

(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2006-228708

(P2006-228708A)

(43) 公開日 平成18年8月31日(2006.8.31)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
H05B 33/04 (2006.01)	H05B 33/04	3K007
C09K 3/10 (2006.01)	C09K 3/10 L	4H017
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A	4J036
C08G 59/42 (2006.01)	C08G 59/42	
	C09K 3/10 G	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2005-361404 (P2005-361404)	(71) 出願人	000005887 三井化学株式会社 東京都港区東新橋一丁目5番2号
(22) 出願日	平成17年12月15日 (2005.12.15)	(72) 発明者	山本 祐五 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2005-12183 (P2005-12183)	(72) 発明者	伊東 祐一 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内
(32) 優先日	平成17年1月20日 (2005.1.20)	Fターム(参考)	3K007 AB11 AB18 BB02 DB03 FA02 4H017 AA04 AA22 AA24 AA25 AA27 AB01 AB08 AB15 AC03 AC15 AC17 AD06 AE05 4J036 AA01 DA04 DB17 DB21 DB22 DC41 FA03 FA05 FA13 JA07
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

(54) 【発明の名称】 有機ELシール材

(57) 【要約】

【解決手段】(A) エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物100重量部に対し、(B) 酸無水物硬化剤50~1000重量部、(C) 硬化促進剤0.01~20重量部を含有し、粘度が100~10000 mPa・s の範囲にあることを特徴する有機ELシール材である。

【効果】本発明により、有機EL素子に影響が無い程度の低温硬化性で、耐透湿性が良好で、接着性に優れ、作業性の良好な全面封止に適した有機EL用シール材を得ることができる。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) エポキシ基を分子内に少なくとも 1 個含有する化合物 100 重量部に対して

(B) 酸無水物硬化剤 50 ~ 1000 重量部

(C) 硬化促進剤 0.01 ~ 20 重量部

を含有し、粘度が 100 ~ 10000 mPa・s の範囲にあることを特徴とする有機 EL シール材。

【請求項 2】

前記 (B) 成分中に、(B-1) 酸無水物を分子内に少なくとも 1 個含有するポリマーを 50 ~ 1000 重量部含有することを特徴とする請求項 1 に記載の有機 EL シール材。

10

【請求項 3】

前記 (A) 100 重量部に対して、(D) シランカップリング剤を 0 ~ 30 重量部含有することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の有機 EL シール材。

【請求項 4】

前記 (A) 100 重量部に対して、(E) 無機微粒子フィラーを 0 ~ 500 重量部含有することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の有機 EL 用シール材。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のシール材を用いて有機 EL を封止することを特徴とする有機 EL ディスプレイのシール方法。

【請求項 6】

基板上に形成された有機 EL 素子上に直接、または保護膜を介して有機 EL 素子全面を覆うように硬化物を形成して全面封止をする請求項 5 に記載のシール方法。

20

【請求項 7】

請求項 5 または 6 に記載のシール方法で得られる有機 EL ディスプレイ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、耐透湿性、接着性に優れ、生産性が良好な有機 EL シール材に関するものである。

30

【背景技術】

【0002】

近年、電子、電気業界において種々の表示素子を利用したフラットパネルディスプレイの開発、製造が行われている。これらのディスプレイの多くはガラスやプラスチックなどのセルに表示素子を封止したものである。その代表として、液晶 (LC) ディスプレイ、エレクトロルミネッセンス (EL) ディスプレイ等が挙げられる。それらの中で EL ディスプレイは、高輝度、高効率、高速応答性などの点で優れ、次世代のフラットパネルディスプレイとして注目を集めている。素子には、無機 EL 素子、有機 EL 素子があり、無機 EL 素子は時計のバックライト等で実用化されているが、フルカラー化にはまだ技術的課題があるとされている。有機 EL 素子は、高輝度、高効率、高速応答性、多色化の点で無機 EL 素子より優れており、カーオーディオの表示部や携帯電話用モニターなどで実用化されている。有機 EL 素子は水分によって劣化が進むことが知られており、実用的には特許文献 1 に示されるような、ガラスなど透明な基板上に形成された有機 EL 素子をガラスや金属の封止缶で封止する構造が採用されている。この構造では、透明基板と封止缶を接着するためのシール材が用いられる。有機 EL 用シール材は、有機 EL 素子の耐熱性が低いため、その耐熱温度である 80 ~ 120 もしくはそれ以下の温度で硬化する熱硬化タイプのシール材、もしくは室温で硬化できる光硬化タイプのシール材が用いられている。

