



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108781489 A

(43)申请公布日 2018.11.09

(21)申请号 201780016902.6

(22)申请日 2017.09.13

(30)优先权数据

2016-181691 2016.09.16 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2018.09.12

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2017/032994 2017.09.13

(87)PCT国际申请的公布数据

W02018/052007 JA 2018.03.22

(71)申请人 积水化学工业株式会社

地址 日本大阪

(72)发明人 渡边康雄

(74)专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司 11021

代理人 蒋亭

(51)Int.Cl.

H05B 33/04(2006.01)

C08G 59/24(2006.01)

C08G 59/68(2006.01)

G09F 9/30(2006.01)

H01L 27/32(2006.01)

H01L 51/50(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54)发明名称

有机电致发光显示元件用密封剂

(57)摘要

本发明的目的在于,提供对于基板的密合性、低逸气性、防变色性和涂布性优异的有机电致发光显示元件用密封剂。本发明是一种有机电致发光显示元件用密封剂,其含有阳离子聚合性化合物和阳离子聚合引发剂,上述阳离子聚合性化合物100重量份中含有50重量份以上且80重量份以下的氧化环烯烃型脂环式环氧化合物,所述有机电致发光显示元件用密封剂在使用E型粘度计在25℃、20rpm的条件下测定的粘度为400mPa·s以下。

1. 一种有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,其含有阳离子聚合性化合物和阳离子聚合引发剂,

所述阳离子聚合性化合物100重量份中含有50重量份以上且80重量份以下的氧化环烯烃型脂环式环氧化合物,

所述有机电致发光显示元件用密封剂在使用E型粘度计在25℃、20rpm的条件下测定的粘度为400mPa·s以下。

2. 根据权利要求1所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,氧化环烯烃型脂环式环氧化合物具有酯键或者除了环氧基所包含的醚键之外的醚键,并且在两末端具有氧化环烯烃基。

3. 根据权利要求1或2所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,阳离子聚合性化合物含有选自双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、1,2:7,8-二环氧辛烷和1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种。

4. 根据权利要求3所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,阳离子聚合性化合物100重量份中的选自双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、1,2:7,8-二环氧辛烷和1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的含量为10重量份以上且50重量份以下。

5. 根据权利要求3或4所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,阳离子聚合性化合物100重量份中的氧化环烯烃型脂环式环氧化合物与选自双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、1,2:7,8-二环氧辛烷和1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的合计含量为80重量份以上。

6. 根据权利要求3、4或5所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,阳离子聚合性化合物含有双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚。

7. 根据权利要求1、2、3、4、5或6所述的有机电致发光显示元件用密封剂,其特征在于,作为阳离子聚合引发剂,含有抗衡阴离子为硼酸盐系的季铵盐。

有机电致发光显示元件用密封剂

技术领域

[0001] 本发明涉及对于基板的密合性、低逸气性、防变色性和涂布性优异的有机电致发光显示元件用密封剂。

背景技术

[0002] 有机电致发光EL显示元件(有机EL显示元件)具有在彼此对置的一对电极之间夹持有有机发光材料层的薄膜结构体。通过从一个电极向该有机发光材料层注入电子,并从另一个电极向该有机发光材料层注入空穴,从而使电子与空穴在有机发光材料层内结合而进行自发光。与需要背光的液晶显示元件等相比而具有下述优点:视觉辨认性良好,能够进一步实现薄型化,且能够进行直流低电压驱动。

[0003] 然而,这样的有机EL显示元件在有机发光材料层、电极暴露于外部气体时存在其发光特性急剧劣化,寿命变短的问题。因此,为了提高有机EL显示元件的稳定性和耐久性,对于有机EL显示元件而言,阻挡有机发光材料层、电极不受大气中的水分、氧气影响的密封技术是必不可少的。

[0004] 专利文献1公开了下述方法:对于上面发光型有机EL显示元件等而言,向有机EL显示元件基板之间填充光固化性粘接剂并照射光,从而进行密封。然而,这样的现有光固化性粘接剂存在在光照射时产生逸气而使元件劣化或者涂布性变差这样的问题。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本特开2001-357973号公报

