



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107432060 B

(45)授权公告日 2020.05.15

(21)申请号 201680017857.1

(22)申请日 2016.03.25

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107432060 A

(43)申请公布日 2017.12.01

(30)优先权数据
2015-064849 2015.03.26 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2017.09.22

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2016/059593 2016.03.25

(87)PCT国际申请的公布数据
W02016/153030 JA 2016.09.29

(73)专利权人 日本瑞翁株式会社
地址 日本东京

(72)发明人 原井谦一

(74)专利代理机构 北京柏杉松知识产权代理事
务所(普通合伙) 11413
代理人 赵曦 刘继富

(51)Int.Cl.
H05B 33/04(2006.01)
H01L 51/50(2006.01)

(56)对比文件
WO 2014/156593 A1,2014.10.02,说明书第
0060段、以及附图3.
CN 102026805 A,2011.04.20,说明书第
0083段.
CN 103943786 A,2014.07.23,说明书第
0037段、以及附图2-3.
JP 特开2008-226471 A,2008.09.25,全文.

审查员 王新建

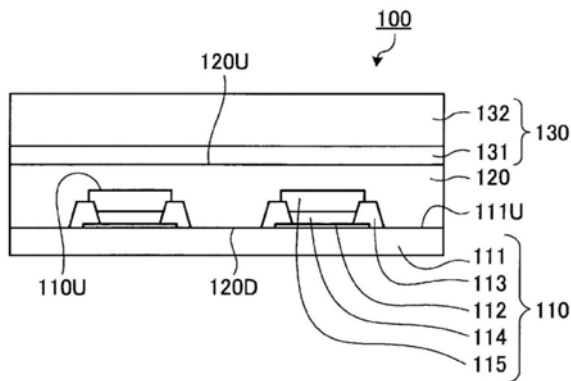
权利要求书1页 说明书30页 附图2页

(54)发明名称

封装材料、封装材料的制造方法、以及发光
装置的制造方法

(57)摘要

本发明涉及一种封装材料,其是用于封装发
光元件的封装材料,上述封装材料具有可与上述
发光元件接触的贴合面,上述贴合面的算术平均
粗糙度为10nm以上且1000nm以下。封装材料的90
°C时的储能模量优选为10MPa以上。封装材料优
选包含金属化合物。本发明还涉及一种发光装置
的制造方法,其包含以下工序:使上述的封装材
料的贴合面贴合于发光元件的工序,以及使阻隔
构件贴合于上述封装材料的与上述贴合面相反
侧的面的工序。



1. 一种封装材料的制造方法,所述封装材料是用于封装发光元件的封装材料,所述封装材料具有能够与所述发光元件接触的贴合面,所述贴合面的算术平均粗糙度为10nm以上且900nm以下,所述制造方法包含:
对用于形成封装材料的树脂进行成型而得到树脂膜的工序,以及
对所述树脂膜的面进行加工从而形成算术平均粗糙度为10nm以上且900nm以下的贴合面的工序。
2. 根据权利要求1所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料的90℃时的储能模量为10MPa以上。
3. 根据权利要求1或2所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料的23℃时的拉伸模量为1500MPa以下。
4. 根据权利要求1或2所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料是由热塑性树脂形成的。
5. 根据权利要求3所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料是由热塑性树脂形成的。
6. 根据权利要求4所述的封装材料的制造方法,其中,所述热塑性树脂包含芳香族乙烯基化合物-共轭二烯嵌段共聚物的氢化物。
7. 根据权利要求5所述的封装材料的制造方法,其中,所述热塑性树脂包含芳香族乙烯基化合物-共轭二烯嵌段共聚物的氢化物。
8. 根据权利要求1~2、5~7中任一项所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料包含金属化合物。
9. 根据权利要求3所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料包含金属化合物。
10. 根据权利要求4所述的封装材料的制造方法,其中,所述封装材料包含金属化合物。
11. 根据权利要求1或2所述的封装材料的制造方法,其中,所述贴合面的算术平均粗糙度为20nm以上且900nm以下。
12. 一种发光装置的制造方法,其包含:
使通过权利要求1~11中任一项所述的制造方法得到的封装材料的贴合面贴合于发光元件的工序,以及
使阻隔构件贴合于所述封装材料的与所述贴合面相反侧的面的工序。

封装材料、封装材料的制造方法、以及发光装置的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及封装材料、封装材料的制造方法以及使用了该封装材料的发光装置的制造方法。

背景技术

[0002] 有机电致发光元件(以下,有时酌情称为“有机EL元件”。)通常能够薄膜化和可挠化。因此,使用有机EL元件进行了各种各样的发光装置的开发。

[0003] 有机EL元件包含易受到水和空气的损害的有机材料。因此,在具有有机EL元件的发光装置中,为了从水和空气中保护有机材料,通常对有机EL元件进行封装(参考专利文献1)。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:国际公开第2014/91941号(对应他国公报:欧洲专利申请公开第2930210号说明书)。

发明内容

[0007] 发明要解决的问题

[0008] 具有经封装了的有机EL元件的发光装置通常具有用合适的阻隔构件来覆盖有机EL元件的封装结构。在此,封装结构能够分为将有机EL元件和阻隔构件之间的空间空出的中空封装结构、以及将上述的空间用封装材料填充的密合封装结构。其中,由于发光装置容易可挠化,因此近年来密合封装结构成为主流。

[0009] 作为密合封装的方法,可举出使用热固性树脂和光固性树脂等固化性树脂作为封装材料的方法。在该方法中,通过在有机EL元件和阻隔构件之间填充固化性树脂并使其固化来进行封装。然而,当使用固化性树脂作为封装材料时,有时由于固化时树脂的收缩会导致有机EL元件受到损伤。

[0010] 此外,作为其它的方法,可举出使用像膜材料和凝胶材料这样柔软性高的封装材料的方法。在该方法中,通过在有机EL元件和阻隔构件之间填充封装材料来进行封装。然而,当使用这样的柔软性高的封装材料进行封装时,有时在弯曲发光装置时阻隔构件与有机EL元件接触,有机EL元件会受到损伤。

[0011] 因此,申请人提出了专利文献1中的通过对膜状的封装材料进行压制从而进行封装的技术方案。

[0012] 然而,在专利文献1记载的那样的通过膜状的封装材料的压制而进行的封装中,有时有机EL元件和封装材料之间会产生气泡,无法进行充分地封装。此外,在通过膜状的封装材料的压制而进行的封装中,在使封装材料和有机EL元件贴合时,有时有机EL元件由于压力会受到损伤,产生黑斑。在此,黑斑是指发光元件局部不能发光的部分(发光缺陷)。

[0013] 关于上述那样的封装的问题,有时在对有机EL元件以外的发光元件进行封装的情

况下也会产生。因此,普遍地期望开发能够抑制气泡和黑斑的产生,并且能够对发光元件进行封装的技术。

[0014] 本发明是鉴于上述的问题而创立的,目的在于提供:一种能够抑制气泡和黑斑的产生,并且能够对发光元件进行封装的封装材料;其制造方法;以及具有使用上述封装材料被封装了的发光元件的发光装置的制造方法。

[0015] 用于解决问题的方案

[0016] 本发明人为了解决上述问题进行了深入研究,结果发现,通过使用用于封装发光元件的封装材料的、可与上述发光元件接触的贴合面以具有规定的算术平均粗糙度的方式变得粗糙,从而能够抑制封装时气泡和黑斑的产生,由此完成了本发明。

[0017] 即,本发明如下所述

[0018] [1]一种封装材料,其是用于封装发光元件的封装材料,

[0019] 上述封装材料具有能够与上述发光元件接触的贴合面,

[0020] 上述贴合面的算术平均粗糙度为10nm以上且1000nm以下。

[0021] [2]根据[1]所述的封装材料,其中,上述封装材料的90℃时的储能模量为10MPa以上。

[0022] [3]根据[1]或[2]所述的封装材料,其中,上述封装材料的23℃时的拉伸模量为1500MPa以下。

[0023] [4]根据[1]~[3]中任一项所述的封装材料,其中,上述封装材料是由热塑性树脂形成的。

[0024] [5]根据[4]所述的封装材料,其中,上述热塑性树脂包含芳香族乙烯基化合物-共轭二烯嵌段共聚物的氢化物。

[0025] [6]根据[1]~[5]中任一项所述的封装材料,其中,上述封装材料包含金属化合物。

[0026] [7]一种[1]~[6]中任一项所述的封装材料的制造方法,其包含:

[0027] 对用于形成封装材料的树脂进行成型而得到树脂膜的工序,以及

[0028] 对上述树脂膜的面进行加工从而形成算术平均粗糙度为10nm以上且1000nm以下的贴合面的工序。

[0029] [8]一种发光装置的制造方法,其包含:

[0030] 使[1]~[6]中任一项所述的封装材料的贴合面贴合于发光元件的工序,以及

[0031] 使阻隔构件贴合于上述封装材料的与上述贴合面相反侧的面的工序。

[0032] 发明效果

[0033] 根据本发明,可提供一种能够抑制气泡和黑斑的产生,并且能够对发光元件进行封装的封装材料;其制造方法;以及具有使用上述封装材料被封装了的发光元件的发光装置的制造方法。

附图说明

[0034] 图1为示意性地表示本发明的第一实施方式的发光装置的纵剖面图。

[0035] 图2为示意性地表示本发明的第一实施方式的发光装置中所包含的有机EL元件的立体图。

[0036] 图3为示意性地表示本发明的第二实施方式的发光装置的纵剖面图。

[0037] 图4为示意性地表示本发明的第三实施方式的发光装置的纵剖面图。

具体实施方式

[0038] 以下,示出实施方式及例示物对本发明详细地说明。但是,本发明并不限于以下所示的实施方式及例示物等,在不脱离本发明的请求的范围及其同等的范围的范围内可以任意地变更实施。

[0039] [1.封装材料的贴合面]

[0040] 本发明的封装材料为用于封装发光元件的构件。该封装材料具有可与发光元件接触的贴合面,通过使该贴合面与发光元件贴合,从而对发光元件进行封装。通常,封装材料为例如膜、片及平板等具有面的构件,封装材料具有贴合面作为这些面的至少一个。

[0041] 封装材料的贴合面的算术平均粗糙度Ra通常为10nm以上,优选为20nm以上,更优选为50nm以上,通常为1000nm以下,优选为900nm以下,更优选为750nm以下。通过使贴合面的算术平均粗糙度Ra成为上述范围的下限值以上,从而在使封装材料与发光元件贴合而对发光元件进行封装时,能够使空气高效地从封装材料与发光元件之间逃逸。因此,能够抑制在发光元件和封装材料之间产生气泡。此外,通过使贴合面的算术平均粗糙度Ra成为上述范围的上限值以下,从而在使封装材料与发光元件贴合而对发光元件进行封装时,能够抑制对发光元件的一部分局部地施加大的压力。因此,能够抑制由于上述的局部的压力而导致的发光元件的损伤,所以能够抑制黑斑的产生。

[0042] 通常,使用封装材料对发光元件进行封装时,可使封装材料的与贴合面相反侧的面与阻隔构件贴合。因此,在发光装置中,封装材料的与贴合面相反侧的面通常与阻隔构件接触。在此,在与阻隔构件贴合时,为了抑制在封装材料与阻隔构件之间形成气泡,封装材料的可与阻隔构件接触的面优选成为具有规定的算术平均粗糙度Ra的粗糙面。封装材料的可与阻隔构件接触的面的具体的算术平均粗糙度Ra优选为10nm以上,更优选为20nm以上,特别优选为50nm以上,优选为1000nm以下,更优选为900nm以下,特别优选为750nm以下。通过使封装材料的可与阻隔构件接触的面的算术平均粗糙度Ra成为上述范围的下限值以上,从而能够抑制在封装材料与阻隔构件之间形成气泡,此外,通过成为上述范围的上限值以下,从而能够抑制发光元件的损伤,抑制黑斑的产生。

[0043] 封装材料的贴合面的算术平均粗糙度Ra可通过使用原子力显微镜对封装材料的贴合面进行观察来测定。

[0044] [2.封装材料的材料]

[0045] 上述那样的封装材料通常由树脂形成。作为上述的树脂优选热塑性树脂。热塑性树脂通过加热到规定的封装温度而增塑化并变得柔软,因此能够容易地与发光元件密合来进行封装。这样的热塑性树脂通常包含热塑性的聚合物和根据需要添加的任意的成分。

[0046] [2.1聚合物]

[0047] 作为聚合物,优选使用弹性体。弹性体是指即使不进行加硫处理也在室温具有橡胶弹性的聚合物。在此,室温通常指的是25℃。在以下的说明中,将包含弹性体和根据需要添加的任意的成分的树脂有时酌情地称为“弹性体树脂”。弹性体树脂通常不包含残留溶剂,即使包含其量也很少,因此脱气(outgas)少。因此,弹性树脂在低压环境下不易产生气

体,因此能够抑制来自封装材料的气体导致的发光元件的劣化。

[0048] 作为弹性体,优选嵌段共聚物弹性体和加氢嵌段共聚物弹性体。嵌段共聚物弹性体是指由嵌段共聚物形成的弹性体。此外,加氢嵌段共聚物弹性体是指由嵌段共聚物的氢化物形成的弹性体。通常,嵌段共聚物及其氢化物能够根据其分子结构中所包含的聚合物嵌段的种类和比率来调节性状。在嵌段共聚物及其氢化物为弹性体的情况下,该嵌段共聚物通常在分子中包含作为具有弹性的橡胶成分(即软链段)的聚合物嵌段、以及作为用于防止塑性变形的分子约束成分(即硬链段)的聚合物嵌段。

[0049] 作为上述的嵌段共聚物,优选芳香族乙烯基化合物-共轭二烯嵌段共聚物。在此,芳香族乙烯基化合物-共轭二烯嵌段共聚物是指具有聚合物嵌段[A]和聚合物嵌段[B]的嵌段共聚物,上述聚合物嵌段[A]是将芳香族乙烯基化合物单元作为主成分的,上述聚合物嵌段[B]是将链状共轭二烯化合物单元作为主成分的。此外,芳香族乙烯基化合物单元是指具有将芳香族乙烯基化合物聚合而形成的结构的结构单元。进而,链状共轭二烯化合物单元是指具有将链状共轭二烯化合物聚合而形成的结构的结构单元。这些嵌段共聚物及其氢化物也可以是用例如烷氧基甲硅烷、羧酸、羧酸酐等改性的化合物。