40

【0003】

一方、最近では有機 EL の更なる高性能化とコストダウンを目的として、特許文献 2 に示されるように、有機 EL 素子に直接、または無機薄膜などの保護層を介して封止用樹脂

50

で覆ってしまう構造が検討され始めている。この構造を、全固体封止方式、あるいは全面封止方式などと呼ぶ。この構造では、従来一般的に使用されているUV硬化型の有機EL用シール材を用いると、全面に塗布されたシール材を硬化するためには有機EL素子にもUV光が照射されてしまうため、封止したときに有機EL素子の劣化が生じてしまう恐れがある。そのため、有機EL素子に影響が無い程度の低温硬化性で、かつ耐透湿性・接着性に優れた有機EL用シール材が求められている。また、基板同士を貼り合わせる作業を行う場合、シール材の粘度が高すぎる場合は所定の厚みまでシール材を押し広げるのに強い力が必要になり、有機EL素子に物理的な負荷がかかるため、好ましくない。逆に粘度が低すぎると、作業時に所定の範囲からシール材が流れ出てしまい、封止が困難になる。

【0004】

10

また、特許文献1に示される構成の有機ELの場合は、通常有機EL素子の形成されている基板側から光を取り出して表示していたが、特許文献2に示される構成の有機ELの場合、封止板側から光を取り出す方式が検討されている。有機EL素子の形成されている基板から表示する方法は、下方光取り出し方式、あるいはボトムエミッション方式などと呼び、それに対して封止板側から表示する方法を上方光取り出し方式、あるいはトップエミッション方式などと呼ぶ。トップエミッション方式の場合、封止板を含め、光を取り出す側の部材は透明であることが求められ、シール材についても可視光領域で高い光線透過率を有することが必要となる。現在、これらの要求を満たすような、有機ELの全面封止に適したシール材が求められている。

【特許文献1】特開平11-45778号公報

20

【特許文献2】特開2002-216950号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の目的は、有機EL素子に影響が無い程度の低温硬化性で、耐透湿性が良好で、接着性に優れ、作業性が良好な全面封止に適した有機ELシール材を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、(A)エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物100重量部に対し、(B)酸無水物硬化剤50~1000重量部、(C)硬化促進剤0.01~20重量部を含有し、粘度が100~10000mPa・sの範囲にあることを特徴とする有機ELシール材を見出した。また、(B)成分の中に、(B-1)酸無水物を分子内に少なくとも1個含有するポリマーを50~1000重量部含有することが好ましい。さらに、このシール材は(D)シランカップリング剤、(E)無機微粒子フィラーを含有していても良い。また、前記シール材を用いたシール方法であり、このシール材を用いて得られた有機ELディスプレイである。

30

【発明の効果】

【0007】

40

本発明により、有機EL素子に影響が無い程度の低温硬化性で、耐透湿性が良好で、接着性に優れ、作業性の良好な全面封止に適した有機EL用シール材を得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0009】

[(A)エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物]

本発明における(A)エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物は、官能基としてエポキシ基を1分子中に少なくとも1個含有する化合物を使用する。(A)成分の具体的な例として次の化合物が挙げられる。フェニルグリシジルエーテル、2-エチルヘ