发明内容

[0008] 发明所要解决的问题

[0009] 本发明的目的在于,提供对于基板的密合性、低逸气性、防变色性和涂布性优异的有机电致发光显示元件用密封剂。

[0010] 用于解决问题的手段

[0011] 本发明是一种有机电致发光显示元件用密封剂,其含有阳离子聚合性化合物和阳离子聚合引发剂,上述阳离子聚合性化合物100重量份中含有50重量份以上且80重量份以下的氧化环烯烃型脂环式环氧化合物,所述有机电致发光显示元件用密封剂在使用E型粘度计在25℃、20rpm的条件下测定的粘度为400mPa·s以下。

[0012] 以下详细说明本发明。

[0013] 本发明人研究了:通过在有机EL显示元件用密封剂中使用氧化环烯烃型脂环式环氧化合物作为阳离子聚合性化合物,从而防止逸气的产生。然而,使用这样的氧化环烯烃型脂环式环氧化合物时,有时所得的密封剂对于基板的密合性或涂布性变差或者发生黄变。因而,本发明人进一步进行了深入研究,结果发现:通过将氧化环烯烃型脂环式环氧化合物的含量和密封剂整体的粘度设为特定的范围,从而能够得到对于基板的密合性、低逸气性、

防变色性和涂布性优异的有机EL显示元件用密封剂,从而完成了本发明。

[0014] 本发明的有机EL显示元件用密封剂含有阳离子聚合性化合物。

[0015] 上述阳离子聚合性化合物含有氧化环烯烃型脂环式环氧化合物。通过含有上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物,从而本发明的有机EL显示元件用密封剂的低逸气性变得优异。

[0016] 作为上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物,可列举出例如3',4'-环氧环己基甲基-3,4-环氧环己烷羧酸酯、双(3,4-环氧环己基甲基)醚等。其中,上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物优选具有酯键或者除了环氧基所包含的醚键之外的醚键,并且在两末端具有氧化环烯基。

[0017] 作为上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物之中的市售品,可列举出CELLOXIDE 2021P(大赛璐公司制)等。

[0018] 上述阳离子聚合性化合物整体100重量份中的上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物的含量的下限为50重量份、上限为80重量份。通过使上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物的含量为该范围,从而所得的有机EL显示元件用密封剂对于基板的密合性和涂布性优异,适合作为面内密封剂。上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物的含量的优选下限为60重量份、优选上限为78重量份,更优选下限为70重量份、更优选上限为75重量份。

[0019] 上述阳离子聚合性化合物在含有上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物的基础上,还含有其它的阳离子聚合性化合物。

[0020] 作为上述其它的阳离子聚合性化合物,适合使用选自双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、1,2:7,8-二环氧辛烷和1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种。其中,优选为双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚。

[0021] 上述阳离子聚合性化合物100重量份中的选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的含量的优选下限为10重量份、优选上限为50重量份。通过使选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的含量为该范围,从而所得的有机EL显示元件用密封剂对于基板的密合性和涂布性变得更优异。选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的含量的更优选下限为20重量份、更优选上限为30重量份,进一步优选下限为23重量份、进一步优选上限为27重量份。

[0022] 上述阳离子聚合性化合物100重量份中的上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物与选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的合计含量的优选下限为80重量份。通过使上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物与选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的合计含量为80重量份以上,从而所得的有机EL显示元件用密封剂对于基板的密合性和涂布性变得更优异。上述氧化环烯烃型脂环式环氧化合物与选自上述双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚、上述1,2:7,8-二环氧辛烷和上述1,2:5,6-二环氧环辛烷中的至少1种的合计含量的更优选下限为90重量份、进一步优选下限为99重量份。