[0050] 其中,作为弹性体,优选将特定的嵌段共聚物氢化的氢化物,上述特定的嵌段共聚物具有聚合物嵌段[A]和聚合物嵌段[B],上述聚合物嵌段[A]是将芳香族乙烯基化合物单元作为主成分的,且每1分子共聚物中具有2个以上,上述聚合物嵌段[B]是将链状共轭二烯化合物单元作为主成分的,且每1分子共聚物中具有1个以上。

[0051] (2.1.1特定的嵌段共聚物)

[0052] 特定的嵌段共聚物具有的聚合物嵌段[A]具有芳香族乙烯基化合物单元。作为与该聚合物嵌段[A]具有的芳香族乙烯基化合物单元相对应的芳香族乙烯基化合物,可举出例如苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、2-甲基苯乙烯、3-甲基苯乙烯、4-甲基苯乙烯、2,4-二异丙基苯乙烯、2,4-二甲基苯乙烯、4-叔丁基苯乙烯、5-叔丁基-2-甲基苯乙烯、4-单氯苯乙烯、二氯苯乙烯、4-单氟苯乙烯、4-苯基苯乙烯等。这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。其中,从吸湿性的方面出发,优选不含有极性基团的化合物。进而,从工业上容易获得、耐冲击性的观点出发,特别优选苯乙烯。

[0053] 聚合物嵌段[A]中的芳香族乙烯基化合物单元的含有率优选为90重量%以上,更优选为95重量%以上,特别优选为99重量%以上。在聚合物嵌段[A]中,通过使芳香族乙烯基化合物单元的量成为上述那样多,从而能够提高封装材料的耐热性。

[0054] 聚合物嵌段[A]除了芳香族乙烯基化合物单元以外,也可以包含任意的结构单元。作为任意的结构单元,可举出例如链状共轭二烯化合物单元、具有将芳香族乙烯基化合物以外的乙烯基化合物聚合而形成的结构的结构单元等。

[0055] 作为与链状共轭二烯化合物单元相对应的链状共轭二烯化合物,可举出例如与作为与聚合物嵌段[B]具有的链状共轭二烯化合物单元相对应的链状共轭二烯化合物的例子举出的化合物相同的例子。此外,链状共轭二烯化合物,可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0056] 作为芳香族乙烯基化合物以外的乙烯基化合物,可举出例如:链状乙烯基化合物;环状乙烯基化合物;具有腈基、烷氧基羰基、羟基羰基、或卤基的乙烯基化合物;不饱和的环状酸酐;不饱和酰亚胺化合物等。其中,从吸湿性的方面出发,优选:乙烯、丙烯、1-丁烯、1-

戊烯、1-己烯、1-庚烯、1-辛烯、1-壬烯、1-癸烯、1-十二碳烯、1-二十碳烯、4-甲基-1-戊烯、4,6-二甲基-1-庚烯等链状烯烃;乙烯基环己烷等环状烯烃;等不含有极性基团的化合物。其中,更优选链状烯烃,特别优选乙烯和丙烯。此外,这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0057] 聚合物嵌段[A]中的任意的结构单元的含有率优选为10重量%以下,更优选为5重量%以下,特别优选为1重量%以下。

[0058] 1分子嵌段共聚物中的聚合物嵌段[A]的个数优选为2个以上,优选为5个以下,更优选为4个以下,特别优选为3个以下。1分子中具有多个聚合物嵌段[A]可以彼此相同,也可以彼此不同。

[0059] 在1分子的嵌段共聚物中存在多个不同的聚合物嵌段[A]的情况下,在聚合物嵌段[A]中,将重均分子量最大的聚合物嵌段的重均分子量设为 $M_w(A1)$,将重均分子量最少的聚合物嵌段的重均分子量设为 $M_w(A2)$ 。这时, $M_w(A1)$ 和 $M_w(A2)$ 的比“ $M_w(A1)/M_w(A2)$ ”优选为2.0以下,更优选为1.5以下,特别优选为1.2以下。由此,能够将各种物性值的偏差抑制得小。

[0060] 另一方面,嵌段共聚物具有的聚合物嵌段[B]具有链状共轭二烯化合物单元。作为与该聚合物嵌段[B]具有的链状共轭二烯化合物单元相对应的链状共轭二烯化合物,可举出例如1,3-丁二烯、异戊二烯、2,3-二甲基-1,3-丁二烯、1,3-戊二烯等。这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。其中,从吸湿性的方面出发,优选不含有极性基团的化合物,特别优选1,3-丁二烯和异戊二烯。

[0061] 聚合物嵌段[B]中的链状共轭二烯化合物单元的含有率优选为90重量%以上,更优选为95重量%以上,特别优选为99重量%以上。在聚合物嵌段[B]中,通过使链状共轭二烯化合物单元的量成为上述那样多,从而能够提高封装材料在低温时的耐冲击性。

[0062] 聚合物嵌段[B]除了链状共轭二烯化合物单元以外,也可以包含任意的结构单元。作为任意的结构单元,可举出例如芳香族乙烯基化合物单元、以及具有将芳香族乙烯基化合物以外的乙烯基化合物聚合而形成的结构的结构单元等。作为这些的芳香族乙烯基化合物单元、以及具有将芳香族乙烯基化合物以外的乙烯基化合物聚合而形成的结构的结构单元,可举出例如作为可在聚合物嵌段[A]中包含的结构单元所例示的结构单元。

[0063] 聚合物嵌段[B]中的任意的结构单元的含有率优选为10重量%以下,更优选为5重量%以下,特别优选为1重量%以下。特别地,通过降低聚合物嵌段[B]中的芳香族乙烯基化合物单元的含有率,从而能够使封装材料在低温时的柔软性提高,使封装材料在低温时的耐冲击性提高。

[0064] 1分子嵌段共聚物中的聚合物嵌段[B]的个数通常为1个以上,也可以为2个以上。在嵌段共聚物中的聚合物嵌段[B]的个数为2个以上的情况下,聚合物嵌段[B]可以彼此相同,也可以彼此不同。

[0065] 此外,在1分子的嵌段共聚物中存在多个不同的聚合物嵌段[B]的情况下,在聚合物嵌段[B]中,将重均分子量最大的聚合物嵌段的重均分子量设为 $M_w(B1)$,将重均分子量最少的聚合物嵌段的重均分子量设为 $M_w(B2)$ 。这时, $M_w(B1)$ 和 $M_w(B2)$ 的比“ $M_w(B1)/M_w(B2)$ ”优选为2.0以下,更优选为1.5以下,特别优选为1.2以下。由此,能够将各种物性值的偏差抑制得小。

[0066] 嵌段共聚物的嵌段方式可以是线性嵌段,也可以是径向嵌段。其中,线性嵌段的机械强度优异,因此优选。

[0067] 在嵌段共聚物具有线性嵌段方式的情况下,其两端为聚合物嵌段[A],由此能够将弹性树脂的粘性抑制到所期望的低值,因此优选。

[0068] 嵌段共聚物的特别优选的嵌段方式为:如由[A]-[B]-[A]表示的那样,聚合物嵌段[A]键合于聚合物嵌段[B]两端的三嵌段共聚物;如由[A]-[B]-[A]-[B]-[A]表示的那样,聚合物嵌段[B]键合于聚合物嵌段[A]的两端、进而在该两个聚合物嵌段[B]的另一端分别键合聚合物嵌段[A]的五嵌段共聚物。特别地,[A]-[B]-[A]的三嵌段共聚物由于制造容易且能够使粘度等物性成为所期望的范围,因此特别优选。

[0069] 在嵌段共聚物中,全部聚合物嵌段[A]在嵌段共聚物总体中所占的重量百分比 w_A 、与全部聚合物嵌段[B]在嵌段共聚物总体中所占的重量百分比 w_B 之比(w_A/w_B)优选为20/80以上,更优选为30/70以上,优选为60/40以下,更优选为55/45以下。通过使上述的比 w_A/w_B 成为上述范围的下限值以上,从而能够使封装材料的耐热性提高。此外,通过成为上限值以下,从而能够提高封装材料的柔软性,能够稳定且良好地维持封装材料的封装能力。进而,由于通过降低嵌段共聚物的玻璃化转变温度从而可降低封装温度,因此能够抑制发光元件的热劣化。

[0070] 上述的嵌段共聚物的重均分子量(M_w)优选为30000以上,更优选为40000以上,特别优选为50000以上,优选为200000以下,更优选为150000以下,特别优选为100000以下。

[0071] 此外,嵌段共聚物的分子量分布(M_w/M_n)优选为3以下,更优选为2以下,特别优选为1.5以下,优选为1.0以上。在此, M_n 表示数均分子量。

[0072] 上述嵌段共聚物的重均分子量及分子量分布可利用将四氢呋喃(THF)作为溶剂的凝胶渗透气相色谱法(GPC),作为聚苯乙烯换算值而测定。

[0073] 作为嵌段共聚物的制造方法的例子,在制造具有3个聚合物嵌段的嵌段共聚物的情况下,可举出例如下述的制造方法1和2。在此,称为“单体组合物”的材料不仅包含2种以上物质的混合物,还包含由单一物质形成的材料。

[0074] (制造方法1)其为具有以下工序的方法:第一工序,使含有芳香族乙烯基化合物的单体组合物(a1)聚合而形成聚合物嵌段[A],

[0075] 第二工序,在该聚合物嵌段[A]的一端,使含有链状共轭二烯化合物的单体组合物(b1)聚合而形成聚合物嵌段[B],从而形成[A]-[B]的二嵌段聚合物,以及

[0076] 第三工序,在该二嵌段聚合物的嵌段[B]侧的末端,使含有芳香族乙烯基化合物的单体组合物(a2)聚合而得到嵌段共聚物。其中,单体组合物(a1)和单体组合物(a2)可以相同也可以不同。

[0077] (制造方法2)其为具有以下工序的方法:第一工序,使含有芳香族乙烯基化合物的单体组合物(a1)聚合而形成聚合物嵌段[A],

[0078] 第二工序,在该聚合物嵌段[A]的一端,使含有链状共轭二烯化合物的单体组合物(b1)聚合而形成聚合物嵌段[B],从而形成[A]-[B]的二嵌段聚合物,以及

[0079] 第三工序,利用偶联剂使该二嵌段聚合物的聚合物嵌段[B]侧的末端彼此偶联,从而得到嵌段共聚物。

[0080] 作为将单体组合物聚合从而得到各自的聚合物嵌段的方法,可使用例如自由基聚

合、阴离子聚合、阳离子聚合、配位阴离子聚合、配位阳离子聚合等。从使聚合操作及后续工序的氢化反应变得容易的观点出发,优选通过活性聚合进行自由基聚合、阴离子聚合及阳离子聚合等的方法,特别优选通过活性阴离子聚合进行的方法。

[0081] 在聚合引发剂的存在下,上述的单体组合物的聚合可在优选0℃以上、更优选10℃以上、特别优选20℃以上、此外优选100℃以下、更优选80℃以下、特别优选70℃以下的温度范围进行。

[0082] 在进行活性阴离子聚合的情况下,作为聚合引发剂,可使用例如:正丁基锂、仲丁基锂、叔丁基锂、己基锂等单烷基有机锂;二锂甲烷、1,4-二锂丁烷、1,4-二锂-2-乙基环己烷等多官能性有机锂化合物等。这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0083] 聚合反应的方式可使用例如溶液聚合及浆料聚合等。其中,当使用溶液聚合时,容易除去反应热。

[0084] 在进行溶液聚合的情况下,作为溶剂,可使用各工序中得到的聚合物可溶解的惰性溶剂。作为惰性溶剂,可举出例如:正戊烷、异戊烷、正己烷、正庚烷、异辛烷等脂肪族烃类;环戊烷、环己烷、甲基环戊烷、甲基环己烷、十氢化萘等脂环式烃类;苯、甲苯等芳香族烃类等。这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。其中,当使用脂环式烃类作为溶剂时,由于在氢化反应中也能够作为惰性溶剂而直接使用,并且嵌段共聚物的溶解性也良好,因此优选。溶剂的使用量相对于100重量份的全部使用的单体,优选为200重量部~2000重量部。

[0085] 在各自的单体组合物为包含2种以上单体的情况下,为了防止仅某单组分的链增长,可使用例如无规化剂(randomizer)。特别在通过阴离子聚合进行聚合反应的情况下,优选使用例如路易斯碱化合物等作为无规化剂。作为路易斯碱化合物,可举出例如:二甲醚、二乙醚、二异丙基醚、二丁基醚、四氢呋喃、二苯基醚、乙二醇二乙醚、乙二醇甲基苯基醚等醚化合物;四甲基乙二胺、三甲胺、三乙胺、吡啶等叔胺化合物;叔戊醇钾、叔丁醇钾等碱金属烷醇基化合物;三苯基膦等膦化合物;等。这些可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0086] (2.1.2特定的嵌段共聚物的氢化物)

[0087] 作为用于形成封装材料的弹性体,优选使用上述特定的嵌段共聚物的氢化物。通过将特定的嵌段共聚物氢化来使用,能够进一步降低来自封装材料的脱气的量。

[0088] 该嵌段共聚物的氢化物是将上述的特定的嵌段共聚物的不饱和键氢化而得到的。在此,在嵌段共聚物的不饱和键中,均包含嵌段共聚物的主链和侧链的芳香性及非芳香性的碳-碳不饱和键。氢化率优选为嵌段共聚物的全部不饱和键的90%以上,更优选为97%以上,特别优选为99%以上。氢化率越高,能够使封装材料的耐热性及耐光性越良好。在此,氢化物的氢化率可通过基于¹H-NMR的测定来求得。

[0089] 特别地,非芳香性的不饱和键的氢化率优选为95%以上,更优选为99%以上。通过提高非芳香性的碳-碳不饱和键的氢化率,能够进一步提高封装材料的耐光性和抗氧化性。