50

キシルグリシジルエーテル、エチルジエチレングリコールグリシジルエーテル、ジシクロペンタジエングリシジルエーテル、2-ヒドロキシエチルグリシジルエーテル等の1官能性エポキシ化合物、ヒドロキノンジグリシジルエーテル、レゾルシンジグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、シクロヘキサジオールジグリシジルエーテル、シクロヘキサジメタノールジグリシジルエーテル、ジシクロペンタジエンジオールジグリシジルエーテル、1,6-ナフタレンジオールジグリシジルエーテル、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、ビスフェノールFジグリシジルエーテル、水添ビスフェノールAジグリシジルエーテル、水添ビスフェノールFジグリシジルエーテル等の2官能性エポキシ化合物、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールテトラグリシジルエーテル、フェノールノボラック型エポキシ、クレゾールノボラック型エポキシ等の多官能エポキシ化合物が挙げられる。

10

20

30

40

50

【0010】

また、エポキシ基を含有するポリマーも(A)成分として使用可能である。ポリマーにエポキシ基を導入する方法について本発明では制限するものではないが、例えば、エポキシ基を有するビニルモノマーなどを重合してポリマーとする方法が挙げられる。エポキシ基を有するビニルモノマーとしては、グリシジル(メタ)アクリレート、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(メタ)アクリレート、メチルグリシジル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリレートが好ましい。これらのエポキシ基を有するビニルモノマーなどと、他のビニルモノマーなどの共重合体でも良い。他のビニルモノマーの例としては、(メタ)アクリレート類が挙げられる。この(メタ)アクリレート類のエステル基としては、メチル基、エチル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、イソブチル基、ターシャルブチル基、2-エチルヘキシル基、シクロヘキシル基、ベンジル基、イソボロニル基、ラウリル基、ミリスチル基等の直鎖状、分岐構造を問わず、非官能性アルキルエステルを有する物が好ましい。また、スチレン、 α -メチルスチレン、酢酸ビニル等、(メタ)アクリレート類と共重合可能な物は、エポキシ基を含有するポリマーを構成する単量体として用いる事ができる。

【0011】

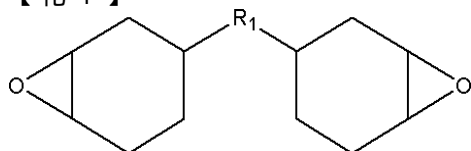
以上に挙げたエポキシ基を有するビニルモノマーと、他のビニルモノマーなどを有機過酸化物やアゾ化合物をラジカル重合開始剤として用いることにより、有機溶剤中でラジカル重合することによりエポキシ基含有ポリマーが得られる。そのまま用いても構わないが、このポリマーを含む樹脂溶液から有機溶剤分を脱溶剤することによって用いることも可能である。また、エポキシ基含有ポリマーを得る他の方法としては、反応性官能基を有しないポリマーの側鎖を化学修飾してエポキシ基を形成する方法、重合開始剤や連鎖移動剤等にエポキシ基を有するものを用いてポリマーを重合する方法などが挙げられる。本発明に用いるエポキシ基含有ポリマーのGPCによる重量平均分子量(ポリスチレン換算)は、特に規定するものではなく、本発明の有機EL用シール材を形成する他の成分に相溶するものであれば良いが、好ましくは重量平均分子量で500~50,000である。

【0012】

また、この(A)成分の中には、脂環式エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物も使用可能である。具体的には、下記式[化1]、[化2]、[化3]、[化4]で表される化合物等が挙げられる。

【0013】

【化1】

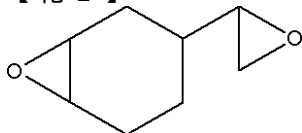


【 0 0 1 4 】

[化1]中、 R_1 は酸素原子、硫黄原子や、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~20のアルキレン基、ポリ(エチレンオキシ)基、ポリ(プロピレンオキシ)基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~120のポリ(アルキレンオキシ)基、プロベニレン基、メチルプロベニレン基、ブテニレン基等の線状あるいは分枝状の不飽和炭素水素基、カルボニル基、カルボニル基を含むアルキレン基、分子鎖の途中にカルバモイル基を含むアルキレン基である。

