



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 117940517 A

(43) 申请公布日 2024. 04. 26

(21) 申请号 202280062424.3

(22) 申请日 2022.10.18

(30) 优先权数据

2021-170939 2021.10.19 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.03.14

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2022/038653 2022.10.18

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/068239 JA 2023.04.27

(71) 申请人 积水化学工业株式会社

地址 日本大阪府

(72) 发明人 内野慎也

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

专利代理师 王永红

(51) Int.Cl.

C08L 101/00 (2006.01)

C08L 63/00 (2006.01)

G02B 1/04 (2006.01)

H01L 23/02 (2006.01)

权利要求书1页 说明书10页

(54) 发明名称

密封用树脂组合物

(57) 摘要

本发明目的在于,提供一种低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性和透明性优异的密封用树脂组合物。另外,本发明目的在于,提供使用该密封用树脂组合物而形成的涂覆层和膜。本发明为一种密封用树脂组合物,其含有固化性树脂和聚合引发剂,上述固化性树脂包含化合物(A)和化合物(B),上述化合物(A)具有联苯骨架和聚合性官能团、折射率为1.55以上、在25℃为液态,上述化合物(B)具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架以及聚合性官能团、折射率为1.60以上且1.80以下。

1. 一种密封用树脂组合物,其特征在于,含有固化性树脂和聚合引发剂,
所述固化性树脂包含化合物A和化合物B,
所述化合物A具有联苯骨架和聚合性官能团,折射率为1.55以上,在25℃为液态,
所述化合物B具有选自茚骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架以及聚合性官能团,折射率为1.60以上且1.80以下。
2. 根据权利要求1所述的密封用树脂组合物,其使用E型粘度计在25℃测定的粘度为100mPa·s以上且20000mPa·s以下。
3. 根据权利要求1或2所述的密封用树脂组合物,其固化后的折射率为1.60以上。

密封用树脂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及密封用树脂组合物。

背景技术

[0002] LED等光半导体元件由于消耗电量低、寿命长,故被作为显示器等的光源而广泛使用。这样的光源与空气中的水分、气体接触会导致劣化,因此通常利用密封剂进行密封而被使用。近年来,为了提高光源的光取出效率,进行了如下研究:使用固化物为高折射率的固化性树脂组合物作为这样的密封剂。作为使固化性树脂组合物的固化物高折射率化的方法,例如,在专利文献1中,公开了使高折射率的无机粒子分散在固化性树脂组合物中的方法,在专利文献2中,公开了将高折射率的固化性树脂与金属氧化物粒子组合而进行使用的方法。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2016-160285号公报

[0006] 专利文献2:国际公开第2014/199967号

发明内容

[0007] 发明要解决的课题

[0008] 当为了使作为密封剂使用的固化性树脂组合物的固化物高折射率化而使金属氧化物粒子等无机粒子大量分散的情况下,存在得到的密封剂的粘度变得过高、透明性变差的情况。另外,由于多数情况下高折射率的固化性树脂为固体或者粘度高,因此与溶剂、低粘度的固化性树脂组合而进行使用,但得到的固化物存在发生逸出气体(日文:アウトガス)的情况。

[0009] 本发明目的在于,提供一种低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性和透明性优异的密封用树脂组合物。另外,本发明目的在于,提供使用该密封用树脂组合物而形成的涂覆层和膜。

[0010] 用于解决课题的手段

[0011] 本公开1为一种密封用树脂组合物,其特征在于,含有固化性树脂和聚合引发剂,上述固化性树脂包含化合物(A)和化合物(B),上述化合物(A)具有联苯骨架和聚合性官能团、折射率为1.55以上、在25℃为液态,上述化合物(B)具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架以及聚合性官能团、折射率为1.60以上且1.80以下。

[0012] 本公开2涉及本公开1的密封用树脂组合物,其使用E型粘度计在25℃测定的粘度为100mPa·s以上且20000mPa·s以下。

[0013] 本公开3涉及本公开1或2的密封用树脂组合物,其固化后的折射率为1.60以上。

[0014] 以下对本发明进行详述。

[0015] 本发明人对于以下内容进行了研究:作为固化性树脂而组合使用化合物(A)和化

合物(B),该化合物(A)具有特定的结构、折射率为特定值以上、在25℃为液态,该化合物(B)具有特定的结构、折射率为特定的范围。结果发现,可以得到低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性和透明性优异的密封用树脂组合物,由此完成了本发明。

