(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년05월29일
(11) 등록번호 10-2814018
(24) 등록일자 2025년05월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 63/00 (2006.01) *C08K 5/521* (2006.01)
C08K 5/524 (2006.01) *C08K 5/5415* (2006.01)
H05B 33/04 (2006.01) *H05B 33/10* (2006.01)
H10K 50/80 (2023.01) *H10K 59/00* (2023.01)
(52) CPC특허분류
C08L 63/00 (2013.01)
C08K 5/521 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-7022856
(22) 출원일자(국제) 2020년02월20일
심사청구일자 2022년10월06일
(85) 번역문제출일자 2021년07월19일
(65) 공개번호 10-2021-0132001
(43) 공개일자 2021년11월03일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2020/006922
(87) 국제공개번호 WO 2020/171186
국제공개일자 2020년08월27일
(30) 우선권주장
JP-P-2019-028989 2019년02월21일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2012116935 A*
KR1020160111377 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
덴카 주식회사
일본국, 도쿄, 추오-구, 니혼바시-무로마치 2초메, 1-1
(72) 발명자
이시다 야스노리
일본국 도쿄도 츄오쿠 니혼바시 무로마치 2쵸메 1반 1고 덴카 주식회사 나이
쿠리무라 히로유키
일본국 도쿄도 츄오쿠 니혼바시 무로마치 2쵸메 1반 1고 덴카 주식회사 나이
야마시타 유키히코
일본국 도쿄도 츄오쿠 니혼바시 무로마치 2쵸메 1반 1고 덴카 주식회사 나이
(74) 대리인
리앤목특허법인

전체 청구항 수 : 총 14 항 심사관 : 한승수

(54) 발명의 명칭 **조성물**

(57) 요 약

(A) 양이온 중합성 화합물과, (B) 광양이온 중합 개시제와, (C) 인산 에스테르 및 아인산 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 인산 화합물을 함유하고, (A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하며, (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물이 (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지 및 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지를 함유하고, (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지의 함유량(A_1)과 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지의 함유량(A_2)의 비(A_1/A_2(질량비))가 0.2~5인 조성물.

(52) CPC특허분류
C08K 5/524 (2013.01)
C08K 5/5415 (2013.01)
H05B 33/04 (2013.01)
H05B 33/10 (2013.01)
H10K 50/8426 (2023.02)
H10K 59/00 (2023.02)
C08L 2205/025 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

(A) 양이온 중합성 화합물과, (B) 광양이온 중합 개시제와, (C1) 인산 에스테르를 함유하고,

(A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하며,

(A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물이 (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지 및 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지를 함유하고,

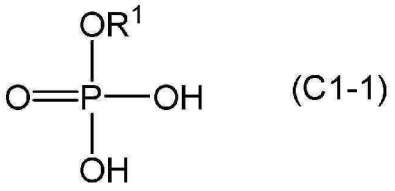
(A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지의 함유량(A_1)과 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지의 함유량(A_2)의 비(A_1/A_2 (질량비))가 0.2~5인 조성물.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

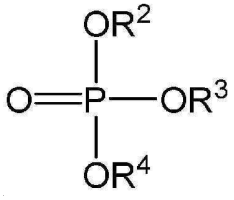
(C1) 인산 에스테르가 식(C1-1)으로 나타나는 화합물, 식(C1-2)으로 나타나는 화합물 및 식(C1-3)으로 나타나는 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 함유하는 조성물.

[화학식 1]



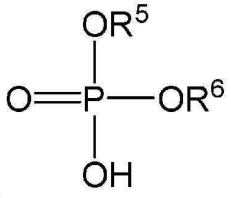
(C1-1)

[화학식 2]



(C1-2)

[화학식 3]



(C1-3)

[식 중, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 각각 독립적으로 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소기를 나타낸다.]

청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

(C1) 인산 에스테르의 사용량이 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.1~5질량부인 조성물.

청구항 4

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

(B) 광양이온 중합 개시제가 오늄염인 조성물.

청구항 5

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

(B) 광양이온 중합 개시제의 함유량이 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.05~5.0질량부인 조성물.

청구항 6

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

광 증감제를 더 함유하는 조성물.

청구항 7

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

실란 커플링제를 더 함유하는 조성물.

청구항 8

청구항 1 또는 청구항 2에 기재된 조성물을 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제.

청구항 9

청구항 1 또는 청구항 2에 기재된 조성물의 경화체.

청구항 10

청구항 9에 기재된 경화체를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재.

청구항 11

유기 일렉트로 루미네센스 소자와,

청구항 10에 기재된 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치.

청구항 12

제1 부재에 청구항 1 또는 청구항 2에 기재된 조성물을 부착시키는 부착 공정과,

부착시킨 상기 조성물에 광을 조사하는 조사 공정과,

광 조사된 상기 조성물을 통해 상기 제1 부재와 제2 부재를 맞추어붙이는 첩합 공정을 갖는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법.

청구항 13

청구항 12에 있어서,

상기 제1 부재가 기판이며,

상기 제2 부재가 유기 일렉트로 루미네센스 소자인 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법.

청구항 14

(A) 양이온 중합성 화합물과, (B) 광양이온 중합 개시제와, (C1) 인산 에스테르를 함유하고,

(A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하며,

(A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물이 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물을 함유하고,

광 조사 전의 점도를 V0, 파장 365nm, 100mW/㎠의 자외선을 30초간 조사한 후의 점도를 Vv로 하였을 때 식: Vv/V0에 따라 구한 광 조사 후의 점도 변화율이 10 이하이며,

온도 85℃, 상대 습도 85질량%의 조건하에서 1000시간 폭로한 후 6V의 전압을 10초간 인가한 후에서의 고온 고습도 조건하의 다크 스폿의 직경이 150㎛ 이하인 조성물.

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 조성물, 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제, 경화체, 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재, 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치 및 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 최근 유기 일렉트로 루미네센스(유기 EL) 표시 소자나 유기 박막 태양 전지 소자 등의 유기 박막 소자를 이용한 유기 광디바이스의 연구가 진행되고 있다. 유기 박막 소자는 진공 증착이나 용액 도포 등에 의해 간편하게 제작할 수 있기 때문에 생산성이 우수하다.

[0003] 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자는 서로 대향하는 한 쌍의 전극 사이에 유기 발광 재료층이 협지된 박막 구조체를 가진다. 이 유기 발광 재료층에 한쪽의 전극으로부터 전자가 주입됨과 아울러 다른 쪽의 전극으로부터 정공이 주입됨으로써 유기 발광 재료층 내에서 전자와 정공이 결합하여 자기 발광을 행한다. 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자는 백라이트를 필요로 하는 액정 표시 소자 등과 비교하여 시인성이 좋고 보다 박형화가 가능하며 또한 직류 저전압 구동이 가능하다는 이점을 가진다.

[0004] 그런데 이러한 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자는 유기 발광 재료층이나 전극이 외기에 노출되면 그 발광 특성이 급격하게 열화되어 수명이 짧아진다는 문제가 있었다. 따라서, 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자의 안정성 및 내구성을 높이는 것을 목적으로 하여 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자에서는 유기 발광 재료층이나 전극을 대기 중의 수분이나 산소로부터 차단하는 봉지 기술이 불가결해진다.

[0005] 특허문헌 1에는 상면 발광형 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자 등에 있어서, 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자 기판의 사이에 광경화성의 봉지제를 채우고 광을 조사하여 봉지하는 방법이 개시되어 있다. 그러나 특허문헌 1은 본 발명의 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제에 대해 기재가 없다.

[0006] 특허문헌 2에는 반응성 제어제를 지연 경화제로서 사용하지 않고 충분한 가사 시간을 확보할 수 있는 UV 경화성 수지 조성물이 개시되어 있다. 그러나 광 조사 후의 가사 시간이 짧은 문제가 있었다. 특허문헌 2는 에폭시기를 갖는 지환식 화합물에 대해 기재가 없다. 특허문헌 2는 인산 에스테르를 광양이온 중합 개시제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 인산 에스테르를 광 조사 후의 점도 상승을 억제하기 위해 사용하지 않는다.

[0007] 특허문헌 3에는 에폭시 수지(「말단에 에폭시기를 갖는 폴리알킬렌옥사이드 부가 비스페놀 유도체」를 제외함), 광양이온 중합 개시제 및 말단에 에폭시기를 갖는 폴리알킬렌옥사이드 부가 비스페놀 유도체를 함유하고, 광 조사에 의해 경화 반응이 개시되며, 광을 차단한 후에도 암반응으로 경화 반응이 진행되는 광양이온 중합성 접착제로 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자 봉지용 접착제가 개시되어 있다. 특허문헌 3은 에폭시기를 갖는 지환식 화합물에 대해 기재가 없다. 특허문헌 3은 광 조사시에 아웃 가스를 발생하여 소자

를 열화시킨다는 문제가 있었다.

[0008] 특허문헌 4에는 특정의 양이온 중합성 화합물과 광양이온 중합 개시제를 함유하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자용 봉지제가 개시되어 있다. 그러나 광 조사 후의 가사 시간이 짧은 문제가 있었다. 특허문헌 4는 인산 에스테르를 광양이온 중합 개시제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 인산 에스테르를 광 조사 후의 점도 상승을 억제하기 위해 사용하지 않는다.

[0009] 특허문헌 5에는 광양이온 중합성 화합물 100질량부, 광양이온 중합 개시제 0.1~30질량부, 에테르 결합을 갖는 화합물로 이루어지는 경화 제어제 0.1~30질량부를 함유하고, 경화 제어제가 에테르 결합을 갖는 화합물을 갖는 후경화 조성물에 의한 유기 일렉트로 루미네센스 소자의 봉지 방법이 개시되어 있다. 그러나 이러한 봉지 방법에서는 광 조사시에 아웃 가스를 발생하여 소자를 열화시키는 경우가 있다는 문제가 있었다.

