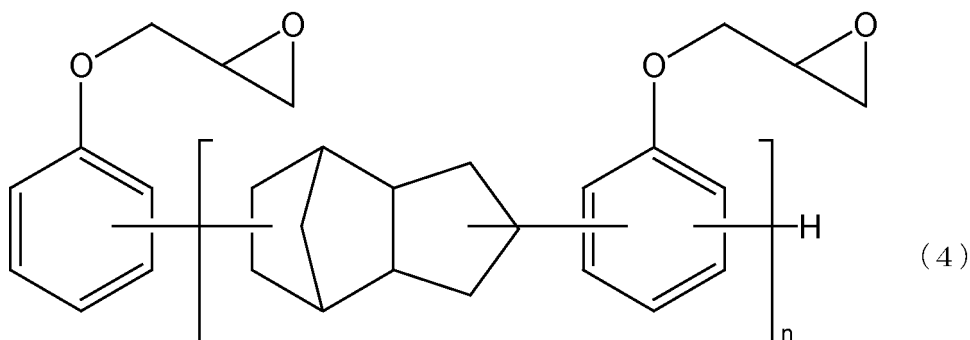
【化2】



【化3】



【化4】



10

20

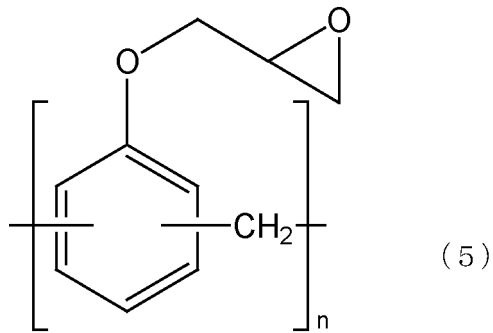
30

40

50

式(4)中、 n は、0～20の整数を表す。

【化5】



10

式(5)中、 n は1～20の整数を表す。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対する接着性、及び、硬化物の耐湿性に優れ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高く、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。

20

【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1参照）。

30

【0004】

通常、有機EL表示素子における2枚の基板のうち、有機発光材料層を形成する一方の基板には、窒化ケイ素膜処理ガラスが用いられる。また、他方の基板としては、近年、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスが用いられている。しかしながら、従来の有機EL表示素子用封止剤は、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対して十分な接着力が得られなかったり、硬化物が耐湿性に劣るものとなったりするという問題があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0005】

【特許文献1】特開2001-357973号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対する接着性、及び、硬化物の耐湿性に優れ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】

【0007】

50

本発明は、光硬化性化合物と光カチオン重合開始剤と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って、上記光硬化性化合物は、ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも１種の常温で固体のエポキシ樹脂、並びに、エポキシ樹脂の有するエポキシ基の２０％以上を（メタ）アクリル変性してなる（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂を含有し、上記光カチオン重合開始剤は、アンチモン錯体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。

以下に本発明を詳述する。

【０００８】

本発明者らは、アンチモン錯体を含有する光カチオン重合開始剤を用いることにより、得られる有機ＥＬ表示素子用封止剤のＮｉメッキＣｕガラスや無アルカリガラスに対する接着性を向上させることができることを見出した。更に、本発明者は、該アンチモン錯体を含有する光カチオン重合開始剤と、特定の骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂及びエポキシ樹脂の有するエポキシ基の２０モル％以上を（メタ）アクリル変性してなる（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂を含有する光硬化性化合物とを組み合わせることで、硬化物の耐湿性に優れる有機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。

【０００９】

本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤は、光硬化性化合物を含有する。

上記光硬化性化合物は、ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも１種の常温で固体のエポキシ樹脂を含有する。

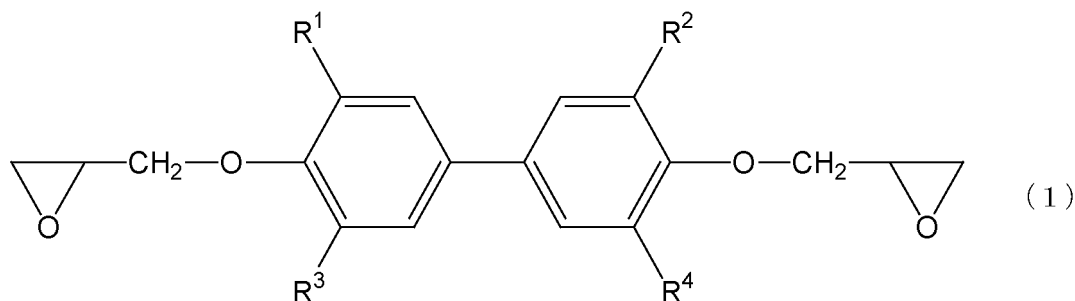
上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも１種の常温で固体のエポキシ樹脂と、アンチモン錯体を含有する光カチオン重合開始剤とを組み合わせることで、本発明の有機ＥＬ表示素子用封止剤は硬化物の耐湿性に優れたものとなる。