[0016] 本发明的密封用树脂组合物含有固化性树脂。

[0017] 上述固化性树脂包含化合物(A)和化合物(B),上述化合物(A)具有联苯骨架和聚合性官能团、折射率为1.55以上、在25℃为液态,上述化合物(B)具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架和聚合性官能团、折射率为1.60以上且1.80以下。以下将上述具有联苯骨架和聚合性官能团、折射率为1.55以上、在25℃为液态的化合物(A)记作“固化性树脂A”。另外,将具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架以及聚合性官能团、折射率为1.60以上且1.80以下的化合物(B)记作“固化性树脂B”。通过将上述固化性树脂A与上述固化性树脂B组合而含有,从而本发明的密封用树脂组合物为低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性和透明性优异。上述固化性树脂A与上述固化性树脂B都具有芳香族部位,认为形成了分子间的相互作用强且致密的三维网状结构。另外,认为即便未固化成分残留,由于强固的相互作用,从而也难以作为逸出气体成分而挥发。

[0018] 上述固化性树脂A和上述固化性树脂B具有聚合性官能团。

[0019] 作为上述聚合性官能团,例如可以举出:包含不饱和双键的基团、环氧基、巯基和酸酐基等。其中,优选为包含不饱和双键的基团、环氧基。上述固化性树脂A所具有的上述聚合性官能团与上述固化性树脂B所具有的上述聚合性官能团可以为相同的基团,也可以为不同的基团。

[0020] 另外,作为上述包含不饱和双键的基团,优选为(甲基)丙烯酰基。

[0021] 需要说明的是,在本说明书中,上述“(甲基)丙烯酰基”意指丙烯酰基或者甲基丙烯酰基。

[0022] 上述固化性树脂A具有联苯骨架。通过具有上述联苯骨架,上述固化性树脂A变得与上述固化性树脂B的相容性优异,得到的密封用树脂组合物的固化物的低逸出气体性变得优异。

[0023] 上述固化性树脂A的折射率为1.55以上。通过将折射率为1.55以上的上述固化性树脂A与上述固化性树脂B组合而含有,从而本发明的密封用树脂组合物在固化前为低粘度并且固化物为高折射率。上述固化性树脂A的折射率的优选下限为1.57。

[0024] 另外,上述固化性树脂A的折射率的优选上限没有特别限定,但实际上限为1.65。

[0025] 需要说明的是,在本说明书中,上述折射率意指在25℃使用阿贝折射率计而测定的相对于钠D线的折射率。作为上述阿贝折射率计,例如可以举出Universal(日文:ユニバーサル)阿贝折射率计ER-7MW(ERMA公司制)等。

[0026] 上述固化性树脂A在25℃为液态。通过将在25℃为液态的上述固化性树脂A与上述固化性树脂B组合而含有,本发明的密封用树脂组合物在固化前为低粘度并且固化物为高折射率。

[0027] 上述固化性树脂A的粘度的优选下限为5mPa·s,优选上限为500mPa·s。通过将上述固化性树脂A的粘度设为该范围,得到的密封用树脂组合物在涂布性上变得更优异。上述固化性树脂A的粘度的更优选下限为50mPa·s,更优选上限为300mPa·s。

[0028] 另外,上述固化性树脂A的粘度例如可以通过使用E型粘度计以100rpm或10rpm的

旋转速度进行测定。作为上述E型粘度计,例如可以举出VISCOMETER TV-22(东机产业公司制)等,上述粘度可以使用No.1的转子进行测定。

[0029] 作为上述固化性树脂A,具体而言,例如可以举出:邻苯基苯酚缩水甘油醚、乙氧基化邻苯基苯酚(甲基)丙烯酸酯、联苯基甲基丙烯酸酯等。其中,优选为邻苯基苯酚缩水甘油醚、乙氧基化邻苯基苯酚(甲基)丙烯酸酯。

[0030] 另外,在本说明书中上述“(甲基)丙烯酸酯”意指丙烯酸酯或者甲基丙烯酸酯。

[0031] 在上述固化性树脂100重量份中,上述固化性树脂A的含量的优选下限为50重量份,优选上限为90重量份。通过将上述固化性树脂A的含量设为50重量份以上,得到的密封用树脂组合物在涂布性上变得更优异。通过将上述固化性树脂A的含量设为90重量份以下,能够使得到的密封用树脂组合物的固化物为更高的折射率,并且在低逸出气体性上变得更优异。上述固化性树脂A的含量的更优选下限为60重量份,更优选上限为80重量份。