[0010] 특허문헌 5는 에폭시기를 갖는 지환식 화합물에 대해 기재가 없다. 특허문헌 5는 인산 에스테르를 광양이온 중합 개시제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 인산 에스테르를 광 조사 후의 점도 상승을 억제하기 위해 사용하지 않는다.

[0011] 특허문헌 6에는 비스페놀 A형 에폭시 수지와 적어도 한 개의 활성 수소를 갖는 인산류의 부가물(A)과, 지환식 에폭시기를 2개 이상 갖는 화합물(B)과, 양이온성 광중합 개시제(C)를 함유하는 자외선 경화형 수지 조성물이 개시되어 있다. 그러나 이러한 (A)를 이용한 수지 조성물에서는 (A)의 제조 방법이 복잡하고, 부생성물에 의해 아웃 가스를 발생하여 소자를 열화시킨다는 문제점이 있었다. 특허문헌 6은 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제에 대해 기재가 없다.

[0012] 특허문헌 7에는 방사선 경화성 성분을 포함함과 아울러 상이한 화합물군에 속하는 적어도 2개의 난연제를 포함하는 방사선 경화성 조성물이 개시되어 있다. 그러나 특허문헌 7에서는 원래 다른 목적으로 이용되는 난연성의 경화성 조성물이며, 광 조사 후의 가사 시간 및 광 조사시의 아웃 가스 발생에 관한 기재는 없다. 특허문헌 7은 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제에 대해 기재가 없다.

[0013] 특허문헌 8에는 양이온 중합성 화합물과 광양이온 중합 개시제를 함유하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자용 봉지제로서, 상기 양이온 중합성 화합물이 특정의 구조로 나타나는 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 소자용 봉지제가 개시되어 있다.

[0014] 특허문헌 8은 인산 에스테르를 광양이온 중합 개시제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 인산 에스테르를 광 조사 후의 점도 상승을 억제하기 위해 사용하지 않는다.

[0015] 특허문헌 9에는 광중합성 화합물과 광양이온 중합 개시제를 함유하는 톱 에미션 방식의 유기 일렉트로 루미네센스 소자의 광의 취출 방향을 봉지하기 위한 봉지제로서, 상기 광중합성 화합물은 이 광중합성 화합물 100중량부에 대해 지방족 환상 골격을 갖는 에폭시 화합물을 20~80중량부 및 비스페놀 F형 에폭시 수지 80~20중량부로 이루어지고, 경화물의 파장 380~800nm에서의 광의 전광선 투과율이 80% 이상인 것을 특징으로 하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제가 개시되어 있다.

[0016] 특허문헌 9는 인산 에스테르를 광양이온 중합 개시제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 인산 에스테르를 광 조사 후의 점도 상승을 억제하기 위해 사용하지 않는다.

[0017] 특허문헌 10에는 분자 내에 환상 지방족 골격과 2개 이상의 에폭시기를 갖는 지환식 에폭시 화합물(A)과, 실리카(B)와, 아인산 에스테르(C)로 구성되는 액상 경화성 에폭시 수지 조성물이 개시되어 있다.

[0018] 특허문헌 10은 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물을 반응성 희석제로서 예시할 뿐이며, 실시예에서 사용하지 않고, 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물을 광 조사 후의 점도 상승을 억제하거나 유기 일렉트로 루미네센스 소자를 열화시키기 어렵게 하기 위해 사용하지 않는다.

선행기술문헌

특허문헌

[0019] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본공개특허 2001-357973호 공보

(특허문헌 0002) 특허문헌 2: 일본특허 5919574호 공보

(특허문헌 0003) 특허문헌 3: 일본특허 4800247호 공보

(특허문헌 0004) 특허문헌 4: 일본공개특허 2016-58273호 공보

(특허문헌 0005) 특허문헌 5: 일본특허 4384509호 공보

(특허문헌 0006) 특허문헌 6: 일본공개특허 평7-247342호 공보

(특허문헌 0007) 특허문헌 7: 일본공표특허 2007-513234호 공보

(특허문헌 0008) 특허문헌 8: 일본공개특허 2016-58273호 공보

(특허문헌 0009) 특허문헌 9: 일본공개특허 2009-79230호 공보

(특허문헌 0010) 특허문헌 10: 일본공개특허 2012-116935호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0020] 본 발명은 상기 사정을 감안하여 이루어진 것으로, 광 조사 후의 점도 상승이 적어 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제로서 적합하게 사용할 수 있고, 유기 일렉트로 루미네센스 소자를 열화시키기 어려운 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0021] 즉, 본 발명은 이하와 같다.

[0022] <1> (A) 양이온 중합성 화합물과, (B) 광양이온 중합 개시제와, (C) 인산 에스테르 및 아인산 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 인산 화합물을 함유하고,

[0023] (A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하며,

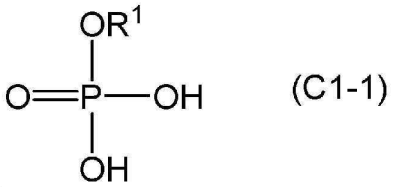
[0024] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물이 (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지 및 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지를 함유하고,

[0025] (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지의 함유량(A_1)과 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지의 함유량(A_2)의 비(A_1/A_2 (질량비))가 0.2~5인 조성물.

[0026] <2> (C) 인산 화합물이 (C1) 인산 에스테르인, <1>에 기재된 조성물.

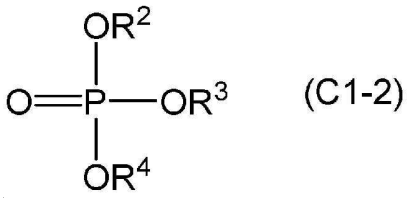
[0027] <3> (C1) 인산 에스테르가 식(C1-1)으로 나타나는 화합물, 식(C1-2)으로 나타나는 화합물 및 식(C1-3)으로 나타나는 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 함유하는, <2>에 기재된 조성물.

화학식 1

[0028] 

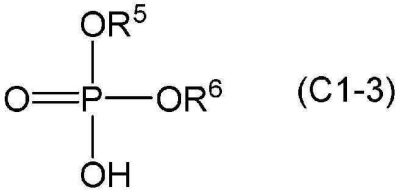
(C1-1)

화학식 2

[0029] 

(C1-2)

화학식 3

[0030] 

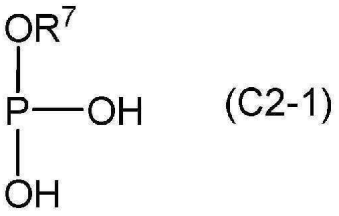
(C1-3)

[0031] [식 중, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 각각 독립적으로 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소기를 나타낸다.]

[0032] <4> (C) 인산 화합물이 (C2) 아인산 에스테르인, <1>에 기재된 조성물.

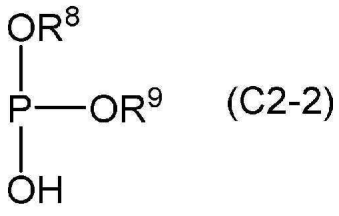
[0033] <5> (C2) 아인산 에스테르가 식(C2-1)으로 나타나는 화합물, 식(C2-2)으로 나타나는 화합물, 식(C2-3)으로 나타나는 화합물, 식(C2-4)으로 나타나는 화합물, 식(C2-5)으로 나타나는 화합물 및 식(C2-6)으로 나타나는 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 함유하는, <4>에 기재된 조성물.

화학식 4

[0034] 

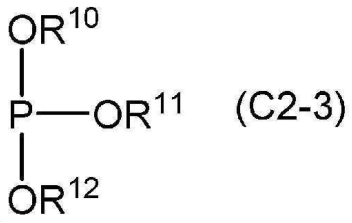
(C2-1)

화학식 5

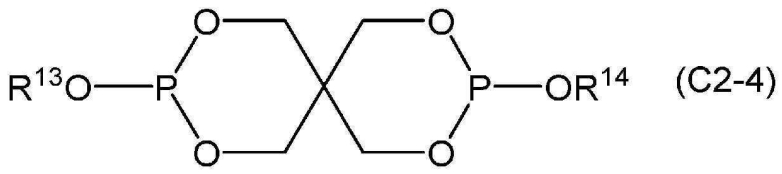
[0035] 

(C2-2)

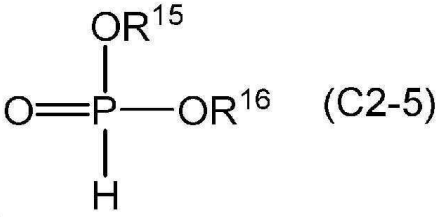
화학식 6

[0036] 

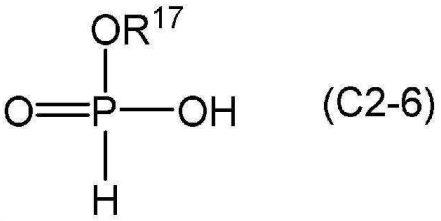
화학식 7

[0037] 

화학식 8

[0038] 

화학식 9

[0039] 

[0040] [식 중, R^{7}, R^{8}, R^{9}, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}은 각각 독립적으로 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소기를 나타낸다.]

[0041] <6> (C) 인산 화합물의 사용량이 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.1~5질량부인, <1>~<5> 중 어느 한 항에 기재된 조성물.

[0042] <7> (B) 광양이온 중합 개시제가 오늄염인, <1>~<6> 중 어느 한 항에 기재된 조성물.

