



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202444827 A

(43)公開日：中華民國 113 (2024) 年 11 月 16 日

(21)申請案號：113111520

(22)申請日：中華民國 113 (2024) 年 03 月 27 日

(51)Int. Cl.：

*C08L63/02 (2006.01)**C08L63/10 (2006.01)**C08G59/17 (2006.01)**C08K7/18 (2006.01)**C08K5/375 (2006.01)**C08K5/17 (2006.01)**C09D163/10 (2006.01)**G02F1/1339 (2006.01)**C09K3/10 (2006.01)*

(30)優先權：2023/03/29 日本

2023-054123

(71)申請人：日商三井化學股份有限公司(日本) MITSUI CHEMICALS, INC. (JP)

日本

(72)發明人：永田桂 NAGATA, KEI (JP)；大塚健祐 OTSUKA, KENSUKE (JP)

(74)代理人：卓俊傑；鮑亞嵐；卓孟儀

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：0 共 41 頁

(54)名稱

硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法

(57)摘要

本發明的硬化性組成物包含：硬化性化合物、包含光陽離子聚合起始劑的硬化劑、以及三級胺，相對於所述硬化劑 100 質量份，所述三級胺的含量為 20 質量份以上。將波長 365 nm 的光以照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，經過 600 秒時的 25°C 下的複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下。



【發明摘要】

【中文發明名稱】硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法

【中文】

本發明的硬化性組成物包含：硬化性化合物、包含光陽離子聚合起始劑的硬化劑、以及三級胺，相對於所述硬化劑 100 質量份，所述三級胺的含量為 20 質量份以上。將波長 365 nm 的光以照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，經過 600 秒時的 25°C 下的複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下。

【指定代表圖】無。

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法。

【先前技術】

【0002】 近年來，開發有使用有機電致發光元件（以下，稱為有機 EL（electroluminescence）元件）等顯示元件的顯示裝置，但顯示元件通常容易因大氣中的水分或氧而劣化。因此，於各種顯示裝置中，通常顯示元件是由密封層密封。

【0003】 例如，有機 EL 顯示面板具有：具有有機 EL 元件的元件基板、相向基板、以及配置於該些之間並對有機 EL 元件進行密封的密封層。此種有機 EL 顯示面板是藉由各種方法製造。作為此種製造方法之一，已知有框膠填充膠方法。

【0004】 在框膠填充膠方法中，有機 EL 顯示面板例如經過以下步驟製造：1）在相向基板上將第一密封劑塗佈成框狀的步驟；2）在由第一密封劑包圍的區域填充第二密封劑而形成密封劑層的步驟；3）對密封劑層照射光的步驟；4）在具有光照射後的密封劑層的相向基板上貼合配置有有機 EL 元件的基板的步驟；5）對密封劑層進行加熱而使其硬化的步驟（例如參照專利文獻 1）。

【0005】 另外，作為所述方法中使用的框密封劑，已知有例如包含聚烯烴、環氧化合物（硬化性樹脂 A）、熱硬化劑、以及吸水性填料的密封劑（例如參照專利文獻 2）。在所述文獻中，作為熱硬化劑，使用熱陽離子起始劑。

【0006】 另外，作為有機 EL 元件的密封劑，亦已知有包含含有(甲基)丙烯酸改質環氧樹脂的光硬化性化合物以及光陽離子聚合起始劑的密封劑（例如參照專利文獻 3）。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0007】 [專利文獻 1]國際公開第 2013/157059 號

[專利文獻 2]國際公開第 2020/149359 號

[專利文獻 3]日本專利特開 2012-151109 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0008】 然而，專利文獻 2 所示的密封劑由於在 100°C 下藉由加熱而硬化，因此存在元件容易因加熱而損傷的不良情況。為了抑制此種損傷，對密封劑要求低溫硬化性。

【0009】 另外，如上所述般的密封劑亦要求光照射後的可使用時間為規定以上，即，將光照射後的黏度適度地保持得低。例如，如上所述般，對塗佈於其中一個基板的密封劑照射光而使其臨時硬化後，貼合另一個基板，藉由加熱使其正式硬化。然而，專利文獻 2 或專利文獻 3 所示的密封劑由於在被光照射後、且貼合另一個基

板之前硬化反應過度進行，因此黏度容易過度地上升。因此，有在貼合時密封劑的流動性或黏性容易受損、貼合適應性低、難以獲得接著強度的不良情況。一般而言，低溫硬化性越高，光照射後的黏度越容易上升，因此期望可平衡良好地兼顧該些性質。

【0010】 進而，就提高硬化物的密封性或耐洩漏性的觀點而言，在藉由加熱而使其硬化時，期望光照射後的硬化性組成物可良好地保持形狀。如此，期望可在維持塗佈時的處理的同時兼顧貼合適應性與形狀保持性。

【0011】 本發明是鑒於所述情況而成，提供一種具有低溫硬化性且可兼顧貼合適應性與形狀保持性的硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法。

[解決課題之手段]

【0012】 [1] 一種硬化性組成物，包含：硬化性化合物、光陽離子聚合起始劑、以及三級胺，相對於所述光陽離子聚合起始劑 100 質量份，所述三級胺的含量為 20 質量份以上，將波長 365 nm 的光以照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm²，經過 600 秒後的 25°C 下的複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下。

[2] 如[1]所述的硬化性組成物，其中，所述硬化性化合物包含：環氧化合物、以及(甲基)丙烯酸改質環氧化合物與(甲基)丙烯酸化合物中的至少一者。

[3] 如[1]或[2]所述的硬化性組成物，其中，相對於所述硬化性化合物 100 質量份，所述三級胺的含量為 0.5 質量份以上且 20

質量份以下。

[4] 如[1]至[3]中任一項所述的硬化性組成物，其中，所述三級胺是二官能的三級胺。

[5] 如[1]至[4]中任一項所述的硬化性組成物，其中，所述三級胺具有 N-O 鍵。

[6] 如[1]至[5]中任一項所述的硬化性組成物，其中，所述三級胺具有受阻結構。

[7] 一種密封劑，包含如[1]至[6]中任一項所述的硬化性組成物。

[8] 一種框密封劑，包含如[1]至[6]中任一項所述的硬化性組成物。

[9] 一種顯示面板，具有：元件基板，配置有元件；相向基板，隔著所述元件而與所述元件基板相向地配置；以及密封部，配置於所述元件基板與所述相向基板之間，用於對所述元件進行密封，所述密封部包含如[7]所述的密封劑的硬化物。

[10] 一種顯示面板的製造方法，包含：在元件基板與相向基板中的任一者的面上，沿著顯示區域的外周將第一密封劑塗佈成框狀的步驟；在由所述第一密封劑包圍的區域填充第二密封劑而形成密封劑層的步驟；對所述密封劑層照射光的步驟；經由被光照射的所述密封劑層而將其中一個基板與另一個基板貼合的步驟；以及對所述密封劑層進行加熱而使其硬化的步驟，所述第一密封劑及所述第二密封劑中的至少一者是如[7]所述的密封劑。

[發明的效果]

【0013】 本發明是鑒於所述情況而成，提供一種具有低溫硬化性且可兼顧貼合適應性與形狀保持性的硬化性組成物、密封劑、框密封劑、顯示面板及其製造方法。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】

【0014】 如上所述，現有的硬化性組成物由於光照射後的黏度變得過高，因此貼合適應性低。

【0015】 與此相對，本發明的硬化性組成物包含硬化性化合物、光陽離子聚合起始劑、以及三級胺，且將波長 365 nm 的光以照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，經過 600 秒時的 25°C 下的複黏度調整為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下的範圍。藉此，可在維持貼合時的流動性或黏性的同時良好地保持塗佈成的形狀。

【0016】 具體而言，若光照射後的所述複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上，則其後即便被加熱亦容易保持塗佈成的形狀。藉此，可提高硬化物的密封性。若光照射後的所述複黏度為 5.0×10⁴ Pa·s 以下，則貼合時的流動性或黏性不易受損，可良好地維持貼合適應性。硬化性組成物的所述複黏度可藉由三級胺的量或硬化性化合物的組成等來調整。