【００１０】

上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂は特に限定されず、例えば、下記式（１）で表されるエポキシ樹脂等が挙げられる。

【００１１】

【化１】



【００１２】

式（１）中、 $R^1 \sim R^4$ は水素、又は、直鎖状若しくは分枝鎖状の炭素数１～１２のアルキル基を表し、これらは互いに同一であってもよく、異なってもよい。

【００１３】

上記常温で固体のビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂のうち、市販されているものとしては、例えば、 $jER \ YX4000$ 、 $jER \ YX4000H$ 、 $jER \ YL6121$ 、 $jER \ YL6640$ 、 $jER \ YL6677$ 、 $jER \ YL6810$ 、 $jER \ YL$

10

20

30

40

50

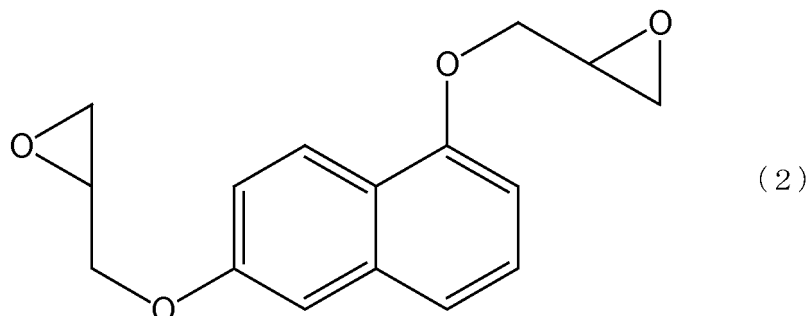
7399（いずれも三菱化学社製）等が挙げられる。

【0014】

上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂は特に限定されず、例えば、下記式（2）で表される化合物等が挙げられる。

【0015】

【化2】



10

【0016】

上記常温で固体のナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂のうち、市販されているものとしては、例えば、EPICRON HP-4032、EPICRON HP-4032D、HP-4700、HP-4710、HP-4770（いずれもDIC社製）等が挙げられる。

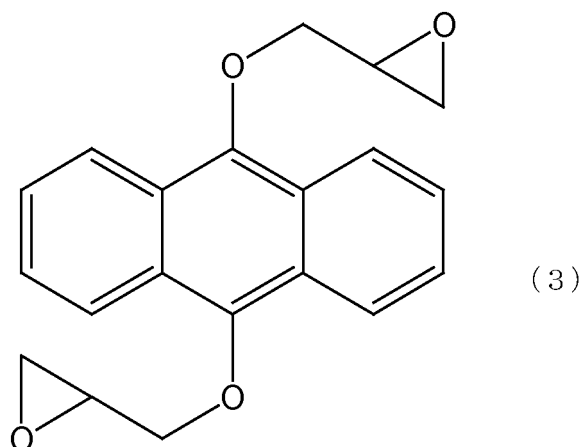
20

【0017】

上記常温で固体のアントラセン骨格を有するエポキシ樹脂は特に限定されず、例えば、下記式（3）で表される化合物等が挙げられる。

【0018】

【化3】



30

【0019】

上記常温で固体のアントラセン骨格を有するエポキシ樹脂のうち、市販されているものとしては、例えば、jERYX8800（三菱化学社製）等が挙げられる。

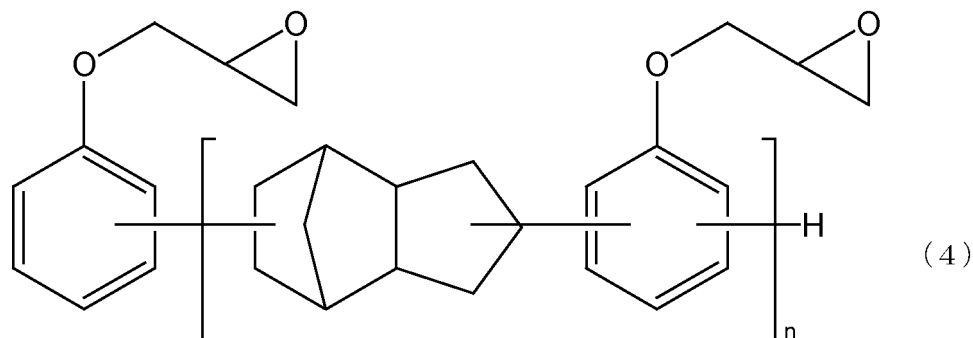
40

【0020】

上記常温で固体のジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂は特に限定されず、例えば、下記式（4）で表される化合物等が挙げられる。

【0021】

【化 4】



10

【 0 0 2 2 】

式 (4) 中、 n は、0 ~ 2 0 の整数を表す。

【 0 0 2 3 】

上記常温で固体のジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂のうち、市販されているものとしては、例えば、HP - 7 2 0 0、HP - 7 2 0 0 H、HP - 7 2 0 0 H H、HP - 7 2 0 0 H H H (いずれも、DIC 社製) 等が挙げられる。