[0032] 上述固化性树脂B具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架。通过含有具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架的上述固化性树脂B,本发明的密封用树脂组合物的固化物变为高折射率。

[0033] 在上述固化性树脂B具有上述萘酚骨架的情况下,优选具有联萘酚骨架。

[0034] 在上述固化性树脂B具有上述萘并噻吩骨架的情况下,优选具有二萘并噻吩骨架。

[0035] 上述固化性树脂B的折射率的下限为1.60,上限为1.80。通过将上述固化性树脂B的折射率设为该范围,本发明的密封用树脂组合物的固化物变为高折射率。上述固化性树脂B的折射率的优选下限为1.63,更优选下限为1.65。另外,上述固化性树脂B的折射率的优选上限为1.70。

[0036] 作为上述固化性树脂B,只要是在分子结构中具有选自茛骨架、萘酚骨架和萘并噻吩骨架中的至少一种骨架和聚合性官能团并且折射率为上述范围,则没有特别限定。

[0037] 其中,优选为9,9-双(4-缩水甘油氧基苯基)茛、含有萘基的茛、1,1-[1,1-联萘]-2,2-二基-2-丙烯酸酯、6-甲基丙烯酸酯-二萘并[2,1-b:1'-d]噻吩。

[0038] 在上述固化性树脂100重量份中,上述固化性树脂B的含量的优选下限为5重量份,优选上限为50重量份。通过将上述固化性树脂B的含量设为5重量份以上,能够使得到的密封用树脂组合物的固化物为更高的折射率,并且在低逸出气体性上变得更优异。通过将上述固化性树脂B的含量设为50重量份以下,得到的密封用树脂组合物的涂布性变得更优异。上述固化性树脂B的含量的更优选下限为10重量份,更优选上限为30重量份。

[0039] 上述固化性树脂A与上述固化性树脂B的含有比例(固化性树脂A:固化性树脂B)以重量比表示优选为50:50~90:10。通过将上述固化性树脂A与上述固化性树脂B的含有比例设为该范围,得到的密封用树脂组合物在兼具低粘度和固化物的高折射率的效果上变得更优异。上述固化性树脂A与上述固化性树脂B的含有比例更优选为60:40~80:20。

[0040] 本发明的密封用树脂组合物含有聚合引发剂。

[0041] 作为上述聚合引发剂,根据上述固化性树脂的种类、本发明的密封用树脂组合物的用途,适合使用光阳离子聚合引发剂、热阳离子聚合引发剂、光自由基聚合引发剂、热自由基聚合引发剂、光产碱剂以及热产碱剂等。

[0042] 上述光阳离子聚合引发剂只要是通过光的照射而产生质子酸或者路易斯酸的聚合引发剂则没有特别限定,可以为离子性光产酸型,也可以为非离子性光产酸型。

[0043] 作为上述离子性光产酸型的光阳离子聚合引发剂的阴离子部分,例如可以举出 BF_4^- 、 PF_6^- 、 SbF_6^- 、 $(\text{BX}_4)^-$ (其中,X表示至少被两个以上的氟或三氟甲基取代的苯基)等。另外,作为上述阴离子部分,也可以举出 $\text{PF}_m(\text{C}_n\text{F}_{2n+1})_{6-m}^-$ (其中,式中,m为0以上且5以下的整数,n为1以上且6以下的整数)等。

[0044] 作为上述离子性光产酸型的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出具有上述阴离子部分的芳香族铊盐、芳香族碘铊盐、芳香族重氮盐、芳香族铵盐、(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe盐等。

[0045] 作为上述芳香族铊盐,例如可以举出: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、三(4-(4-乙酰基苯基)硫苯基)铊四(五氟苯基)硼酸盐等。其中,优选为三苯基铊四(五氟苯基)硼酸盐等三芳基铊四(五氟苯基)硼酸盐。