【 0 0 1 5 】

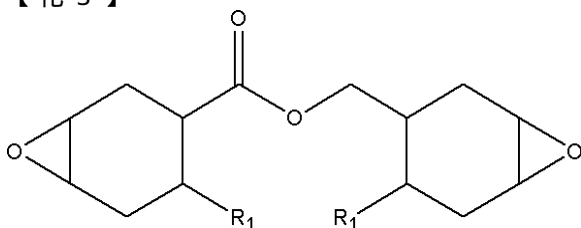
【化2】



10

【 0 0 1 6 】

【化3】



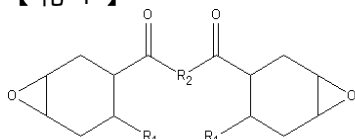
20

【 0 0 1 7 】

[化3]中、 R_1 は、水素原子、弗素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等の炭素原子数1~6個のアルキル基、トリフルオロメチル基、パーフルオロメチル基、パーフルオロエチル基、パーフルオロプロピル基等の炭素原子数1~6個のフルオロアルキル基、フェニル基、ナフチル基等の炭素数6~18のアリール基、フリル基またはチエニル基である。 R_1 は互いに同じでも異なってもよい。

【 0 0 1 8 】

【化4】



30

【 0 0 1 9 】

[化4]中、 R_1 は、水素原子、弗素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等の炭素原子数1~6個のアルキル基、トリフルオロメチル基、パーフルオロメチル基、パーフルオロエチル基、パーフルオロプロピル基等の炭素原子数1~6個のフルオロアルキル基、フェニル基、ナフチル基等の炭素数6~18のアリール基、フリル基またはチエニル基である。 R_1 は、互いに同じでも異なってもよい。 R_2 は、酸素原子、硫黄原子や、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~20のアルキレン基、ポリ(エチレンオキシ)基、ポリ(プロピレンオキシ)基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~120のポリ(アルキレンオキシ)基、プロベニレン基、メチルプロベニレン基、ブテニレン基等の線状あるいは分枝状の不飽和炭素水素基、カルボニル基、カルボニル基を含むアルキレン基、分子鎖の途中にカルバモイル基を含むアルキレン基である。

40

【 0 0 2 0 】

また、これら[化2]~[化5]の化合物の炭素-水素結合の水素原子の一部または全部を弗素置換した化合物を使用することも可能である。より具体的には、ビスフェノールAグリシジルエーテル中のメチル基の水素計6個を弗素置換した化合物(ビスフェノールAFジグリシジルエーテル)、ビスフェノールAのメチル基の水素計6個を弗素置換した化合

50

物とエポキシ化合物との反応物等が挙げられる。

【0021】

[(B)酸無水物硬化剤]

本発明の(B)酸無水物硬化剤は、有機EL素子の耐熱温度である80~120もしくはそれ以下の温度で硬化可能なものを用いることが望ましい。具体的な例としては、無水フタル酸やテトラヒドロ無水フタル酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、メチルテトラヒドロ無水フタル酸、メチルヘキサヒドロ無水フタル酸、無水メチルナジック酸などの酸無水物系硬化剤である。

【0022】

更に、この(B)成分の中には(B-1)酸無水物を分子内に少なくとも1個含有するポリマーも使用可能である。ポリマー中に酸無水物基を導入する方法について本発明では制限するものではないが、例えば、酸無水物基を有するビニルモノマーなどを重合してポリマーとする方法が挙げられる。酸無水物基を有するビニルモノマーなどの例としては、無水イタコン酸、無水マレイン酸、4-メタクリル酸エチル無水トリメリット酸エステル等分子中に酸無水物基とビニル基を有する化合物等が挙げられる。また、酸無水物基を有するビニルモノマーなどと、他のビニルモノマーなどとの共重合体でも良い。他のビニルモノマーの例としては、(メタ)アクリレート類が挙げられる。この(メタ)アクリレート類のエステル基としては、メチル基、エチル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、イソブチル基、ターシャルブチル基、2-エチルヘキシル基、シクロヘキシル基、ベンジル基、イソボロニル基、ラウリル基、ミリスチル基等の直鎖状、分岐構造を問わず、非官能性アルキルエステルを有する物が好ましい。また、スチレン、 α -メチルスチレン、酢酸ビニル等、酸無水物基を有するビニルモノマー類と共重合可能な物は、酸無水物基を含有するポリマーを構成する単量体として用いる事ができる。