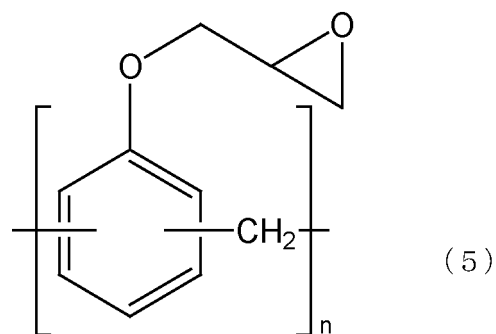
【 0 0 2 4 】

上記常温で固体のフェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂は特に限定されず、例えば、下記式 (5) で表される構造を有する化合物等が挙げられる。

【 0 0 2 5 】

20

【化 5】



30

【 0 0 2 6 】

式 (5) 中、 n は 1 ~ 2 0 の整数を表す。

【 0 0 2 7 】

上記常温で固体のフェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂のうち、市販されているものとしては、例えば、N - 6 8 0、N - 6 9 0、N - 7 4 0、N - 7 7 0、N - 7 7 5 (いずれも、DIC 社製)、DEN 4 3 1 (ダウケミカル社製) 等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

上記光硬化性化合物における上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも 1 種の常温で固体のエポキシ樹脂の含有量は特に限定されないが、好ましい下限は 5 重量%、好ましい上限は 4 0 重量%である。上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも 1 種の常温で固体のエポキシ樹脂の含有量が 5 重量%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。上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる

40

50

群より選択される少なくとも１種の常温で固体のエポキシ樹脂の含有量が４０重量％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。上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも１種の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１０重量％、より好ましい上限は３０重量％である。

【００２９】

上記光硬化性化合物は、分子内にエポキシ樹脂の有するエポキシ基の２０％以上を（メタ）アクリル変性してなる（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂を含有する。本発明の有機Ｅ

10

Ｌ表示素子用封止剤は、上記（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂を含有することにより、ＮｉメッキＣｕガラスや無アルカリガラスに対する接着性に優れたものとなる。

上記（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂は、例えば、エポキシ樹脂と（メタ）アクリル酸とを、常法に従って塩基性触媒の存在下で反応させることにより得ることができる。

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意味する。

【００３０】

上記（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂を合成するための原料となるエポキシ樹脂は特に限定されず、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、ビスフェノールＳ型エポキシ樹脂、２，２'-ジアリルビスフェノールＡ型エポキシ樹脂、水添ビスフェノール型エポキシ樹脂、プロピレンオキシド付加ビスフェノールＡ型エポキシ樹脂、レゾルシン型エポキシ樹脂、スルフィド型エポキシ樹脂、ジフェニルエーテル型エポキシ樹脂、オルトクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂、アルキルポリオール型エポキシ樹脂、ゴム変性型エポキシ樹脂、グリシジルエステル化合物、ビスフェノールＡ型エピスルフィド樹脂等が挙げられる。

20

【００３１】

上記ビスフェノールＡ型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ｊＥＲ ８２８ＥＬ、ｊＥＲ １００１、ｊＥＲ １００４（いずれも三菱化学社製）、エピクロン８５０-Ｓ（ＤＩＣ社製）等が挙げられる。

上記ビスフェノールＦ型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ｊＥＲ ８０６、ｊＥＲ ４００４、ｊＥＲ ４００５、ｊＥＲ ４００７（いずれも三菱化学社製）、エピクロン８３０ＣＲＰ（ＤＩＣ社製）等が挙げられる。

30

上記ビスフェノールＳ型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンＥＸＡ１５１４（ＤＩＣ社製）等が挙げられる。

上記２，２'-ジアリルビスフェノールＡ型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ＲＥ-８１０ＮＭ（日本化薬社製）等が挙げられる。

上記水添ビスフェノール型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンＥＸＡ７０１５（ＤＩＣ社製）等が挙げられる。

上記プロピレンオキシド付加ビスフェノールＡ型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ＥＰ-４０００Ｓ（ＡＤＥＫＡ社製）等が挙げられる。

40

上記レゾルシン型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ＥＸ-２０１（ナガセケムテックス社製）等が挙げられる。

上記スルフィド型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ＹＳＬＶ-５０ＴＥ（新日鐵化学社製）等が挙げられる。

上記ジフェニルエーテル型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ＹＳＬＶ-８０ＤＥ（新日鐵化学社製）等が挙げられる。

上記オルトクレゾールノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンＮ-６７０-ＥＸＰ-Ｓ（ＤＩＣ社製）等が挙げられる。

上記グリシジルアミン型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、ｊＥＲ ６３０（三菱化学社製）、エピクロン４３０（ＤＩＣ社製）、ＴＥＴＲＡＤ-Ｘ（三

50

菱ガス化学社製)等が挙げられる。

上記アルキルポリオール型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Z X - 1 5 4 2 (新日鐵化学社製)、エピクロン 7 2 6 (D I C 社製)、エポライト 8 0 M F A (共栄社化学社製)、デナコール E X - 6 1 1 (ナガセケムテックス社製)等が挙げられる。