[0046] 作为上述芳香族碘铊盐,例如可以举出:二苯基碘铊六氟磷酸盐、二苯基碘铊六氟铊酸盐、二苯基碘铊四氟硼酸盐、二苯基碘铊四(五氟苯基)硼酸盐、双(十二烷基苯基)碘铊六氟磷酸盐、双(十二烷基苯基)碘铊六氟铊酸盐、双(十二烷基苯基)碘铊四氟硼酸盐、双(十二烷基苯基)碘铊四(五氟苯基)硼酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘铊六氟磷酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘铊六氟铊酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘铊四氟硼酸盐、4-甲基苯基-4-(1-甲基乙基)苯基碘铊四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0047] 作为上述芳香族重氮盐,例如可以举出:苯基重氮六氟磷酸盐、苯基重氮六氟铊酸盐、苯基重氮四氟硼酸盐、苯基重氮四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0048] 上述芳香族铵盐,例如可以举出:1-苄基-2-氰基吡啶铊六氟磷酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶铊六氟铊酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶铊四氟硼酸盐、1-苄基-2-氰基吡啶铊四(五氟苯基)硼酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶铊六氟磷酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶铊六氟铊酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶铊四氟硼酸盐、1-(萘基甲基)-2-氰基吡啶铊四(五氟苯基)硼酸盐等。

[0049] 作为上述(2,4-环戊二烯-1-基)((1-甲基乙基)苯)-Fe盐,例如可以举出:(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)六氟铊酸盐、(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。

[0050] 作为上述非离子性光产酸型的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出硝基苄酯、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。

[0051] 在上述光阳离子聚合引发剂中,作为市售品,例如可以举出Midori化学公司制的光阳离子聚合引发剂、Union Carbide公司制的光阳离子聚合引发剂、ADEKA公司制的光阳

离子聚合引发剂、3M公司制的光阳离子聚合引发剂、BASF公司制的光阳离子聚合引发剂、Solvay公司制的光阳离子聚合引发剂、San-Apro公司制的光阳离子聚合引发剂等。

[0052] 作为上述Midori化学公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出DTS-200等。

[0053] 作为上述Union Carbide公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出UVI6990、UVI6974等。

[0054] 作为上述ADEKA公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出SP-150、SP-170等。

[0055] 作为上述3M公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出FC-508、FC-512等。

[0056] 作为上述BASF公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出IRGACURE261、IRGACURE290等。

[0057] 作为上述Solvay公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出PI2074等。

[0058] 作为上述San-Apro公司制的光阳离子聚合引发剂,例如可以举出CPI-100P、CPI-200K、CPI-210S等。

[0059] 作为上述热阳离子聚合引发剂,可以举出阴离子部分由 BF_4^- 、 PF_6^- 、 SbF_6^- 或者 $(\text{BX}_4)^-$ (其中,X表示至少被两个以上的氟或三氟甲基取代的苯基)构成的铊盐、磷盐、铵盐等。其中,优选为铊盐、铵盐。

[0060] 作为上述铊盐,可以举出三苯基铊四氟硼酸盐、三苯基铊六氟锑酸盐等。

[0061] 作为上述磷盐,可以举出乙基三苯基磷六氟锑酸盐、四丁基磷六氟锑酸盐等。

[0062] 作为上述铵盐,例如可以举出:二甲基苄基(4-甲氧基苄基)铵六氟磷酸盐、二甲基苄基(4-甲氧基苄基)铵六氟锑酸盐、二甲基苄基(4-甲氧基苄基)铵四(五氟苯基)硼酸盐、二甲基苄基(4-甲基苄基)铵六氟磷酸盐、二甲基苄基(4-甲基苄基)铵六氟锑酸盐、二甲基苄基(4-甲基苄基)铵六氟四(五氟苯基)硼酸盐、甲基苄基二苄基铵六氟磷酸盐、甲基苄基二苄基铵六氟锑酸盐、甲基苄基二苄基铵四(五氟苯基)硼酸盐、苄基三苄基铵四(五氟苯基)硼酸盐、二甲基苄基(3,4-二甲基苄基)铵四(五氟苯基)硼酸盐、N,N-二甲基-N-苄基苯胺鎓六氟锑酸盐、N,N-二乙基-N-苄基苯胺鎓四氟硼酸盐、N,N-二甲基-N-苄基吡啶鎓六氟锑酸盐、N,N-二乙基-N-苄基吡啶鎓三氟甲磺酸等。

[0063] 作为上述光自由基聚合引发剂,例如可以举出:二苯甲酮化合物、苯乙酮化合物、酰基氧化膦化合物、二茂钛化合物、肟酯化合物、苯偶姻醚化合物、噻吨酮化合物等。