[0043] <8> (B) 광양이온 중합 개시제의 함유량이 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.05~5.0질량부인, <1>~<7> 중 어느 한 항에 기재된 조성물.

[0044] <9> 광 증감제를 더 함유하는, <1>~<8> 중 어느 한 항에 기재된 조성물.

[0045] <10> 실란 커플링제를 더 함유하는, <1>~<9> 중 어느 한 항에 기재된 조성물.

[0046] <11> <1>~<10> 중 어느 한 항에 기재된 조성물을 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제.

[0047] <12> <1>~<10> 중 어느 한 항에 기재된 조성물의 경화체.

[0048] <13> <12>에 기재된 경화체를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재.

[0049] <14> 유기 일렉트로 루미네센스 소자와, <13>에 기재된 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치.

[0050] <15> 제1 부재에 <1>~<10> 중 어느 하나에 기재된 조성물을 부착시키는 부착 공정과, 부착시킨 상기 조성물에 광을 조사하는 조사 공정과, 광 조사된 상기 조성물을 통해 상기 제1 부재와 제2 부재를 맞추어붙이는 첩합 공정을 갖는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법.

[0051] <16> 상기 제1 부재가 기판이며, 상기 제2 부재가 유기 일렉트로 루미네센스 소자인, <15>에 기재된 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법.

[0052] <17> (A) 양이온 중합성 화합물과, (B) 광양이온 중합 개시제와, (C) 인산 에스테르 및 아인산 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 인산 화합물을 함유하고,

[0053] (A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하며,

[0054] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물이 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물을 함유하고,

[0055] 광 조사 전의 점도를 V0, 파장 365nm, 100mW/㎠의 자외선을 30초간 조사한 후의 점도를 Vv로 하였을 때 식: Vv/V0에 따라 구한 광 조사 후의 점도 변화율이 10 이하이며,

[0056] 온도 85℃, 상대 습도 85질량%의 조건하에서 1000시간 폭로한 후 6V의 전압을 10초간 인가한 후에서의 고온 고습도 조건하의 다크 스폿의 직경이 150㎛ 이하인 조성물.

발명의 효과

[0057] 본 발명에 의하면 광 조사 후의 점도 상승이 적어 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제로서 적합하게 사용할 수 있고, 유기 일렉트로 루미네센스 소자를 열화시키기 어려운 조성물을 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0058] 이하, 본 실시형태를 상세하게 설명한다.

[0059] 본 실시형태에 관한 조성물은

[0060] (A) 양이온 중합성 화합물,

[0061] (B) 광양이온 중합 개시제 및

[0062] (C) 인산 에스테르 및 아인산 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 인산 화합물

[0063] 을 함유하는 것을 특징으로 한다.

[0064] 또한, 본 실시형태에 관한 조성물은 (A) 양이온 중합성 화합물이 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을 함유하는 것을 특징으로 한다.

[0065] 본 실시형태에 관한 조성물은 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제로서 적합하게 사용할 수 있다.

[0066] 다음으로 본 실시형태에 관한 조성물(이하, 「유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제라고도 함)의 성분에 대해 설명한다.

[0067] (A) 양이온 중합성 화합물

[0068] 본 실시형태에 관한 조성물은 (A) 양이온 중합성 화합물을 필수 성분으로 한다. (A) 양이온 중합성 화합물은 광중합성인 것이 바람직하다.

[0069] (A) 양이온 중합성 화합물은 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물 및 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물을

함유한다. 이에 의해 양호한 접착성 및 저투습성을 얻을 수 있다.

[0070] (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물

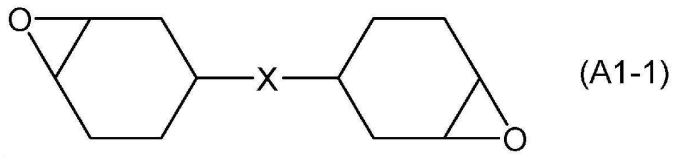
[0071] 에폭시기를 갖는 지환식 화합물(이하, 지환식 에폭시 화합물이라고 하기도 함)로서는 적어도 한 개의 시클로알칸환(예를 들어 시클로헥센환, 시클로펜텐환, 피넨환 등)을 갖는 화합물을 과산화수소, 과산 등의 적당한 산화제로 에폭시화함으로써 얻어지는 화합물 또는 그 유도체나 방향족 에폭시 화합물(예를 들어 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지 등)을 수소화하여 얻어지는 수소화 에폭시 화합물 등을 들 수 있다. 이들 화합물은 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다.

[0072] 지환식 에폭시 화합물로서는 3',4'-에폭시시클로헥실메틸-3,4-에폭시시클로헥산카르복실레이트, 3,4-에폭시시클로헥실알킬(메타)아크릴레이트(예를 들어 3,4-에폭시시클로헥실메틸(메타)아크릴레이트 등), (3,3',4,4'-디에폭시)비시클로헥실, 수소 첨가 비스페놀 A형 에폭시 수지, 수소 첨가 비스페놀 F형 에폭시 수지 등을 들 수 있다.

[0073] 지환식 에폭시 화합물 중에서는 1,2-에폭시시클로헥산 구조를 갖는 지환식 에폭시 화합물이 바람직하다. 1,2-에폭시시클로헥산 구조를 갖는 지환식 에폭시 화합물 중에서는 하기 식(A1-1)으로 나타나는 화합물이 바람직하다.

화학식 10

[0074]



(A1-1)

[0075] (식(A1-1) 중, X는 단결합 또는 연결기(1 이상의 원자를 갖는 2가의 기)를 나타내고, 연결기는 2가의 탄화수소기, 카르보닐기, 에테르 결합, 에스테르 결합, 카보네이트기, 아미드 결합, 또는 이들이 복수개 연결된 기이다)

[0076] X는 연결기가 바람직하다. 연결기 중에서는 에스테르 결합을 갖는 관능기가 바람직하다. 이들 중에서는 3',4'-에폭시시클로헥실메틸-3,4-에폭시시클로헥산카르복실레이트가 바람직하다.

[0077] 지환식 에폭시 화합물의 분자량은 투습성이나 저장 안정성의 점에서 450 이하가 바람직하고, 400 이하가 보다 바람직하며, 300 미만이 더욱 바람직하고, 100~280이 한층 더 바람직하다.

[0078] 지환식 에폭시 화합물이 분자량 분포를 갖는 경우는 지환식 에폭시 화합물의 수평균 분자량이 상기 범위인 것이 바람직하다. 또, 본 명세서 중, 수평균 분자량은 겔 투과 크로마토그래피(GPC)에 의해 하기 측정 조건으로 측정되는 폴리스티렌 환산의 값을 나타낸다.

[0079] · 용매(이동상): THF

[0080] · 탈기 장치: ERMA사 제품 ERC-3310

[0081] · 펌프: 니혼 분코사 제품 PU-980

[0082] · 유속: 1.0ml/min

[0083] · 오토샘플러: 토소사 제품 AS-8020

[0084] · 칼럼 오븐: 히타치 제작소 제품 L-5030

[0085] · 설정 온도: 40℃

[0086] · 칼럼 구성: 토소사 제품 TSKguardcolumnMP(×L) 6.0mmID×4.0cm 2개 및 토소사 제품 TSK-GELMULTIPORE HXL-M 7.8mmID×30.0cm 2개 합계 4개

[0087] · 검출기: RI 히타치 제작소 제품 L-3350

[0088] · 데이터 처리: SIC480 데이터 스테이션

[0089] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물

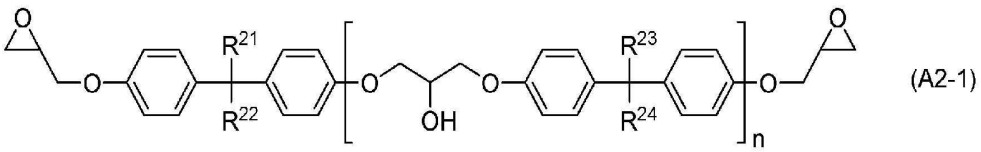
[0090] 에폭시기를 갖는 방향족 화합물(이하, 방향족 에폭시 화합물이라고 하기도 함)로서는 모노머, 올리고머 또는 폴

리머 모두 사용 가능하고, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 비스페놀 S형 에폭시 수지, 비페닐형 에폭시 수지, 나프탈렌형 에폭시 수지, 플루오렌형 에폭시 수지, 노볼락 페놀형 에폭시 수지, 크레졸 노볼락형 에폭시 수지, 이들의 변성물 등을 들 수 있다. 이들 에폭시 수지는 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다.

[0091] 이들 중에서는 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물이 바람직하다. 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물 중에서는 하기 식(A2-1)으로 나타나는 화합물이 바람직하다.

화학식 11

[0092]



(A2-1)

[0093] (식(A2-1) 중, n은 0~30의 실수를 나타내고, R^{21}, R^{22}, R^{23} 및 R^{24}는 각각 독립적으로 수소 원자 또는 치환 혹은 비치환된 탄소 원자수 1~5의 알킬기를 나타낸다.)

[0094] R^{21}, R^{22}, R^{23}, R^{24}는 수소 원자 또는 메틸기가 바람직하다. R^{21}, R^{22}, R^{23}, R^{24}는 동일이 바람직하다. n은 0.1~30의 실수가 바람직하다.

[0095] 비스페놀 구조를 갖는 방향족 에폭시 화합물 중에서는 비스페놀 A형 에폭시 수지 및 비스페놀 F형 에폭시 수지로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상이 바람직하다.

[0096] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물은 (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지와 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지를 함유하는 것이 바람직하다.