[0023] 本发明的有机EL显示元件用密封剂含有阳离子聚合引发剂。

[0024] 作为上述阳离子聚合引发剂,可列举出通过加热而产生质子酸或路易斯酸的热阳离子聚合引发剂、通过光照射而产生质子酸或路易斯酸的光阳离子聚合引发剂,可以为离子性产酸型,也可以为非离子性产酸型。

[0025] 作为上述热阳离子聚合引发剂,优选为以 BF_4^- 、 PF_6^- 、 SbF_6^- 或 $(\text{BX}_4)^-$ (其中,X表示被至少2个以上的氟或三氟甲基取代的苯基)作为抗衡阴离子的铊盐、磷鎓盐、季铵盐、重氮盐或碘鎓盐,更优选为铊盐。

[0026] 作为上述铊盐,可列举出三苯基铊四氟化硼、三苯基铊六氟化铊、三苯基铊六氟化砷、三(4-甲氧基苯基)铊六氟化砷、二苯基(4-苯基硫代苯基)铊六氟化砷等。

[0027] 作为上述磷鎓盐,可列举出乙基三苯基磷鎓六氟化铊、四丁基磷鎓六氟化铊等。

[0028] 作为上述季铵盐,可列举出例如二甲基苯基(4-甲氧基苄基)铵六氟磷酸盐、二甲基苯基(4-甲氧基苄基)铵六氟铊酸盐、二甲基苯基(4-甲氧基苄基)铵四(五氟苯基)硼酸盐、二甲基苯基(4-甲基苄基)铵六氟磷酸盐、二甲基苯基(4-甲基苄基)铵六氟铊酸盐、二甲基苯基(4-甲基苄基)铵六氟四(五氟苯基)硼酸盐、甲基苯基二苄基铵、甲基苯基二苄基铵六氟铊酸盐六氟磷酸盐、甲基苯基二苄基铵四(五氟苯基)硼酸盐、苯基三苄基铵四(五氟苯基)硼酸盐、二甲基苯基(3,4-二甲基苄基)铵四(五氟苯基)硼酸盐、N,N-二甲基-N-苄基苯胺鎓六氟化铊、N,N-二乙基-N-苄基苯胺鎓四氟化硼、N,N-二甲基-N-苄基吡啶鎓六氟化铊、N,N-二乙基-N-苄基吡啶鎓三氟甲烷磺酸等。

[0029] 作为上述热阳离子聚合引发剂之中的市售品,可列举出例如San-Aid SI-60、San-Aid SI-80、San-Aid SI-B3、San-Aid SI-B3A、San-Aid SI-B4(均为三新化学工业公司制);CXC-1612、CXC-1738、CXC-1821(均为King Industries公司制)等。

[0030] 作为上述光阳离子聚合引发剂之中的离子性光产酸型聚合引发剂,可列举出例如阴离子部分由 BF_4^- 、 PF_6^- 、 SbF_6^- 或 $(\text{BX}_4)^-$ (其中,X表示被至少2个以上的氟或三氟甲基取代的苯基)构成的芳香族铊盐、芳香族碘鎓盐、芳香族重氮盐、芳香族铵盐、或者(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe盐等。