【0023】

以上に挙げた酸無水物基を有するビニルモノマーと、他のビニルモノマーなどを有機過酸化物やアゾ化合物をラジカル重合開始剤として用いることにより、有機溶剤中でラジカル重合することにより酸無水物基を含有するポリマーが得られる。そのまま用いても構わないが、このポリマーを含む樹脂溶液から有機溶剤分を脱溶剤することによって用いることも可能である。

また、酸無水物基含有ポリマーを得る他の方法としては、酸無水物基を有しないポリマーの主鎖、側鎖もしくは末端を化学修飾してエポキシ基を形成する方法、重合開始剤や連鎖移動剤等に酸無水物基を有するものを用いてポリマーを重合する方法などが挙げられる。本発明に用いる酸無水物基含有ポリマーのGPCによる重量平均分子量(ポリスチレン換算)は、特に規定するものではなく、本発明の有機EL用シール材を形成する他の成分に相溶するものであれば良いが、好ましくは重量平均分子量で500~50,000である。この(B-1)酸無水物を分子内に少なくとも1個含有するポリマーは、他の酸無水物と併用することができる。

【0024】

本発明の樹脂組成物におけるこれら(B)硬化剤の成分の含有割合は、前記(A)成分との化学量論量前後で用いることが好ましく、(A)100重量部に対して、通常50~1000重量部となる。また、(B-1)酸無水物を分子内に少なくとも1個含有するポリマーを使用する場合は、(B)成分中に、硬化性の点で50~1000重量部含有することが好ましい。

【0025】

[(C)硬化促進剤]

一般的に酸無水物を用いた硬化系では硬化温度が150程度と高く、有機EL用シール剤としてはより低温での硬化が望まれる。そこで本発明では、(C)硬化促進剤を併用することにより硬化性を向上し、有機EL素子の耐熱温度である80~120程度で硬化可能なシール剤を実現している。本発明の硬化促進剤は、ベンジルジメチルアミンや2,4,6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノールなどの第三アミン化合物、2-メ

チルイミダゾールや2-エチル-4-メチルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾールなどのイミダゾール化合物などを用いることが出来るが、その他ルイス塩基化合物ならば使用することが出来る。

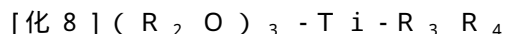
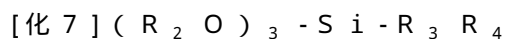
【0026】

本発明の樹脂組成物におけるこれら(C)硬化促進剤の成分の含有割合は、硬化促進剤の反応性などを考慮して決定するが、前記(A)100重量部に対して、通常0.01~20重量部が好ましい。0.01重量部未満ではシール材の硬化性が悪く、20重量部を超えるとポットライフが無くなり作業性が悪くなる。

【0027】

[(D)カップリング剤]

本発明の有機EL用シール材には、基材との界面密着性を向上させるために、任意成分(D)カップリング剤を添加することが出来る。カップリング剤としては、例えば下記



で表される化合物を使用することが可能である。

【0028】

[化7]、[化8]中、 R_2 は、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキレン基である。 R_3 は、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~20のアルキレン基、ポリ(エチレンオキシ)基、ポリ(プロピレンオキシ)基等の線状あるいは分枝状の炭素原子数1~120のポリ(アルキレンオキシ)基、プロペニレン基、メチルプロペニレン基、ブテニレン基等の線状あるいは分枝状の不飽和炭素水素基、カルボニル基、カルボニル基を含むアルキレン基、分子鎖の途中にカルバモイル基を含むアルキレン基、フェニル基である。 R_4 は、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキレン基、グリシジルエーテル基。1級アミン、チオール基、ビニル基、イソシアネート基である。また、これらカップリング剤の炭素-水素結合の水素原子の一部または全部を弗素置換している材料を使用することが可能である。好ましくは、メチレン基およびメチル基の水素を弗素で置換した材料を使用する。

本発明の樹脂組成物における(D)カップリング剤の成分の含有割合は、前記(A)100重量部に対して、0~30重量部が好ましい。

【0029】

[(E)微粒子無機フィラー]