[0097] (A-2-1)성분의 함유량(A_1)과 (A-2-2)성분의 함유량(A_2)의 비(A_1/A_2(질량비))는 0.2~5인 것이 바람직하다. 즉, (A-2-1)성분과 (A-2-2)성분의 질량비는 (A-2-1):(A-2-2)=1:5~5:1인 것이 바람직하다.

[0098] (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지

[0099] 비스페놀 A형 에폭시 수지는 예를 들어 식(A2-1) 중의 R^{21}, R^{22}, R^{23} 및 R^{24}가 메틸기인 에폭시 수지이어도 된다. 비스페놀 A형 에폭시 수지는 예를 들어 비스페놀 A와 에피클로로히드린을 알칼리 촉매의 존재하에 축합시켜 얻어지는 것을 말한다. 나아가 상기 비스페놀 A형 에폭시 수지의 에폭시기 또는 수산기에 식물유지 지방산이나 변성제를 반응시킨 변성 에폭시 수지 등을 사용해도 된다. 또, 비스페놀 A형 에폭시 수지를 수소화한 수소화 에폭시 화합물(예를 들어 상술한 지환식 에폭시 화합물에 해당하는 수소 첨가 비스페놀 A형 에폭시 수지)은 비스페놀 A형 에폭시 수지에는 포함되지 않는다.

[0100] (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지

[0101] 비스페놀 F형 에폭시 수지는 예를 들어 식(A2-1) 중의 R^{21}, R^{22}, R^{23} 및 R^{24}가 수소 원자인 에폭시 수지이어도 된다. 비스페놀 F형 에폭시 수지는 예를 들어 비스페놀 F와 에피클로로히드린을 알칼리 촉매의 존재하에 축합시켜 얻어지는 것을 말한다. 나아가 상기 비스페놀 F형 에폭시 수지의 에폭시기 또는 수산기에 식물유지 지방산이나 변성제를 반응시킨 변성 에폭시 수지 등을 사용해도 된다. 또, 비스페놀 F형 에폭시 수지를 수소화한 수소화 에폭시 화합물(예를 들어 상술한 지환식 에폭시 화합물에 해당하는 수소 첨가 비스페놀 F형 에폭시 수지)은 비스페놀 F형 에폭시 수지에는 포함되지 않는다.

[0102] 방향족 에폭시 화합물의 분자량, 특히 (A-2-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지나 (A-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지의 분자량은 투습성 등의 점에서 100~5000이 바람직하고, 150~1000이 보다 바람직하며, 200~450이 가장 바람직하다.

[0103] 방향족 에폭시 화합물이 분자량 분포를 갖는 경우는 방향족 에폭시 화합물의 수평균 분자량이 상기 범위인 것이 바람직하다. 또, 본 명세서 중, 수평균 분자량은 겔 투과 크로마토그래피(GPC)에 의해 상술한 측정 조건으로 측

정되는 폴리스티렌 환산의 값을 나타낸다.

[0104] 본 실시형태의 (A) 양이온 중합성 화합물은 모노머, 올리고머 또는 폴리머 의 어느 것이든 사용할 수 있다.

[0105] 본 실시형태의 (A) 양이온 중합성 화합물은 에폭시 화합물인 것이 바람직하다.

[0106] 본 실시형태의 (A) 양이온 중합성 화합물은 환상 에테르기, 양이온 중합성 비닐기 등의 양이온 중합성 기를 2개 이상 갖는 것이 바람직하고, 2개 갖는 것이 보다 바람직하다.

[0107] 본 실시형태에서는 (A-1) 및 (A-2) 이외의 다른 양이온 중합성 화합물을 더 사용할 수 있다. (A-1) 및 (A-2) 이외의 다른 양이온 중합성 화합물로서는 환상 에테르류, 양이온 중합성 비닐 화합물 등을 들 수 있다. 환상 에테르류로서는 에폭시, 옥세탄 등의 화합물을 들 수 있다.

[0108] (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부 중 (A-1) 및 (A-2) 이외의 다른 양이온 중합성 화합물의 함유량은 40질량부 이하가 바람직하고, 20질량부 이하가 보다 바람직하며, 10질량부 이하가 가장 바람직하다. (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부 중 (A-1) 및 (A-2) 이외의 다른 양이온 중합성 화합물의 함유량은 예를 들어 1질량부 이상이어도 되고, 5질량부 이상이어도 되며, 0질량부이어도 된다.

[0109] 양이온 중합성 비닐 화합물로서는 비닐에테르, 비닐아민, 스티렌 등을 들 수 있다. 이들 화합물 혹은 유도체는 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다.

[0110] (A-1) 및 (A-2) 이외의 다른 양이온 중합성 화합물 중에서는 디글리시딜에테르 화합물, 옥세탄 화합물, 비닐에테르 화합물로 이루어지는 1종 이상이 바람직하다.

[0111] 디글리시딜에테르 화합물로서는 알킬렌글리콜의 디글리시딜에테르(예를 들어 에틸렌글리콜의 디글리시딜에테르, 프로필렌글리콜의 디글리시딜에테르, 1,6-헥산디올의 디글리시딜에테르 등), 다가 알코올의 폴리글리시딜에테르(예를 들어 글리세린 또는 그 알킬렌옥사이드 부가체의 디 또는 트리글리시딜에테르 등), 폴리알킬렌글리콜의 디글리시딜에테르(예를 들어 폴리에틸렌글리콜 또는 그 알킬렌옥사이드 부가체의 디글리시딜에테르, 폴리프로필렌글리콜 또는 그 알킬렌옥사이드 부가체의 디글리시딜에테르 등)를 들 수 있다. 여기서, 알킬렌옥사이드로서는 에틸렌옥사이드 및 프로필렌옥사이드 등의 지방족계를 들 수 있다.

[0112] 옥세탄 화합물로서는 특별히 한정되지 않지만, 3-에틸-3-히드록시메틸옥세탄(토아 고세이(주) 제품 상품명 아론옥세탄 OXT-101 등), 1,4-비스[(3-에틸-3-옥세타닐)메톡시메틸]벤젠(동 OXT-121 등), 3-에틸-3-(페녹시메틸)옥세탄(동 OXT-211 등), 디(1-에틸-(3-옥세타닐))메틸에테르(동 OXT-221 등), 3-에틸-3-(2-에틸헥실옥시메틸)옥세탄(동 OXT-212 등) 등을 들 수 있다. 옥세탄 화합물이란 분자 내에 한 개 이상의 옥세탄환을 갖는 화합물을 말한다.

[0113] 비닐에테르 화합물로서는 특별히 한정되지 않지만, 에틸렌글리콜디비닐에테르, 에틸렌글리콜모노비닐에테르, 디에틸렌글리콜디비닐에테르, 트리에틸렌글리콜모노비닐에테르, 트리에틸렌글리콜디비닐에테르, 프로필렌글리콜디비닐에테르, 디프로필렌글리콜디비닐에테르, 부탄디올디비닐에테르, 헥산디올디비닐에테르, 시클로헥산디메탄올디비닐에테르, 히드록시에틸모노비닐에테르, 히드록시노닐모노비닐에테르, 트리메틸올프로판트리비닐에테르 등의 디 또는 트리비닐에테르 화합물, 에틸비닐에테르, n-부틸비닐에테르, 이소부틸비닐에테르, 옥타데실비닐에테르, 시클로헥실비닐에테르, 히드록시부틸비닐에테르, 2-에틸헥실비닐에테르, 시클로헥산디메탄올모노비닐에테르, n-프로필비닐에테르, 이소프로필비닐에테르, 이소프로페닐에테르o-프로필렌카보네이트, 도데실비닐에테르, 디에틸렌글리콜모노비닐에테르, 옥타데실비닐에테르 등의 모노비닐에테르 화합물 등을 들 수 있다.

[0114] (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물의 사용량은 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부 중 30~95질량부가 바람직하고, 50~90질량부가 보다 바람직하며, 60~80질량부가 가장 바람직하고, 65~75질량부가 더욱 바람직하다. 이에 의해 경화체의 내구성이 보다 향상되는 경향이 있다.

[0115] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물의 사용량은 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부 중 5~70질량부가 바람직하고, 10~50질량부가 보다 바람직하며, 20~40질량부가 가장 바람직하고, 25~35질량부가 더욱 바람직하다. 이에 의해 경화체의 내구성이 보다 향상되는 경향이 있다.

[0116] (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부 중 (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물과 (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물의 합계 함유량은 60질량부 이상이 바람직하고, 80질량부 이상이 보다 바람직하며, 90질량부 이상이 가장 바람직하고, 100질량부가 더욱 바람직하다.

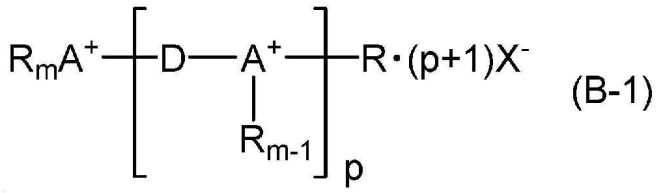
[0117] (B) 광양이온 중합 개시제

[0118] 본 실시형태에 관한 조성물은 (B) 광양이온 중합 개시제를 필수 성분으로 한다. 광양이온 중합 개시제를 이용하는 경우, 본 실시형태의 조성물은 자외선 등의 에너지선 조사에 의해 경화 가능해진다.