[0064] 作为上述光自由基聚合引发剂,具体而言,例如可以举出:1-羟基环己基苯基酮、2-苄基-2-二甲基氨基-1-(4-吗啉代苯基)-1-丁酮、2-(二甲基氨基)-2-((4-甲基苯基)甲基)-1-(4-(4-吗啉基)苯基)-1-丁酮、2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙烷-1-酮、双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)苯基氧化膦、2-甲基-1-(4-甲硫基苯基)-2-吗啉代丙烷-1-酮、1-(4-(2-羟基乙氧基)-苯基)-2-羟基-2-甲基-1-丙烷-1-酮、1-(4-(苯硫基)苯基)-1,2-辛二酮2-(0-苯甲酰基苄基)、2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦等。

[0065] 作为上述热自由基聚合引发剂,例如可以举出包含偶氮化合物、有机过氧化物等的热自由基聚合引发剂。

[0066] 作为上述偶氮化合物,例如可以举出2,2'-偶氮双(2,4-二甲基戊腈)、偶氮二异丁腈等。

[0067] 作为上述有机过氧化物,例如可以举出:过氧化苯甲酰、过氧化酮、过氧化缩酮、过氧化氢、二烷基过氧化物、过氧化酯、二酰基过氧化物、过氧化二碳酸酯等。

[0068] 作为上述光产碱剂,例如可以举出:硝基苄基系、钴胺络合物系、烷基胺盐系、甲酰胺系、胺化酰亚胺衍生物系、季铵盐系、0-酰基脲系、苄氧基羰基衍生物系、N-甲基硝苯吡啶(N-Methylnifedipine)系等光产碱剂。具体而言,例如可以举出:2-(9-氧代咕吨-2-基)丙酸1,5,7-三氮杂双环[4.4.0]癸-5-烯、N,N-二乙基氨基甲酸9-蒽基甲酯、(E)-1-[3-(2-羟基苯基)-2-丙烯酰基]哌啶、2-(3-苯甲酰基苯基)丙酸胍、1-(蒽醌-2-基)乙基咪唑甲酸酯、2-硝基苯基甲基4-甲基丙烯酰氧基哌啶-1-甲酸酯、1-(蒽醌-2-基)-乙基N,N-二环己基氨基甲酸酯、2-(3-苯甲酰基苯基)丙酸二环己基铵盐、2-(3-苯甲酰基苯基)丙酸环己基铵盐、9-蒽基甲基N,N-二环己基氨基甲酸酯、2-(3-苯甲酰基苯基)丙酸1,2-二异丙基-3-[双(二甲基胺)亚甲基]胍、1,6-六亚甲基-双(4,5-二甲氧基-2-硝基苄基氨基甲酸酯)等。

[0069] 作为上述热产碱剂,例如可以举出咪唑、叔胺等通过加热而产生碱的化合物、它们的混合物。作为由上述热产碱剂产生的碱,例如可以举出:N-(2-硝基苄氧基羰基)咪唑、N-(3-硝基苄氧基羰基)咪唑、N-(4-硝基苄氧基羰基)咪唑、N-(5-甲基-2-硝基苄氧基羰基)咪唑、N-(4-氯-2-硝基苄氧基羰基)咪唑等咪唑衍生物、1,8-二氮杂双环[5.4.0]十一碳烯-7等。

[0070] 上述聚合引发剂的含量相对于上述固化性树脂100重量份,优选下限为1重量份,优选上限为10重量份。通过将上述聚合引发剂的含量设为该范围,得到的密封用树脂组合物在固化性和保存稳定性上变得更优异。上述聚合引发剂的含量的更优选下限为2重量份,更优选上限为5重量份。

[0071] 本发明的密封用树脂组合物从耐光性提高的观点出发,优选进一步含有紫外线吸收剂。

[0072] 作为上述紫外线吸收剂,例如可以举出:2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)苯并三唑、2-乙氧基-2'-乙基草酰二苯胺(日文:2-エトキシ-2'-エチルシュウ酸ビスアニリド)、琥珀酸二甲酯-1-(2-羟基乙基)-4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶缩聚物、2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)苯并三唑、2-(2'-羟基-4'-正辛氧基苯基)苯并三唑、2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮、水杨酸苯酯、水杨酸对叔丁基苯酯、2-氰基-3,3-二苯基丙烯酸2-乙基己酯、2-乙氧基-2'-乙基草酰二苯胺、琥珀酸二甲酯-1-(2-羟基乙基)-4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶缩聚物等。