本発明の有機EL用シール材には、任意成分(E)微粒子無機フィラーを添加することが出来る。微粒子無機フィラーとは、一次粒子の平均径が0.005~10 μ mの無機フィラーである。具体的には、シリカ、タルク、アルミナ、ウンモ、炭酸カルシウム等が挙げられる。微粒子無機フィラーは、表面未処理のもの、表面処理したものととも使用できる。表面処理した微粒子無機フィラーとして、例えば、メトキシ基化、トリメチルシリル基化、オクチルシリル基化、又はシリコンオイルで表面処理した微粒子無機フィラー等が挙げられる。これらの成分は、1種単独であるいは2種以上を組み合わせ使用することができる。

本発明の樹脂組成物における(E)微粒子無機フィラーの成分の含有割合は、シール材に要求される透明性や粘度によって調整する必要があるが、前記(A)100重量部に対して、0~500重量部含有することにより、耐透湿性、接着力、揺変性付与等に効果が得られる。

【0030】

[その他添加物]

本発明の樹脂組成物には、本発明の効果を損なわない範囲においてその他樹脂成分、充填剤、改質剤、安定剤等その他成分を含有させることができる。

<他の樹脂成分>

他の樹脂成分としては、たとえば、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリウレタン、ポリブタジエン、ポリクロロブレン、ポリエーテル、ポリエステル、スチレン-ブタジエン

10

20

30

40

50

- スチレンブロック共重合体、石油樹脂、キシレン樹脂、ケトン樹脂、セルロース樹脂、フッ素系オリゴマー、シリコン系オリゴマー、ポリスルフィド系オリゴマー等が挙げられる。これらは、1種単独でも複数種を組み合わせて使用してもよい。

【0031】

< 充填剤 >

充填剤としては、たとえば、ガラスビーズ、スチレン系ポリマー粒子、メタクリレート系ポリマー粒子、エチレン系ポリマー粒子、プロピレン系ポリマー粒子等が挙げられる。これらは、1種単独でも複数種を組み合わせて使用してもよい。

【0032】

< 改質剤 >

改質剤としては、たとえば、重合開始助剤、老化防止剤、レベリング剤、濡れ性改良剤、界面活性剤、可塑剤等が挙げられる。これらは、1種単独でも複数種を組み合わせて使用してもよい。

【0033】

< 安定剤 >

安定剤としては、たとえば、紫外線吸収剤、防腐剤、抗菌剤等が挙げられる。これらは、1種単独でも複数種を組み合わせて使用してもよい。

【0034】

[樹脂組成物の調整]

本発明の全面封止に適した有機ELシール材は、各組成物を均一に混合するように調製する。粘度は樹脂の配合比やその他の成分の添加により調整できる。その粘度は全面封止に適した作業性の観点から、100~10000 mPa・sの範囲にあることを特徴とする。好ましくは、500~8000 mPa・sの範囲である。ここで粘度測定は25でE型粘度計(東機産業製 RC-500)によって測定されたものである。

前記各原料を混合し、シール材組成物を得る際に、トップエミッション方式で用いるシール材の場合、可視光領域で高い透明性が要求される。シール材を透明にするためには、各原料に着色の無いものを選択して用い、微粒子無機フィラーを用いる場合にはエポキシ樹脂など有機成分と屈折率を合わせたり、無機微粒子フィラーの粒径を可視光の波長よりも十分に小さくしたりすることで光散乱をなくし、透明性を確保すればよい。

【0035】

[シール方法]

本発明のシール材は、基板上に形成された有機EL素子上に直接、または無機薄膜などの保護膜を介して有機EL素子全面を覆うように硬化物を形成して用いる全面封止用有機ELシール材に好適である。シール材のディスプレイ基材への塗布方法は、均一にシール材が塗布できれば塗布方法に制限はない。例えばスクリーン印刷やディスペンサーを用いて塗布する方法等公知の方法により実施すればよい。また、樹脂製フィルムやガラス板、金属板など防湿性に優れた板状の部材を封止板として用い、ディスプレイ基板と封止板の間にシール材を充填する形態で使用することも可能である。シール剤を塗布後、加熱してシール剤を硬化させる。硬化条件としては、例えば100の恒温槽内で1時間保管することで硬化する。