【0017】 即，本發明的硬化性組成物包含相對於光陽離子聚合起始劑而為規定量以上的三級胺。當對此種硬化性組成物照射光時，

首先，由光陽離子聚合起始劑產生酸。所述酸被足夠量的三級胺捕捉，因此在光照射後，硬化性化合物不易因酸而硬化，可減少黏度的上升。其後，當對硬化性組成物進行加熱時，由三級胺捕捉的酸脫離，硬化性化合物聚合（硬化）。

【0018】 另外，所述硬化性化合物較佳為包含環氧化合物、以及(甲基)丙烯酸改質環氧化合物與(甲基)丙烯酸化合物中的至少一者。光陽離子聚合起始劑在藉由光照射而產生酸時，亦可瞬間產生自由基。藉由所述自由基，(甲基)丙烯酸改質環氧化合物或(甲基)丙烯酸化合物硬化。藉此，藉由光照射，硬化性組成物的黏度適度地變高，因此更容易保持形狀。以下，對本發明一實施形態的硬化性組成物進行具體說明。

【0019】 1.硬化性組成物

本實施形態的硬化性組成物包含：硬化性化合物、光陽離子聚合起始劑、以及三級胺。

【0020】 1-1.硬化性化合物

硬化性化合物包含與光陽離子聚合起始劑反應的硬化性化合物。與光陽離子聚合起始劑反應的硬化性化合物是將光陽離子聚合起始劑受到光或熱的能量而產生的酸或自由基的活性種作為介質進行聚合、硬化的化合物。作為此種硬化性化合物，較佳為包含含有陽離子聚合性基的化合物，就提高熱硬化性的觀點而言，較佳為包含環氧化合物。

【0021】 即，硬化性化合物較佳為包含環氧化合物。另外，就容易

將光照射後的黏度調整為規定以上的觀點而言，硬化性化合物較佳為更包含環氧化合物以及(甲基)丙烯酸化合物與(甲基)丙烯酸改質環氧化合物中的至少一者。

【0022】 1-1-1.環氧化合物

硬化性化合物可僅包含一種環氧化合物，亦可包含兩種以上。

【0023】 在本說明書中，環氧化合物是指在分子內具有一個以上的環氧基的化合物。但是，環氧化合物中不包含具有環氧基與(甲基)丙烯醯基此兩者的化合物。環氧化合物的一分子內所含的環氧基的數量可為一個，亦可為兩個以上。就提高硬化反應性的觀點而言，較佳為環氧化合物的一分子內所含的環氧基的數量為兩個以上。

【0024】 環氧化合物的例子包含公知的環氧化合物，例如芳香族環氧化合物、脂肪族環氧化合物、脂環式環氧化合物。該些中，就進一步降低硬化物的透濕性的觀點而言，至少一種環氧化合物較佳為包含芳香族環氧化合物。

【0025】 芳香族環氧化合物的例子包含含有芳香環的醇（包含多元醇）的縮水甘油醚。具體而言，

包含藉由雙酚 A、雙酚 S、雙酚 F、雙酚 AD 等所代表的雙酚類、或利用乙二醇、丙二醇、烷二醇等對該些芳香族二醇進行改質而成的二醇類與表氯醇的反應而獲得的雙酚型縮水甘油醚化合物；

藉由三酚化合物（例如 1,1,1-三(羥基苯基)甲烷，1-[α -甲基- α -(4-羥基苯基)乙基]-3-[α,α -雙(4-羥基苯基)乙基]苯（或 4-[4-[1,1-

雙(4-羥基苯基)乙基]- α,α -二甲基苄基]苯酚) 與表氯醇的反應而獲得的三酚型縮水甘油醚化合物；

藉由由苯酚或甲酚及甲醛衍生的酚醛清漆樹脂、以聚烯基苯酚或其共聚物等為代表的多酚類與表氯醇的反應而獲得的酚醛清漆型縮水甘油醚化合物；

伸二甲苯苯酚樹脂縮水甘油醚化合物等。

【0026】 其中，較佳為雙酚 A 型環氧化合物、雙酚 F 型環氧化合物等雙酚型環氧化合物、甲酚酚醛清漆型環氧化合物、苯酚酚醛清漆型環氧化合物、三酚甲烷型環氧化合物、三酚乙烷型環氧化合物、三酚型環氧化合物、二環戊二烯型環氧化合物、二苯醚型環氧化合物、及聯苯型環氧化合物。

【0027】 環氧化合物可為液狀，亦可為固體狀。就提高硬化性組成物的塗佈性的觀點而言，較佳為液狀的環氧化合物。另外，就進一步降低硬化物的透濕性的觀點而言，較佳為固體狀的環氧化合物。固體狀的環氧化合物的軟化點較佳為 40°C 以上且 150°C 以下。軟化點可藉由日本工業標準 (Japanese Industrial Standards , JIS) K 7234 所規定的環球法測定。

【0028】 環氧化合物的重量平均分子量較佳為 200 以上且 10000 以下，更佳為 300 以上且 5000 以下。環氧化合物的重量平均分子量藉由凝膠滲透層析 (gel permeation chromatography , GPC) 並以聚苯乙烯換算來測定。

【0029】 如上所述，硬化性化合物可僅包含一種環氧化合物，亦可

包含兩種以上。例如，就更高度地兼顧黏度穩定性與硬化物的透過性的觀點而言，亦可將液狀的環氧化合物與固體狀的環氧化合物組合。另外，就容易兼顧黏度穩定性與硬化物的透過性的觀點而言，亦可將二官能的芳香族環氧化合物與三官能以上的芳香族環氧化合物組合。

【0030】 例如，在將二官能的芳香族環氧化合物與三官能以上的芳香族環氧化合物組合的情況下，相對於環氧化合物的總量，三官能以上的芳香族環氧化合物例如可為 10 質量%以上、較佳為 30 質量%以上且 70 質量%以下。若三官能以上的芳香族環氧化合物的含量為 10 質量%以上，則可進一步提高硬化物的透濕性。另一方面，光照射後的硬化性組成物的黏度容易上升，但由於由光陽離子聚合起始劑產生的酸被三級胺捕集，因此可抑制過度的黏度上升。

【0031】 相對於硬化性化合物，環氧化合物的總量較佳為 50 質量%以上，更佳為 50 質量%以上且 95 質量%以下，進而佳為 70 質量%以上且 95 質量%以下。若環氧化合物的量為 50 質量%以上，則容易進一步提高由加熱引起的硬化反應性。另外，由於可進一步降低光照射後的硬化性組成物的黏度，因此可進一步提高貼合時的流動性或黏性。另一方面，若環氧化合物的量為 95 質量%以下，則例如(甲基)丙烯酸改質環氧化合物或(甲基)丙烯酸化合物的量相對變多，因此容易適度地提高光照射後的硬化性組成物的黏度，形狀保持性容易變得更高。

【0032】 1-1-2.(甲基)丙烯酸改質環氧化合物

在本說明書中，(甲基)丙烯酸改質環氧化合物是指在分子內具有一個以上的環氧基及一個以上的(甲基)丙烯醯基的化合物。硬化性化合物可僅包含一種(甲基)丙烯酸改質環氧化合物，亦可包含兩種以上。

【0033】 (甲基)丙烯酸改質環氧化合物中的環氧基及(甲基)丙烯醯基的數量並無特別限制，可分別僅為一個，亦可為兩個以上。該(甲基)丙烯酸改質環氧化合物與環氧化合物的相容性良好。

【0034】 (甲基)丙烯酸改質環氧化合物是利用(甲基)丙烯醯基對二官能以上的環氧化合物所具有的環氧基中的至少一個環氧基進行改質而獲得。該(甲基)丙烯酸改質環氧化合物例如可使二官能以上的環氧化合物與(甲基)丙烯酸在鹼性觸媒的存在下進行反應而獲得。