[0073] 上述紫外线吸收剂的含量相对于上述固化性树脂100重量份,优选下限为0.001重量份,优选上限为5重量份。通过将上述紫外线吸收剂的含量设为该范围,得到的密封用树脂组合物在耐光性上变得更优异。上述紫外线吸收剂的含量的更优选下限为0.1重量份,更优选上限为1重量份。

[0074] 本发明的密封用树脂组合物从涂膜平坦性的观点出发,优选进一步含有流平剂。

[0075] 作为上述流平剂,例如可以举出硅酮系流平剂、氟系流平剂、丙烯酸系流平等。

[0076] 上述流平剂的含量相对于上述固化性树脂100重量份,优选下限为0.01重量份,优选上限为10重量份。通过将上述流平剂的含量设为该范围,得到的密封用树脂组合物在涂布性和涂膜平坦性上变得更优异。上述流平剂的含量的更优选下限为0.03重量份,更优选上限为1重量份。

[0077] 本发明的密封用树脂组合物从涂布性的观点出发,优选进一步含有触变性赋予剂。

[0078] 作为上述触变性赋予剂,例如可以举出聚硅氧烷、聚丙烯酸、聚酰胺、聚乙烯醇、聚醚酯、烷基改性纤维素、肽、多肽、二氧化硅等。

[0079] 上述触变性赋予剂的含量相对于上述固化性树脂100重量份,优选下限为0.1重量份,优选上限为5重量份。通过将上述触变性赋予剂的含量设为该范围,得到的密封用树脂组合物在涂布性上变得更优异。上述触变性赋予剂的含量的更优选下限为1重量份,更优选上限为3重量份。

[0080] 本发明的密封用树脂组合物优选不含溶剂。

[0081] 通过不含上述溶剂,得到的密封用树脂组合物在低逸出气体性上变得更优异,并且不需要脱溶剂工序。

[0082] 本发明的密封用树脂组合物根据需要也可以含有:固化延迟剂、增强剂、粘度调节剂、抗氧化剂等公知的各种添加剂。

[0083] 本发明的密封用树脂组合物即便不含有金属氧化物粒子等无机粒子也可以使固化物为高折射率,因此在透明性上变得优异。

[0084] 本发明的密封用树脂组合物使用E型粘度计在25℃测定的粘度的优选下限为100mPa·s,优选上限为20000mPa·s。通过将上述粘度设为该范围,得到的密封用树脂组合物在涂布性上变得优异。上述粘度的更优选下限为500mPa·s,更优选上限为5000mPa·s。

[0085] 需要说明的是,对于本发明的密封用树脂组合物的粘度,例如可以使用E型粘度计以1rpm或10rpm的旋转速度进行测定。作为上述E型粘度计,例如可以举出VISCOMETER TV-22(东机产业公司制)等,上述粘度可以使用No.1的转子进行测定。

[0086] 本发明的密封用树脂组合物的固化后的折射率的优选下限为1.60。通过将上述固化后的折射率设为1.60以上,当使用得到的密封用树脂组合物密封光源时,在光取出效率上变得优异。上述固化后的折射率的更优选下限为1.63。

[0087] 另外,上述固化后的折射率的优选上限没有特别限定,但实际上限为1.80。

[0088] 需要说明的是,作为测定上述折射率的密封用树脂组合物的固化物,可以使用通过以下方法得到的固化物。即,若为光固化型的组合物,例如可以使用通过照射波长为365nm、照度为10~1000mW/cm²(优选为80~120mW/cm²)、累积光量为500~5000mJ/cm²(优选为1000~3000mJ/cm²)的紫外线而得到的固化物。另外,若为热固化型的组合物,例如可以使用通过在120℃加热60分钟而得到的固化物。此外,若为光热固化型的组合物,例如可以使用通过照射波长为365nm、照度为10~1000mW/cm²(优选为80~120mW/cm²)、累积光量为500~5000mJ/cm²(优选为1000~3000mJ/cm²)的紫外线、然后在120℃加热60分钟而得到的固化物。作为照射上述紫外线的光源,例如可以使用金属卤化物灯、LED光源等。

[0089] 发明效果

[0090] 根据本发明,可以提供一种低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性和透明性优异的密封用树脂组合物。另外,根据本发明,可以提供使用该密封用树脂组合物而形成的涂层和膜。

具体实施方式

[0091] 以下举出实施例对本发明更详细地进行说明,但本发明不限于这些实施例。

[0092] (实施例1~6以及比较例1~11)