[0090] 此外,芳香性的碳-碳不饱和键的氢化率优选为90%以上,更优选为93%以上,特别优选为95%以上。通过提高芳香环的碳-碳不饱和键的氢化率,能够提高将聚合物嵌段[A]氢化而得到的聚合物嵌段的玻璃化转变温度,因此能够有效地提高封装材料的耐热性。

进而,能够降低封装材料的光弹性系数,抑制封装时显现的不期望的延迟量。

[0091] 嵌段共聚物的氯化物的重均分子量 (M_w) 优选为30000以上,更优选为40000以上,特别优选为45000以上,优选为200000以下,更优选为150000以下,特别优选为100000以下。此外,嵌段共聚物的氯化物的分子量分布 (M_w/M_n) 优选为3以下,更优选为2以下,特别优选为1.5以下,优选为1.0以上。通过使嵌段共聚物的氯化物的重均分子量 M_w 和分子量分布 M_w/M_n 处于上述的范围,能够使封装材料的机械强度和耐热性提高。上述嵌段共聚物的氯化物的重均分子量及分子量分布,可利用将四氢呋喃作为溶剂的凝胶渗透色谱法,以聚苯乙烯换算值来测定。

[0092] 在嵌段共聚物的氯化物中,全部聚合物嵌段[A]在嵌段共聚物总体中所占的重量百分比 w_A 、与全部聚合物嵌段[B]在嵌段共聚物总体中所占的重量百分比 w_B 之比 (w_A/w_B) 通常成为与氯化前的嵌段共聚物中的比 w_A/w_B 相同的值。

[0093] 进而,嵌段共聚物的氯化物优选其分子结构中具有烷氧基甲硅烷基。具有该烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物可通过例如使烷氧基甲硅烷基与不具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物键合,从而得到。这时,可以使烷氧基甲硅烷基直接与嵌段共聚物的氯化物键合,也可以经由例如亚烷基等2价的有机基团使其键合。

[0094] 具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物与玻璃、无机物、金属等材料的粘接性特别优异。因此,在使用封装材料对发光元件进行封装的情况下,能特别提高封装材料与发光元件的粘接性。因此,即使在高温高湿环境长时间暴露后,封装材料也能够维持充分的粘接力。

[0095] 烷氧基甲硅烷基的导入量相对于100重量份的烷氧基甲硅烷基导入前的嵌段共聚物的氯化物,优选为0.1重量份以上,更优选为0.2重量份以上,特别优选为0.3重量份以上,优选为10重量份以下,更优选为5重量份以下,特别优选为3重量份以下。当使烷氧基甲硅烷基的导入量处于上述范围时,则能够防止由于水分等而被分解的烷氧基甲硅烷基彼此的交联度过高,能够较高地维持密封材料的粘接性。

[0096] 烷氧基甲硅烷基的导入量可使用 $^1\text{H-NMR}$ 光谱来测量。此外,在对烷氧基甲硅烷基的导入量进行测量时,在导入量少的情况下,可增加累计次数来测量。

[0097] 具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物的分子量由于导入的烷氧基甲硅烷基的量少,因此通常与导入烷氧基甲硅烷基前的嵌段共聚物的氯化物的分子量相比没有大的变化。但是,由于在导入烷氧基甲硅烷基时,在过氧化物的存在下使嵌段共聚物的氯化物进行改性反应,因此该氯化物进行了交联反应和切断反应,分子量分布有较大地变化的倾向。具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物的重均分子量优选为30000以上,更优选为40000以上,特别优选为50000以上,优选为200000以下,更优选为150000以下,特别优选为120000以下。此外,具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物的分子量分布 (M_w/M_n) 优选为3.5以下,更优选为2.5以下,特别优选为2.0以下,优选为1.0以上。当具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物的重均分子量 M_w 和分子量分布 M_w/M_n 为该范围时,能够维持封装材料的良好机械强度及拉伸伸长率。上述的具有烷氧基甲硅烷基的嵌段共聚物的氯化物的重均分子量及分子量分布,可利用将四氢呋喃作为溶剂的凝胶渗透色谱法,以聚苯乙烯换算值来测定。

[0098] 上述那样的嵌段共聚物的氯化物的制造方法通常包含将上述的特定的嵌段共聚

物进行氢化。作为氢化方法,优选能够提高氢化率、嵌段共聚物的链切断反应少的氢化方法。作为这样的优选的氢化方法,可举出例如使用包含选自镍、钴、铁、钛、铈、钪、铂、钕、及铼中至少1种的金属的氢化催化剂进行氢化的方法。氢化催化剂可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。氢化催化剂均能够使用非均相催化剂、均相催化剂。此外,氢化反应优选在有机溶剂中进行。

[0099] 非均相催化剂例如可以以金属或金属化合物的状态使用,也可以负载于合适的载体上使用。作为载体,可举出例如活性炭、二氧化硅、氧化铝、碳酸钙、二氧化碳、氧化镁、氧化锆、硅藻土、碳化硅、氟化钙等。催化剂的负载量相对于催化剂和载体的合计量,优选为0.1重量%以上,更优选为1重量%以上,优选为60重量%以下,更优选为50重量%以下。此外,负载型催化剂的比表面积优选为 $100\text{m}^2/\text{g}\sim 500\text{m}^2/\text{g}$ 。进而,负载型催化剂的平均细孔径优选为 100\AA 以上,更优选为 200\AA 以上,优选为 1000\AA 以下,优选为 500\AA 以下。在此,比表面积可通过测定氮吸附量并使用BET式来求得。此外,平均细孔径可通过压汞法来测定。

[0100] 作为均相催化剂,能够使用例如:将镍、钴、钛或铁的化合物与有机金属化合物组合了的催化剂;铈、钪、铂、钕、铼等有机金属配位化合物催化剂等。

[0101] 作为镍、钴、钛或铁的化合物,可举出例如各金属的乙酰丙酮化合物、羧酸盐、环戊二烯化合物等。

[0102] 此外,作为有机金属化合物,可举出例如三乙基铝、三异丁基铝等烷基铝、二乙基氯化铝、乙基二氯化铝等卤化铝、二异丁基氢化铝等氢化烷基铝等有机铝化合物;乙基有机锂化合物等。

[0103] 作为有机金属配位化合物催化剂,可举出例如二氢四(三苯基膦)钕、二氢四(三苯基膦)铁、双(环辛二烯)镍、双(环戊二烯)镍等过渡金属配位化合物。

[0104] 氢化催化剂的使用量相对于100重量份的嵌段共聚物,优选为0.01重量份以上,更优选为0.05重量份以上,特别优选为0.1重量份以上,优选为100重量份以下,更优选为50重量份以下,特别优选为30重量份以下。

[0105] 氢化反应的温度优选为 10°C 以上,更优选为 50°C 以上,特别优选为 80°C 以上,优选为 250°C 以下,更优选为 200°C 以下,特别优选为 180°C 以下。通过在这样的温度范围进行氢化反应,能够提高氢化率,此外,能够减少嵌段共聚物的分子切断。

[0106] 此外,氢化反应时的氢压优选为 0.1MPa 以上,更优选为 1MPa 以上,特别优选为 2MPa 以上,优选为 30MPa 以下,更优选为 20MPa 以下,特别优选为 10MPa 以下。通过在这样的氢压进行氢化反应,能够提高氢化率,能够减少嵌段共聚物的分子链切断,操作性变得良好。

[0107] 通过上述那样对嵌段共聚物进行氢化,可得到作为产物的嵌段共聚物的氢化物。该氢化反应后的产物也可以直接用于形成封装材料。此外,也可以对氢化反应后的产物根据需要进一步实施任意的处理后,用于形成封装材料。例如,也可以对氢化反应后的产物根据需要进行导入烷氧基甲硅烷基的处理。

[0108] 作为在嵌段共聚物的氢化物中导入烷氧基甲硅烷基的方法,可使用例如:使导入烷氧基甲硅烷基前的嵌段共聚物的氢化物与烯属不饱和硅烷化合物在过氧化物的存在下反应的方法。

[0109] 作为烯属不饱和硅烷化合物,可使用能够与嵌段共聚物的氢化物接枝聚合而能够在嵌段共聚物的氢化物中导入烷氧基甲硅烷基的化合物。作为这样的烯属不饱和硅烷化合

物的例子,可举出:乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、烯丙基三甲氧基硅烷、烯丙基三乙氧基硅烷、二甲氧基甲基乙烯基硅烷、二乙氧基甲基乙烯基硅烷、邻苯乙烯基三甲氧基硅烷、邻苯乙烯基三乙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基甲基二乙氧基硅烷、3-丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、3-丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷、以及2-降冰片烯基-5-基三甲氧基硅烷等。其中,优选乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、烯丙基三甲氧基硅烷、烯丙基三乙氧基硅烷、二甲氧基甲基乙烯基硅烷、二乙氧基甲基乙烯基硅烷、邻苯乙烯基三甲氧基硅烷。此外,烯属不饱和硅烷可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0110] 烯属不饱和硅烷化合物的量相对于100重量份的导入烷氧基甲硅烷基前的嵌段共聚物的氢化物,优选为0.1重量份以上,更优选为0.2重量份以上,特别优选为0.3重量份以上,优选为10重量份以下,更优选为5重量份以下,特别优选为3重量份以下。

[0111] 作为过氧化物,可举出例如:过氧化二苯甲酰、过氧化乙酸叔丁酯、2,2-二(叔丁基过氧化)丁烷、过氧化苯甲酸叔丁酯、过氧化叔丁基异丙苯、过氧化二异丙苯、二叔己基过氧化物、2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧化)己烷、二叔丁基过氧化物、2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧化)己烷-3、叔丁基过氧化氢、过氧化异丁酸叔丁酯、过氧化月桂酰、过氧化二丙酰、对萘烷过氧化氢等。其中,优选1分钟半衰期温度为170℃~190℃的过氧化物,优选例如过氧化叔丁基异丙苯、过氧化二异丙苯、二叔己基过氧化物、2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧化)己烷、二叔丁基过氧化物等。此外,过氧化物可以单独使用1种,也可以组合2种以上使用。

[0112] 过氧化物的量相对于100重量份的导入烷氧基甲硅烷基前的嵌段共聚物的氢化物,优选为0.01重量份以上,更优选为0.2重量份以上,特别优选为0.3重量份以上,优选为5重量份以下,更优选为3重量份以下,特别优选为2重量份以下。

[0113] 使上述的嵌段共聚物的氢化物与烯属不饱和硅烷化合物在过氧化物的存在下反应的方法,可使用例如加热混炼机和反应器来进行。当举出具体例子时,能够通过将嵌段共聚物的氢化物、烯属不饱和硅烷化合物及过氧化物的混合物使用双螺杆混炼机,在嵌段共聚物的氢化物的熔融温度以上使其加热熔融,混炼所期望的时间,从而能够在嵌段共聚物的氢化物中导入烷氧基甲硅烷基。混炼时的具体的温度优选为180℃以上,更优选为190℃以上,特别优选为200℃以上,优选为240℃以下,更优选为230℃以下,特别优选为220℃以下。此外,混炼时间优选为0.1分钟以上,更优选为0.2分钟以上,特别优选为0.3分钟以上,优选为15分钟以下,更优选为10分钟以下,特别优选为5分钟以下。在使用双螺杆混炼机、单螺杆挤出机等连续混炼设备的情况下,可使滞留时间成为上述范围,连续地进行混炼和挤出。

[0114] 上述的方法中得到的嵌段共聚物的氢化物通常作为包含嵌段共聚物的氢化物、氢化催化剂及聚合催化剂的反应液而得到。因此,嵌段共聚物的氢化物可使用例如过滤和离心分离等方法从该反应液中除去氢化催化剂和聚合催化剂后,从反应液中回收。作为从反应液中回收嵌段共聚物的氢化物的方法,可举出例如:从嵌段共聚物的氢化物溶解的溶液中使用汽提法除去溶剂的汽提凝固法;在减压加热下除去溶剂的直接脱溶剂法;在嵌段共聚物的氢化物的不良溶剂中注入溶液而使嵌段共聚物的氢化物析出及凝固的凝固法;等。

[0115] 回收的嵌段共聚物的氢化物的方式优选成为颗粒形状以使容易供给到之后的成型加工或改性反应中。例如,在通过直接脱溶剂法从反应液中回收嵌段共聚物的氢化物的情况下,也可以将熔融状态的氢化物从模头中挤出成股状,冷却后,使用造粒机进行切割成颗粒状,供给到各种成型中。此外,在使用凝固法的情况下,也可以例如对得到的凝固物干燥后,使用挤出机以熔融状态挤出,与上述同样地进行,制成颗粒状,供给到各种成型中。

[0116] [2.2.任选的成分]

[0117] 作为形成封装材料的树脂可包含的、与聚合物组合的任选的成分,可举出例如金属化合物。在此,在金属化合物包含的金属中,包含半金属。作为金属化合物,可以使用无机金属化合物,也可以使用有机金属化合物,也可以组合使用它们。其中,作为金属化合物,优选可作为水分捕获剂发挥功能的金属化合物。由于封装材料包含水分捕获剂,因此能够有效地、抑制由于水分而导致的发光元件的劣化。

[0118] 作为可作为水分捕获剂发挥功能的金属化合物,可举出例如氧化钡(BaO)、氧化钙(CaO)、氧化锶(SrO)等无机金属氧化物;日本特开2005-298598号公报记载的有机金属化合物等。此外,具有潮解性的荧光体可作为水分捕获剂发挥功能,因此这样的荧光体可以作为金属化合物来使用。进而,也可以使用例如沸石、硅胶、活性氧化铝等可物理吸附水分的金属化合物。金属化合物可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0119] 金属化合物通常作为粒子包含在树脂中。金属化合物的粒子的直径可根据封装材料所要求的透明性来设定。例如在要求封装材料为透明的情况下,金属化合物的粒子的数均粒径优选为100nm以下。此外,例如在封装材料也可以为不透明的情况下,金属化合物的粒子的数均粒径可为封装材料的厚度的1/10以下。