【0035】 利用(甲基)丙烯醯基進行改質的環氧化合物只要是在分子內具有兩個以上的環氧基的多官能的環氧化合物即可，就提高塗佈性、或抑制交聯密度過高所引起的接著強度的下降的觀點而言，較佳為二官能的環氧化合物。二官能的環氧化合物的例子包含雙酚型環氧化合物（雙酚 A 型、雙酚 F 型、2,2'-二烯丙基雙酚 A 型、雙酚 AD 型、及氫化雙酚型等）、聯苯型環氧化合物、及萘型環氧化合物。其中，就容易提高塗佈性的觀點而言，較佳為雙酚 A 型及雙酚 F 型的雙酚型環氧化合物。與源自聯苯基醚型環氧化合物的(甲基)丙烯酸改質環氧化合物相比，源自雙酚型環氧化合物的(甲基)丙烯酸改質環氧化合物具有塗佈性優異等優點。

【0036】 (甲基)丙烯酸改質環氧化合物的(甲基)丙烯酸醯基的莫耳數相對於環氧基的莫耳數 1 的比率較佳為 1 以上，更佳為 2 以上。藉由提高(甲基)丙烯酸醯基的莫耳數的比率，硬化性組成物的光照射後的黏度容易進一步提高。

【0037】 (甲基)丙烯酸改質環氧化合物的藉由凝膠滲透層析(GPC)測定的重量平均分子量較佳為 300~500。

【0038】 1-1-3.(甲基)丙烯酸化合物

在本說明書中，(甲基)丙烯酸化合物設為在分子內具有一個以上的(甲基)丙烯酸醯基的化合物。但是，(甲基)丙烯酸化合物中不包含具有(甲基)丙烯酸醯基與環氧基此兩者的化合物。硬化性化合物可僅包含一種(甲基)丙烯酸化合物，亦可包含兩種以上。

【0039】 (甲基)丙烯酸化合物在一分子內包含的(甲基)丙烯酸醯基的數量可為一個，亦可為兩個以上。在一分子內包含一個(甲基)丙烯酸醯基的(甲基)丙烯酸化合物的例子包含(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯及(甲基)丙烯酸 2-羥乙酯等(甲基)丙烯酸烷基酯。

【0040】 在一分子內具有兩個以上的(甲基)丙烯酸醯基的(甲基)丙烯酸化合物的例子包含源自聚乙二醇、丙二醇、聚丙二醇等的二(甲基)丙烯酸酯；源自三(2-羥基乙基)異氰脲酸酯的二(甲基)丙烯酸酯；源自在 1 莫耳的新戊二醇中加成 4 莫耳以上的環氧乙烷或環氧丙烷而獲得的二醇的二(甲基)丙烯酸酯；源自在 1 莫耳的雙酚 A 或雙酚 F 中加成 2 莫耳的環氧乙烷或環氧丙烷而獲得的二醇的二(甲基)丙烯酸酯(雙酚 A 型或雙酚 F 型環氧基(甲基)丙烯酸酯)；

源自在 1 莫耳的三羥甲基丙烷中加成 2 莫耳或 3 莫耳的環氧乙烷或環氧丙烷而獲得的多元醇的二(甲基)丙烯酸酯或三(甲基)丙烯酸酯；源自在 1 莫耳的雙酚 A 中加成 4 莫耳以上的環氧乙烷或環氧丙烷而獲得的二醇的二(甲基)丙烯酸酯；三(2-羥基乙基)異氰脲酸酯三(甲基)丙烯酸酯；三羥甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯或其寡聚物；季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯或其寡聚物；二季戊四醇的聚(甲基)丙烯酸酯；三(丙烯醯氧基乙基)異氰脲酸酯；己內酯改質三(丙烯醯氧基乙基)異氰脲酸酯；己內酯改質三(甲基丙烯醯氧基乙基)異氰脲酸酯；烷基改質二季戊四醇的聚(甲基)丙烯酸酯；己內酯改質二季戊四醇的聚(甲基)丙烯酸酯；羥基三甲基乙酸新戊二醇二(甲基)丙烯酸酯；己內酯改質羥基三甲基乙酸新戊二醇二(甲基)丙烯酸酯；環氧乙烷改質磷酸(甲基)丙烯酸酯；環氧乙烷改質烷基化磷酸(甲基)丙烯酸酯；以及新戊二醇、三羥甲基丙烷及季戊四醇的寡聚(甲基)丙烯酸酯等。其中，較佳為源自在 1 莫耳的雙酚 A 或雙酚 F 中加成 2 莫耳的環氧乙烷或環氧丙烷而獲得的二醇的二(甲基)丙烯酸酯（雙酚 A 型或雙酚 F 型環氧基(甲基)丙烯酸酯）。

【0041】 (甲基)丙烯酸化合物的藉由凝膠滲透層析法 (GPC) 測定的重量平均分子量較佳為 200~10000，更佳為 200~5000。

【0042】 (甲基)丙烯酸化合物的重量平均分子量較佳為 310~1000 左右。該重量平均分子量例如是藉由凝膠滲透層析法 (GPC) 以聚苯乙烯換算進行測定的值。

【0043】 相對於硬化性化合物的總量，(甲基)丙烯酸改質環氧化合

物與(甲基)丙烯酸系化合物的合計量可為 50 質量%以下，較佳為 5 質量%以上且 50 質量%以下，更佳為 10 質量%以上且 30 質量%以下。若所述總量為 5 質量%以上，則容易適度地提高光照射後的硬化性組成物的黏度，容易進一步提高形狀保持性。另一方面，若所述總量為 50 質量%以下，則環氧化合物的相對量增加，因此容易將光照射後的硬化性組成物的黏度保持得低，流動性或黏性不易受損。再者，硬化性化合物的總量亦可與環氧化合物、(甲基)丙烯酸改質環氧化合物及(甲基)丙烯酸系化合物的總量一致。

【0044】 1-1-4.其他化合物

硬化性化合物除了所述以外亦可更包含氧雜環丁烷化合物等。

【0045】 1-1-5.共通事項

相對於硬化性組成物的總量，硬化性化合物的總量較佳為 20 質量%以上且 90 質量%以下，更佳為 30 質量%以上且 70 質量%以下。若所述總量為 20 質量%以上，則硬化性組成物的硬化性容易變得更高。另一方面，若所述總量為 90 質量%以下，則例如在包含無機填料的情況下，其相對量變多，因此容易進一步提高形狀保持性或低透濕性。

【0046】 1-2.光陽離子聚合起始劑

光陽離子聚合起始劑具有使所述硬化性化合物硬化的功能。光陽離子聚合起始劑例如是藉由光照射而產生酸的光酸產生劑。再者，光陽離子聚合起始劑在藉由光照射而產生酸時，亦可瞬間產生自由基。

【0047】 光陽離子聚合起始劑的吸收波長並無特別限定，例如較佳為吸收波長 360 nm 以上的光，更佳為吸收波長 360 nm 以上且 430 nm 以下的光。若光陽離子聚合起始劑的吸收波長為所述範圍內，則例如可減少對光學元件的影響。

【0048】 光陽離子聚合起始劑並無特別限制，可使用公知的光陽離子聚合起始劑。

【0049】 光陽離子聚合起始劑的例子包含陰離子部分為 BF_4^- 、 $(\text{Rf})_n\text{PF}_{6-n}^-$ （Rf 為有機基，n 為 1~5 的整數）、 PF_6^- 、 SbF_6^- 或 BX_4^- （X 為經至少兩個以上的氟或三氟甲基取代的苯基）的芳香族鎂鹽、芳香族鋇鹽、芳香族重氮鎂鹽、芳香族鉍鹽等。

【0050】 芳香族鎂鹽的例子包含雙[4-(二苯基鎂基)苯基]硫醚雙六氟磷酸鹽、雙[4-(二苯基鎂基)苯基]硫醚雙六氟鎂酸鹽、雙[4-(二苯基鎂基)苯基]硫醚雙四氟硼酸鹽、雙[4-(二苯基鎂基)苯基]硫醚四(五氟苯基)硼酸鹽、二苯基-4-(苯硫基)苯基鎂六氟磷酸鹽、二苯基-4-(苯硫基)苯基鎂六氟鎂酸鹽、二苯基-4-(苯硫基)苯基鎂四氟硼酸鹽等。