上記ゴム変性型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Y R - 4 5 0、Y R - 2 0 7 (いずれも新日鐵化学社製)、エポリード P B (ダイセル化学工業社製)等が挙げられる。

上記グリシジルエステル化合物のうち市販されているものとしては、例えば、デナコール E X - 1 4 7 (ナガセケムテックス社製)等が挙げられる。

10

上記ビスフェノール A 型エビスルフィド樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、j E R Y L - 7 0 0 0 (三菱化学社製)等が挙げられる。

上記エポキシ樹脂のうちその他に市販されているものとしては、例えば、Y D C - 1 3 1 2、Y S L V - 8 0 X Y、Y S L V - 9 0 C R (いずれも新日鐵化学社製)、X A C 4 1 5 1 (旭化成社製)、j E R 1 0 3 1、j E R 1 0 3 2 (いずれも三菱化学社製)、E X A - 7 1 2 0 (D I C 社製)、T E P I C (日産化学社製)等が挙げられる。

【 0 0 3 2 】

上記(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂の製造方法としては、具体的には例えば、レゾルシン型エポキシ樹脂(ナガセケムテックス社製、「E X - 2 0 1」) 3 6 0 重量部、重合禁止剤として p - メトキシフェノール 2 重量部、反応触媒としてトリエチルアミン 2 重量部、及び、アクリル酸 2 1 0 重量部を、空気を送り込みながら 9 0 で還流攪拌し、5 時間反応させることによって、全てのエポキシ基がアクリル酸と反応した完全アクリル変性レゾルシン型エポキシ樹脂を得ることができる。

20

【 0 0 3 3 】

上記(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、エポキシ樹脂の全てのエポキシ基を(メタ)アクリル変性した完全(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂としては、例えば、E B E C R Y L 8 6 0、E B E C R Y L 3 2 0 0、E B E C R Y L 3 2 0 1、E B E C R Y L 3 4 1 2、E B E C R Y L 3 6 0 0、E B E C R Y L 3 7 0 0、E B E C R Y L 3 7 0 1、E B E C R Y L 3 7 0 2、E B E C R Y L 3 7 0 3、E B E C R Y L 3 8 0 0、E B E C R Y L 6 0 4 0、E B E C R Y L R D X 6 3 1 8 2、K R M 8 0 7 6 (いずれもダイセルサイテック社製)、E A - 1 0 1 0、E A - 1 0 2 0、E A - 5 3 2 3、E A - 5 5 2 0、E A - C H D、E M A - 1 0 2 0 (いずれも新中村化学工業社製)、エポキシエステル M - 6 0 0 A、エポキシエステル 4 0 E M、エポキシエステル 7 0 P A、エポキシエステル 2 0 0 P A、エポキシエステル 8 0 M F A、エポキシエステル 3 0 0 2 M、エポキシエステル 3 0 0 2 A、エポキシエステル 1 6 0 0 A、エポキシエステル 3 0 0 0 M、エポキシエステル 3 0 0 0 A、エポキシエステル 2 0 0 E A、エポキシエステル 4 0 0 E A (いずれも共栄社化学社製)、デナコールアクリレート D A - 1 4 1、デナコールアクリレート D A - 3 1 4、デナコールアクリレート D A - 9 1 1 (いずれもナガセケムテックス社製)等が挙げられ、1 分子中に 2 以上のエポキシ基を有するエポキシ樹脂の一部分のエポキシ基を(メタ)アクリル変性した部分(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂としては、例えば、U V A C U R E 1 5 6 1 (ダイセルサイテック社製)等が挙げられる。

30

40

【 0 0 3 4 】

上記光硬化性化合物における上記(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂の含有量は特に限定されないが、好ましい下限は 1 重量%、好ましい上限は 1 0 重量%である。上記(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂の含有量が 1 重量%未満であると、得られる有機 E L 表示素子用封止剤の N i メッキ C u ガラスや無アルカリガラス等の基材に対する接着性を向上させる効果が十分に得られないことがある。上記(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂の含有量が 1 0 重量%を超えると、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、得られる有機 E L 表示素子用封止剤のガラス転移温度が低くなり、高温で

50

の信頼性が悪くなったりすることがある。上記（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂の含有量のより好ましい下限は3重量%、より好ましい上限は8重量%である。

【0035】

上記光硬化性化合物は、常温で固体のその他のエポキシ樹脂を含有することが好ましい。上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂は特に限定されず、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、ビスフェノールO型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂等のうち常温で固体であるものが挙げられる。

【0036】

上記光硬化性化合物における上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂の含有量は特に限定されないが、好ましい下限は5重量%、好ましい上限は40重量%である。上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂の含有量が5重量%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。上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂の含有量が40重量%を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が硬化物の耐湿性に劣るものとなることがある。上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂の含有量のより好ましい下限は20重量%、より好ましい上限は30重量%である。