[0119] (B) 광양이온 중합 개시제로서는 특별히 한정되지 않지만, 아릴술포늄염 유도체(예를 들어 다우케미컬사 제품의 사이라큐어 UVI-6990, 사이라큐어 UVI-6974, 아사히 덴카 코교사 제품의 아데카옵토머 SP-150, 아데카옵토머 SP-152, 아데카옵토머 SP-170, 아데카옵토머 SP-172, 산아프로사 제품의 CPI-100P, CPI-101A, CPI-200K, CPI-210S, LW-S1, 더블본드사 제품의 치바큐어 1190 등), 아릴요오드늄염 유도체(예를 들어 치바 스페셜리티 케미컬즈사 제품의 이르가큐어 250, 로디아-재팬사 제품의 RP-2074), 알렌-이온 착체 유도체, 디아조늄염 유도체, 트리아진계 개시제 및 그 밖의 할로겐화물 등의 산 발생제 등을 들 수 있다. 광양이온 중합 개시제의 양이온종으로서는 식(B-1)으로 나타나는 오늄염이 바람직하다.

[0120] (B) 광양이온 중합 개시제로서는 특별히 한정되지 않지만, 식(B-1)으로 나타나는 오늄염을 들 수 있다.

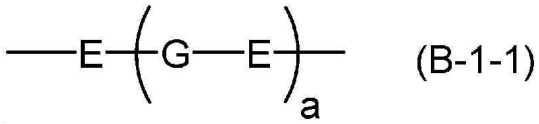
화학식 12

[0121] 

$$R_mA^+\left[D-A^+(R_{m-1})\right]_pR\cdot(p+1)X^- \quad (B\text{-}1)$$

[0122] (A는 VIA족~VIIA족의 원자가 m의 원소를 나타낸다. m은 1~2를 나타낸다. p는 0~3을 나타낸다. m, p는 정수가 바람직하다. R은 A에 결합되어 있는 유기기를 나타낸다. D는 하기 식(B-1-1):

화학식 13

[0123] 

$$-E-\left(G-E\right)_a- \quad (B\text{-}1\text{-}1)$$

[0124] 으로 나타나는 2가의 기를 나타낸다. 식(B-1-1) 중, E는 2가의 기를 나타내고, G는 -O-, -S-, -SO-, $-SO_2-$, -NH-, -NR'-, -CO-, -COO-, -CONH-, 탄소수 1~3의 알킬렌 또는 페닐렌기(R'는 탄소수 1~5의 알킬기 또는 탄소수 6~10의 아릴기)를 나타낸다. a는 0~5를 나타낸다. a+1개의 E 및 a개의 G는 각각 동일해도 되고 달라도 된다. a는 정수가 바람직하다. X^-는 오늄의 반대이온이며, 그 개수는 1분자당 p+1이다.)

[0125] 식(B-1)의 오늄 이온은 특별히 한정되지 않지만, 4-(페닐티오)페닐디페닐술포늄, 비스[4-(디페닐술포니오)페닐]술피드, 비스〔4-{비스[4-(2-히드록시에톡시)페닐]술포니오}페닐〕술피드, 비스{4-[비스(4-플루오로페닐)술포니오]페닐}술피드, 4-(4-벤조일-2-클로로페닐티오)페닐비스(4-플루오로페닐)술포늄, 4-(4-벤조일페닐티오)페닐디페닐술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디-p-톨릴술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디페닐술포늄, 2-[(디-p-톨릴)술포니오]티옥산톤, 2-[(디페닐)술포니오]티옥산톤, 4-[4-(4-tert-부틸벤조일)페닐티오]페닐디-p-톨릴술포늄, 4-(4-벤조일페닐티오)페닐디페닐술포늄, 5-(4-메톡시페닐)티아안트레늄, 5-페닐티아안트레늄, 디페닐페나실술포늄, 4-히드록시페닐메틸벤질술포늄, 2-나프틸메틸(1-에톡시카르보닐)에틸술포늄, 4-히드록시페닐메틸페나실술포늄, 옥타데실메틸페나실술포늄 등을 들 수 있다.

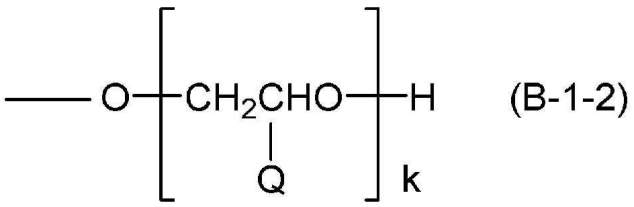
[0126] R은 A에 결합되어 있는 유기기이다. R은 예를 들어 탄소수 6~30의 아릴기, 탄소수 4~30의 복소환기, 탄소수 1~30의 알킬기, 탄소수 2~30의 알케닐기 또는 탄소수 2~30의 알키닐기를 나타내고, 이들은 알킬, 히드록시, 알콕시, 알킬카르보닐, 아릴카르보닐, 알콕시카르보닐, 아릴옥시카르보닐, 아릴티오카르보닐, 아실옥시, 아릴티오, 알킬티오, 아릴, 복소환, 아릴옥시, 알킬술피닐, 아릴술피닐, 알킬술포닐, 아릴술포닐, 알킬렌옥시, 아미노, 시아노, 니트로의 각 기 및 할로겐으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종으로 치환되어 있어도

된다. R의 개수는 m+p(m-1)+1이며, 각각 서로 동일해도 되고 달라도 된다. 또한, 2개 이상의 R이 서로 직접 또는 -O-, -S-, -SO-, -SO_2-, -NH-, -NR'-, -CO-, -COO-, -CONH-, 탄소수 1~3의 알킬렌 혹은 페닐렌기를 통해 결합하여 원소 A를 포함하는 환구조를 형성해도 된다. 여기서, R'는 탄소수 1~5의 알킬기 또는 탄소수 6~10의 아릴기이다.

[0127] 상기에서 탄소수 6~30의 아릴기로서는 페닐기 등의 단환식 아릴기 및 나프틸, 안트라세닐, 페난트레닐, 피레닐, 크리세닐, 나프타세닐, 벤즈안트라세닐, 안트라퀴놀릴, 플루오레닐, 나프토퀴논, 안트라퀴논 등의 축합 다환식 아릴기를 들 수 있다.

[0128] 상기 탄소수 6~30의 아릴기, 탄소수 4~30의 복소환기, 탄소수 1~30의 알킬기, 탄소수 2~30의 알케닐기 또는 탄소수 2~30의 알키닐기는 적어도 1종의 치환기를 가져도 되고, 치환기의 예로서는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 옥틸, 데실, 도데실, 테트라데실, 헥사데실, 옥타데실 등의 탄소수 1~18의 직쇄 알킬기; 이소프로필, 이소부틸, sec-부틸, tert-부틸, 이소펜틸, 네오펜틸, tert-펜틸, 이소헥실 등의 탄소수 1~18의 분지 알킬기; 시클로프로필, 시클로부틸, 시클로펜틸, 시클로헥실 등의 탄소수 3~18의 시클로알킬기; 히드록시기; 메톡시, 에톡시, 프로폭시, 이소프로폭시, 부톡시, 이소부톡시, sec-부톡시, tert-부톡시, 헥실옥시, 데실옥시, 도데실옥시 등의 탄소수 1~18의 직쇄 또는 분지의 알콕시기; 아세틸, 프로피오닐, 부타노일, 2-메틸프로피오닐, 헵타노일, 2-메틸부타노일, 3-메틸부타노일, 옥타노일, 데카노일, 도데카노일, 옥타데카노일 등의 탄소수 2~18의 직쇄 또는 분지의 알킬카르보닐기; 벤조일, 나프토일 등의 탄소수 7~11의 아릴카르보닐기; 메톡시카르보닐, 에톡시카르보닐, 프로폭시카르보닐, 이소프로폭시카르보닐, 부톡시카르보닐, 이소부톡시카르보닐, sec-부톡시카르보닐, tert-부톡시카르보닐, 옥틸옥시카르보닐, 테트라데실옥시카르보닐, 옥타데실옥시카르보닐 등의 탄소수 2~19의 직쇄 또는 분지의 알콕시카르보닐기; 페녹시카르보닐, 나프톡시카르보닐 등의 탄소수 7~11의 아릴옥시카르보닐기; 페닐티오카르보닐, 나프톡시티오카르보닐 등의 탄소수 7~11의 아릴티오카르보닐기; 아세톡시, 에틸카르보닐옥시, 프로필카르보닐옥시, 이소프로필카르보닐옥시, 부틸카르보닐옥시, 이소부틸카르보닐옥시, sec-부틸카르보닐옥시, tert-부틸카르보닐옥시, 옥틸카르보닐옥시, 테트라데실카르보닐옥시, 옥타데실카르보닐옥시 등의 탄소수 2~19의 직쇄 또는 분지의 아실옥시기; 페닐티오, 2-메틸페닐티오, 3-메틸페닐티오, 4-메틸페닐티오, 2-클로로페닐티오, 3-클로로페닐티오, 4-클로로페닐티오, 2-브로모페닐티오, 3-브로모페닐티오, 4-브로모페닐티오, 2-플루오로페닐티오, 3-플루오로페닐티오, 4-플루오로페닐티오, 2-히드록시페닐티오, 4-히드록시페닐티오, 2-메톡시페닐티오, 4-메톡시페닐티오, 1-나프틸티오, 2-나프틸티오, 4-[4-(페닐티오)벤조일]페닐티오, 4-[4-(페닐티오)페녹시]페닐티오, 4-[4-(페닐티오)페닐]페닐티오, 4-(페닐티오)페닐티오, 4-벤조일페닐티오, 4-벤조일-2-클로로페닐티오, 4-벤조일-3-클로로페닐티오, 4-벤조일-3-메틸티오페닐티오, 4-벤조일-2-메틸티오페닐티오, 4-(4-메틸티오벤조일)페닐티오, 4-(2-메틸티오벤조일)페닐티오, 4-(p-메틸벤조일)페닐티오, 4-(p-에틸벤조일)페닐티오, 4-(p-이소프로필벤조일)페닐티오, 4-(p-tert-부틸벤조일)페닐티오 등의 탄소수 6~20의 아릴티오기; 메틸티오, 에틸티오, 프로필티오, 이소프로필티오, 부틸티오, 이소부틸티오, sec-부틸티오, tert-부틸티오, 펜틸티오, 이소펜틸티오, 네오펜틸티오, tert-펜틸티오, 옥틸티오, 데실티오, 도데실티오 등의 탄소수 1~18의 직쇄 또는 분지의 알킬티오기; 페닐, 톨릴, 디메틸페닐, 나프틸 등의 탄소수 6~10의 아릴기; 티에닐, 푸라닐, 피라닐, 피롤일, 옥사졸릴, 티아졸릴, 피리딜, 피리미딜, 피라지닐, 인돌릴, 벤조푸라닐, 벤조티에닐, 퀴놀릴, 이소퀴놀릴, 퀴녹살리닐, 퀴나졸리닐, 카르바졸릴, 아크리디닐, 페노티아지닐, 페나진일, 크산텐일, 티안트레닐, 페녹사지닐, 페녹사티이닐, 크로마닐, 이소크로마닐, 디벤조티에닐, 크산톤일, 티옥산톤일, 디벤조푸라닐 등의 탄소수 4~20의 복소환기; 페녹시, 나프틸옥시 등의 탄소수 6~10의 아릴옥시기; 메틸술피닐, 에틸술피닐, 프로필술피닐, 이소프로필술피닐, 부틸술피닐, 이소부틸술피닐, sec-부틸술피닐, tert-부틸술피닐, 펜틸술피닐, 이소펜틸술피닐, 네오펜틸술피닐, tert-펜틸술피닐, 옥틸술피닐 등의 탄소수 1~18의 직쇄 또는 분지의 알킬술피닐기; 페닐술피닐, 톨릴술피닐, 나프틸술피닐 등의 탄소수 6~10의 아릴술피닐기; 메틸술포닐, 에틸술포닐, 프로필술포닐, 이소프로필술포닐, 부틸술포닐, 이소부틸술포닐, sec-부틸술포닐, tert-부틸술포닐, 펜틸술포닐, 이소펜틸술포닐, 네오펜틸술포닐, tert-펜틸술포닐, 옥틸술포닐 등의 탄소수 1~18의 직쇄 또는 분지의 알킬술포닐기; 페닐술포닐, 톨릴술포닐(토실기), 나프틸술포닐 등의 탄소수 6~10의 아릴술포닐기; 식(B-1-2)