[0120] 金属化合物的量相对于100重量份的封装材料中的聚合物,优选为5重量份以上,更优选为10重量份以上,特别优选为20重量份以上,优选为90重量份以下,更优选为80重量份以下,特别优选为70重量份以下。通过使金属化合物的量为上述范围的下限值以上,可得到充分的水分捕获性能,通过使金属化合物的量为上述范围的上限值以下,能够提高发光元件与封装材料的密合性及粘接性。

[0121] 作为任选的成分,可举出例如用于调节形成封装材料的树脂的玻璃化转变温度和弹性模量的增塑剂。作为增塑剂,可举出例如:聚异丁烯、氢化聚异丁烯、氢化聚异戊二烯、氢化1,3-戊二烯系石油树脂、氢化环戊二烯系石油树脂、氢化苯乙烯·茛系石油树脂等。此外,增塑剂可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0122] 增塑剂的量相对于100重量份的形成封装材料的树脂,优选为40重量份以下,可根据对树脂特性进行调节的目的来适宜地选择。

[0123] 作为任选的成分,可举出例如用于使封装材料的耐候性和耐热性提高的光稳定剂。作为光稳定剂,优选受阻胺系光稳定剂,其中,特别优选在该光稳定剂的分子结构中具有3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基、2,2,6,6-四甲基哌啶基或1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基的化合物。

[0124] 作为光稳定剂的具体例子,可举出:1,2,3,4-丁烷四羧酸和1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶醇以及3,9-双(2-羟基-1,1-二甲基乙基)-2,4,8,10-四氧杂螺[5,5]十一烷的混合酯化物、1,6-己二胺-N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)和吗啉-2,4,6-三氯代-1,3,5-三嗪的缩聚物;

[0125] 1-[2-(3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酰氧基)乙基]-4-(3-3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酰氧基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、2-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苄基)-2-正丁基丙二酸-双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)、4-(3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酰氧基)-1-(2-(3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酰氧基)乙基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(1-苄基-2-苯基乙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(2-(1-吡咯烷基)乙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(2-(4-吗啉基)乙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-(2-(4-吗啉基)乙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(2-(二异丙基氨基)乙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(2,4,6-三甲基苄基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(3-(2-乙基己氧基)丙基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(3,4-(亚甲基二氧)苄基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(二环(2.2.1)庚基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶；

[0126] 4-(N-1,2,2-三甲基丙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-1,3-二甲基丁基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-1-苄基乙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-2,2-二甲基丙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-2-乙基己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-3-甲基丁基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-4-羟基丁基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-异丙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-叔丁基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-异丙基苄基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-乙氧基乙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-乙氧基丙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-十八烷基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-辛基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-辛基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-氯代苄基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-二乙基氨基乙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-环十二烷基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶；

[0127] 4-(N-环己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基羰基哌啶、4-(N-环己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基吡啶、4-(N-环己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基吡啶、4-(N-环戊基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-环戊基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-二甲基氨基丙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-癸基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-癸基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-十二烷基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-吡啶基甲基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-苄基乙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基吡啶、4-(N-苯基乙基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基吡啶、4-(N-丁基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-氟代苄基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-戊基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(N-戊基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-甲基环己基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基吡啶、4-(N-甲基苄基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶；

[0128] 4-(N-甲氧基苄基-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基哌啶、4-(甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基哌啶、4-(N-(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N-甲酰胺基)-2,2,6,6-四甲基-N-甲基吡啶、4-(N-(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N-甲

酰胺基)-2,2,6,6-四甲基吡啶、N,N',N'',N'''-四-(4,6-双(丁基-(N-甲基-2,2,6,6-四甲基哌啶-4-基)氨基)-三嗪-2-基)-4,7-二氮杂癸烷-1,10-胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-N-甲基哌啶基)-N,N'-二甲酰基-1,4-二甲苯二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-N-甲基哌啶基)-N,N'-二甲酰基-三亚甲基二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-N-甲基哌啶基)-N,N'-二甲酰基-六亚甲基二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-N-甲基哌啶基)-N,N'-二甲酰基-亚乙烯二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基-1,4-二甲苯二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基亚乙烯二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基-三亚甲基二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基六亚甲基二胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基丙烯酸酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基花生酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基当归酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十一烷酰胺；

[0129] N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十一碳烯酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基油酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基鳕油酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基辛酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基癸酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基己酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基巴豆酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基香茅酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基硬脂酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基棕榈油酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十三烷酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十九烷酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基棕榈酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基己烯酰胺(ブレンツテレピン酸アミド)；

[0130] N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基丙酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基庚酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基二十二烷酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基壬酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十五烷酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十七酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基肉豆蔻酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基月桂酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十二碳烯酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基戊酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基乙酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基十四碳烯酰胺、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双六亚甲基丁酰胺、琥珀酸二甲酯与4-羟基-2,2,6,6-四甲基-1-哌啶乙醇的聚合物、二丁胺和1,3,5-三嗪以及N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)丁胺的缩聚物；

[0131] 双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)-2-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苄基)-2-正丁基丙二酸酯、双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯、聚((6-吗啉基-s-三嗪-2,4-二基)((2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基)-六亚甲基((2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基)、聚(((1,1,3,3-四甲基丁基)氨基-1,3,5-三嗪-2,4-二基){(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨

基)六亚甲基{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基}、聚{6-(1,1,3,3-四甲基丁基)氨基-1,3,5-三嗪-2,4-二基}{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基}六亚甲基{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基}、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-1,6-己二胺和2,4,6-三氯代-1,3,5-三嗪的聚合物与N-丁基-1-丁胺、N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的反应产物等。

[0132] 其中,从耐候性优异的方面出发,优选:N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-N-甲基哌啶基)-N,N'-二甲酰基-亚烷基二胺类、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基亚烷基二胺类、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-双亚烷基脂肪酰胺类、聚{6-(1,1,3,3-四甲基丁基)氨基-1,3,5-三嗪-2,4-二基}{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基}六亚甲基{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基},特别优选:N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-N,N'-二甲酰基亚烷基二胺类、N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-1,6-己二胺和2,4,6-三氯代-1,3,5-三嗪的聚合物与N-丁基-1-丁胺、N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的反应产物。此外,光稳定剂可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0133] 光稳定剂的量相对于100重量份的封装材料中的聚合物,优选为0.01重量份以上,更优选为0.02重量份以上,特别优选为0.03重量份以上,优选为5重量份以下,更优选为2重量份以下,特别优选为1重量份以下。通过使光稳定剂的量成为上述范围的下限值以上,能够提高封装材料的耐候性。此外,通过成为上限值以下,能够在将树脂成型而制造封装材料时,防止挤出机的T模头和冷却辊的污染,能够提高加工性。

[0134] 作为任意的成分,可举出例如紫外线吸收剂。作为紫外线吸收剂,可举出例如二苯甲酮系紫外线吸收剂、水杨酸系紫外线吸收剂、苯并三唑系紫外线吸收剂等。

[0135] 作为二苯甲酮系紫外线吸收剂,可举出例如:2,4-二羟基二苯甲酮、2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸三水合物、2-羟基-4-辛氧基二苯甲酮、4-十二烷氧基-2-羟基二苯甲酮、4-苄氧基-2-羟基二苯甲酮、2,2',4,4'-四羟基二苯甲酮、2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮等。

[0136] 作为水杨酸系紫外线吸收剂,可举出例如:水杨酸苯酯、4-叔丁基苯基-2-羟基苯甲酸酯、苯基-2-羟基苯甲酸酯、2,4-二-叔丁基苯基-3,5-二-叔丁基-4-羟基苯甲酸酯、十六烷基-3,5-二-叔丁基-4-羟基苯甲酸酯等。

[0137] 作为苯并三唑系紫外线吸收剂,可举出例如:2-(2-羟基-5-甲基苯基)2H-苯并三唑、2-(3-叔丁基-2-羟基-5-甲基苯基)-5-氯代-2H-苯并三唑、2-(3,5-二-叔丁基-2-羟基苯基)-5-氯代-2H-苯并三唑、2-(3,5-二-叔丁基-2-羟基苯基)-2H-苯并三唑、5-氯代-2-(3,5-二-叔丁基-2-羟基苯基)-2H-苯并三唑、2-(3,5-二-叔戊基-2-羟基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羟基-5-叔辛基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羟基-4-辛基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2H-苯并三唑-2-基)-4-甲基-6-(3,4,5,6-四氢苯邻二甲酰亚胺基甲基)酚、2,2'-亚甲基双[4-(1,1,3,3-四甲基丁基)-6-[(2H-苯并三唑-2-基)酚]等。

[0138] 紫外线吸收剂可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0139] 紫外线吸收剂的量相对于100重量份的封装材料中的聚合物,优选为0.01重量份以上,更优选为0.02重量份以上,特别优选为0.04重量份以上,优选为1重量份以下,更优选为0.75重量份以下,特别优选为0.5重量份以下。通过使用上述范围的下限值以上的紫外线

吸收剂,能够改善封装材料的耐光性,但是,即使超过上限过量地使用紫外线吸收剂,也不易得到进一步的改进。

[0140] 作为任意的成分,可举出例如抗氧化剂。作为抗氧化剂,可举出例如磷系抗氧化剂、酚系抗氧化剂、硫系抗氧化剂等,优选着色更少的磷系抗氧化剂。

[0141] 作为磷系抗氧化剂,能够举出例如:三苯基亚磷酸酯、二苯基异癸基亚磷酸酯、苯基二异癸基亚磷酸酯、三(壬基苯基)亚磷酸酯、三(二壬基苯基)亚磷酸酯、三(2,4-二-叔丁基苯基)亚磷酸酯、10-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苄基)-9,10-二氢-9-氧杂-10-磷杂菲-10-氧化物等单亚磷酸酯系化合物;4,4'-亚丁基-双(3-甲基-6-叔丁基苯基-二-十三烷基亚磷酸酯)、4,4'-异亚丙基-双(苯基-二-烷基(C12~C15)亚磷酸酯)等二亚磷酸酯系化合物;6-(3-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙氧基)-2,4,8,10-四-叔丁基二苯并(d,f)(1.3.2)二氧杂磷杂环庚烷、6-(3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙氧基)-2,4,8,10-四-叔丁基二苯并(d,f)(1.3.2)二氧杂磷杂环庚烷等化合物。

[0142] 作为酚系抗氧化剂,能够举出例如:季戊四醇·四[3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酸酯]、2,2-硫代-二亚乙基双[3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酸酯]、十八烷基-3-(3,5-二-叔丁基-4-羟基苯基)丙酸酯、3,9-双{2-[3-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酰氧基]-1,1-二甲基乙烯}-2,4,8,10-四氧杂螺[5,5]十一烷、1,3,5-三甲基-2,4,6-三(3,5-二-叔丁基-4-羟基苄基)苯等化合物。

[0143] 作为硫系抗氧化剂,能举出例如:二月桂基-3,3'-硫代二丙酸酯、二肉豆蔻基-3,3'-硫代二丙酸酯、二硬脂基-3,3'-硫代二丙酸酯、月桂基硬脂基-3,3'-硫代二丙酸酯、季戊四醇基-四-(β-月桂基-硫代-丙酸酯)、3,9-双(2-十二烷基硫代乙烯)-2,4,8,10-四氧杂螺[5,5]十一烷等化合物。

[0144] 抗氧化剂可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0145] 抗氧化剂的量相对于100重量份的封装材料中的聚合物,优选为0.01重量份以上,更优选为0.05重量份以上,特别优选为0.1重量份以上,优选为1重量份以下,更优选为0.5重量份以下,特别优选为0.3重量份以下。通过使用上述范围的下限值以上的抗氧化剂,能够改善封装材料的热稳定性,但是,即使超过上限过量地使用,也不易得到进一步的改善。

[0146] 进而,作为上述以外的任意的成分,可举出例如滑剂和无机填充剂等。这些任意的成分可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0147] 作为将聚合物和任意的成分混合而得到用于形成封装材料的树脂的方法,可举出例如:将任意的成分溶解于合适的溶剂并与聚合物的溶液混合后,除去溶剂回收所期望的树脂的方法;使用双螺杆混炼机、辊式混炼机、布拉本德混炼机、挤出机等混炼机,使聚合物成为熔融状态与任意的成分混炼的方法等。

[0148] [2.3.树脂的物性]

[0149] 形成封装材料的树脂优选为透明的树脂。通过使用由这样的透明的树脂形成的封装材料,能够在发光元件发出的光通过的部位设置该封装材料。在此,透明的树脂是指:将该树脂制成厚度为1mm的试验片而测定的全光线透过率通常70%以上、优选80%以上、更优选90%以上的树脂。此外,全光线透过率可使用紫外·可见分光光度计,在波长400nm~700nm的范围测定。

[0150] 形成封装材料的树脂的玻璃化转变温度优选为30℃以上,更优选为50℃以上,特

别优选为70℃以上,优选为200℃以下,更优选为180℃以下,特别优选为160℃以下。在使用包含嵌段共聚物的树脂的情况下,会存在该树脂具有多个玻璃化转变温度的情况。在该情况下,优选树脂的最高的玻璃化转变温度处于上述的范围。通过使形成封装材料的树脂的玻璃化转变温度处于上述的范围,能够取得封装材料的粘接性和封装后的发光元件的性能维持的平衡。

[0151] [3.封装材料的物性及厚度]

[0152] 封装材料优选其是柔软的。通过使封装材料成为柔软,在对发光装置施加外力的情况下,封装材料变形而能够吸收上述的外力,因此能够防止由于外力而导致的发光元件的破损。因此,能够实现发光装置的可挠化。此外,在通过封装材料对发光元件进行封装时,封装材料能够容易地对应于发光元件的表面的形状进行变形,因此能够容易地使封装材料与发光元件无间隙地密合,从而能够有效地抑制气泡的产生。具体而言,封装材料的拉伸模量优选为1500MPa以下,更优选为1000MPa以下,特别优选为800MPa以下。该拉伸模量为在23℃测定的值。上述的拉伸模量的下限没有特别地限制,优选为0.1MPa以上。