10

【0037】

上記光硬化性化合物は、常温で液状のエポキシ樹脂を含有することが好ましい。上記常温で液状のエポキシ樹脂は特に限定されず、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、ビスフェノールO型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂等のうち常温で液状であるものが挙げられる。

20

【0038】

上記光硬化性化合物における上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量は特に限定されないが、好ましい下限は20重量%、好ましい上限は90重量%である。上記常温で液状のエポキシ樹脂の含有量が20重量%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%を超えると、得られる有機EL表示素子用封止剤が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%、より好ましい上限は70重量%である。

【0039】

上記光硬化性化合物は、上記ビフェニル骨格を有するエポキシ樹脂、上記ナフタレン骨格を有するエポキシ樹脂、上記アントラセン骨格を有するエポキシ樹脂、上記ジシクロペンタジエニル骨格を有するエポキシ樹脂、及び、上記フェノールノボラック骨格を有するエポキシ樹脂からなる群より選択される少なくとも1種の常温で固体のエポキシ樹脂、上記（メタ）アクリル変性エポキシ樹脂、上記常温で固体のその他のエポキシ樹脂、並びに、上記常温で液状のエポキシ樹脂以外に、オキセタン化合物等のその他の光硬化性化合物を含有してもよい。

30

【0040】

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。上記光カチオン重合開始剤は、アンチモン錯体を含有する。上記光カチオン重合開始剤がアンチモン錯体を含有することにより、本発明の有機エレクトロルミネッセンス表示素子用封止剤は、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対する接着性に優れたものとなる。

40

【0041】

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。

50

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。

【0042】

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、上記光硬化性化合物100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10重量部である。上記光カチオン重合開始剤の含有量が0.1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10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5重量部である。

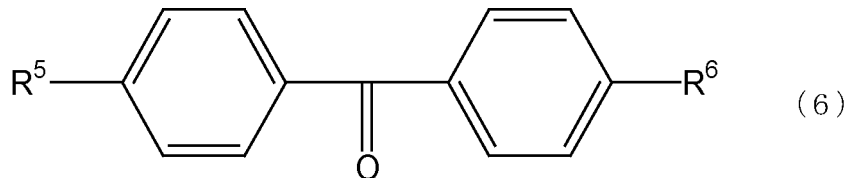
10

【0043】

本発明の有機EL表示素子用封止剤は、下記式(6)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EL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。

【0044】

【化6】



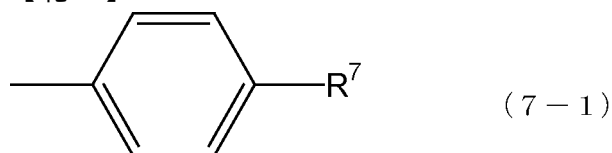
20

【0045】

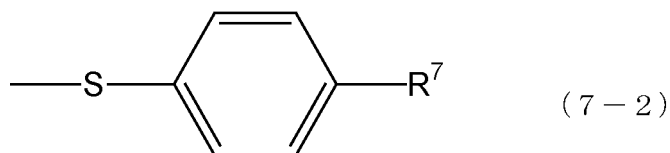
式(6)中、 R^5 及び R^6 は、水素、下記式(7-1)で表される置換基、又は、下記式(7-2)で表される置換基を表す。上記 R^5 及び R^6 は互いに同一であってもよいし、異なってもよい。

【0046】

【化7】



30



40

【0047】

式(7-1)、(7-2)中、 R^7 は、水素、炭素数1~20の直鎖状又は分枝状のアルキル基、炭素数1~20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1~20のカルボン酸アルキルエステル基を表す。

【0048】

上記式(6)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'-メチルジフェニルスルファイド等が挙げられる。

50

【 0 0 4 9 】

上記増感剤の含有量は特に限定されないが、上記光硬化性化合物 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 5 0 】

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 表示素子用封止剤を用いてなる有機 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。

10

【 0 0 5 1 】

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 5 2 】

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、上記光硬化性化合物 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。

20

【 0 0 5 3 】

本発明の有機 E L 表示素子用封止剤は、更に、本発明の目的を阻害しない範囲において、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 E L 表示素子用封止剤に熱硬化性を付与することができる。

【 0 0 5 4 】

30

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) - アジボアミド、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。

40

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 5 5 】

上記熱硬化剤の含有量は特に限定されないが、上記光硬化性化合物 1 0 0 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 3 0 重量部である。上記熱硬化剤の含有量が 0 . 5 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 3 0 重量部を超えると、得られる有機

50

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1重量部、より好ましい上限は15重量部である。

【0056】

本発明の有機E L表示素子用封止剤を、有機発光材料層を有する積層体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、本発明の目的を阻害しない範囲で充填剤を含有してもよい。

上記充填剤は特に限定されず、例えば、無機フィラー、有機フィラー等が挙げられる。

上記無機フィラーは特に限定されず、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。

上記有機フィラーは特に限定されず、例えば、ポリエステル微粒子、ポリウレタン微粒子、ビニル重合体微粒子、アクリル重合体微粒子等が挙げられる。

なお、本発明の有機E L表示素子用封止剤を、上記積層体を完全に被覆する等のための内側シール剤として用いる場合は、通常、上記充填剤を配合せず、配合する場合でも可視光の波長以下の大きさのものが用いられる。