[0031] 作为上述芳香族铊盐,可列举出例如双(4-(二苯基铊)苯基)硫醚双六氟磷酸盐、双(4-(二苯基铊)苯基)硫醚双六氟铊酸盐、双(4-(二苯基铊)苯基)硫醚双四氟硼酸盐、双(4-(二苯基铊)苯基)硫醚四(五氟苯基)硼酸盐、二苯基-4-(苯硫基)苯基铊六氟磷酸盐、二苯基-4-(苯硫基)苯基铊六氟铊酸盐、二苯基-4-(苯硫基)苯基铊四氟硼酸盐、二苯基-4-(苯硫基)苯基铊四(五氟苯基)硼酸盐、三苯基铊六氟磷酸盐、三苯基铊六氟铊酸盐、三苯基铊四氟硼酸盐、三苯基铊四(五氟苯基)硼酸盐、双(4-(二(4-(2-羟基乙氧基))苯基铊)苯基)硫醚双六氟磷酸盐、双(4-(二(4-(2-羟基乙氧基))苯基铊)苯基)硫醚双六氟铊酸盐、双(4-(二(4-(2-羟基乙氧基))苯基铊)苯基)硫醚双四氟硼酸盐、双(4-(二(4-(2-羟基乙氧基))苯基铊)苯基)硫醚四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0032] 作为上述芳香族碘鎓盐,可列举出例如二苯基碘鎓六氟磷酸盐、二苯基碘鎓六氟铊酸盐、二苯基碘鎓四氟硼酸盐、二苯基碘鎓四(五氟苯基)硼酸盐、双(十二烷基苯基)碘鎓六氟磷酸盐、双(十二烷基苯基)碘鎓六氟铊酸盐、双(十二烷基苯基)碘鎓四氟硼酸盐、双(十二烷基苯基)碘鎓四(五氟苯基)硼酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘鎓六氟磷酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘鎓六氟铊酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘鎓四氟硼酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘鎓四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0033] 作为上述芳香族重氮盐,可列举出例如苯基重氮六氟磷酸盐、苯基重氮六氟铋酸盐、苯基重氮四氟硼酸盐、苯基重氮四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0034] 作为上述芳香族铵盐,可列举出例如1-苄基-2-氰基吡啶鎓六氟磷酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶鎓六氟铋酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶鎓四氟硼酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶鎓四(五氟苯基)硼酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶鎓六氟磷酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶鎓六氟铋酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶鎓四氟硼酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶鎓四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0035] 作为上述(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe盐,可列举出例如(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe(II)六氟磷酸盐、(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe(II)六氟铋酸盐、(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe(II)四氟硼酸盐、(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe(II)四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0036] 作为上述光阳离子聚合引发剂之中的非离子性光产酸型聚合引发剂,可列举出例如硝基苄基酯、磺酸衍生物、磷酸酯、苯酚磺酸酯、重氮萘醌、N-羟基酰亚胺磺酸酯等。

[0037] 作为上述光阳离子聚合引发剂之中的市售品,可列举出例如DTS-200(绿化学公司制);UVI6990、UVI6974(均为Union Carbide公司制);SP-150、SP-170(均为ADEKA公司制);FC-508、FC-512(均为3M公司制);IRGACURE290(BASF公司制);PI2074(Rhodia公司制)等。

[0038] 关于在上述热阳离子聚合引发剂和上述光阳离子聚合引发剂这两者中记载的聚合引发剂,可以用作上述热阳离子聚合引发剂,也可以用作上述光阳离子聚合引发剂。

[0039] 上述阳离子聚合引发剂之中,适合使用抗衡阴离子为硼酸盐系的季铵盐(以下也称为“硼酸盐系季铵盐”)。上述硼酸盐系季铵盐的抗衡阴离子优选为 BF_4^- 或 $(\text{BX}_4)^-$ (其中,X表示被至少2个以上的氟或三氟甲基取代的苯基)。

[0040] 相对于上述阳离子聚合性化合物100重量份,上述阳离子聚合引发剂的含量的优选下限为0.05重量份、优选上限为10重量份。通过使上述阳离子聚合引发剂的含量为该范围,从而所得的有机EL显示元件用密封剂的固化性、保存稳定性和固化物的耐湿性变得更优异。上述阳离子聚合引发剂的含量的更优选下限为0.1重量份、更优选上限为5重量份。

[0041] 本发明的有机EL显示元件用密封剂可以含有热固化剂。作为热固化剂,可列举出例如酰肼化合物、咪唑衍生物、酸酐、双氰胺、胍衍生物、改性脂肪族多胺、各种胺与环氧树脂的加成产物等。