[0153] 封装材料的90℃时的储能模量优选为10MPa以上,更优选为20MPa以上,特别优选为50MPa以上。通过使封装材料的90℃时的储能模量设为上述那样大,能够提高封装材料的耐久性,特别能够有效地抑制在高温环境时的封装能力的下降。封装材料的90℃时的储能模量的上限没有特别地限制,优选为1000MPa以下。

[0154] 封装材料的透明性没有特别限定。但是,从使封装材料成为可在要求透射光的部分使用的有用的封装材料的观点出发,优选封装材料的透明性高。在该情况下,封装材料的全光线透过率优选为70%以上,更优选为80%以上,特别优选为90%以上。

[0155] 封装材料的雾度没有特别限定。但是,在将封装材料用于特别不期望使光扩散的光学用途的情况下,优选雾度通常低。该情况下的封装材料的雾度优选为3.0%以下,更优选为1.0%以下。雾度可按照JIS K 7136,使用将封装材料切成50mm×50mm的膜片来测定。

[0156] 封装材料优选在该封装材料与其他构件贴合时,与该构件的粘接性优异。特别地,封装材料在发光装置中,与如发光元件的电极及阻隔构件的阻隔层那样、由无机物形成的部位接触的情况多,因此优选与无机物具有充分高的粘接性。例如,在使封装材料与玻璃板直接贴合的情况下,为了从该玻璃板剥离封装材料而所需的剥离强度优选为5N/cm以上,更优选为10N/cm以上。上述剥离强度的上限没有特别限制,优选为200N/cm以下。

[0157] 封装材料的厚度优选为10μm以上,更优选为15μm以上,进一步优选为17μm以上,特别优选为20μm以上,优选为500μm以下,更优选为200μm以下,进一步优选为150μm以下,特别优选为100μm以下。当封装材料的厚度为上述范围的下限值以上时,封装材料的制造容易。此外,如果为该程度的厚度,则封装材料能够充分地发挥封装功能,进而,假使封装材料中混入小的杂质,也能够抑制由于该杂质引起的封装材料的厚度不均匀的情况。此外,如果封装材料的厚度为上限值以下,则能够抑制发光装置的挠度,进而能够使发光装置的厚度变薄。

[0158] [4.封装材料的制造方法]

[0159] 封装材料的制造方法没有限制。例如,在制造膜状的封装材料的情况下,可通过如下的制造方法来制造,上述制造方法包含:将用于形成封装材料的树脂成型成所期望的形状而得到树脂膜的工序,对得到的树脂膜的面进行加工从而形成所期望的范围的算术平均

粗糙度Ra的贴合面的工序。

[0160] 作为树脂的成型方法,可使用例如熔融成型法、溶液流延法等。对于熔融成型法,进一步详细而言,能够分成挤出成型法、压制成型法、吹胀成型法、注射成型法、吹塑成型法、拉伸成型法等。这些方法中,为了得到机械强度及表面精度优异的封装材料,优选挤出成型法、吹胀成型法及压制成型法,其中,从能够高效且简单地制造树脂膜的观点出发,特别优选挤出成型法。

[0161] 作为对树脂膜的面进行加工、从而形成所期望范围的算术平均粗糙度Ra的贴合面的方法,可采用可对树脂膜的面进行粗糙化的任选的方法。作为具体的加工的方式,可举出例如压花加工。在压花加工中,在具有粗糙面的压花模具的上述粗糙面,根据需要一边进行加热一边挤压树脂膜的面。由此,压花模具的粗糙面的形状转印到被挤压的树脂膜的面,具有所期望的算术平均粗糙度Ra的贴合面在树脂膜上形成,得到封装材料。压花模具没有限制,可使用板状的压花盘、圆筒状的压花辊、环状的压花环等任选的模具。

[0162] [5. 使用了封装材料的发光元件的封装]

[0163] 上述的封装材料可用于封装发光元件。在通过封装材料对发光元件进行封装时,通过使封装材料的贴合面与发光元件贴合,从而进行封装。在上述的贴合时,通常将封装材料的贴合面侧朝向发光元件的表面并沿着发光元件的表面,在规定的封装温度使封装材料与发光元件压接。由此,封装材料的贴合面与发光元件密合,实现发光元件的封装。这时,由于封装材料的贴合面具有合适的算术平均粗糙度Ra,因此能够抑制气泡和黑斑的产生,并且封装发光元件。因此,能够从水分及氧中稳定地保护构成发光元件的要素,所以能够长时间维持发光元件的性能。

[0164] 此外,在通过上述的封装材料对发光元件进行封装的情况下,封装材料的与发光元件的相反侧的面通常贴合可覆盖发光元件的阻隔构件。由此,不仅通过封装材料还通过阻隔构件来隔断水分和氧,因此能够更加高度地封装发光元件。

[0165] 在使用阻隔构件的情况下,封装材料通常设置在发光元件和阻隔构件之间,形成密合结构。在此,密合封装结构是指:发光元件与封装材料密合,且封装材料与阻隔构件密合,由此发光元件与阻隔构件之间无法进入空气的结构。根据这样的密合封装结构,除了能够高度地封装,还能够使发光装置可挠化。

[0166] 封装材料和阻隔构件的贴合通常通过将封装材料和阻隔构件重叠,在规定的封装温度使封装材料与阻隔构件压接来进行。封装材料和阻隔构件的贴合可以在封装材料与发光元件贴合前进行,也可以在封装材料与发光元件贴合后进行,但从减少工序数目的观点出发,优选与封装材料与发光元件贴合的同时进行。

[0167] [5.1. 封装条件]

[0168] 封装通常在比封装材料中包含的树脂的玻璃化转变温度高的高温进行。具体的封装温度优选为 (T_g+5) °C以上,更优选为 (T_g+10) °C以上,特别优选为 (T_g+20) °C以上。在此,“ T_g ”表示形成封装材料的树脂的玻璃化转变温度。在形成封装材料的树脂具有多个玻璃化转变温度的情况下,上述的 T_g 表示上述多个玻璃化转变温度中最高的玻璃化转变温度。在像这样比玻璃化转变温度高的温度下,封装材料充分柔软。因此,即使在发光元件的表面不平坦的情况下,由于封装材料容易与元件表面无间隙地密合,因此也能够实现良好的封装。特别地,在将设置于显示装置的显示面的发光元件使用上述的封装材料进行封装的情况

下,由于能够通过封装材料减少显示面的微小的凹部及凸部,因此能够改善显示的外观。封装温度的上限优选为 (T_g+150) °C以下,更优选为 (T_g+120) °C以下,特别优选为 (T_g+100) °C以下。由此,能够抑制由于封装时的热引起的发光元件的热劣化。

[0169] 用于压接所施加的压力优选为0.01MPa以上,更优选为0.05MPa以上,特别优选为0.1MPa以上,优选为1MPa以下,更优选为0.75MPa以下,特别优选为0.5MPa以下。通过使压力为上述范围的下限值以上,能够容易地使封装材料与发光元件密合,此外,通过使压力为上述范围的上限值以下,能够有效地抑制黑斑的产生。

[0170] 上述的封装优选在减压环境中进行。由此,能够进一步有效地抑制水分和氧浸入到被封装的发光元件中。封装环境的具体的真空度优选为100Pa以下,更优选为75Pa以下,特别优选为50Pa以下。

[0171] 此外,上述的封装优选在导入了露点温度为 -40 °C以下的干燥空气的干燥室中进行。由此,能够进一步有效地抑制水分和氧浸入到被封装的发光元件中。

[0172] [5.2. 发光元件]

[0173] 作为使用封装材料封装的对象发光元件没有特别限制。发光元件通常具有发光层、用于对该发光层供给电荷的电极,通过由电极供给电荷,从而发光层产生光。此外,通常发光元件具有基板,在该基板上设置有上述的发光层和电极。从能够有效地利用上述封装材料的优异的封装能力的方面出发,作为使用上述的封装材料而封装的发光元件,优选有机发光元件。在此,有机发光元件是指具有有机发光层的发光元件。此外,有机发光层是指包含有机化合物的发光层。作为有机发光元件,可举出例如有机EL元件。有机EL元件是厚度薄、能够可挠化的优异的发光元件。

[0174] 作为有机EL元件的基板,可举出例如:聚碳酸酯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯、脂环式烯烃聚合物等由具有柔软性的透明塑料形成的挠性基板;石英玻璃、钠玻璃、无机碱玻璃等玻璃基板。

[0175] 此外,作为电极,可使用例如:金属薄膜;由ITO、IZO及 SnO_2 等形成的透明电极;由铝及MgAg等形成的反射电极等。通常,发光元件具有阳极及阴极作为电极,作为这些中的至少一者采用透明电极。由此,发光元件能够实现通过透明电极的发出光。这时,上述透明电极的对电极可以是透明电极,优选反射电极。

[0176] 作为发光层没有特别限定,能够适宜地选择已知的发光层。此外,发光层应该适合于作为光源的用途中,通过单独的一种层或多种层的组合,可发出包含所期望的峰波长的光。

[0177] 此外,发光元件除了具有上述的基板、电极及发光层以外,还具有任选的层。例如,发光元件也可以进一步在阴极和阳极之间设置空穴注入层、空穴传输层、电子传输层、电子注入层及气体阻隔层等任选的层。

[0178] 作为发光元件的具体的层构成的例子,可举出阳极/空穴传输层/发光层/阴极的构成、阳极/空穴传输层/发光层/电子注入层/阴极的构成、阳极/空穴注入层/发光层/阴极的构成、阳极/空穴注入层/空穴传输层/发光层/电子传输层/电子注入层/阴极的构成、阳极/空穴传输层/发光层/电子注入层/等电位面形成层/空穴传输层/发光层/电子注入层/阴极的构成、以及阳极/空穴传输层/发光层/电子注入层/电荷产生层/空穴传输层/发光层/电子注入层/阴极的构成。发光元件可在阴极和阳极之间具有一层以上的发光层。该发

光层可以具有多个发光色不同的层的层叠体、或不同的色素掺杂于某个色素的层中的混合层。作为构成发光层的材料的例子,能够举出聚对亚苯基亚乙烯基系、聚芴系以及聚乙烯基咪唑系的材料。此外,作为空穴注入层及空穴传输层的材料的例子,能够举出酞菁系、芳胺系以及聚噻吩系的材料。作为电子注入层及电子传输层的材料的例子,能够举出铝配位化合物及氟化锂。作为等电位面形成层及电荷产生层的材料的例子,能够举出ITO、IZO及SnO₂等透明电极、以及Ag及Al等金属薄膜。

[0179] 电极、发光层及任选的层可通过例如在基板上依次层叠这些来设置。通常这些各层的层叠可在减压环境中进行。这些各层的厚度可设为10nm~1000nm。

[0180] 发光元件可进一步具有用于向电极通电的布线等任选的构成要素。

[0181] [5.3.阻隔构件]

[0182] 作为阻隔构件,通常使用膜。这样的阻隔构件可以具有仅具备一层的单层结构,也可以具有具备2层以上的多层结构。其中,作为阻隔构件,优选具有基材膜层和阻隔层的多层构造的膜。

[0183] 作为基材膜层,通常使用树脂膜。其中,从使阻隔构件成为在显示装置及光源装置中可在要求透射光的部分使用的有用的阻隔构件的观点出发,优选使用透明的树脂。

[0184] 此外,形成基材膜层的树脂均可使用例如热塑性树脂、热固性树脂、紫外线固化性树脂以及电子束固化性树脂。其中,由于容易加工,因此优选热塑性树脂。作为热塑性树脂的例子,可举出聚酯树脂、聚丙烯酸酯树脂以及烯烃树脂等。

[0185] 其中,作为基材膜层,优选使用由脂环式烯烃树脂形成的膜。脂环式烯烃树脂是指含有脂环式烯烃聚合物和根据需要添加的其他任选的成分。脂环式烯烃树脂的吸湿性低,机械强度优异。此外,脂环式烯烃树脂在形成阻隔层时的气相沉积及溅射沉积等工序中脱气的放出量少。因此,通过使用由脂环式烯烃树脂形成的膜作为基材膜,能够提高阻隔构件的封装能力。特别地,将脂环式烯烃树脂熔融挤出而制造的基材膜层,其表面的平滑性良好,可作为阻隔层的裂纹产生原因的表面的突起小,因此不需要为了得到能够发挥高的封装能力的阻隔层而将阻隔层的厚度加厚,生产率和可挠性优异。

[0186] 作为脂环式烯烃树脂,可举出例如降冰片烯系树脂、单环的环状烯烃树脂、环状共轭二烯树脂、乙烯基脂环式烯树脂等。这些中,降冰片烯系树脂由于透明性和成型性良好,因此能够优选使用。

[0187] 形成基材膜层的树脂优选具有高的玻璃化转变温度。形成基材膜层的树脂的具体的玻璃化转变温度优选为110℃以上,更优选为130℃以上,特别优选为160℃以上。具有高的玻璃化转变温度的树脂不易由于温度变化而产生热收缩,因此能够抑制在高温环境中的阻隔构件的封装能力的降低。形成基材膜层的树脂的玻璃化转变温度的上限没有特别限制,优选为300℃以下。

[0188] 基材膜层可以由1层形成的单层结构的层,也可以是具有2层以上的多层结构的层。

[0189] 基材膜层的厚度优选为10μm以上,更优选为30μm以上,优选为500μm以下,更优选为250μm以下。具有这样的厚度的基材膜层,其机械强度及封装能力两者平衡良好且优异。

[0190] 基材膜层的制造方法是任选的。例如,在由热塑性树脂制造基材膜层的情况下,可通过使用熔融成型法、溶液流延法等将树脂成型成膜状,从而制造基材膜层。对于熔融成型

法,进一步详细而言,能够分成例如挤出成型法、压制成型法、吹胀成型法、注射成型法、吹塑成型法、拉伸成型法等。在这些方法中,为了得到机械强度、表面精度优异的基材膜层,优选挤出成型法、吹胀成型法或压制成型法。其中,为了高效且简单地制造基材膜层,特别优选挤出成型法。此外,在制造基材膜层时,可以进行拉伸膜的拉伸工序。