【0057】

本発明の有機E L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。

【0058】

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。

【0059】

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。

【0060】

また、本発明の有機E L表示素子用封止剤は、必要に応じて補強剤、軟化剤、可塑剤、粘度調整剤、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。

【0061】

本発明の有機E L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、ホモミキサー、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、光硬化性化合物と、光カチオン重合開始剤と、必要に応じて添加するシランカップリング剤等の添加剤とを混合する方法が挙げられる。

【0062】

本発明の有機E L表示素子用封止剤の粘度は特に限定されないが、コーンローター式粘度計を用いて、25、2.5rpmの条件で測定した粘度の好ましい下限は5万mPa・s、好ましい上限は100万mPa・sである。上記有機E L表示素子用封止剤の粘度が5万mPa・s未満であると、塗工性が悪くなることとともに、塗工した有機E L表示素子用封止剤が張り合わせる前に流れることがある。上記有機E L表示素子用封止剤の粘度が100万mPa・sを超えると、均一かつ正確に有機E L表示素子の封止ができないことがある。上記有機E L表示素子用封止剤の粘度のより好ましい下限は10万mPa・s、より好ましい上限は50万mPa・sである。

【0063】

本発明の有機E L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

10

20

30

40

50

る。また、本発明の有機EL表示素子用封止剤は、基板の全面に塗布してもよく、基板の一部に塗布してもよい。

【0064】

塗布により形成される本発明の有機EL表示素子用封止剤の封止部の形状としては、有機発光材料層を有する積層体を外気から保護しうる形状であれば特に限定されず、上記積層体を完全に被覆する形状であってもよいし、上記積層体の周辺部に閉じたパターンを形成してもよい。更に、上記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てもよい。

【0065】

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に全面的に塗布するか、又は、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が完全に収まる形状に、閉じたパターンの封止剤部を形成してもよい。

10

【0066】

本発明の有機EL表示素子用封止剤は、特に上記基板としてNiメッキCuガラスや無アルカリガラスを用いる場合であっても、十分な接着力を有する。

20

【0067】

また、上記積層体は、無機防湿膜で被覆されていてもよい。本発明の有機EL表示素子用封止剤は、後述するように硬化物の引張貯蔵弾性率が20 から80 の間において一定の低弾性率領域内であると、上記積層体が無機防湿膜で被覆されている場合にも、該防湿膜を傷つけることなく、好適に用いることができる。上記無機防湿膜は特に限定されず、従来公知のものを用いることができる。

【0068】

上記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はされないが、減圧雰囲気下で貼り合わせることが好ましい。上記減圧雰囲気下の真空度の好ましい下限は0.01 kPa、好ましい上限は10 kPaである。上記減圧雰囲気下の真空度が0.01 kPa 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10 kPa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。

30

【0069】

本発明の有機EL表示素子用封止剤は、塗布後、300 nm ~ 400 nmの波長及び300 ~ 3000 mJ / cm²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。

【0070】

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。

40

【0071】

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、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、LEDランプ等が挙げられる。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

50

択される。

【0072】

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。

【0073】

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 5×10^7 Pa、好ましい上限が 5×10^8 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。

10

【0074】

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。

20

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。

【0075】

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 %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。

30

【0076】

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、85 %、85 % RH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/m²以下であることが好ましい。上記透湿度が100 g/m²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。

【0077】

更に、本発明の有機EL表示素子用封止剤は、硬化物を85 %、85 % RHの条件下、24時間暴露したときに、上記硬化物の含水率が0.5 %未満であることが好ましい。上記硬化物の含水率が0.5 %以上であると、硬化物中の水分による有機EL表示素子の劣化が起こる。上記硬化物の含水率のより好ましい上限は0.3 %である。

40

【0078】

上記含水率の測定方法としては特に限定されず、例えば、JIS K 7251に準拠してカールフィッシャー法により求める方法や、JIS K 7209-2に準拠して吸水後の重量増分を求める等の方法が挙げられる。

【0079】

上記のような低い透湿度と低い含水率を両方有することにより、本発明の有機EL表示素子用封止剤は優れた耐湿性を有するものとなる。

【0080】

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

50

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。

【発明の効果】

【0081】

本発明によれば、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対する接着性、及び、硬化物の耐湿性に優れ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】

10

【0082】

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。

【0083】

(実施例1)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂としてjER YX4000(三菱化学社製)20重量部と、(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂として完全アクリル変性レゾルシン型エポキシ樹脂(ダイセルサイテック社製)5重量部と、常温で固体のその他のエポキシ樹脂としてjER 4004(三菱化学社製)30重量部と、常温で液状のエポキシ樹脂としてエピクロン830CRP(DIC社製)50重量部と、アンチモン錯体を含む光カチオン重合開始剤(ADEKA社製、「アデカオプトマーSP170」)2重量部と、増感剤として4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド(日本化薬社製、「KAYACURE BMS」)0.1重量部と、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(信越シリコーン社製、「KBM-403」)1重量部とを混合し、80に加熱した後、ホモディスペー型攪拌混合機(プライミクス社製、「ホモディスペー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。