【0051】 芳香族鋇鹽的例子包含二苯基鋇六氟磷酸鹽、二苯基鋇六氟鎂酸鹽、二苯基鋇四氟硼酸鹽、二苯基鋇四(五氟苯基)硼酸鹽、雙(十二基苯基)鋇六氟磷酸鹽、雙(十二基苯基)鋇六氟鎂酸鹽、雙(十二基苯基)鋇四氟硼酸鹽、雙(十二基苯基)鋇四(五氟苯基)硼酸鹽等。

【0052】 芳香族重氮鎂鹽的例子包含苯基重氮鎂六氟磷酸鹽、苯

基重氮鎘六氟銻酸鹽、苯基重氮鎘四氟硼酸鹽、苯基重氮鎘四(五氟苯基)硼酸鹽等。

【0053】 芳香族銨鹽的例子包含 1-苄基-2-氰基吡啶鎘六氟磷酸鹽、1-苄基-2-氰基吡啶鎘六氟銻酸鹽等。

【0054】 光陽離子聚合起始劑的市售品的例子包含豔佳固 (Irgacure) 250、豔佳固 (Irgacure) 270、豔佳固 (Irgacure) 290 (巴斯夫 (BASF) 公司製造)、CPI-100P、CPI-101A、CPI-200K、CPI-210S、CPI-310B、CPI-400PG (聖普羅 (San-Apro) 公司製造)、SP-150、SP-170、SP-171、SP-056、SP-066、SP-130、SP-140、SP-601、SP-606、SP-701 (艾迪科 (ADEKA) 公司製造)。其中，較佳為豔佳固 (Irgacure) 270、豔佳固 (Irgacure) 290、CPI-100P、CPI-101A、CPI-200K、CPI-210S、CPI-310B、CPI-400PG、SP-150、SP-170、SP-171、SP-056、SP-066、SP-601、SP-606、SP-701 等銻鹽。

【0055】 光陽離子聚合起始劑可為一種，亦可併用兩種以上。

【0056】 相對於硬化性化合物 100 質量份，光陽離子聚合起始劑的含量較佳為 0.1 質量份以上且 20 質量份以下，更佳為 0.5 質量份以上且 15 質量份以下，進而佳為 0.8 質量份以上且 8 質量份以下。若光陽離子聚合起始劑的所述含量為 0.1 質量份以上，則由於藉由光照射而容易產生更多的酸，因此可更容易產生由加熱引起的硬化時的硬化反應。另外，在硬化性組成物包含(甲基)丙烯酸改質環氧化合物等的情況下，在產生酸時瞬間生成的自由基亦變多，

因此亦容易適度地產生由光照射引起的硬化。若光陽離子聚合起始劑的所述含量為 20 質量份以下，則可進一步減少滲出，因此可進一步減少對光學元件等的污染。

【0057】 1-3.三級胺

三級胺捕捉藉由光照射而由光陽離子聚合起始劑產生的酸。藉此，不易產生光照射時的硬化性化合物的硬化反應，可抑制光照射後的硬化性組成物的黏度的過度的上升。

【0058】 作為三級胺，有在分子內具有一個胺基的單官能的三級胺、具有兩個胺基的二官能的三級胺、及具有三個以上的胺基的三官能以上的三級胺。其中，就進一步提高酸的捕集效率的觀點而言，較佳為二官能的三級胺及三官能以上的三級胺，就更容易維持與環氧化合物的相容性的觀點而言，更佳為二官能的三級胺。

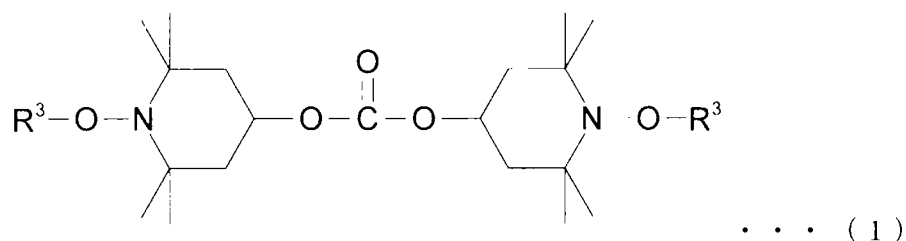
【0059】 就使捕捉到的酸在加熱時更容易脫離、進一步提高低溫硬化性的觀點而言，三級胺較佳為具有 N-O 鍵。即，較佳為具有 N-O 鍵的二官能的三級胺。

【0060】 另外，就使捕捉到的酸在加熱時更容易脫離、進一步提高低溫硬化性的觀點而言，三級胺較佳為具有受阻結構。作為受阻結構，例如可列舉 2,2,6,6-四甲基哌啶等具有立體阻礙的結構。

【0061】 因此，三級胺較佳為具有 N-O 鍵的二官能的三級胺，更佳為具有 N-O 鍵且具有受阻結構的二官能的三級胺，進而佳為具有 N-O 鍵且在分子內具有兩個 2,2,6,6-四甲基哌啶結構的三級胺。

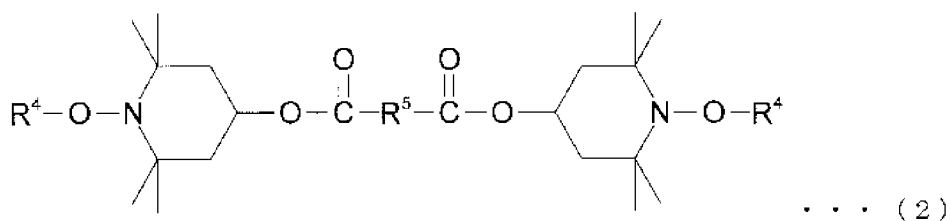
【0062】 作為此種三級胺，可列舉式(1)或(2)所表示的化合物。

[化 1]



【0063】 在式 (1) 中， R^3 表示碳數 1~20 的烷基。作為碳數 1~20 的直鏈或支鏈狀的烷基，例如可列舉：丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一基、及二十基。兩個 R^3 可彼此相同，亦可彼此不同。

【0064】 [化 2]



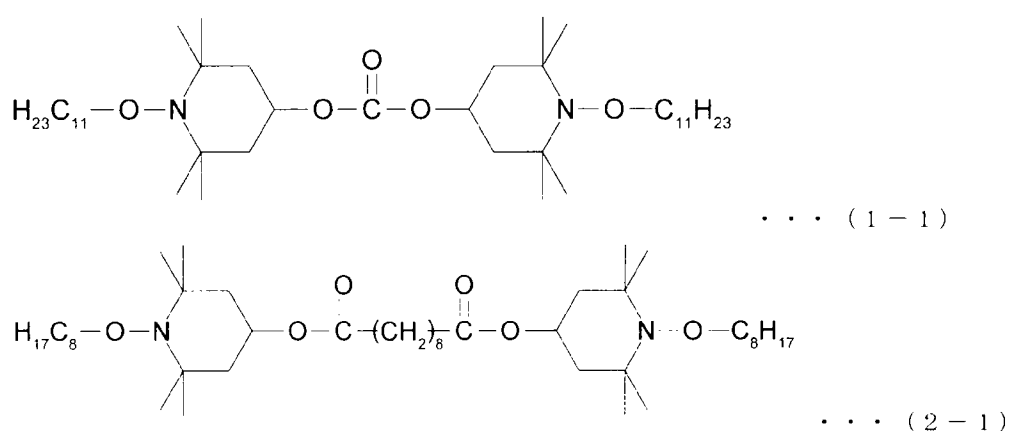
【0065】 式 (2) 中， R^4 表示碳數 1~20 的直鏈或支鏈狀的烷基。作為碳數 4~20 的直鏈或支鏈狀的烷基，例如可列舉：丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一基、及二十基。兩個 R^4 可彼此相同，亦可彼此不同。

【0066】 R^5 表示碳數 1~8 的伸烷基。作為碳數 1~8 的伸烷基，例如可列舉：亞甲基、伸乙基、伸丙基、伸丁基、伸戊基、伸己基、

伸庚基、及伸辛基。

【0067】 式(1)所表示的化合物的例子包含式(1-1)所表示的化合物；式(2)所表示的化合物的例子包含式(2-1)所表示的化合物。

[化 3]