[0191] 阻隔层为可隔断水或氧的层。通常阻隔层可由无机材料形成。当举出无机材料的优选的例子时,可举出:金属(包含半金属);金属氧化物、金属氮化物及金属氮氧化物等金属化合物;DLC(类金刚石碳)等。作为上述金属,可举出铝、硅等。在这些无机材料中,从透明性的方面出发,特别优选硅的氧化物、氮化物及氮氧化物等至少含有硅的材料。

[0192] 作为硅的氧化物,可举出例如 SiO_x 。在此,从兼顾阻隔层的透明性和封装能力的观点出发,x优选为比1.4大的数,更优选为比1.5大的数,此外,优选为比2.0小的数,更优选为比1.9小的数。此外,作为硅的氧化物,也能够举出 SiOC 。

[0193] 作为硅的氮化物,可举出例如 SiN_y 。在此,从兼顾阻隔层的透明性和封装能力的观点出发,y优选为比0.5大的数,更优选为比1.2大的数,此外,优选为比1.5小的数。

[0194] 作为硅的氮氧化物,可举出例如 SiO_pN_q 。在此,在注重提高阻隔层的密合性的情况下,优选设为 $1 < p < 2.0$ 、 $0 < q < 1.0$ 而将阻隔层成为富氧的膜。此外,在注重提高阻隔层的封装能力的情况下,优选设为 $0 < p < 0.8$ 、 $0.8 < q < 1.3$ 而将阻隔层成为富氮的膜。

[0195] 作为铝的氧化物、氮化物及氮氧化物,能够举出例如 AlO_x 、 AlN_y 、及 AlO_pN_q 。

[0196] 这些中,从提高封装能力的观点出发,优选 SiO_pN_q 和 AlO_x 。

[0197] 此外,无机材料可以单独使用1种,也可以将2种以上以任意比率组合使用。

[0198] 阻隔层的厚度优选为3nm以上,更优选为10nm以上,特别优选为100nm以上,优选为2500nm以下,更优选为2000nm以下,特别优选为1000nm以下。通过使阻隔层的厚度成为上述范围的下限值以上,能够得到高的封装能力。此外,通过成为上限值以下,能够维持充分的封装能力,并且抑制阻隔构件的着色。

[0199] 阻隔层的形成方法是任选的。例如,在使用无机材料形成阻隔层的情况下,可使用气相沉积法、溅射沉积法、离子镀膜法、离子束辅助气相沉积法、电弧放电等离子体气相沉积法、热CVD法、等离子体CVD法等形成方法。其中,当使用电弧放电等离子体气相沉积法时,能够生成具有适度的能量的蒸发粒子,形成高密度膜。此外,当使用热CVD法和等离子体CVD法等化学气相沉积法时,通过调节用于形成膜的气体成分,能够形成具有可挠性的阻隔层,因此能够有效地抑制阻隔层的裂纹。进而,在形成包含多种成分的阻隔层的情况下,可以将这些成分同时气相沉积或溅射沉积。

[0200] 进而,阻隔构件可具有任选的层,上述任选的层与上述的基材膜层和阻隔层组合。作为任选的层,可举出例如抗粘连层、防静电层、硬涂层、赋导电性层、抗污染层、凹凸结构层等。

[0201] [6. 发光装置]

[0202] 通过使用上述的封装材料对发光元件进行封装,能够制造抑制了气泡及黑斑的产生的发光装置。例如,能够通过如下的制造方法制造具有密合封装结构的发光装置,上述制造方法包含:使封装材料的贴合面贴合于发光元件的工序,使阻隔构件贴合于封装材料的与上述贴合面相反侧的面的工序。

[0203] 这样制造的发光装置依次具有发光元件、封装材料及阻隔构件,发光元件被封装

材料和阻隔构件封装。此外,在该发光装置中,发光元件和封装材料以不形成气泡的方式密合,且通常封装材料和阻隔构件以不形成气泡的方式密合。进而,在该发光装置中,封装时不易对发光元件产生损伤,因此不易产生黑斑。因此,上述的发光装置能够在发光面实现均匀的发光。

[0204] 以下,对这样的发光装置的实施方式进行说明。

[0205] [6.1. 第一实施方式]

[0206] 图1为示意性地表示本发明的第一实施方式的发光装置100的纵剖面图。此外,图2为示意性地表示本发明的第一实施方式的发光装置100所包含的有机EL元件110的立体图。

[0207] 如图1所示,本发明的第一实施方式的发光装置100依次具有作为发光元件的有机EL元件110、封装材料120以及阻隔构件130。

[0208] 如图2所示,有机EL元件110具有:基板111、在基板111的上表面111U形成了多个细长带状的第一电极112、在第一电极112的周边形成的边缘覆盖层113、在第一电极112上设置的发光层114、以及在发光层114上设置的第二电极115。在这样的有机EL元件110中,通过对第一电极112和第二电极115通电,可使发光层114发光。

[0209] 如图1所示,封装材料120在其贴合面120D与有机EL元件110的上表面110U贴合。此外,阻隔构件130贴合于封装材料120的与贴合面120D相反侧的上表面120U。在本实施方式中,示出按靠近封装材料120的顺序具有阻隔层131和基材膜层132的阻隔构件130并对其进行说明。

[0210] 通过具有这样的构造,在第一实施方式的发光装置100中,包含发光层114的有机EL元件110被封装材料120和阻隔构件130封装。由此,可实现良好的封装,能够提高发光装置100的寿命等性能。

[0211] 此外,封装前的封装材料120具备具有规定的算术平均粗糙度Ra的贴合面120D,因此在使该贴合面120D贴合于有机EL元件110的上表面110U而进行封装时,能够抑制气泡及黑斑的产生。因此,在该发光装置100中,能够实现良好的发光。

[0212] 这样的发光装置100可通过包含如下的制造方法来制造,上述制造方法包含:使封装材料120的贴合面120D贴合于有机EL元件110的工序,使阻隔构件130贴合于封装材料120的与贴合面120D的相反侧的上表面120U的工序。例如,以封装材料120的贴合面120D朝向有机EL元件110侧的方式,依次重叠有机EL元件110、封装材料120以及阻隔构件130,经由封装材料120使有机EL元件110和阻隔构件130以规定的封装温度压接,由此能够制造发光装置100。

[0213] [6.2. 第二实施方式]

[0214] 图3为示意性地表示本发明的第二实施方式的发光装置200的纵剖面图。第二实施方式的发光装置200的构成要素中,与第一实施方式的发光装置100同样的要素使用与第一实施方式的发光装置100同样的符号来表示。

[0215] 如图3所示,第二实施方式的发光装置200的有机EL元件210具有临时封装层216,除此以外,具有与第一实施方式的发光装置100同样的构成,上述临时封装层216是以覆盖基板111、第一电极112、边缘覆盖层113、发光层114以及第二电极115整体的方式形成的。

[0216] 作为临时封装层216的材料,能够举出例如SiN、SiO等包含硅的材料。临时封装层216的厚度可设为 $0.2\mu\text{m}\sim 1\mu\text{m}$ 左右。

[0217] 临时封装层216可通过例如在与发光层114和第二电极层115同样的减压环境中,使用气相沉积等成膜方法来形成。因此,通过在减压环境下,连续地设置发光层114、第二电极层115以及临时封装层216,从而能够有效地抑制发光层114的劣化。进而,从减压环境下取出这些后,使用封装材料120和阻隔构件130对有机EL元件210进行封装,由此能够实现可在发光装置200的使用环境下耐受的牢固的封装。由此,能够得到制造时的有机EL元件210的劣化少、且即使在使用环境下也能够长时间维持该状态的发光装置200。

[0218] 此外,根据本实施方式的发光装置200,能够得到与第一实施方式的发光装置100同样的优点。

[0219] [6.3. 第三实施方式]

[0220] 图4为示意性地表示本发明的第三实施方式的发光装置300的纵剖面图。第三实施方式的发光装置300的构成要素中,与第一实施方式及第二实施方式的发光装置100及200同样的要素使用与第一实施方式及第二实施方式的发光装置100及200同样的符号来表示。

[0221] 如图4所示,第三实施方式的发光装置300的有机EL元件310具有临时封装层216和吸附剂层317,除此以外,具有与第一实施方式的发光装置100同样的构成,上述临时封装层216是以覆盖基板111、第一电极112、边缘覆盖层113、发光层114以及第二电极115整体的方式形成的。

[0222] 吸附剂层317为设置于临时封装层216的上表面216U的层。作为吸附剂层317的材料,能够举出例如有机铝配位化合物。吸附剂层317的厚度可设为 $0.1\mu\text{m}\sim 1\mu\text{m}$ 左右。

[0223] 通过具有吸附剂层317,能够使封装变得进一步牢固。例如,能够吸附可从封装材料120释放的脱气,进一步防止发光层114等层的劣化。

[0224] 此外,根据本实施方式的发光装置300,能够得到与第一实施方式及第二实施方式的发光装置100及200同样的优点。

[0225] 实施例

[0226] 以下,示出实施例对本发明具体地说明。但是,本发明并不受以下的实施例所限定,在不脱离本发明的请求的范围和其同等的范围的范围中,可以任选地变更实施。

[0227] 在以下说明中,只要没有另外说明,表示量的“%”和“份”为重量基准。此外,只要没有另外说明,以下说明的操作在常温常压大气中进行。

[0228] [制造例1:封装用膜1的制造]

[0229] 使用苯乙烯作为芳香族乙烯基化合物,使用异戊二烯作为链状共轭二烯化合物,按照以下顺序制造具有聚合物嵌段[A]键合于聚合物嵌段[B]的两端的三嵌段结构的嵌段共聚物。

[0230] 在内部被充分地进行了氮置换的、装有搅拌装置的反应器中,加入256份的脱水环己烷、25.0份的脱水苯乙烯、以及0.615份的正二丁基醚,一边在 60°C 搅拌,一边加入1.35份的正丁基锂(15%环己烷溶液),开始聚合,进而一边搅拌一边在 60°C 反应60分钟。在该时刻的聚合转化率为99.5%(聚合转化率通过气相色谱法来测定。以下相同。)

[0231] 接着,加入50.0份的脱水异戊二烯,在相同温度继续搅拌30分钟。在该时刻的聚合转化率为99%。然后,进一步加入25.0份的脱水苯乙烯,在相同温度搅拌60分钟。在该时刻的聚合转化率为大致100%。接着,在反应液中加入0.5份的异丙醇,使反应终止,得到包含嵌段共聚物的溶液(i)。得到的溶液(i)中的嵌段共聚物的重均分子量(M_w)为44900,分子量

分布 (Mw/Mn) 为1.03。

[0232] 接下来,将溶液 (i) 转移到具有搅拌装置的耐压反应器中,添加4.0份的作为氢化催化剂的二氧化硅-氧化铝负载型镍催化剂 (E22U、镍负载量60%;日晖化学工业公司制造) 和350份的脱水环己烷并混合。使用氢气置换反应器内部,进而一边搅拌溶液一边供给氢,在温度170℃、压力4.5MPa,进行氢化反应6小时,由此对嵌段共聚物进行氢化,得到包含嵌段共聚物的氢化物 (ii) 的溶液 (iii)。溶液 (iii) 中的嵌段共聚物的氢化物 (ii) 的重均分子量 (Mw) 为45100,分子量分布 (Mw/Mn) 为1.04。

[0233] 氢化反应终止后,过滤溶液 (iii) 除去氢化催化剂。然后,在经过滤的溶液 (iii) 中,添加1.0份的溶解了0.1份的作为磷系抗氧化剂的6-(3-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙氧基)-2,4,8,10-四-叔丁基二苯并(d,f)(1.3.2)二氧杂磷杂环庚烷(住友化学公司制“SUMILIZER”(注册商标)GP]。以下,称为“抗氧化剂A”)的二甲苯溶液并使其溶解,得到溶液 (iv)。

[0234] 接着,将溶液 (iv) 依次使用过滤器 (CUNO公司制“ZetaPlus (注册商标) filter 30H”。孔径0.5 μ ~1 μ m) 过滤、进而使用另外的金属纤维制过滤器(孔径0.4 μ m、NiChiDai公司制造)过滤,除去微小的固体成分。使用圆筒型浓缩干燥器(日立制作所公司制“CONTRO”),在温度260℃、压力0.001MPa以下的条件下,从经过滤的溶液 (iv) 中除去作为溶剂的环己烷、二甲苯及其他挥发成分。然后,从直接连接于上述的浓缩干燥器的模头中将溶液 (iv) 的固体成分以熔融状态挤出成股状,并冷却,使用造粒机切割,得到含有嵌段共聚物的氢化物和抗氧化剂A的封装用树脂的颗粒 (v)。使用动态粘弹性测定装置 (UBM公司制“Rheosol-G30000”) 在频率10Hz、5℃/分钟的升温速度的条件下对该封装用树脂进行测定,结果90℃时的储能模量为50MPa。此外,使用Tensilon万能试验机 (RTC-1125A、ORIENTIC公司制造),按照JIS K 7162,以标距为25mm、拉伸速度为50mm/分钟的条件测定该封装用树脂的拉伸模量,结果23℃时的拉伸模量为1443MPa。

[0235] 通过将上述颗粒 (v) 在料筒温度200℃进行单螺杆挤出成型,从而得到厚度为50 μ m的树脂膜。在具有粗糙面的压花板,一边加热到120℃一边以5MPa挤压得到的树脂膜的单面,将压花板的粗糙面的形状转印到上述的树脂膜的单面,由此得到作为封装材料的封装用膜1。使用原子力显微镜 (SII NONA Technology公司制“SPA300”) 测定得到的封装用膜1的压花转印面,结果算术平均粗糙度Ra为20nm。

[0236] [制造例2:封装用膜2的制造]

[0237] 将压花板代替为另外的压花板,除此以外,与制造例1同样地进行,制造封装用膜2,上述封装用膜2的压花转印面的算术平均粗糙度Ra为500nm,90℃时的储能模量为50Mpa,23℃时的拉伸模量为1443MPa。

[0238] [制造例3:封装用膜3的制造]