[0042] 作为上述酰肼化合物,可列举出例如1,3-双(胍基羰基乙基-5-异丙基乙内酰脲)、癸二酸二酰肼、间苯二甲酸二酰肼、己二酸二酰肼、丙二酸二酰肼等。

[0043] 作为上述咪唑衍生物,可列举出例如1-氰基乙基-2-苯基咪唑、N-(2-(2-甲基-1-咪唑基)乙基)脲、2,4-二氨基-6-(2'-甲基咪唑基-(1'))-乙基均三嗪、N,N'-双(2-甲基-1-咪唑基乙基)脲、N,N'-(2-甲基-1-咪唑基乙基)己二酰二胺、2-苯基-4-甲基-5-羟基甲基咪唑、2-苯基-4,5-二羟基甲基咪唑等。

[0044] 作为上述酸酐,可列举出例如四氢邻苯二甲酸酐、乙二醇双(脱水偏苯三酸酯)等。

[0045] 这些热固化剂可以单独使用,也可以组合使用两种以上。

[0046] 作为上述热固化剂之中的市售品,可列举出例如SDH(日本精细化工公司制);ADH(大塚化学公司制);Amicure VDH、Amicure VDH-J、Amicure UDH(均为Ajinomoto Fine-Techno公司制)等。

[0047] 相对于上述阳离子聚合性化合物100重量份,上述热固化剂的含量的优选下限为0.5重量份、优选上限为30重量份。通过使上述热固化剂的含量为0.5重量份以上,从而所得的有机EL显示元件用密封剂的热固化性变得更优异。通过使上述热固化剂的含量为30重量份以下,从而所得的有机EL显示元件用密封剂的保存稳定性变得更优异,且固化物的耐湿性变得更优异。上述热固化剂的含量的更优选下限为1重量份、更优选上限为15重量份。

[0048] 本发明的有机EL显示元件用密封剂优选含有稳定剂。通过含有上述稳定剂,从而本发明的有机EL显示元件用密封剂的保存稳定性变得更优异。

[0049] 作为上述稳定剂,可列举出例如苜胺等胺系化合物、氨基苯酚型环氧树脂等。

[0050] 相对于上述阳离子聚合性化合物100重量份,上述稳定剂的含量的优选下限为0.001重量份、优选上限为2重量份。通过使上述稳定剂的含量为该范围,从而所得的有机EL显示元件用密封剂在维持优异固化性的同时,保存稳定性也变得更优异。上述稳定剂的含量的更优选下限为0.005重量份、更优选上限为1重量份。

[0051] 本发明的有机EL显示元件用密封剂可以含有硅烷偶联剂。上述硅烷偶联剂具有提高本发明的有机EL显示元件用密封剂与基板等的粘接性的作用。

[0052] 作为上述硅烷偶联剂,可列举出例如3-氨基丙基三甲氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷、3-环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、3-异氰酸酯丙基三甲氧基硅烷等。这些硅烷偶联剂可以单独使用,也可以组合使用两种以上。

[0053] 相对于上述阳离子聚合性化合物100重量份,上述硅烷偶联剂的含量的优选下限为0.1重量份、优选上限为10重量份。通过使上述硅烷偶联剂的含量为该范围,从而防止多余的硅烷偶联剂的渗出且提高所得的有机EL显示元件用密封剂的粘接性的效果变得更优异。上述硅烷偶联剂的含量的更优选下限为0.5重量份、更优选上限为5重量份。

[0054] 此外,从低逸气性的观点出发,相对于上述阳离子聚合性化合物100重量份,上述硅烷偶联剂的含量的优选上限为0.5重量份,更优选上限为0.1重量份,进一步优选上限为0.01重量份。

[0055] 本发明的有机EL显示元件用密封剂中,在不损害本发明目的范围内,可以含有表面改性剂。通过含有上述表面改性剂,从而能够提高本发明的有机EL显示元件用密封剂的涂膜的平坦性。

[0056] 作为上述表面改性剂,可列举出例如表面活性剂、流平剂等。

[0057] 作为上述表面改性剂,可列举出例如有机硅系、丙烯酸系、氟系等的表面活性剂。

[0058] 作为上述表面改性剂之中的市售品,可列举出例如BYK-300、BYK-302、BYK-331(均为BYK Chemie JAPAN公司制);UVX-272(楠本化成公司制);Surflon S-611(AGC SEIMI CHEMICAL公司制)等。