【実施例】

【0036】

以下、本発明の実施例を説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

< 原材料 >

成分(A) エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物; ビスフェノールFジグリシジルエーテル(商品名EXA-830LVP、大日本インキ工業(株)製)、フェノールノボラックエポキシ(商品名YDPN638、東都化成(株)製)成分(B) 酸無水物硬化剤; ヒドロメチル無水フタル酸(商品名エピキュアYH300、ジャパンエポキシレジン(株)製)成分(B-1) 酸無水物を分子内に少なくとも1個含有するポリマー;

10

20

30

40

50

以下の製造例により得られた酸無水物基含有ポリマーを用いた。

【0037】

[製造例1]

窒素下において、攪拌機、温度計、還流冷却機、滴下槽などを備えた内容量2Lのアクリル樹脂組成物製造装置に、キシレン340.0gを仕込んだ後、重合温度の135℃まで昇温した。ここに、ラジカル重合性モノマーとして無水マレイン酸175g、スチレン325g、ラジカル開始剤としてターシャルブチル2-エチルヘキサノエート20gを混合した物を4時間かけて滴下した。滴下終了後1時間135℃で攪拌を続けた。続いて、この製造装置を真空にする事により、キシレンと残存モノマーを留去し、成分(B-1)の酸無水物基含有ポリマーを得た。

10

【0038】

[製造例2、3]

ラジカル重合性モノマー量とラジカル開始剤量を変更した以外は製造例1と同様に行った。

以下、表1に示す。

【0039】

【表1】

		製造例1	製造例2	製造例3
酸無水物基含有モノマー	4-メタクリル酸エチル無水トリメリット酸エステル	35	20	15
非官能性モノマー	ブチルアクリレート	20	30	50
	2-エチルヘキシルアクリレート	45	50	35
ラジカル開始剤	ターシャルブチル2-エチルヘキサノエート	4	4	4
重量平均分子量(ポリスチレン換算)		3000	2500	2700

20

【0040】

[実施例1]

(樹脂組成物の調製)

表2に示す配合処方により、エポキシ基を分子内に少なくとも1個含有する化合物、酸無水物硬化剤、硬化促進剤、シランカップリング剤、微粒子無機フィラー、反応性官能基含有(メタ)アクリルポリマーを3本ロールで混練することにより、液状組成物を得た。この樹脂組成物につき、各種の評価を行い、その結果を表2に示す。

30

【0041】

[実施例2~6、比較例1,2]

表2に示す組成の成分を表2に示す量で用いた以外は、実施例1と同様にして、表2に示す配合処方により樹脂組成物を調製し、各種の評価を行い、その結果を表2に示す。

【0042】

<測定法>

得られた有機EL用シール材及び硬化物について以下の評価を行った。

(粘度)

樹脂組成物の粘度を25℃でE型粘度計(東機産業製 RC-500)によって測定した。

40

(硬化性)

硬化性は、ガラス板に樹脂組成物を膜厚100μmで塗布し、100℃恒温槽内に1時間保管した後の硬化状態を指触により評価した。

○：硬化、△：一部硬化、×：未硬化

(フィルム透湿量)

JIS Z0208に準じてシール材硬化物フィルム(厚み100μm)の透湿量を40℃90%RH条件で測定した。

(接着強度)

50

接着強度は、1枚のガラス板に対し、ガラス板を組み合わせて樹脂組成物（厚み20 μ m）ではさみ、加熱硬化して接着させた。これら2枚の基材を引き剥がすときの接着強度を引っ張り速度は2mm/minで測定した。

（作業性）

作業性とは、基板を貼りあわせる際に必要な時間で評価した。具体的には、0.2cm³のシール材をガラス板上に滴下し、その上に40mm \times 45mm \times 1mmのガラス板をのせた際に、直径40mmの円状に広がるまでの時間を測定した。