【0068】 三級胺亦可使用市售品。作為三級胺的市售品，例如可列舉艾迪科斯塔布 (Adekastab) LA-81 (艾迪科 (ADEKA) 股份有限公司製造)、及帝奴彬 (Tinuvin) 123 (日本巴斯夫 (BASF Japan) 公司製造)。

【0069】 三級胺可僅包含一種，亦可包含兩種以上。

【0070】 就對由光陽離子聚合起始劑產生的酸的捕捉性的觀點而言，相對於光陽離子聚合起始劑 100 質量份，三級胺的含量較佳為 20 質量份以上。若三級胺的所述含量為 20 質量份以上，則可捕集更多的酸，因此容易抑制光照射後的黏度的增大，可進一步提

高黏性。就同樣的觀點而言，相對於光陽離子聚合起始劑 100 質量份，三級胺的含量較佳為 60 質量份以上，更佳為 65 質量份以上。三級胺的含量的上限值並無特別限制，但就進一步降低作為硬化後的未反應成分而殘存的三級胺、進一步減少硬化物的接著性或透濕性的下降、使硬化物的物性更良好的觀點而言，例如可設為 100 質量份以下。

【0071】 另外，相對於硬化性化合物 100 質量份，三級胺的含量例如較佳為 0.5 質量份以上且 20 質量份以下，更佳為 1 質量份以上且 5 質量份以下。若三級胺的所述含量為 0.5 質量份以上，則可捕集更多的酸，因此更容易抑制光照射後的黏度的增大，可進一步提高黏性。若三級胺的所述含量為 20 質量份以下，則可進一步減少在加熱硬化後保持未反應的狀態而殘存的三級胺的量，因此可進一步抑制硬化物的物性的下降。

【0072】 1-4.其他成分

硬化性組成物亦可更包含所述各成分以外的其他成分。其他成分的例子亦可更包含無機填料、光增感劑、矽烷偶合劑、光陽離子聚合起始劑以外的硬化劑、黏著賦予劑、有機微粒、塑化劑、抗氧化劑及消泡劑等。

【0073】 1-4-1.無機填料

無機填料可具有進一步提高硬化物的形狀保持性並且降低硬化物的透濕性的功能。

【0074】 無機填料的例子包含碳酸鈣、碳酸鎂、硫酸鋇、硫酸鎂、

矽酸鋁、矽酸鋯、氧化鐵、氧化鈦、氮化鈦、所述以外的氧化鋁、氧化鋅、二氧化矽 (silica)、鈦酸鉀、高嶺土 (kaolin)、滑石、玻璃珠、絹雲母 (sericite)、活性白土、膨土 (bentonite)、氮化鋁及氮化矽等。該些中，較佳為二氧化矽及滑石。

【0075】 無機填料的形狀可為球狀、板狀、針狀等固定形狀，亦可為非固定形狀。在無機填料為球狀的情況下，例如就貼合後的硬化物的形狀保持性或厚度的調整的觀點而言，無機填料的平均一次粒徑較佳為 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上且 $5\ \mu\text{m}$ 以下，更佳為 $0.5\ \mu\text{m}$ 以上且 $3\ \mu\text{m}$ 以下。若無機填料的平均一次粒徑為 $5\ \mu\text{m}$ 以下，則更容易降低貼合後的硬化物的厚度不均，若無機填料的平均一次粒徑為 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上，則可進一步抑制黏度的上升。另外，就調整硬化性組成物的黏度（觸變性）的觀點而言，較佳為較 $0.1\ \mu\text{m}$ 小的範圍內，例如 $7\ \text{nm}$ 以上且小於 $100\ \text{nm}$ 。無機填料的平均一次粒徑可藉由 JIS Z8825（2013 年）所記載的雷射繞射法測定。

【0076】 無機填料的比表面積較佳為 $0.5\ \text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $20\ \text{m}^2/\text{g}$ 以下。無機填料的比表面積是藉由 JIS Z8830（2013 年）所記載的布厄特（Brunauer Emmett Teller，BET）法測定。

【0077】 硬化性組成物可僅包含一種無機填料，亦可包含兩種以上。例如就調整黏度（觸變性）與硬化物的形狀保持性、厚度的觀點而言，硬化性組成物可包含平均一次粒徑相對小的無機填料（例如小於 $0.1\ \mu\text{m}$ ）及平均一次粒徑相對大的無機填料（例如 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上）。平均粒徑相對小的無機填料的含量較佳為較平均粒徑相對

大的無機填料的含量少。

【0078】 相對於硬化性化合物 100 質量份，無機填料的含量較佳為 10 質量份以上且 350 質量份以下。若無機填料的所述含量為 10 質量份以上，則容易進一步提高硬化物的形狀保持性，可進一步降低透濕性。若無機填料的所述含量為 350 質量份以下，則不僅硬化性組成物的塗佈性更不易受損，而且可進一步抑制硬化性化合物的相對量變少、或硬化物的柔軟性受損所引起的接著強度的下降。就同樣的觀點而言，無機填料的所述含量更佳為 150 質量份以上且 300 質量份以下。

【0079】 1-4-2.光增感劑

光增感劑具有進一步提高所述光陽離子聚合起始劑的聚合起始效率、進一步促進硬化性化合物的硬化反應的功能。

【0080】 光增感劑的例子包含 2,4-二乙基噻噸酮等噻噸酮系化合物、或 2,2-二甲氧基-1,2-二苯基乙烷-1-酮、二苯甲酮、2,4-二氯二苯甲酮、鄰苯甲醯基苯甲酸甲酯、4,4'-雙(二甲基胺基)二苯甲酮、4-苯甲醯基-4'-甲基二苯硫醚、9,10-二丁氧基蒽等。硬化性組成物可僅包含一種光增感劑，亦可包含兩種以上。

【0081】 相對於硬化性化合物 100 質量份，光增感劑的含量例如較佳為 0.1 質量份以上且 5 質量份以下，更佳為 0.5 質量份以上且 2 質量份以下。硬化性組成物可僅包含一種光增感劑，亦可包含兩種以上。

【0082】 1-4-3.矽烷偶合劑

矽烷偶合劑的例子包含乙烯基三甲氧基矽烷、 γ -(甲基)丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷、 γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷、及 γ -縮水甘油氧基丙基三乙氧基矽烷等。

【0083】 相對於硬化性化合物 100 質量份，矽烷偶合劑的含量較佳為 0.1 質量份以上且 10 質量份以下，更佳為 1.0 質量份以上且 5.0 質量份以下。若矽烷偶合劑的所述含量為 0.1 質量份以上，則容易進一步提高硬化物的接著強度，若矽烷偶合劑的所述含量為 10 質量份以下，則可進一步減少硬化物的耐透濕性的下降。

【0084】 1-4-4.其他硬化劑

硬化性組成物亦可在不損及本發明的目的或效果的範圍內更包含光陽離子聚合起始劑以外的硬化劑。此種硬化劑的例子包含光自由基聚合起始劑等。

【0085】 1-4-5.共通事項

相對於硬化性組成物的總量，其他成分的總量較佳為 0.1 質量%以上且 50 質量%以下。若所述合計量為 50 質量%以下，則硬化性組成物的黏度不易過度地上升，塗佈性不易受損。

【0086】 1-5.物性

硬化性組成物的使用 E 型黏度計在 25°C 2.5 轉/分鐘的條件下測定的黏度例如較佳為 20 Pa·s 以上且 500 Pa·s 以下，更佳為 30 Pa·s 以上且 300 Pa·s 以下。若硬化性組成物的所述黏度為 20 Pa·s 以上，則由於具有適度高的黏度，因此容易進一步提高塗佈時的形狀保持性。若硬化性組成物的所述黏度為 500 Pa·s 以下，則例如