화학식 14

[0129] 

(B-1-2)

[0130] 으로 나타나는 알킬렌옥시기(Q는 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, k는 1~5의 정수를 나타냄); 비치환된 아미노기; 탄소수 1~5의 알킬 및/또는 탄소수 6~10의 아릴로 모노치환 혹은 디치환되어 있는 아미노기; 시아노기; 니트로기; 불소, 염소, 브롬, 요오드 등의 할로겐 등을 들 수 있다.

[0131] 식(B-1) 중의 p는 $[D\text{-}A^{+}R_{m-1}]$ 결합의 반복 단위수를 나타내고, 0~3의 정수인 것이 바람직하다.

[0132] 식(B-1) 중의 오늄 이온[A^{+}]으로서 바람직한 것은 술포늄, 요오드늄, 셀레늄인데, 대표예로서는 이하의 것을 들 수 있다.

[0133] 술포늄 이온으로서는 트리페닐술포늄, 트리-p-톨릴술포늄, 트리-o-톨릴술포늄, 트리스(4-메톡시페닐)술포늄, 1-나프틸디페닐술포늄, 2-나프틸디페닐술포늄, 트리스(4-플루오로페닐)술포늄, 트리-1-나프틸술포늄, 트리-2-나프틸술포늄, 트리스(4-히드록시페닐)술포늄, 4-(페닐티오)페닐디페닐술포늄, 4-(p-톨릴티오)페닐디-p-톨릴술포늄, 4-(4-메톡시페닐티오)페닐비스(4-메톡시페닐)술포늄, 4-(페닐티오)페닐비스(4-플루오로페닐)술포늄, 4-(페닐티오)페닐비스(4-메톡시페닐)술포늄, 4-(페닐티오)페닐디-p-톨릴술포늄, 비스[4-(디페닐술포니오)페닐]술피드, 비스〔4-{비스[4-(2-히드록시에톡시)페닐]술포니오}페닐〕술피드, 비스{4-[비스(4-플루오로페닐)술포니오]페닐}술피드, 비스{4-[비스(4-메틸페닐)술포니오]페닐}술피드, 비스{4-[비스(4-메톡시페닐)술포니오]페닐}술피드, 4-(4-벤조일-2-클로로페닐티오)페닐비스(4-플루오로페닐)술포늄,
4-(4-벤조일-2-클로로페닐티오)페닐디페닐술포늄, 4-(4-벤조일페닐티오)페닐비스(4-플루오로페닐)술포늄, 4-(4-벤조일페닐티오)페닐디페닐술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디-p-톨릴술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디페닐술포늄, 2-[(디-p-톨릴)술포니오]티옥산톤, 2-[(디페닐)술포니오]티옥산톤, 4-[4-(4-tert-부틸벤조일)페닐티오]페닐디-p-톨릴술포늄, 4-[4-(4-tert-부틸벤조일)페닐티오]페닐디페닐술포늄, 4-[4-(벤조일페닐티오)]페닐디-p-톨릴술포늄, 4-[4-(벤조일페닐티오)]페닐디페닐술포늄, 5-(4-메톡시페닐)티아안트레늄, 5-페닐티아안트레늄, 5-톨릴티아안트레늄, 5-(4-에톡시페닐)티아안트레늄, 5-(2,4,6-트리메틸페닐)티아안트레늄 등의 트리아릴술포늄; 디페닐페나실술포늄, 디페닐 4-니트로페나실술포늄, 디페닐벤질술포늄, 디페닐메틸술포늄 등의 디아릴술포늄; 페닐메틸벤질술포늄, 4-히드록시페닐메틸벤질술포늄, 4-메톡시페닐메틸벤질술포늄, 4-아세토카르보닐옥시페닐메틸벤질술포늄, 2-나프틸메틸벤질술포늄, 2-나프틸메틸(1-에톡시카르보닐)에틸술포늄, 페닐메틸페나실술포늄, 4-히드록시페닐메틸페나실술포늄, 4-메톡시페닐메틸페나실술포늄, 4-아세토카르보닐옥시페닐메틸페나실술포늄, 2-나프틸메틸페나실술포늄, 2-나프틸옥타데실페나실술포늄, 9-안트라세닐메틸페나실술포늄 등의 모노아릴술포늄; 디메틸페나실술포늄, 페나실테트라히드로티오페늄, 디메틸벤질술포늄, 벤질테트라히드로티오페늄, 옥타데실메틸페나실술포늄 등의 트리알킬술포늄 등을 들 수 있다.

[0134] 이들 오늄 이온 중에서는 술포늄 이온과 요오드늄 이온으로 이루어지는 1종 이상이 바람직하고, 술포늄 이온이 보다 바람직하다. 술포늄 이온으로서는 트리페닐술포늄, 트리-p-톨릴술포늄, 4-(페닐티오)페닐디페닐술포늄, 비스[4-(디페닐술포니오)페닐]술피드, 비스〔4-{비스[4-(2-히드록시에톡시)페닐]술포니오}페닐〕술피드, 비스{4-[비스(4-플루오로페닐)술포니오]페닐}술피드, 4-(4-벤조일-2-클로로페닐티오)페닐비스(4-플루오로페닐)술포늄, 4-(4-벤조일페닐티오)페닐디페닐술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디-p-톨릴술포늄, 7-이소프로필-9-옥소-10-티아-9,10-디히드로안트라센-2-일디페닐술포늄, 2-[(디-p-톨릴)술포니오]티옥산톤, 2-[(디페닐)술포니오]티옥산톤, 4-[4-(4-tert-부틸벤조일)페닐티오]페닐디-p-톨릴술포늄, 4-[4-(벤조일페닐티오)]페닐디페닐술포늄, 5-(4-메톡시페닐)티아안트레늄, 5-페닐티아안트레늄, 디페닐페나실술포늄, 4-히드록시페닐메틸벤질술포늄, 2-나프틸메틸(1-에톡시카르보닐)에틸술포늄, 4-히드록시페닐메틸페나실술포늄 및 옥타데실메틸페나실술포늄으로 이루어지는 1종 이상이 바람직하다.

[0135] 식(B-1)에서 X^-는 반대이온이다. 그 개수는 1분자당 p+1이다. 반대이온은 특별히 한정되지 않지만, 붕소 화합물, 인 화합물, 안티몬 화합물, 비소 화합물, 알킬술폰산 화합물 등의 할로겐화물, 메티드 화합물 등을 들 수 있다. X^-로서는 예를 들어 F^-, Cl^-, Br^-, I^- 등의 할로겐 이온; OH^-; ClO_4^-; FSO_3^-, $ClSO_3^-$, $CH_3SO_3^-$, $C_6H_5SO_3^-$, $CF_3SO_3^-$ 등의 술폰산 이온류; HSO_4^-, SO_4^{2-} 등의 황산 이온류; HCO_3^-, CO_3^{2-} 등의 탄산 이온류; $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-}, PO_4^{3-} 등의 인산 이온류; PF_6^-, PF_5OH^-, 불소화 알킬플루오로인산 이온 등의 플루오로인산 이온류; BF_4^-, $B(C_6F_5)_4^-$, $B(C_6H_4CF_3)_4^-$ 등의 붕산 이온류; $AlCl_4^-$; BiF_6^- 등을 들 수 있다. 그 밖에는 SbF_6^-, SbF_5OH^- 등의 플루오로안티몬산 이온류 혹은 AsF_6^-, AsF_5OH^- 등의 플루오로비소산 이온류 등을 들 수 있다.