[0239] 在露点温度为-60℃的干燥室内,将90重量份的制造例1中制造的封装用树脂的颗粒 (v) 和10重量份的氧化钡使用双螺杆挤出机进行熔融混炼并挤出,得到股。使用造粒机对该股进行成型,制造封装用树脂的颗粒 (vi)。使用动态粘弹性测定装置 (UBM公司制“Rheosol-G30000”) 在频率10Hz、5℃/分钟的升温速度的条件下对该封装用树脂进行测定,结果90℃时的储能模量为30MPa。此外,使用Tensilon万能试验机 (RTC-1125A、ORIENTIC公司制造),按照JIS K 7162,在标距为25mm、拉伸速度为50mm/分钟的条件测定该封装用树脂

的拉伸模量,结果23℃时的拉伸模量为1411MPa。

[0240] 通过将上述颗粒(vi)在料筒温度200℃进行单螺杆挤出成型,从而得到厚度为50μm的树脂膜。在具有粗糙面的压花板,一边加热到120℃一边以5MPa挤压得到的树脂膜的单面,制造压花转印面的算术平均粗糙度Ra为900nm的封装用膜3。

[0241] [制造例4:封装用膜4的制造]

[0242] 在具有搅拌装置、温度计、冷凝管的1L的烧瓶中,加入23.6g的甲苯二异氰酸酯(Tosoh公司制“Coronate T-100”)、13.3g的乙基二甘醇乙酸酯、31.9g的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”),在氮环境下,在室温搅拌。向其中加入混合了6.1g的1,4-丁二醇和13.3g的乙基二甘醇乙酸酯的混合物,进一步加入0.7g的二月桂酸二辛基锡(日东化成公司制“NEOSTANN U-810”)的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”)的1%溶液,升温到80℃,使其反应90分钟。冷却到60℃以下后,加入混合了129.1g的氢化聚丁二烯(日本曹达公司制“GI-3000”、羟值=30mgKOH/g)、13.3g的乙基二甘醇乙酸酯以及47.8g的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”)的混合物,进一步加入1.4g的二月桂酸二辛基锡(日东化成公司制“NEOSTANN U-810”)的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”)的1%溶液,升温到80℃,使其反应80分钟。冷却到40℃后,加入混合了6.1g的1,4-丁二醇和13.3g的乙基二甘醇乙酸酯的混合物,升温到80℃,使其进一步反应90分钟。通过红外分光分析,确认基于异氰酸酯基的吸收(2274cm^{-1})消失,反应终止,得到反应物1。接着,在装有搅拌装置、温度计、冷凝管的1L的烧瓶中加入311.1g的反应物1、7.4g的乙基二甘醇乙酸酯、55.8g的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”),在氮环境下,一边在室温搅拌、一边加入混合了12.3g的甲苯二异氰酸酯(Tosoh公司制“Coronate T-100”)和9.3g的乙基二甘醇乙酸酯的混合物,升温到80℃,使其反应90分钟。冷却到室温后,一边搅拌一边加入混合了以固体成分换算为55.9g的在乙基二甘醇乙酸酯中溶解了70%的环氧化合物(三菱化学公司制“JER-1001”。分子内具有1个以上羧基和1个以上缩水甘油醚结构的环氧化合物)和17.5g的乙基二甘醇乙酸酯的混合物,升温到45℃,使其反应1小时。然后,加入0.78g的异丁醇、3.0g的乙基二甘醇乙酸酯,使其反应30分钟后,加入3.1g的二月桂酸二辛基锡(日东化成公司制“NEOSTANN U-810”)的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”)的1%溶液,升温到110℃,使其反应2小时。通过红外分光分析,确认基于异氰酸酯基的吸收(2274cm^{-1})消失,终止反应,得到具有环氧基和脲烷结构的聚丁二烯树脂(制造物1)。

[0243] 作为硫醇化合物的三(3-巯基丙基)异氰脲酸酯,直接使用按照日本特开昭56-120671号公报记载的方法合成的化合物。即,将异氰脲酸三烯丙酯(日本化成株式会社制造)和硫醇丙酸(CityChemicalLLC制造)在丙酮和乙酸的混合溶剂中照射紫外线,使其反应。减压除去溶剂后,将反应溶液的残渣在浓盐酸中煮沸,加入无水碳酸钠进行中和。然后,通入到中活性氧化铝柱中,除去溶剂,由此得到三(3-巯基丙基)异氰脲酸酯。

[0244] 将以固体成分换算为44.4g的制造物1、2.6g的合成的三(3-巯基丙基)异氰脲酸酯、4.6g的作为无机填充材料的疏水性二氧化硅(日本Aerosil公司制“R-805”、平均粒径为0.012μm)进行混合,使用三根辊式混炼机进行混炼后,加入2.0g的有机溶剂(丸善石油化学公司制“Swasol#1000”),调节粘度到约35Pa·s。最后,加入2.2g的作为固化催化剂的1,2-二甲基咪唑(日本合成化学工业公司制“日合咪唑1,2-DMI”),使用自转·公转混合机(Thinky公司制“あわとり練太郎AR-100”)进行搅拌,制造树脂清漆。使该树脂清漆在80℃固

化60分钟,对得到的固化树脂使用动态粘弹性测定装置(UBM公司制“Rheosol-G30000”)在频率10Hz、5℃/分钟的升温速度的条件下进行测定,结果90℃时的储能模量为40MPa。此外,使用Ten silon万能试验机(RTC-1125A、ORIENTIC公司制造),按照JIS K 7162,在标距为25mm、拉伸速度为50mm/分钟的条件测定该封装用树脂的拉伸模量,结果23℃时的拉伸模量为2400MPa。

[0245] 将得到树脂清漆使用棒涂敷机涂敷在脱模聚四氟乙烯膜(旭玻璃公司制“AFLEX50N”)上,在80℃固化60分钟,得到树脂膜。在具有粗糙面的压花板,一边加热到120℃一边用5MPa挤压得到的树脂膜的单面,将压花板的粗糙面的形状转印到上述的树脂膜的单面,由此得到封装用膜4。使用原子力显微镜(SII NONA Technology公司制“SPA300”)测定得到的封装用膜4的压花转印面,结果算术平均粗糙度Ra为50nm。

[0246] [制造例5:封装用膜5的制造]

[0247] 准备具有搅拌装置的反应器,将其内部充分地进行氮置换。在该反应器中,加入550份的脱水环己烷、25.0份的脱水苯乙烯、以及0.59份的正二丁基醚,一边在60℃搅拌,一边加入1.14份的正丁基锂(15%环己烷溶液),开始聚合。然后,一边搅拌一边在60℃使其反应60分钟。然后,测定得到的反应混合物的聚合转化率,结果在该时刻的聚合转化率为99.5(聚合物转化率通过气相色谱法来测定。以下相同。)

[0248] 接着,在反应器中加入50.0份的脱水异戊二烯,以原样继续搅拌30分钟。在该时刻的聚合转化率为99.5%。

[0249] 然后,进一步在反应器中加入25.0份的脱水苯乙烯,搅拌60分钟。在该时刻的聚合转化率为大致100%。在此,在反应器中加入0.5份的异丙醇,终止反应,得到包含嵌段共聚物的溶液(vii)。得到的嵌段共聚物的重均分子量(Mw)为47000,分子量分布(Mw/Mn)为1.03,苯乙烯聚合物嵌段的重量百分比wA与异戊二烯聚合物嵌段的重量百分比wB之比wA/wB=50/50。

[0250] 接着,将溶液(vii)转移到具有搅拌装置的耐压反应器中。在该耐热反应器中,添加3.0份的作为氢化催化剂的硅藻土负载型镍催化剂(Sud-Chemie catalysts公司制“T-8400RL”)和100份的脱水环己烷。将反应器内部用氢气置换,进而边搅拌溶液边供给氢,在温度190℃、压力4.5Mpa的条件下进行氢化反应6小时。由此将嵌段共聚物氢化,得到包含嵌段共聚物的氢化物(viii)的溶液(ix)。溶液(ix)中的嵌段共聚物的氢化物(viii)的重均分子量(Mw)为48000,分子量分布(Mw/Mn)为1.04。

[0251] 氢化反应终止后,过滤溶液(ix)除去氢化催化剂。然后,在经过滤的溶液(ix)中,添加1.0份的溶解了0.1份的作为酚系抗氧化剂的季戊四醇·四[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸酯](SONGWON公司制“Songnox1010”)的二甲苯溶液,使其溶解,得到溶液(x)。

[0252] 接着,将溶液(x)使用金属纤维制过滤器(孔径0.4μm、NICHIDAI公司制造)进行过滤,除去微小的固体成分。然后,使用圆筒型浓缩干燥器(日立制作所公司制“CONTRO”)在温度260℃、压力0.001MPa以下的条件下,从经过滤的溶液(x)中除去作为溶剂的环己烷、二甲苯及其他挥发成分,得到熔融聚合物。将该熔融聚合物连续地通过具有连接于上述浓缩干燥器的、孔径为5μm的不锈钢制烧结过滤器的聚合物过滤器(富士过滤器制造),在温度260℃进行过滤。然后,从模头将熔融聚合物挤出成股状,冷却后,使用造粒机切割,制造96份的嵌段共聚物的氢化物(xi)的颗粒。得到的嵌段共聚物的氢化物(xi)的重均分子量(Mw)为

48000,分子量分布(Mw/Mn)为1.04。氢化率为大致100%。

[0253] 相对于100份的得到的嵌段共聚物的氢化物(xi)的颗粒,添加2.0份的乙烯基三甲氧基硅烷和0.2份的2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧)己烷(日油公司制“Perhexa(注册商标)25B”),得到混合物。将该混合物使用双螺杆挤出机(东芝机械公司制“TEM37B”),在树脂温度200℃、滞留时间60秒~70秒的条件下进行混炼,挤出成股状,在空气中冷却后,使用造粒机切割,得到97份的具有烷氧基甲硅烷基的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)的颗粒。

[0254] 将10份得到的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)的颗粒溶解于100份的环己烷后,注入到400份经脱水了的甲醇中,使改性嵌段共聚物的氢化物(xii)凝固。过滤经凝固了的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)后,在25℃进行真空干燥,分离出9.5份的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)的团粒。对分离出的团粒观察FT-IR光谱和¹H-NMR光谱。在FT-IR光谱中,观察到在1090cm⁻¹处有来自Si-OCH₃基的新的吸收带,观察到在825cm⁻¹和739cm⁻¹处有来自Si-CH₂基的新的吸收带。这些吸收带的位置为与乙烯基三甲氧基硅烷的吸收带的位置的1075cm⁻¹、808cm⁻¹、及766cm⁻¹不同的位置。此外,在¹H-NMR光谱(氘代氯仿)中,可观察到在3.6ppm处基于甲氧基的质子的吸收带。根据这些光谱的峰面积比,可确认相对于100份的嵌段共聚物的氢化物(xi)键合了1.7份的乙烯基三甲氧基硅烷。

[0255] 在100重量份的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)的颗粒中,添加0.5份的作为紫外线吸收剂的2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮,形成混合物。将该混合物使用具有能够添加液状物的侧面进料口的双螺杆挤出机(东芝机械公司制“TEM37BS”),在树脂温度190℃挤出成股状。在该挤出时,在双螺杆拉伸机内的混合物中,通过上述侧面进料口,连续地添加作为增塑剂的聚异丁烯(JX日矿日石能量公司制“日石聚丁烯LV-100”。数均分子量为500),以使得相对于100重量份的改性嵌段共聚物的氢化物(xii)成为40重量份的比例。将挤出的混合物在空气中冷却后,使用造粒机切割,得到102份的包含改性嵌段共聚物的氢化物(xii)和聚异丁烯的树脂的颗粒(xiii)。使用动态粘弹性测定装置(UBM公司制“Rheosol-G30000”)在频率10Hz、5℃/分钟的升温速度的条件下对该树脂进行测定,结果90℃时的储能模量为0.8MPa。此外,使用Tensilon万能试验机(RTC-1125A、ORIENTIC公司制造),按照JIS K 7162,在标距为25mm、拉伸速度为50mm/分钟的条件测定该封装用树脂的拉伸模量,结果23℃时的拉伸模量为939MPa。

[0256] 通过将该颗粒(xiii)在料筒温度200℃进行单螺杆挤出成型,从而得到厚度为50μm的树脂膜。在具有粗糙面的压花板,一边加热到120℃一边用5MPa挤压得到的树脂膜的单面,将压花板的粗糙面的形状转印到上述的树脂膜的单面,由此得到封装用膜5。使用原子力显微镜(SII NONA Technology公司制“SPA300”)测定得到的封装用膜5的压花转印面,结果算术平均粗糙度Ra为100nm。

[0257] [制造例6:封装用膜6的制造]

[0258] 代替压花板,使用厚度为188μm的降冰片烯系树脂膜(日本瑞翁公司制“ZF16-188”)作为压花模具,除此以外,与制造例1同样地进行,制造压花转印面的算术平均粗糙度Ra为2nm的封装用膜6。

[0259] [制造例7:封装用膜7的制造]

[0260] 将压花板代替为另外的压花板,除此以外,与制造例1同样地进行,制造压花转印面的算术平均粗糙度Ra为1500nm的封装用膜7。

[0261] [制造例8:封装用膜8的制造]

[0262] 代替氧化钡,使用平均粒径为100nm的沸石粒子,除此以外,与制造例3同样地进行,得到封装用树脂的颗粒(xiv)。使用动态粘弹性测定装置(UBM公司制“Rheosol-G30000”)在频率10Hz、5°C/分钟的升温速度的条件下对该封装用树脂进行测定,结果90°C时的储能模量为20MPa。此外,使用Tensilon万能试验机(RTC-1125A、ORIENTIC公司制造),按照JIS K 7162,在标距为25mm、拉伸速度为50mm/分钟的条件对该封装用树脂的拉伸模量进行测定,结果23°C时的拉伸模量为1325MPa。

[0263] 通过将上述颗粒(xiv)在料筒温度200°C进行单螺杆挤出成型,从而得到厚度为50 μ m的树脂膜。在具有粗糙面的压花板,一边加热到120°C一边以5MPa挤压得到的树脂膜的单面,制造压花转印面的算术平均粗糙度Ra为300nm的封装用膜8。

[0264] [制造例9:阻隔构件1的制造]