20

【0084】

(実施例2)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂20重量部の代わりに、ナフタレン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂(DIC社製、「HP-4032」)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EL表示素子用封止剤を作製した。

30

【0085】

(実施例3)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂20重量部の代わりに、アントラセン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂(三菱化学社製、「jER YX8800」)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EL表示素子用封止剤を作製した。

【0086】

(実施例4)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂20重量部の代わりに、ジシクロペンタジエニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂(DIC社製、「HP-7200」)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EL表示素子用封止剤を作製した。

40

【0087】

(実施例5)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂20重量部の代わりに、フェノールノボラック骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂(ダウケミカル社製、「DEN431」)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EL表示素子用封止剤を作製した。

50

【 0 0 8 8 】

(実施例 6)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂の配合量を 1 0 重量部に変更し、常温で液状のエポキシ樹脂の配合量を 6 0 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。

【 0 0 8 9 】

(実施例 7)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂の配合量を 3 0 重量部に変更し、常温で液状のエポキシ樹脂の配合量を 4 0 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。

10

【 0 0 9 0 】

(実施例 8)

常温で固体のその他のエポキシ樹脂を配合せず、常温で液状のエポキシ樹脂の配合量を 8 0 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。

【 0 0 9 1 】

(比較例 1)

ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂を用いず、常温で液状のエポキシ樹脂の配合量を 7 0 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。

20

【 0 0 9 2 】

(比較例 2)

アンチモン錯体を含有する光カチオン重合開始剤 2 重量部の代わりに、アンチモン錯体を含有しない光カチオン重合開始剤として、ヨードニウムボレート系の光カチオン重合開始剤（ローディア社製、「R P - 2 0 7 4」）1 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。

【 0 0 9 3 】

(比較例 3)

アンチモン錯体を含有する光カチオン重合開始剤 2 重量部の代わりに、アンチモン錯体を含有しない光カチオン重合開始剤として、スルホニウム系の光カチオン重合開始剤（みどり化学製、「D T S - 2 0 0」）1 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。

30

【 0 0 9 4 】

(比較例 4)

(メタ) アクリル変性エポキシ樹脂を用いなかったこと以外は、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。

【 0 0 9 5 】

< 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、2 に示した。

40

【 0 0 9 6 】

(1) 粘度

コーンローター式粘度計（東機産業社製、「T V - 2 2 型」）を用いて、2 5 、 2 . 5 r p m の条件で実施例及び比較例で得られた有機 E L 表示素子用封止剤の粘度を測定した。

【 0 0 9 7 】

(2) 硬化物の透湿度

実施例及び比較例で製造した有機 E L 表示素子用封止剤を 1 0 0 μ 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 1 0 0 m W / c m ² (3 6 5 n m) の光を 2 0 秒間照射したのち、8 0

50

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、85、85%RHの条件に24時間暴露して測定した。

【0098】

(3) 光線透過率

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75mm×25mm×1mmのガラス板2枚の間に20μmの厚みに形成し、スーパーキセノンウエザーメーターSX75(スガ試験機社製)で紫外線を100時間照射した後の400nmにおける透過率を測定した。

【0099】

10

(4) 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直径3~5mm程度の大きさとなるようにNiメッキCuガラス上に塗布し、その上から無アルカリガラスをNiメッキCuガラスと無アルカリガラスとが十字になるように貼り合わせ、高圧水銀灯にて20mW/cm²(365nm)の光を75秒間照射したのち、80にて30分加熱し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5mm/minの条件で剥離試験を行った。同条件で作製した3つの剥離試験用試料を同条件で測定し、得られた値の平均値として接着力を求めた。

【0100】

【表 1】

組成 (重量部)	光硬化性 化合物	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
組成 (重量部)	ビフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	20	—	—	—	—	10	30	20
	ナフタレン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	20	—	—	—	—	—	—
	アントラセン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	20	—	—	—	—	—
	ジシクロペンタジエン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—	20	—	—	—	—
	フェノールノボラック骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—	—	20	—	—	—
	常温で固体の その他のエポキシ樹脂	30	30	30	30	30	30	30	—
	常温で液体の エポキシ樹脂	50	50	50	50	50	60	40	80
	(メタ)アクリル変性 エポキシ樹脂	5	5	5	5	5	5	5	5
	完全アクリル変性 エポキシ樹脂	—	—	—	—	—	—	—	—
	アンチモン錯体を 含有する	2	2	2	2	2	2	2	2
光カチオン 重合開始剤	アデカオプトマーSP170 (ADEKA社製)	—	—	—	—	—	—	—	—
	RP-2074 (ローディア社製)	—	—	—	—	—	—	—	—
	DTS-200 (みどり化学社製)	—	—	—	—	—	—	—	—
	4-ベンゾイルル-4'-メチルジフェニルサルファイド	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
増感剤 シラン カップリング剤	γ-グリジドキシプロピルトリメトキシシラン	1	1	1	1	1	1	1	1
	粘度 (mPa・s)	170000	180000	175000	165000	210000	90000	190000	230000
	硬化物の透湿度 (g/m^2) (85℃、85%RH、24h暴露後)	85	78	81	75	83	87	79	73
	光線透過率 (%)	95	96	94	95	94	92	93	90
評価	接着力 (MPa)	4.5	4.7	4.6	4.3	4.4	4.2	4.6	4.1