[0059] 本发明的有机EL显示元件用密封剂中,在不损害本发明目的范围内,为了提高元件电极的耐久性而可以含有与有机EL显示元件用密封剂中所产生的酸发生反应的化合物或离子交换树脂。

[0060] 作为上述与所产生的酸发生反应的化合物,可列举出将酸中和的物质、例如碱金属的碳酸盐或碳酸氢盐、或者碱土金属的碳酸盐或碳酸氢盐等。具体而言,可以使用例如碳酸钙、碳酸氢钙、碳酸钠、碳酸氢钠等。

[0061] 作为上述离子交换树脂,阳离子交换型、阴离子交换型、两性离子交换型的树脂均

可以使用,特别优选为能够吸附氯化物离子的阳离子交换型或两性离子交换型。

[0062] 此外,本发明的有机EL显示元件用密封剂中,在不损害本发明目的的范围内,根据需要可以含有固化延迟剂、增强剂、软化剂、增塑剂、粘度调节剂、紫外线吸收剂、抗氧化剂等公知的各种添加剂。

[0063] 作为制造本发明的有机EL显示元件用密封剂的方法,可列举出例如使用均质分散机、均质混合机、万能混合机、行星混合机、捏合机、三辊机等混合机,将阳离子聚合性化合物、阳离子聚合引发剂和根据需要而添加的稳定剂、硅烷偶联剂等添加剂进行混合的方法等。

[0064] 本发明的有机EL显示元件用密封剂在使用E型粘度计在25℃、20rpm的条件下测定的粘度的上限为400mPa·s。通过使上述粘度为400mPa·s以下,从而所得的有机EL显示元件用密封剂的涂布性优异,适合作为有机EL显示元件的面内密封剂。上述粘度的优选上限为250mPa·s、更优选上限为100mPa·s。

[0065] 此外,上述粘度的优选下限为5mPa·s。

[0066] 需要说明的是,作为上述E型粘度计,可以使用例如VISCOMETER TV-22(东机产业公司制),可以利用CP1的锥板进行测定。

[0067] 本发明的有机EL显示元件用密封剂可特别适合用作对具有有机发光材料层的层叠体进行覆盖并密封的面内密封剂。

[0068] 发明的效果

[0069] 根据本发明,可提供对于基板的密合性、低逸气性、防变色性和涂布性优异的有机电致发光显示元件用密封剂。

具体实施方式

[0070] 以下,示出实施例来更详细地说明本发明,但本发明不仅仅限定于这些实施例。

[0071] (实施例1~7、比较例1~2)

[0072] 按照表1中记载的配合比,使用搅拌混合机(THINKY公司制、“AR-250”),以3000rpm的搅拌速度将表1中记载的各材料进行搅拌混合,从而制作实施例1~7、比较例1~2的有机EL显示元件用密封剂。

[0073] <评价>

[0074] 针对实施例和比较例中得到的各有机EL显示元件用密封剂,进行如下评价。将结果示于表1。

[0075] (1) 粘度

[0076] 针对实施例和比较例中得到的各有机EL显示元件用密封剂,使用E型粘度计(东机产业公司制、“VISCOMETER TV-22”),在25℃、20rpm的条件下测定粘度。

[0077] (2) 涂布性

[0078] 使用移液管将实施例和比较例中得到的各有机EL显示元件用密封剂0.1mL涂布在玻璃基板上,测定1分钟后所扩展的直径。将直径为15mm以上的情况记作“○”,将直径为10mm以上且小于15mm的情况记作“△”,将直径小于10mm的情况记作“×”,对涂布性进行评价。

[0079] (3) 防变色性

[0080] 向利用100 μm 厚的PET膜所制作的模具中投入通过实施例和比较例得到的各有机EL显示元件用密封剂,利用100 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱加热30分钟而使密封剂固化后,剥掉PET膜,从而得到试验片。