[0136] 불소화 알킬플루오로인산 이온으로서는 식(B-1-3) 등으로 나타나는 불소화 알킬플루오로인산 이온 등을 들 수 있다.

[0137] $[(Rf)_bPF_{6-b}]^-$ (B-1-3)

[0138] 식(B-1-3)에서, Rf는 불소 원자로 치환된 알킬기를 나타낸다. Rf의 개수 b는 1~5이며, 정수인 것이 바람직하다. b개의 Rf는 각각 동일해도 되고 달라도 된다. Rf의 개수 b는 2~4가 보다 바람직하고, 2~3이 가장 바람직하다.

[0139] 식(B-1-3)으로 나타나는 불소화 알킬플루오로인산 이온에 있어서, Rf는 불소 원자로 치환된 알킬기를 나타내고, 바람직한 탄소수는 1~8, 더욱 바람직한 탄소수는 1~4이다. 알킬기로서는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 옥틸 등의 직쇄 알킬기; 이소프로필, 이소부틸, sec-부틸, tert-부틸 등의 분지 알킬기; 나아가 시클로프로필, 시클로부틸, 시클로펜틸, 시클로헥실 등의 시클로알킬기 등을 들 수 있다. 구체예로서는 CF_3, CF_3CF_2, $(CF_3)_2CF$, $CF_3CF_2CF_2$, $CF_3CF_2CF_2CF_2$, $(CF_3)_2CFCF_2$, $CF_3CF_2(CF_3)CF$, $(CF_3)_3C$ 등을 들 수 있다.

[0140] 바람직한 불소화 알킬플루오로인산 음이온의 구체예로서는 $[(CF_3CF_2)_2PF_4]^-$, $[(CF_3CF_2)_3PF_3]^-$, $[((CF_3)_2CF)_2PF_4]^-$, $[((CF_3)_2CF)_3PF_3]^-$, $[(CF_3CF_2CF_2)_2PF_4]^-$, $[(CF_3CF_2CF_2)_3PF_3]^-$, $[((CF_3)_2CFCF_2)_2PF_4]^-$, $[((CF_3)_2CFCF_2)_3PF_3]^-$, $[(CF_3CF_2CF_2CF_2)_2PF_4]^-$ 및 $[(CF_3CF_2CF_2CF_2)_3PF_3]^-$ 등을 들 수 있다.

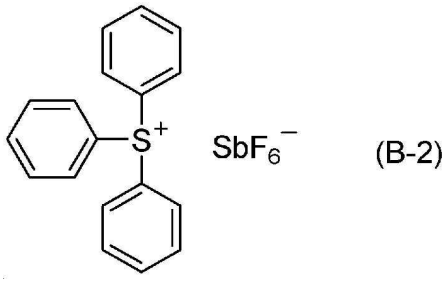
[0141] 광양이온 중합 개시제는 에폭시 화합물, 에폭시 수지에의 용해를 용이하게 하기 위해 미리 용제류에 용해한 것을 이용해도 된다. 용제류로서는 예를 들어 프로필렌카보네이트, 에틸렌카보네이트, 1,2-부틸렌카보네이트, 디메틸카보네이트, 디에틸카보네이트 등의 카보네이트류 등을 들 수 있다.

[0142] 이들 광양이온 중합 개시제는 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다.

[0143] (B) 광양이온 중합 개시제의 음이온종으로서는 붕소 화합물, 인 화합물, 안티몬 화합물, 비소 화합물, 알킬술폰산 화합물 등의 할로겐화물 등을 들 수 있다. 이들 음이온종은 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다. 이들 중에서는 광경화성이 우수하고 접착성, 접착 내구성이 향상되는 점에서 불화물이 바람직하다. 불화물 중에서는 헥사플루오로안티모네이트가 바람직하다.

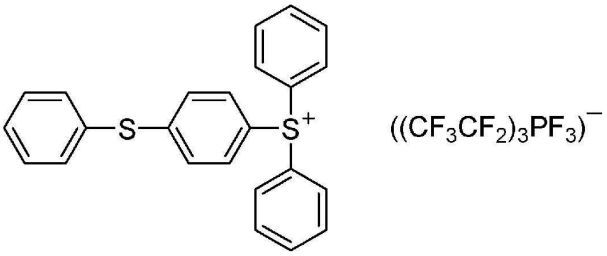
[0144] (B) 광양이온 중합 개시제 중에서는 식(B-2)으로 나타나는 트리아릴술포늄염 헥사플루오로안티모네이트, 식(B-3)으로 나타나는 디페닐 4-티오페녹시페닐술포늄트리스(펜타플루오로에틸)트리플루오로포스페이트로 이루어지는 1종 이상이 바람직하고, 트리아릴술포늄염 헥사플루오로안티모네이트가 보다 바람직하다.

화학식 15

[0145] 

(B-2)

화학식 16

[0146] 

(B-3)

[0147] (B) 광양이온 중합 개시제의 사용량은 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.05~5질량부가 바람직하고, 0.1~3질량부가 보다 바람직하다. 광양이온 중합 개시제의 사용량이 0.05질량부 이상이면 광경화성이 보다 향상되고, 5질량부 이하이면 접착 내구성이 보다 향상되는 경향이 있다.

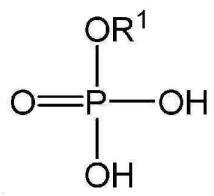
[0148] (C) 인산 화합물

[0149] 본 실시형태에 관한 조성물은 (C) 인산 화합물을 필수 성분으로 한다. 인산 화합물은 (C1) 인산 에스테르와 (C2) 아인산 에스테르로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상이다. 인산 화합물로서는 유기 인산 화합물이 바람직하다. 인산 화합물 중에서는 (C1) 인산 에스테르가 바람직하다.

[0150] (C1) 인산 에스테르로서는 디에틸벤질포스페이트, 트리메틸포스페이트, 트리에틸포스페이트, 트리n-부틸포스페이트, 트리스(부톡시에틸)포스페이트, 트리스(2-에틸헥실)포스페이트, $(RO)_3P=O$[R=라우릴기, 세틸기, 스테아릴기 또는 올레일기], 트리스(2-클로로에틸)포스페이트, 트리스(2-디클로로프로필)포스페이트, 트리페닐포스페이트, 부틸피로포스페이트, 트리크레질포스페이트, 트리크실레닐포스페이트, 옥틸디페닐포스페이트, 크레질디페닐포스페이트, 크실레닐디포스페이트, 모노부틸포스페이트, 디부틸포스페이트, 디-2-에틸헥실포스페이트, 모노이소데실포스페이트, 암모늄에틸애시드포스페이트 및 2-에틸헥실애시드포스페이트염 등을 들 수 있다.

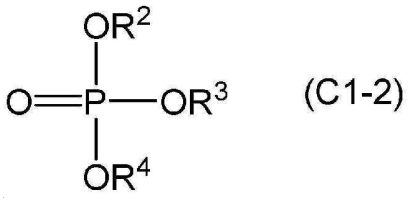
[0151] (C1) 인산 에스테르는 식(C1-1)으로 나타나는 화합물, 식(C1-2)으로 나타나는 화합물 및 식(C1-3)으로 나타나는 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 함유하는 것이 바람직하고, 식(C1-2)으로 나타나는 화합물을 함유하는 것이 보다 바람직하다.

화학식 17

[0152] 

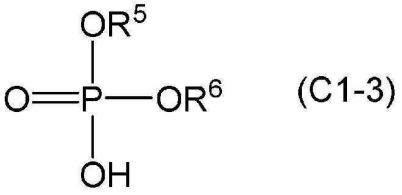
(C1-1)

화학식 18

[0153] 

(C1-2)

화학식 19

[0154] 

(C1-3)

[0155] 식(C1-1), 식(C1-2) 및 식(C1-3) 중, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 각각 독립적으로 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소기를 나타낸다.

[0156] 식(C1-2) 중의 R^2, R^3 및 R^4와 식(C1-3) 중의 R^5 및 R^6은 각 식 중에서 동일한 기인 것이 바람직하다.

[0157] R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6에서의 탄화수소기가 가지고 있어도 되는 치환기로서는 예를 들어 옥시알킬기 등을 들 수 있다. R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6에서의 탄화수소기는 비치환된 탄화수소기인 것이 바람직하다.

[0158] R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6에서의 탄화수소기는 알킬기 또는 아릴기인 것이 바람직하고, 알킬기 또는 페닐기인 것이 보다 바람직하며, 알킬기인 것이 더욱 바람직하다. 알킬기의 탄소 원자수는 예를 들어 1~18이면 되고, 4~13인 것이 바람직하다.

[0159] 식(C1-1)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 모노알킬포스페이트(즉 R^1이 알킬기인 화합물) 등이면 되고, 구체예로서는 모노에틸포스페이트, 모노n-부틸포스페이트, 모노(부톡시에틸)포스페이트, 모노(2-에틸헥실)포스페이트 등을 들 수 있다.

[0160] 식(C1-2)으로 나타나는 화합물로서는 트리알킬포스페이트(즉 R^2, R^3 및 R^4가 알킬기인 화합물)가 바람직하다. 이 때, R^2, R^3 및 R^4의 알킬기의 탄소 원자수는 1~18인 것이 바람직하고, 4~12인 것이 보다 바람직하며, 8인 것이 더욱 바람직하다.