【表 2】

		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
組成 (重量部)	光硬化性 化合物	ビスフェニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	20	20	20
		ナフタレン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—
		アントラセン骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—
		ジシクロペンタジエニル骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—
		フェノールノボラック骨格を有する常温で固体のエポキシ樹脂	—	—	—
		常温で固体の その他のエポキシ樹脂	—	—	—
		ビスフェノールF型エポキシ樹脂 (三菱化学社製、「JER 4004」)	30	30	30
		常温で液状の エポキシ樹脂	—	—	—
		ビスフェノールF型エポキシ樹脂 (DIC社製、「エピクロン830CRP」)	70	50	50
		(メタ)アクリル変性 エポキシ樹脂	5	5	5
	光カチオン 重合開始剤	完全アクリル変性 レゾルシン型エポキシ樹脂	—	—	—
		アデカオプトマーSP170 (ADEKA社製)	2	—	2
		RP-2074 (ローディア社製)	—	1	—
		DTS-200 (みどり化学社製)	—	—	1
評価	増感剤	4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド	0.1	0.1	0.1
	シラン カップリング剤	γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン	1	1	1
	粘度 (mPa・s)		40000	130000	150000
	硬化物の透湿度 (g/m ²) (85°C、85%RH、24h暴露後)		180	250	320
	光線透過率 (%)		95	93	92
	接着力 (MPa)		4.3	3.6	3.2
					1.3

【産業上の利用可能性】

【0102】

本発明によれば、NiメッキCuガラスや無アルカリガラスに対する接着性、及び、硬化物の耐湿性に優れ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

10

20

30

40

50

きる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 8 G 59/68

(56)参考文献 特開 2 0 1 0 - 1 2 6 6 9 9 (J P , A)
特開 2 0 1 0 - 2 5 0 0 2 0 (J P , A)
特開 2 0 0 9 - 0 3 0 0 5 8 (J P , A)
特開 2 0 0 7 - 2 9 9 7 2 5 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 2 3 6 9 8 7 (J P , A)
国際公開第 2 0 0 7 / 0 8 3 8 0 1 (W O , A 1)
国際公開第 2 0 0 5 / 0 1 9 2 9 9 (W O , A 1)
国際公開第 2 0 0 4 / 1 0 8 7 9 0 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
H 0 5 B 3 3 / 0 4
H 0 1 L 5 1 / 5 0
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)

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	JP5555614B2	公开(公告)日	2014-07-23
申请号	JP2010278028	申请日	2010-12-14
[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		
当前申请(专利权)人(译)	积水化学工业株式会社		
[标]发明人	七里徳重 孫ウンチヨル		
发明人	七里 徳重 孫 ウンチヨル		
IPC分类号	H05B33/04 C09K3/10 H01L51/50 C08G59/68		
FI分类号	H05B33/04 C09K3/10.B C09K3/10.L C09K3/10.E H05B33/14.A C08G59/68		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC25 3K107/EE43 3K107/EE55 4H017/AA04 4H017/AA24 4H017/AA25 4H017/AA27 4H017/AB01 4H017/AB08 4H017/AB15 4H017/AC03 4H017/AC04 4H017/AC07 4H017/AC08 4H017/AC15 4H017/AC17 4H017/AD06 4H017/AE05 4J036/AC01 4J036/AC02 4J036/AC03 4J036/AC05 4J036/AD07 4J036/AD08 4J036/AF06 4J036/GA07 4J036/GA15 4J036/HA02 4J036/JA07		
其他公开文献	JP2012129010A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：为有机电致发光显示元件提供密封剂，对镀镍铜玻璃和无碱玻璃具有优异的附着力，并且固化产品具有防潮性。溶剂：用于有机电致发光显示元件的密封剂包括光固化化合物和光阳离子聚合引发剂。光固化性化合物包括：室温下的环氧树脂固体和选自具有联苯骨架的环氧树脂，具有萘骨架的环氧树脂，具有蒽骨架的环氧树脂，具有环氧树脂的环氧树脂中的至少一种二环戊二烯基骨架和具有苯酚酚醛清漆骨架的环氧树脂；（甲基）丙烯酸改性环氧树脂，其通过环氧树脂中含有的环氧基的20%以上的（甲基）丙烯酸改性而得到。光阳离子聚合引发剂包括锍络合物。