：30秒未満、　：30秒以上～60秒未満、×：60秒以上

実施例及び比較例について、各評価結果を表2に示す。

【0043】

【表2】

	実施例						比較例	
	1	2	3	4	5	6	1	2
(A) 重合性環状エーテル化合物								
・ビスフェノールFジグリシルエーテル	100	80	80	80	80	80	80	30
・フェノールノックエポキシ	-	-	-	-	-	-	-	50
・3,4-エポキシシクロヘキセンカルボキシレート	-	20	20	20	20	20	20	20
(B) 硬化剤								
・テトラヒドロメチル無水フタル酸	97	97	97	97				97
・製造例1					500			
・製造例2						950		
・製造例3							1200	
(C) 硬化促進剤								
・2,4,6-トリスジメチルアミノメチルフェノール	2	2	2	2	2	2	2	2
(D) カップリング剤								
・ γ -グリシドキシプロピルトリメトシキシラン	-	-	4	4	4	4	4	4
(E) 無機微粒子フィラー								
・微粒子タルク	-	-	-	30	-	-	-	-
粘度(mPa \cdot s)	1800	1600	1550	2800	1600	2400	3800	25000
硬化性	○	○	○	○	○	○	×	○
透湿量(g/m ² ·24hr:40°C90%RH)	18	17	18	15	18	19	-	16
接着力(MPa:ガラス/ガラス)	16	17	20	24	18	18	-	27
作業性	○	○	○	○	○	○	○	×

成分(C)硬化促進剤；2,4,6-トリスジメチルアミノメチルフェノール（商品名アミキュア3010、ジャパンエポキシレジン（株）製）成分(D)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シキシラン（商品名SH6040、東レダウ・コーニングシリコン（株）製）成分(E)微粒子無機フィラー；微粒子タルク（商品名SG-2000、日本タルク（株）製）。

【産業上の利用可能性】

【0044】

耐透湿性に優れ、様々な被着体に対する良好な接着強度が得られるため、電子材料分野

10

20

30

40

50

をはじめとする様々な分野に使用が可能である。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

C 0 9 K 3/10

Q

C 0 9 K 3/10

B

专利名称(译)	有机EL密封材料		
公开(公告)号	JP2006228708A	公开(公告)日	2006-08-31
申请号	JP2005361404	申请日	2005-12-15
[标]申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
[标]发明人	山本祐五 伊東祐一		
发明人	山本 祐五 伊東 祐一		
IPC分类号	H05B33/04 C09K3/10 H01L51/50 C08G59/42		
FI分类号	H05B33/04 C09K3/10.L H05B33/14.A C08G59/42 C09K3/10.G C09K3/10.Q C09K3/10.B G09F9/30.365 G09F9/30.365.Z H01L27/32 H05B33/10		
F-TERM分类号	3K007/AB11 3K007/AB18 3K007/BB02 3K007/DB03 3K007/FA02 4H017/AA04 4H017/AA22 4H017/AA24 4H017/AA25 4H017/AA27 4H017/AB01 4H017/AB08 4H017/AB15 4H017/AC03 4H017/AC15 4H017/AC17 4H017/AD06 4H017/AE05 4J036/AA01 4J036/DA04 4J036/DB17 4J036/DB21 4J036/DB22 4J036/DC41 4J036/FA03 4J036/FA05 4J036/FA13 4J036/JA07 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC45 3K107/EE46 3K107/EE49 3K107/EE55 3K107/FF03 3K107/FF14 5C094/AA38 5C094/AA43 5C094/BA27 5C094/DA07 5C094/FB02 5C094/FB20 5C094/JA20		
优先权	2005012183 2005-01-20 JP		
其他公开文献	JP4909581B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：获得具有低温固化性的有机EL密封剂，其水平不影响有机EL元件，不渗透性优异，粘性优异，可加工性优异，并且适合于全密封。ZOLUTION：EL密封胶，含有（B）50-1,000 pts.wt.酸酐固化剂和（C）0.01-20重量份。固化剂每（A）100重量份。分子中含有至少一片环氧基的化合物，其粘度范围为100-10,000mPa·s。Z

で表される化合物等が挙げられる

【0013】

【化1】