藉由分配器或網版印刷等進行塗佈時的塗佈性更不易受損。

【0087】 對於硬化性組成物，將波長 365 nm 的光以紫外線（ultra violet，UV）照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，經過 600 秒時的 25°C 下的複黏度較佳為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下，更佳為 2.0×10³ Pa·s 以上且 3.0×10⁴ Pa·s 以下。若硬化性組成物的所述複黏度為 5.0×10⁴ Pa·s 以下，則即便在光照射後亦具有黏性，貼合時的流動性不易受損，貼合適應性不易受損。另一方面，若硬化性組成物的所述複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上，則可良好地保持塗佈成的形狀，因此硬化物的形狀保持性高，容易提高耐洩漏性。

【0088】 關於所述複黏度，可使用動態黏彈性測定裝置（例如哈克（Haake）公司製造的流變儀（Rheometer）MARSIII），以測定頻率：1 Hz、單元間隙 30 μm、溫度 25°C 對硬化性組成物進行測定，同時藉由金屬鹵化物燈以 UV 照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，而作為經過 600 秒時的複黏度來測定。

【0089】 如上所述，硬化性組成物的光照射後的黏度可藉由三級胺的含量或硬化性化合物的組成來調整。例如，若三級胺相對於光陽離子聚合起始劑的量多，則由於可捕集更多的藉由光照射而由光陽離子聚合起始劑產生的酸，因此更容易抑制光照射後的硬化性組成物的黏度的上升。另一方面，若(甲基)丙烯酸改質環氧化合物或(甲基)丙烯酸化合物的量多，則光照射後的黏度容易變高。

【0090】 1-6.用途

如上所述，本實施形態的硬化性組成物可在光照射後調整為適於貼合的黏度，因此可用作密封劑。即，密封劑包含所述硬化性組成物。

【0091】 如後述般，密封劑可用作有機 EL 元件、發光二極體(light emitting diode, LED) 元件、液晶元件、半導體元件、太陽能電池元件等各種元件的密封劑或接著劑。例如，密封劑可為用於對有機 EL 元件或微型 LED 元件等發光元件進行密封的密封劑。密封劑可為面密封劑，亦可為框密封劑。對於框密封劑，要求硬化物具有更高的形狀保持性，因此所述硬化性組成物特別適合作為框密封劑。

【0092】 以下，對將所述硬化性組成物用作顯示面板的密封劑的例子進行說明。

【0093】 2.顯示面板及其製造方法

本發明一實施形態的顯示面板具有：元件基板、相向基板、以及配置於該些之間並對元件進行密封的密封部。

【0094】 元件基板具有基板及元件。基板是透明基板。透明基板的材質可為玻璃等無機材料，亦可為聚碳酸酯、聚對苯二甲酸乙二酯、聚醚砜及聚甲基丙烯酸甲酯(polymethyl methacrylate, PMMA) 等塑膠。元件可為有機 EL 元件、LED 元件(包含微型 LED)、液晶元件、半導體元件、太陽能電池元件等各種元件。例如，在元件為有機 EL 元件的情況下，有機 EL 元件配置於基板上，具有陽極/發光層/負極的積層結構。

【0095】 相向基板以隔著元件而與元件基板相向的方式配置。相向基板可為與所述同樣的透明基板。相向基板例如亦可具有濾色器層。

【0096】 密封部包含以包圍元件的外周的方式配置的框狀的第一密封部及填充於由第一密封部包圍的區域的第二密封部。第一密封部為第一密封劑（框膠材料）的硬化物。第二密封部為第二密封劑（填充膠材料）的硬化物。第一密封劑與第二密封劑中的至少一者、較佳為第一密封劑為所述硬化性組成物。

【0097】 所述顯示面板可藉由任意的的方法製造。例如，顯示面板可藉由包含如下步驟的製造方法獲得：

1) 在相向基板與元件基板中的其中一個基板上以包圍顯示區域的方式將第一密封劑塗佈成框狀的步驟；

2) 在由塗佈成框狀的第一密封劑包圍的區域填充第二密封劑而形成密封劑層的步驟；

3) 對密封劑層照射光的步驟；

4) 經由被光照射的密封劑層而將其中一個基板與另一個基板貼合的步驟；以及

5) 對密封劑層進行加熱而使其硬化的步驟。

【0098】 在 1) 的步驟中，在相向基板與元件基板中的其中一個基板上、例如相向基板上，以包圍顯示區域的方式將第一密封劑塗佈成框狀。塗佈方法並無特別限制，例如能夠藉由分配器等進行塗佈。

【0099】 在 2) 的步驟中，在由塗佈成框狀的第一密封劑包圍的區域填充第二密封劑，形成密封劑層。

【0100】 在 3) 的步驟中，對密封劑層照射光。所照射的光根據作為第一密封劑的所述硬化性組成物中的光陽離子聚合起始劑的種類來適宜選擇，較佳為可見光區域的光，例如較佳為波長 370 nm 以上且 450 nm 以下的光。其原因在於，所述範圍的波長的光對驅動電極造成的損害相對較少。光的照射可使用發出紫外線或可見光的公知的光源，例如可使用金屬鹵化物燈。

【0101】 光照射量較佳為照射後的硬化性組成物中殘留適度的黏性的程度。例如，以 10 mW/cm^2 以上且 1000 mW/cm^2 以下的強度，可設為 1000 mJ/cm^2 以上且 10000 mJ/cm^2 以下。

【0102】 藉由光照射，開始第一密封劑及第二密封劑的硬化。再者，光照射結束後，基板的溫度有時上升至約 35°C 左右，有時在該狀態下待機。如此，在光照射後，並非立即貼合，而是在規定時間內處於待機狀態，藉此第一密封劑及第二密封劑的硬化適度地進行，成為黏度上升的狀態。

【0103】 在 4) 的步驟中，在第一密封劑及第二密封劑的黏度適度地上升的狀態下，經由該密封劑層而將相向基板與元件基板貼合。

【0104】 貼合是在真空腔室內，以將密封劑層壓潰的方式，利用壓製機等按壓元件基板與相向基板。此時，黏度相對較高的第一密封劑在第二密封劑的周圍以框狀存在，因此防止第二密封劑向外流出。

【0105】 在 5) 的步驟中，對貼合的積層物進行加熱，並對第一密封劑及第二密封劑進行加熱而使其硬化。

【0106】 加熱溫度只要是密封劑層硬化的溫度即可，就減少元件的熱所引起的損害的觀點而言，較佳為低溫，例如可為較 100°C 低的溫度，較佳為 40°C 以上且 90°C 以下，更佳為 60°C 以上且 85°C 以下。加熱時間亦取決於加熱溫度，例如為 60 分鐘以上且 120 分鐘以下。

【0107】 在所述實施形態中，在 3) 的步驟中，將被光照射時的硬化性組成物的黏度調整為規定的範圍。

【0108】 具體而言，當被光照射時，在由光陽離子聚合起始劑產生酸的同時，亦瞬間產生少量的自由基。例如，在硬化性化合物包含環氧化合物及(甲基)丙烯酸改質環氧化合物的情況下，藉由光照射而產生的酸大多被三級胺捕捉。因此，即便被光照射，環氧化合物亦幾乎不硬化，因此可將光照射後的黏度保持得低。

另一方面，由於藉由光照射而瞬間產生的少量的自由基，(甲基)丙烯酸改質環氧化合物可硬化。藉此，硬化性組成物的黏度適度地上升，更容易保持塗佈成的形狀。

如此，被光照射的硬化性組成物可在維持貼合時的流動性或黏性的同時良好地保持塗佈成的形狀。藉此，在 4) 的步驟中，可在維持貼合適應性的同時提高硬化物的密封性。

【0109】 另外，在 5) 的步驟中，藉由加熱而被三級胺捕捉的酸脫離，環氧化合物或(甲基)丙烯酸改質環氧化合物的環氧基反應並硬

化。該些結果為，獲得充分的接著強度。

【0110】再者，在所述實施形態中，示出了將所述硬化性組成物主要用作有機 EL 元件的密封劑的例子，但並不限於此，亦可用作 LED 元件（包含微型 LED）、液晶元件、半導體元件、太陽能電池元件等各種元件的密封劑或接著劑、觸控面板的層間填充劑。另外，所述硬化性組成物亦可用作塗佈於電動汽車的智能天線中使用的印刷基板、或色素增感太陽能電池中使用的具有配線下遮光部的基板般的不具有透光性的基板的密封劑或接著劑等。