[0093] 依照表1、表2中记载的配合比,将各材料使用搅拌混合机进行搅拌混合,由此制作了实施例1~6以及比较例1~11的各密封用树脂组合物。作为搅拌混合机,使用脱泡练太郎ARE-310(THINKY公司制)。

[0094] <评价>

[0095] 对于在实施例以及比较例中得到的各密封用树脂组合物进行以下的评价。将结果示于表1、表2。

[0096] (粘度)

[0097] 对于在实施例以及比较例中得到的各密封用树脂组合物,使用E型粘度计(东机产业公司制“VISCOMETER TV-22”)测定在25℃的粘度。

[0098] 另外,对于在实施例1、实施例3、实施例5、实施例6以及比较例1~3、比较例5~10中得到的各密封用树脂组合物,使用No.1的转子以旋转速度为10rpm的条件进行测定,对于在实施例2、实施例4以及比较例4、比较例11中得到的各密封用树脂组合物,使用No.1的转子以旋转速度为1rpm的条件进行测定。

[0099] (固化后的折射率)

[0100] 将在实施例以及比较例中得到的各密封用树脂组合物在载玻片上,使用500μm的硅橡胶片(ASONE公司制)以厚度成为500μm的方式进行涂布后,使用金属卤化物灯照射100mW/cm²的紫外线(波长为365nm)30秒钟而使密封用树脂组合物固化。

[0101] 对于得到的固化物,在25℃使用阿贝折射率计(ERMA公司制“Universal阿贝折射率计ER-7MW”)测定相对于钠D线的折射率。

[0102] (低逸出气体性)

[0103] 在载玻片上,使用500μm的硅橡胶片(ASONE公司制)以厚度成为500μm的方式将树脂组合物进行涂布后,使用金属卤化物灯照射100mW/cm²的紫外线(波长为365nm)30秒钟而使密封用树脂组合物固化。

[0104] 在铝盘上称量大约5mg得到的固化物,然后在测定温度范围为25℃~500℃、大气下、升温速度为10℃/分钟的条件下进行TG-DTA(日立高新技术公司制“STA7200RV”)测定,求得10%重量减少温度。将10%重量减少温度为300℃以上的情况记作“○”、将10%重量减少温度为280℃以上且小于300℃的情况记作“△”、将小于280℃的情况记作“×”,从而评价了低逸出气体性。

[0105] (透明性)

[0106] 将在实施例以及比较例中得到的各密封用树脂组合物在玻璃基板上,使用棒涂机No.5(ASONE公司制)以厚度成为5μm的方式进行涂布后,使用金属卤化物灯照射100mW/cm²的紫外线(波长为365nm)30秒钟而使密封用树脂组合物固化,得到试验片。

[0107] 对于得到的试验片,使用分光计(日本电色工业公司制“COH-7700”)测定波长550nm处的光的雾度值(雾值)。

[0108] 将雾度值为10%以下的情况记作“○”、将大于10%的情况记作“×”,而评价了透明性。

[0109]

[表 1]

		实施例					
		1	2	3	4	5	6
组成 (重量份)	固化性树脂 A	邻苯基苯酚缩水甘油醚 (四日市合成公司制, "OPP-EP") (粘度 200mPa·s, 折射率 1.597)					
		乙氧基化邻苯基苯酚丙烯酸酯 (新中村化学工业公司制 "NK-ESTER A-LEN-10") (粘度 100mPa·s, 折射率 1.577)					
		9,9'-双 (4-缩水甘油氧基苯基) 蒽 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL PG-100") (折射率 1.640)					
		含有蒽基的蒽型环氧树脂 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL OG-500") (折射率 1.700)					
	固化性树脂 B	1,1-[1,1-二苯]-2,2-二基-2-丙烷酸酯 (SUGAI CHEMICAL 公司制 "BINLA") (折射率 1.638)					
		6-甲基丙烷酸酯-二苯并 [2,1-b:1'-d] 噻吩 (SUGAI CHEMICAL 公司制 "6MDTA") (折射率 1.749)					
		3,4-环氧环己基甲基 (3,4-环氧) 环己基甲酸酯 (DAIICEL 公司制 "Gelioxide 2021P") (粘度 200mPa·s, 折射率 1.498)					
	其他	苯基缩水甘油醚 (Nagase Chemtex 公司制 "Denacol EX-141") (粘度 6mPa·s, 折射率 1.530)					
		丙烯酸苯氧基乙酯 (共荣社化学公司制 "LIGHT ACRYLATE PO-A") (粘度 15mPa·s, 折射率 1.534)					
		双酚 F 二缩水甘油醚 (DIC 公司制 "EXA-830CRP") (折射率 1.59)					
		蒽型环氧化合物 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL EG-200") (折射率 1.55)					
		蒽型丙烷酸酯 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL EA-0300") (折射率 1.57)					
		氧化锆 (KANTO DENKA Kogyo 公司制 "Zr-O") 芳香族环氧树脂 (San-Apro 公司制 "CP1-210S")					
评价	无机粒子	3					
	光阳离子 聚合引发剂	3					
	光自由基 聚合引发剂	—					
	固化后的折射率	530	5000	700	18000	250	300
评价	低逸出气体性 (10%重量减少温度 (℃))	1.630	1.638	1.635	1.647	1.628	1.632
		○	○	○	○	○	○
	透明性	310	323	325	341	356	334
评价	透明性	○	○	○	○	○	○
		○	○	○	○	○	○