[0265] 准备厚度为100 μ m的降冰片烯系树脂膜(日本瑞翁公司制“ZF16-100”)作为基材膜。通过等离子体CVD法,将厚度约为1000nm的氧化硅膜作为阻隔层而形成在该基材膜上,得到阻隔构件1。

[0266] [制造例10:阻隔构件2的准备]

[0267] 准备厚度为100 μ m的不锈钢箔,将其作为阻隔构件2。

[0268] [制造例11:阻隔构件3的准备]

[0269] 准备厚度为100 μ m的玻璃膜,将其作为阻隔构件3。

[0270] [制造例12:发光元件1的制造]

[0271] 准备厚度为0.1mm、50mm见方的玻璃膜作为基板。

[0272] 通过气相沉积(在 10^{-4} Pa的减压下),在该玻璃膜上,形成厚度为150nm的ITO层作为第1电极。

[0273] 在 5×10^{-4} Pa的真空下,在该第一电极上,气相沉积N,N'-二苯基-N,N'-间三-4,4'-二氨基-1,1'-联苯,形成空穴传输层。

[0274] 在 5×10^{-4} Pa的真空下,在该空穴传输层上,气相沉积Alq3(三(8-羟基喹啉)铝),形成发光层。

[0275] 在 5×10^{-4} Pa的真空下,在该发光层上,气相沉积LiF,形成电子传输层。

[0276] 在 5×10^{-4} Pa的真空下,在该电子传输层上,气相沉积Al,形成第2电极。由此,得到底部发光型的发光元件1。

[0277] [制造例13:发光元件2的制造]

[0278] 准备厚度为0.1mm、50mm见方的玻璃膜作为基板。在该玻璃膜上,以厚度成为100nm的方式气相沉积铝,形成反射层。在该反射层上,以厚度成为20nm的方式气相沉积SiO₂,形成绝缘层。在该绝缘层上,与制造例11同样地进行,依次形成由ITO形成的第一电极、空穴传输层、发光层及电子传输层。进而,在电子传输层上,以厚度成为10nm的方式气相沉积银,接着,以厚度成为100nm的方式气相沉积ITO,由此形成光透射性的第2电极。由此,得到顶部发光型的发光元件2。

[0279] [实施例1]

[0280] 依次重叠发光元件1、作为封装材料的封装用膜1、以及阻隔构件1,通过热压接进行封装,得到有机EL元件1。这时,封装用膜1的作为贴合面的压花转印面位于发光元件1侧。

此外,上述的热压接使用真空层压机(常阳工学公司制造),在加热温度110℃、加压0.8kN、真空度1.3Pa、保持5分钟的条件进行实施。

[0281] 观察得到的有机EL元件1,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件1进行通电,确认到没有黑斑,发光没有问题。然后,对有机EL元件1在不发光的状态下,实施85℃、0%RH、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认到无黑斑,发光没有问题。

[0282] [实施例2]

[0283] 代替封装用膜1,使用封装用膜2,代替阻隔构件1,使用阻隔构件2,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件2。

[0284] 观察得到的有机EL元件2,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件2进行通电,确认到没有黑斑,发光没有问题。然后,对有机EL元件2在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认到无黑斑,发光没有问题。

[0285] [实施例3]

[0286] 代替发光元件1,使用发光元件2,代替封装用膜1,使用封装用膜3,代替阻隔构件1使用阻隔构件3,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件3。

[0287] 观察得到的有机EL元件3,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件3进行通电,确认到没有黑斑,发光没有问题。然后,对有机EL元件3在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认到无黑斑,发光没有问题。

[0288] [实施例4]

[0289] 代替发光元件1,使用发光元件2,代替封装用膜1,使用封装用膜4,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件4。

[0290] 观察得到的有机EL元件4,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件4进行通电,确认没有黑斑,发光没有问题。然后,将有机EL元件4在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认无黑斑,发光没有问题。

[0291] [实施例5]

[0292] 代替发光元件1,使用发光元件2,代替封装用膜1,使用封装用膜5,代替阻隔构件1使用阻隔构件3,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件5。

[0293] 观察得到的有机EL元件5,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件5进行通电,确认到没有黑斑,发光没有问题。然后,对有机EL元件5在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认到无黑斑,但封装部位的封装性能下降,在端部产生黑色区域(不发光区域)。

[0294] [实施例6]

[0295] 代替发光元件1,使用发光元件2,代替封装用膜1,使用封装用膜8,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件6。

[0296] 观察得到的有机EL元件6,结果在贴合时没有气泡残留,能够完美地贴合。进而,对有机EL元件6进行通电,确认到没有黑斑,发光没有问题。然后,对有机EL元件6在不发光的

状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果确认到无黑斑,发光没有问题。

[0297] [比较例1]

[0298] 代替发光元件1,使用发光元件2,代替封装用膜1,使用封装用膜6,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件7。

[0299] 观察得到的有机EL元件7,结果在贴合时有气泡残留。进而,对有机EL元件7通电时,没有黑斑,但由于气泡残留所以发光面的亮度不均匀。然后,对有机EL元件6在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果在气泡残留的位置产生了黑斑,发光面的亮度不均匀。

[0300] [比较例2]

[0301] 代替封装用膜1,使用封装用膜7,除此以外,与实施例1同样地进行,得到有机EL元件8。

[0302] 观察得到的有机EL元件8,结果在贴合时没有气泡残留能够完美地贴合,但是对有机EL元件8通电时,产生小的黑斑,发光面的亮度不均匀。然后,对有机EL元件8在不发光的状态下,实施85℃、500小时的耐久性试验,然后恢复室温,再次通电发光时,结果残留有贴合后产生的黑斑,发光面的亮度不均匀。

[0303] [评价结果]

[0304] 将上述的实施例和比较例的结果示于下述表中。在下述表中,“Ra”表示封装用膜的压花转印面的算术平均粗糙度Ra。

[0305] [表1]

[0306] [表1.实施例和比较例的结果]

	Ra (nm)	黑斑	气泡
实施例1	20	良	良
实施例2	500	良	良
实施例3	900	良	良
实施例4	50	良	良
实施例5	100	良	良
实施例6	300	良	良
比较例1	2	良	不良
比较例2	1500	不良	良

[0308] [讨论]

[0309] 根据上述的实施例和比较例可知,根据本发明的封装材料,可确认:能够抑制气泡及黑斑的产生,并且能够封装发光元件。

[0310] 附图标记说明

[0311] 100:发光装置;

[0312] 110:有机EL元件;

[0313] 111:基板;

[0314] 112:第一电极;

[0315] 113:边缘覆盖层;

- [0316] 114:发光层;
- [0317] 115:第二电极;
- [0318] 120:封装材料;
- [0319] 120D:贴合面;
- [0320] 130:阻隔构件;
- [0321] 131:阻隔层;
- [0322] 132:基材膜层;
- [0323] 200:发光装置;
- [0324] 210:有机EL元件;
- [0325] 216:临时封装层;
- [0326] 300:发光装置;
- [0327] 310:有机EL元件;
- [0328] 317:吸附剂层。

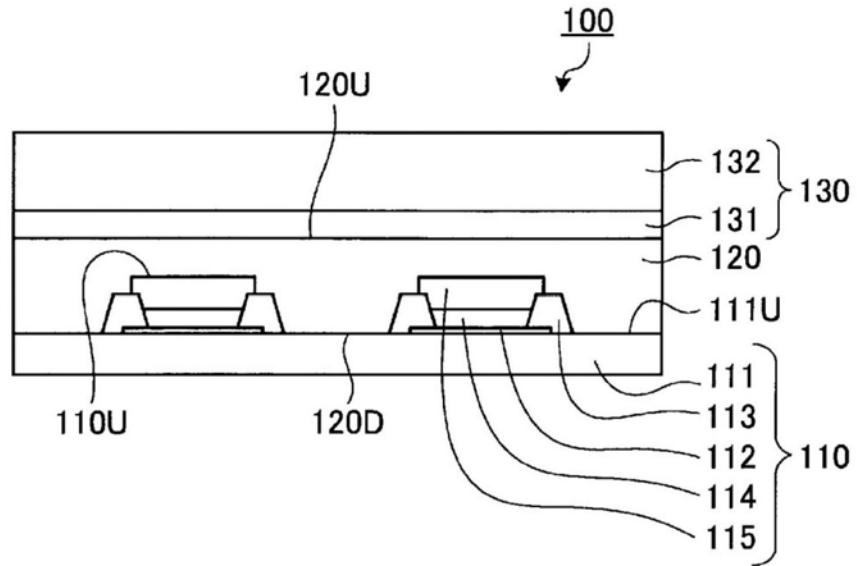


图1

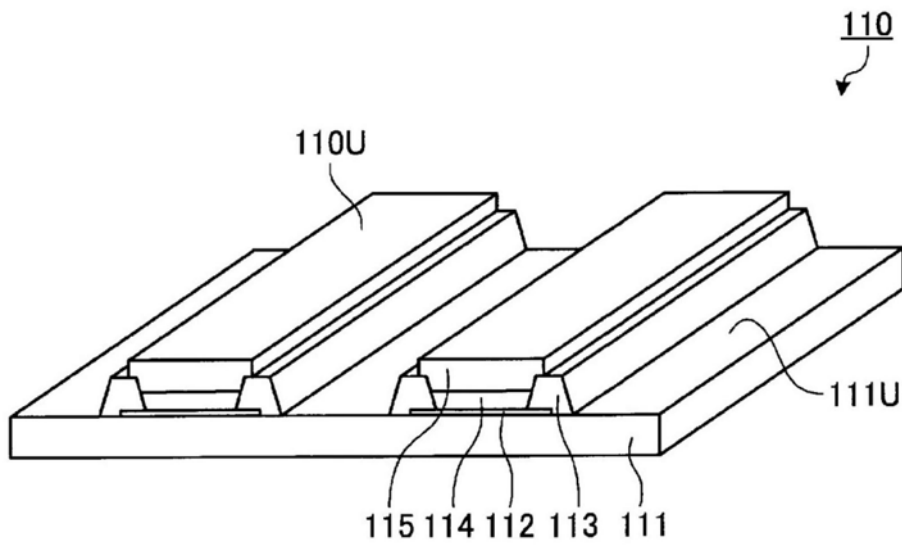


图2

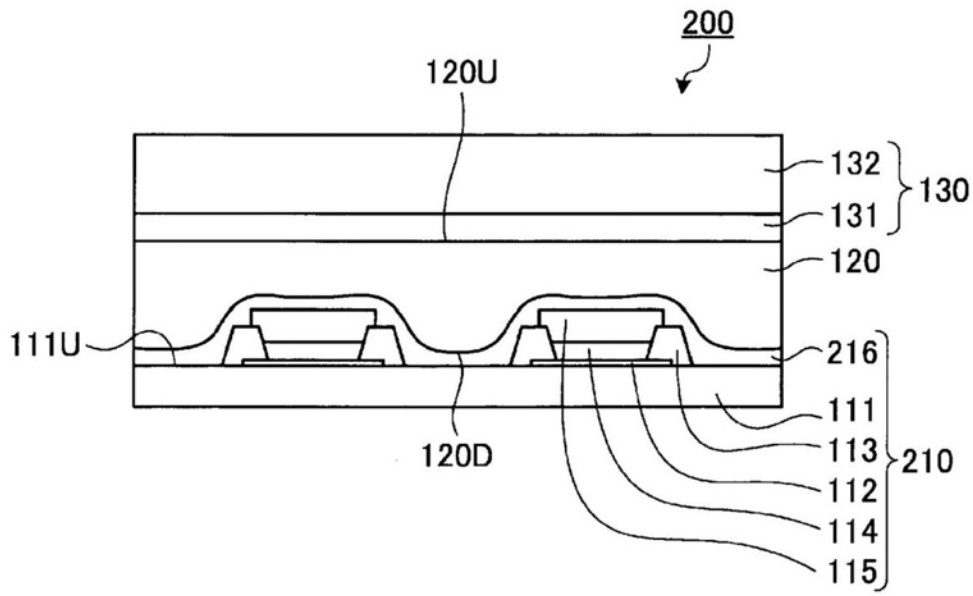


图3

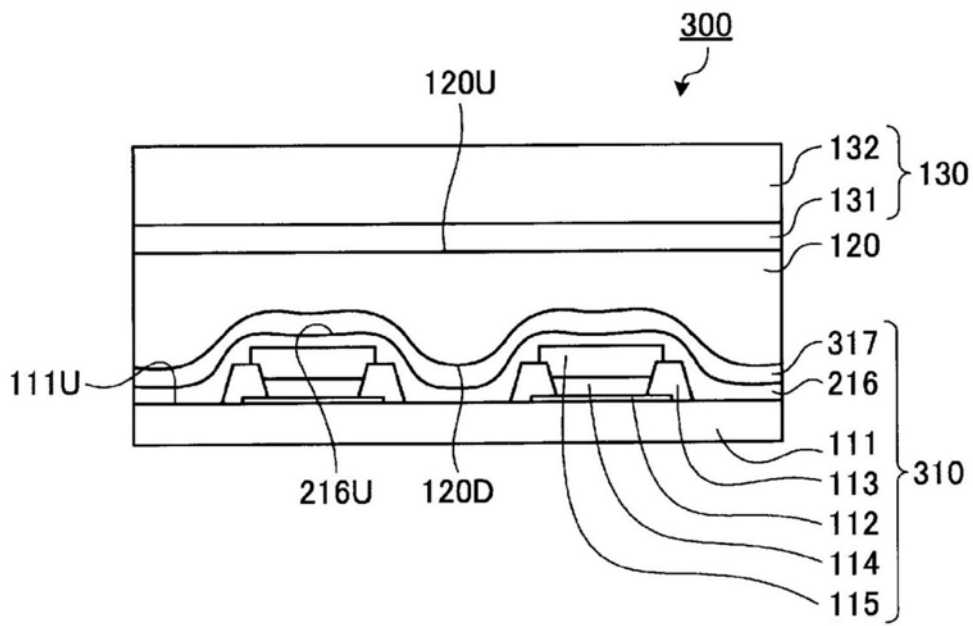


图4