[實施例]

【0111】以下，參照實施例及比較例進一步說明本發明。本發明的技術範圍並不由該些限定。

【0112】 1.材料的準備

1-1.硬化性化合物（A）

（1）環氧化合物（A1）

·環氧化合物（A1-1）：芳香族三官能環氧化合物（普林泰科（Printec）股份有限公司製造的 VG3101L、2-(縮水甘油基氧基苯基)丙基苯基-1,1-二(縮水甘油基氧基苯基)乙烷、固體狀）

·環氧化合物（A1-2）：雙酚 F 型環氧樹脂（三菱化學公司製造的 YL983U、二官能、液狀）

【0113】 （2）(甲基)丙烯酸改質環氧化合物（A2）

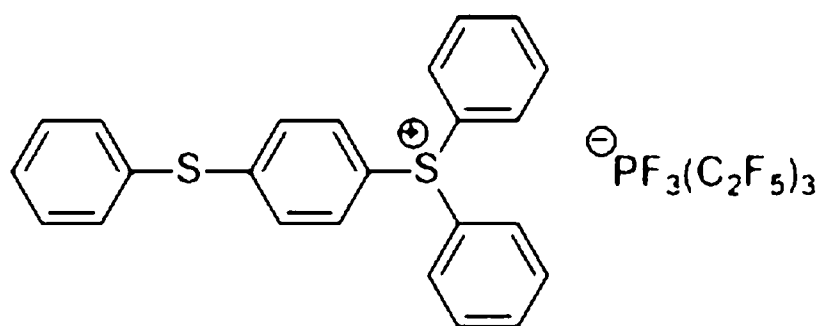
·(甲基)丙烯酸改質環氧化合物（A2-1）：丙烯酸改質雙酚 A 型環氧樹脂（新中村化學工業公司製造、EA-1010N、分子量 400）

·(甲基)丙烯酸改質環氧化合物(A2-2): 丙烯酸改質雙酚 A 型
環氧樹脂 (共榮社化學公司製造、環氧酯 (Epoxy Ester) 3000A)

【0114】 1-2.光陽離子聚合起始劑 (B)

·CPI-210S (三亞普羅 (San-Apro) 公司製造)

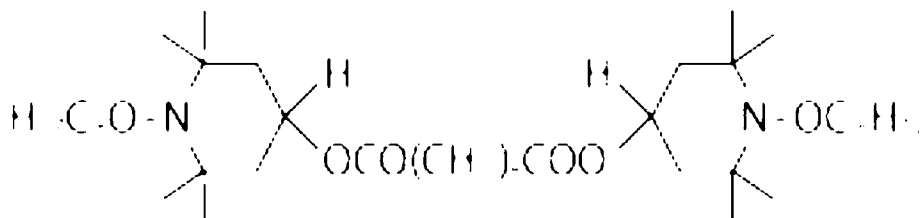
[化 4]



【0115】 1-3.三級胺 (C)

·下述式所表示的化合物 (日本巴斯夫 (BASF Japan) 公司製
造的帝奴彬 (Tinuvin) 123)

[化 5]



【0116】 1-4.無機填料 (D)

·無機填料 (D-1): 球狀二氧化矽 (德山 (Tokuyama) 公司製造、正弦密封 SP07M、平均粒徑 0.7 μm)

·無機填料 (D-2): 微粉狀二氧化矽 (德山 (Tokuyama) 公司製造、HM-30S、平均粒徑 7 nm)

·無機填料 (D-3): 球狀二氧化矽 (亞都瑪科技 (Admatechs) 公司製造、YA-010C、平均粒徑 10 nm)

【0117】 1-5.光增感劑 (E)

·UVS-1331 (愛沃特氣體 (Air Water) 公司製造)

【0118】 1-6.矽烷偶合劑 (F)

·KBM403 (信越化學工業公司製造)

【0119】 2.硬化性組成物的製備

(實施例 1)

利用輥混練機將 170 質量份的環氧化合物 (A1-1)、170 質量份的環氧化合物 (A1-2)、60 質量份的(甲基)丙烯酸改質環氧化合物 (A2)、15 質量份的光陽離子聚合起始劑 (B)、5 質量份的三級胺 (C)、500 質量份的無機填料 (D-1)、20 質量份的無機填料 (D-2)、15 質量份的無機填料 (D-3)、5 質量份的光增感劑 (E)、30 質量份的矽烷偶合劑 (F) 混合，獲得硬化性組成物。

【0120】 (實施例 2~實施例 9、比較例 1~比較例 7)

將各成分的調配量如表 1 或表 2 所示般變更，除此以外，以與實施例 1 同樣的方式獲得硬化性組成物。

【0121】 3.評價

對於實施例 1～實施例 9 及比較例 1～比較例 7 中獲得的硬化性組成物，藉由以下方法對（1）黏度、（2）光照射後的黏性、（3）貼合適應性、（4）接著試驗、及（5）形狀保持性進行評價。

【0122】 （1-1）黏度（光照射前）

使用 E 型黏度計（TVE-35L 型黏度計、東機產業公司製造、轉子名：3°×R9.7），依據 JIS K5600-2-3（2014 年）的錐板黏度計法，在 25°C 下對所獲得的硬化性組成物的黏度進行測定。測定時的錐板的轉速設為 2.5 轉/分鐘。

【0123】 （1-2）複黏度（光照射後）

使用哈克（Haake）公司製造的流變儀（Rheometer）（MARSIII），以測定頻率：1 Hz、單元間隙（測定時的硬化性組成物的厚度）30 μm 、溫度 25°C 對硬化性組成物進行測定，同時藉由金屬鹵化物燈以 UV 照度 100 mW/cm^2 照射累計光量 3000 mJ/cm^2 ，對 600 秒後的複黏度的值進行測定。

【0124】 （2）光照射後的黏性

對於所獲得的硬化性組成物，使用棒塗機 No.6，在 0.7 mm 厚的無鹼玻璃上製作厚度 10 μm 的塗膜。將所述塗膜在進行氮氣吹掃的同時在室溫（25°C）下放置 3 分鐘。其後，對所述塗膜照射紫外線（藉由波長 395 nm 的金屬鹵化物燈，以 UV 照度 100 mW/cm^2 計為累計光量 3000 mJ/cm^2 ）。繼而，利用穿著保護用具的手觸摸所述塗膜，確認黏性。然後，光照射後的黏性是基於以下的基準進行。

4：黏性充分殘留

3：黏性殘留

2：黏性雖然稍少，但是殘留

1：無黏性

若為 2 以上則設為良好。

【0125】（3）貼合適應性

作為第一密封劑（框膠材料），在所述製備的硬化性組成物中混練有 2 質量%的 5 μm 的球狀二氧化矽間隔物而成者。使用分配器將其在 0.7 mm 厚的無鹼玻璃上塗佈成 40 mm \times 40 mm 的形狀。塗佈的硬化性組成物的剖面積設為 5000 μm^3 。

繼而，向由第一密封劑包圍的區域滴加與區域的體積相當的第二密封劑（填充膠材料），在真空下實施貼合。再者，作為填充膠材料，使用熱硬化性環氧系填充膠材料。

取出貼合的積層物後，在 80 $^{\circ}\text{C}$ 下加熱 60 分鐘而獲得簡易面板。基於以下的基準對所獲得的簡易面板的貼合適應性進行評價。

○：貼合充分，填充有填充膠材料

△：可貼合，但框膠材料的黏度過高，未壓潰至間隙為 5 μm 為止，由框膠材料包圍的空間的體積保持大的狀態，結果產生了填充膠材料的填充不足

×：無法貼合，上下的基板不密接

若為○，則設為良好。

【0126】（4）接著強度

在 25 mm×45 mm×0.7 mm 的無鹼玻璃上，使用網版版將所獲得的硬化性組成物塗佈成圓狀。密封圖案設為直徑 1 mm 的圓狀。繼而，在硬化性組成物的塗膜上，將波長 365 nm 的光以照射強度 100 mW/cm² 自其中一個無鹼玻璃側照射 30 秒後，貼合成對的 0.7 mm 厚的無鹼玻璃，使用烘箱在 80°C 下加熱 60 分鐘，獲得積層物的樣品。