[0110]

[表 2]

		比较例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
组成 (重量份)	固化性树脂 A	邻苯基苯酚缩水甘油醚 (四日市合成公司制, "OPP-EP") (粘度 200mPa·s、折射率 1.597)	—	—	—	—	—	—	—	90	—	—
		乙氧基化邻苯基苯酚丙烯酸酯 (新中村化学工业公司制 "NK ESTER A-LEN-10") (粘度 100mPa·s、折射率 1.577)	100	—	—	—	—	—	—	—	90	90
		9,9-双 (4-缩水甘油基苯基) 芴 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL PG-100") (折射率 1.640)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	固化性树脂 B	含有苯基的芴型环氧树脂 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL OG-500") (折射率 1.700)	—	10	30	10	30	—	10	—	—	—
		1,1-[1,1-二苯-1,2-二基-2-丙烷]二酚 (SUGAI CHEMICAL 公司制 "BINLA") (折射率 1.638)	—	—	—	—	—	10	—	—	—	—
		6-甲基丙烷二酚-二苯并 [2,1-b:1'-d'] 噻吩 (SUGAI CHEMICAL 公司制 "GMONTA") (折射率 1.749)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	其他	3,4-环氧环己基甲基 (3,4-环氧) 环己基丙烯酸酯 (DAI-DEL 公司制 "Celiloxide 2021P") (粘度 200mPa·s、折射率 1.498)	—	90	70	—	—	—	—	—	—	—
		苯基缩水甘油醚 (Nagase Chemtex 公司制 "Denacol EX-141") (粘度 80mPa·s、折射率 1.530)	—	—	—	90	70	—	—	—	—	—
		丙烯酸苯基乙酯 (共荣社化学公司制 "LIGHT ACRYLATE PO-A") (粘度 15mPa·s、折射率 1.534)	—	—	—	—	—	90	—	—	—	—
		双酚 F-二缩水甘油醚 (DIC 公司制 "EXA-830GRP") (折射率 1.59)	—	—	—	—	—	—	90	—	—	—
		芴型环氧化合物 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL EG-200") (折射率 1.55)	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—
	无机粒子	芴型丙烷二酚 (大阪燃气化学公司制 "OGSOL EA-0300") (折射率 1.57)	—	—	—	—	—	—	—	—	10	—
		氧化锆 (KANTO DENKA Kogyo 公司制 "ZrO ₂ ")	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10
		聚甲基丙烯酸酯 (San-Apro 公司制 "CP1-210S")	3	—	3	3	3	—	3	3	—	—
		2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙烷-1-醇 (GM Resins 公司制, "Omrad 651")	—	3	—	—	—	3	—	—	3	3
评价	粘度 (mPa·s)		200	100	400	40000	10	1000	20	2500	400	300
	固化后的折射率		1.620	1.592	1.535	1.620	1.580	1.600	1.544	1.621	1.612	1.594
	低逸出气体性 (10%重量减少温度 (°C))		Δ	○	×	×	×	×	○	Δ	Δ	Δ
	透明性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	×

[0111] 产业上的可利用性

[0112] 根据本发明,可以提供一种低粘度、固化物为高折射率、低逸出气体性及透明性优异的密封用树脂组合物。另外,根据本发明,可以提供使用该密封用树脂组合物而形成的涂覆层和膜。