[0081] 针对所得的试验片,使用分光光度计(Hitachi High-Tech Science公司制、“U-3900”),测定350~800nm波长处的透射率,导出黄色指数(YI)值。将YI值小于2.5的情况记作“○”,将YI值为2.5以上且小于5.0的情况记作“ Δ ”,将YI值为5.0以上的情况记作“ \times ”,对防变色性进行了评价。

[0082] (4) 对于基板的密合性

[0083] 利用行星式搅拌装置,使平均粒径为10 μm 的聚合物微珠(积水化学工业公司制、“Micropearl SP”)0.3重量份分散在实施例和比较例中得到的各有机EL显示元件用密封剂100重量份中,从而制成均匀的液体。将所得的液体置于两片玻璃基板之中的一片中央部,重叠另一片玻璃基板而将密封剂挤散,利用100度烘箱加热30分钟而使其固化,从而得到粘接试验片。针对实施例7中得到的密封剂,照射3000 mJ/cm^2 的紫外线来代替利用100度烘箱进行的30分钟加热后,利用80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱加热30分钟而使其固化,从而得到粘接试验片。针对所得的粘接试验片,使用压入试验机来测定剥离粘接强度。其结果,将剥离粘接强度为5.0 kgf/cm^2 以上的情况记作“○”,将剥离粘接强度为2.5 kgf/cm^2 以上且小于5.0 kgf/cm^2 的情况记作“ Δ ”,将剥离粘接强度小于2.5 kgf/cm^2 的情况记作“ \times ”,评价对于基板的密合性。

[0084] (5) 低逸气性

[0085] 计量实施例和比较例中得到的各有机EL显示元件用密封剂300mg并封入至小瓶中,然后以100 $^{\circ}\text{C}$ 进行30分钟的加热而使其固化。进而,将该小瓶用85 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温烘箱加热100小时,使用气相色谱质谱分析仪(日本电子公司制、“JMS-Q1050”),对小瓶中的气化成分进行测定。

[0086] 将气化分量小于50ppm的情况记作“○”,将气化分量为50ppm以上且小于100ppm的情况记作“ Δ ”,将气化分量为100ppm以上的情况记作“ \times ”,对低逸气性进行了评价。

[0087] [表1]

[0088]

		实施例										比较例			
												1	2		
		1	2	3	4	5	6	7	1	2					
组成 (重量份)	阳离子聚合性 化合物	氧化环烯烃型脂环式 环氧化合物	3',4'-环氧环己基甲基-3,4-环氧环己烷羧酸酯 (大森硝子公司制, "CELLOXIDE 2021P")	75	50	80	75	75	75	75	75	75	30	45	
			双(3,4-环氧环己基甲基)醚	-	-	-	-	-	75	-	70	-	-		
	其他	双((3-乙基氧杂环丁烷-3-基)甲基)醚 (东亚合成公司制, "ARON OXETANE OXT-221")	25	50	20	-	-	25	25	25	25	-	55	-	
		1,2:7,8-二环氧辛烷	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	
阳离子聚合引 发剂	硼酸盐系季铵盐	1,2:5,6-二环氧环辛烷	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	
		二甲基苯基(4-甲氧基苄基)铵四(五氟苯基)硼酸盐 (King Industries公司制, "CXC-1821")	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
	硼酸盐系碘鎓盐	4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘鎓四(五氟苯基)硼酸 盐(Solvay公司制, "RP2074")	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.9	-	-	
敏化剂	噻唑化合物	二丁氧基噻 (川崎化成工业公司制, "DBA")	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1	-	-	
		粘度 (mPa·s)	100	40	150	40	40	80	100	100	100	100	100	20	
评价		涂布性	○	○	△	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
		防变色性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	○	○	○
		对于基板的密合性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
		低逸气性	○	△	○	△	△	○	○	○	○	○	○	○	×

[0089] 产业上的可利用性

[0090] 根据本发明,可提供对于基板的密合性、低逸气性、防变色性和涂布性优异的有机电致发光显示元件用密封剂。