然後，將所獲得的樣品在 23°C 恆溫室中養護 24 小時後，利用拉伸試驗裝置（因特斯克（Intesco）製造的 210 型拉伸試驗裝置）在與表面平行的方向上以 2 mm/分鐘的速度拉伸，測定此時的應力。

【0127】（5）形狀保持性

對於所述（3）貼合適應性的評價用中製作的簡易面板，藉由電子顯微鏡觀察第一密封部（框膠）的形狀。然後，按以下的基準對形狀保持性進行評價。

- ：維持框膠的形狀
- △：框膠的形狀變形
- ×：框膠決口，填充膠材料流出

若為○，則設為良好。

【0128】 將實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 4 的評價結果示於表 1 中，將實施例 4～實施例 9 及比較例 5～比較例 7 的評價結果示於表 2 中。

【0129】 [表 1]

			單位	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	實施例 1	實施例 2	實施例 3
組成	硬化性化合物 (A)	環氧化合物 (A1-1)	質量份	150	170	150	150	170	170	170
		環氧化合物 (A1-2)		250	170	250	250	170	170	170
		(甲基)丙烯酸改質 環氧化合物 (A2-1)			60			60		60
		(甲基)丙烯酸改質 環氧化合物 (A2-2)							30	
	光陽離子聚合起始劑 (B)			15	15	15	15	15	15	15
	三級胺 (C)					5	2.5	5	5	5
	無機填料 (D)	(D-1)		500	500	500	500	500	500	
		(D-2)		5	5	5	5	5	5	5
		(D-3)		15	15	15	15	15	15	15
	光增感劑 (E)			5	5	5	5	5	5	5
矽烷偶合劑 (F)		30	30	30	30	30	30	30	30	
評價	UV 照射前 黏度		Pa·s	240	360	222	210	376	376	50
	UV 照射後 複黏度		Pa·s	1.E+06	1.E+06	8.E+02	6.E+04	1.E+04	1.E+04	9.E+03
	UV 照射後的黏性		-	1	1	4	1	4	4	4
	基板的貼合適應性			×	×	○	△	○	○	○
	接著強度		MPa	0	0	4.5	4	4.4	4.5	3.9
	形狀保持性 (耐洩漏性)		-	○	○	△	△	○	○	○

【0130】 [表 2]

			單位	比較例 5	實施例 4	比較例 6	比較例 7	實施例 5	實施例 6	實施例 7	實施例 8	實施例 9	
組成	硬化性化合物 (A)	環氧化合物 (A1-1)	質量份	100	100	100	50	100	100	50	50	50	
		環氧化合物 (A1-2)		200	200	200	200	200	200	200	200	200	
		(甲基)丙烯酸改質 環氧化合物 (A2-1)		50	50	50	50	50	50	50	50	50	
		(甲基)丙烯酸改質 環氧化合物 (A2-2)											
	光陽離子聚合起始劑 (B)			15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
	三級胺 (C)			10	10			5	10	5	10	10	
	無機填料 (D)	(D-1)		500	500	500	500	500	500	500	500	500	0
		(D-2)		20	20	20	20	20	20	20	20	20	0
		(D-3)		15	15	15	15	15	15	15	15	15	0
	光增感劑 (E)			5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
矽烷偶合劑 (F)		30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	
評價	UV 照射前 黏度		Pa·s	150	145	145	145	145	140	145	140	25	
	UV 照射後 複黏度		Pa·s	150	1.E+04	無法測定	無法測定	3.E+04	1.E+04	3.E+04	1.E+04	9.E+03	
	UV 照射後的黏性		-	4	4	1	1	3	4	3	4	4	
	基板的貼合適應性			○	○	×	×	○	○	○	○	○	
	接著強度		MPa	4.5	4.5	0	0	4.2	4.5	5.0	5.0	5.2	
	形狀保持性 (耐洩漏性)		-	△	○	○	○	○	○	○	○	○	

【0131】 如表 1 所示，可知實施例 1～實施例 3 的硬化性組成物相較於比較例 1 及比較例 2，光照射後的複黏度低，黏性殘留。藉此可知，貼合適應性高，接著強度亦變得良好。另外，可知實施例 1～實施例 3 的硬化性組成物相較於比較例 3 及比較例 4 的硬化性組成物，光照射後的複黏度適度高，加熱硬化時的形狀保持性高。

【0132】 另外，如表 2 所示，可知實施例 4～實施例 9 的硬化性組成物相較於比較例 6 及比較例 7 的硬化性組成物，光照射後的複黏度適度地低，黏性充分殘留。藉此可知，貼合適應性高，接著強度亦變得良好。另外，可知實施例 4～實施例 9 的硬化性組成物相較於比較例 5 的硬化性組成物，光照射後的複黏度適度高，加熱硬化時的形狀保持性更高。

【0133】 根據該些情況可知，不僅包含規定量以上的三級胺，而且光照射後的複黏度調整為 $1.0 \times 10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上且 $5.0 \times 10^4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以下的範圍的實施例 2～實施例 6 的硬化性組成物即便在光照射後亦維持規定的黏性，同時適度地增稠，貼合適應性與形狀保持性此兩者均優異。

【0134】 本申請案主張基於 2023 年 3 月 29 日提出申請的日本專利特願 2023-54123 的優先權。將該申請案說明書中記載的內容全部引用至本申請案說明書中。

[產業上的可利用性]

【0135】 藉由本發明，可提供一種具有低溫硬化性且可兼顧貼合適應性與形狀保持性的硬化性組成物。

【符號說明】

【0136】

無

【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種硬化性組成物，包含：

硬化性化合物、

光陽離子聚合起始劑、以及

三級胺，

相對於所述光陽離子聚合起始劑 100 質量份，所述三級胺的含量為 20 質量份以上，

將波長 365 nm 的光以照度 100 mW/cm² 照射累計光量 3000 mJ/cm² 後，經過 600 秒時的 25°C 下的複黏度為 1.0×10³ Pa·s 以上且 5.0×10⁴ Pa·s 以下。

【請求項2】 如請求項 1 所述的硬化性組成物，其中，

所述硬化性化合物包含：

環氧化合物、以及

(甲基)丙烯酸改質環氧化合物與(甲基)丙烯酸化合物中的至少一者。

【請求項3】 如請求項 1 所述的硬化性組成物，其中，

相對於所述硬化性化合物 100 質量份，所述三級胺的含量為 0.5 質量份以上且 20 質量份以下。

【請求項4】 如請求項 1 所述的硬化性組成物，其中，

所述三級胺是二官能的三級胺。

【請求項5】 如請求項 1 所述的硬化性組成物，其中，

所述三級胺具有 N-O 鍵。

【請求項6】 如請求項 1 所述的硬化性組成物，其中，

所述三級胺具有受阻結構。

【請求項7】 一種密封劑，包含如請求項 1 至 6 中任一項所述的硬化性組成物。

【請求項8】 一種框密封劑，包含如請求項 1 至 6 中任一項所述的硬化性組成物。

【請求項9】 一種顯示面板，具有：

元件基板，配置有元件；

相向基板，隔著所述元件而與所述元件基板相向地配置；以及

密封部，配置於所述元件基板與所述相向基板之間，用於對所述元件進行密封，

所述密封部包含如請求項 7 所述的密封劑的硬化物。

【請求項10】 一種顯示面板的製造方法，包含：

在元件基板與相向基板中的任一者的面上，沿著顯示區域的外周將第一密封劑塗佈成框狀的步驟；

在由所述第一密封劑包圍的區域填充第二密封劑而形成密封劑層的步驟；

對所述密封劑層照射光的步驟；

經由被光照射的所述密封劑層而將其中一個基板與另一個基板貼合的步驟；以及

對所述密封劑層進行加熱而使其硬化的步驟，

所述第一密封劑及所述第二密封劑中的至少一者是如請求項
7 所述的密封劑。