[0161] 트리알킬포스페이트의 구체예로서는 트리에틸포스페이트, 트리n-부틸포스페이트, 트리스(부톡시에틸)포스페이트, 트리스(2-에틸헥실)포스페이트, $(RO)_3P=O$(R은 라우릴기, 세틸기, 스테아릴기 또는 올레일기) 등을 들 수 있다.

[0162] 식(C1-3)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 디알킬포스페이트(즉 R^5 및 R^6이 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다. 디알킬포스페이트의 구체예로서는 디부틸포스페이트, 비스(2-에틸헥실)포스페이트 등을 들 수 있다.

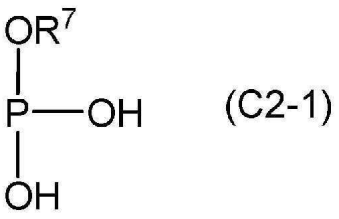
[0163] 식(C1-1), 식(C1-2) 및 식(C1-3) 중, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 각각 독립적으로 알킬기를 포함하는 탄화수소기, 방향족환을 포함하는 탄화수소기, 지방족환을 포함하는 탄화수소기 중 1종 이상이어도 된다. 탄화수소기는 일부 불포화기를 갖는 것이어도 되고, 임의의 원자나 치환기를 가져도 된다. 이 때, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 알킬기를 포함하는 탄화수소기가 바람직하다. 또한, 탄화수소기는 비치환된 포화기가 바람직하다. R^1,

R^2, R^3, R^4, R^5 및 R^6은 동일이 바람직하다.

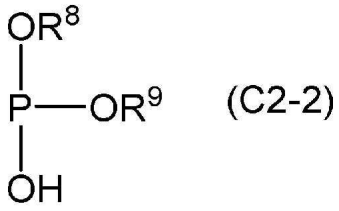
[0164] (C2) 아인산 에스테르로서는 트리메틸포스파이트, 트리에틸포스파이트, 트리n-부틸포스파이트, 트리스(2-에틸헥실)포스파이트, 트리이소옥틸포스파이트, 트리데실포스파이트, 트리이소데실포스파이트, 트리스(트리데실)포스파이트, 트리올레일포스파이트, 트리스테아릴포스파이트, 트리페닐포스파이트, 트리스(노닐페닐)포스파이트, 트리스(2,4-디-t-부틸페닐)포스파이트, 페닐디이소옥틸포스파이트, 페닐디이소데실포스파이트, 디페닐모노(2-에틸헥실)포스파이트, 디페닐이소옥틸포스파이트, 디페닐모노데실포스파이트, 디페닐모노이소데실포스파이트, 디페닐모노(트리데실)포스파이트, 비스(노닐페닐)디노닐페닐포스파이트, 테트라페닐디프로필렌글리콜디포스파이트, 폴리(디프로필렌글리콜)페닐포스파이트, 디이소데실펜타에리트리톨디포스파이트, 비스(트리데실)펜타에리트리톨디포스파이트, 디스테아릴펜타에리트리톨디포스파이트, 비스(노닐페닐)펜타에리트리톨디포스파이트, 테트라페닐테트라(트리데실)펜타에리트리톨테트라포스파이트, 테트라(트리데실)-4,4'-이소프로필리덴디페닐포스파이트, 트리라우릴트리티오포스파이트, 디메틸하이드로디엔포스파이트, 디부틸하이드로디엔포스파이트, 디(2-에틸헥실)하이드로디엔포스파이트, 디라우릴하이드로디엔포스파이트, 디올레일하이드로디엔포스파이트, 디페닐하이드로디엔포스파이트, 디페닐모노(2-에틸헥실)포스파이트, 디페닐모노데실포스파이트 및 디페닐모노(트리데실)포스파이트 등을 들 수 있다.

[0165] (C2) 아인산 에스테르는 식(C2-1)으로 나타나는 화합물, 식(C2-2)으로 나타나는 화합물, 식(C2-3)으로 나타나는 화합물, 식(C2-4)으로 나타나는 화합물, 식(C2-5)으로 나타나는 화합물 및 식(C2-6)으로 나타나는 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 함유하는 것이 바람직하다.

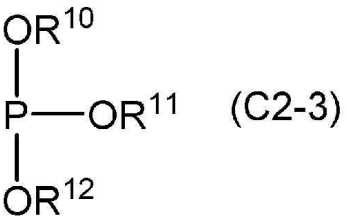
화학식 20

[0166] 

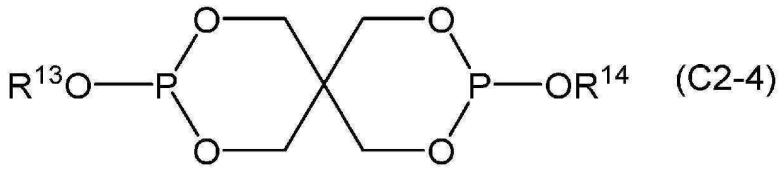
화학식 21

[0167] 

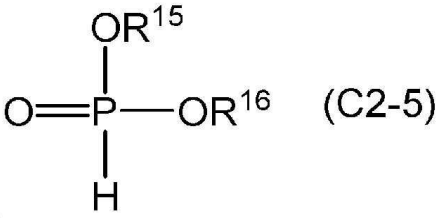
화학식 22

[0168] 

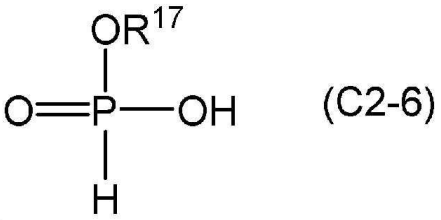
화학식 23

[0169] 

화학식 24

[0170] 

화학식 25

[0171] 

[0172] 식(C2-1)~식(C2-6) 중, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}은 각각 독립적으로 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소기를 나타낸다.

[0173] R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}에서의 탄화수소기가 가지고 있어도 되는 치환기로서는 예를 들어 옥시알킬기 등을 들 수 있다. R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}에서의 탄화수소기는 비치환된 탄화수소기인 것이 바람직하다.

[0174] R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}에서의 탄화수소기는 알킬기 또는 아릴기인 것이 바람직하고, 알킬기 또는 페닐기인 것이 보다 바람직하며, 알킬기인 것이 더욱 바람직하다. 알킬기의 탄소 원자수는 예를 들어 1~30이면 되고, 1~18인 것이 바람직하다.

[0175] 식(C2-2) 중의 R^8 및 R^9, 식(C2-3) 중의 R^{10}, R^{11} 및 R^{12}, 식(C2-4) 중의 R^{13} 및 R^{14}, 식(C2-5) 중의 R^{15} 및 R^{16}은 각 식 중에서 서로 동일한 것이 바람직하다.

[0176] 식(C2-1)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 모노알킬포스파이트(즉 R^7이 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다.

[0177] 식(C2-2)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 디알킬포스파이트(즉 R^8 및 R^9가 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다.

[0178] 식(C2-3)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 트리알킬포스파이트(즉 R^{10}, R^{11} 및 R^{12}가 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다. 또한, 식(C2-3)으로 나타나는 화합물의 구체예로서는 트리에틸포스파이트, 트리스(2-에틸헥실)포스

파이트, 트리데실포스파이트, 트리라우릴포스파이트, 트리스(트리데실)포스파이트, 트리올레일포스파이트, 디페닐모노데실포스파이트 등을 들 수 있다.

[0179] 식(C2-4)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 비스(알킬)펜타에리트리톨디포스파이트(즉 R^{13} 및 R^{14}가 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다. 또한, 식(C2-4)으로 나타나는 화합물의 구체예로서는 비스(데실)펜타에리트리톨디포스파이트, 비스(트리데실)펜타에리트리톨디포스파이트, 디스테아릴펜타에리트리톨디포스파이트 등을 들 수 있다.

[0180] 식(C2-5)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 디알킬하이드로겐포스파이트(즉 R^{15} 및 R^{16}이 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다. 또한, 식(C2-5)으로 나타나는 화합물의 구체예로서는 디에틸하이드로겐포스파이트, 비스(2-에틸헥실)하이드로겐포스파이트, 디라우릴하이드로겐포스파이트, 디올레일하이드로겐포스파이트 등을 들 수 있다.

[0181] 식(C2-6)으로 나타나는 화합물로서는 예를 들어 모노알킬하이드로겐포스파이트(즉 R^{17}이 알킬기인 화합물) 등을 들 수 있다. 또한, 식(C2-6)으로 나타나는 화합물의 구체예로서는 모노에틸하이드로겐포스파이트, 모노(2-에틸헥실)하이드로겐포스파이트, 모노라우릴하이드로겐포스파이트, 모노올레일하이드로겐포스파이트 등을 들 수 있다.

[0182] 식(C2-1)~식(C2-6) 중, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}은 각각 독립적으로 알킬기를 포함하는 탄화수소기, 방향족환을 포함하는 탄화수소기, 지방족환을 포함하는 탄화수소기 중 1종 이상이어도 된다. 탄화수소기는 일부 불포화기를 갖는 것이어도 되고, 임의의 원자나 치환기를 가져도 된다. 이 때, R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}은 알킬기를 포함하는 탄화수소기가 바람직하다. 또한, 탄화수소기는 비치환된 포화기가 바람직하다. R^7, R^8, R^9, R^{10}, R^{11}, R^{12}, R^{13}, R^{14}, R^{15}, R^{16} 및 R^{17}은 동일이 바람직하다.

[0183] 아인산 에스테르 중에서는 트리메틸포스파이트, 트리에틸포스파이트, 트리n-부틸포스파이트, 트리스(2-에틸헥실)포스파이트, 트리이소옥틸포스파이트, 트리데실포스파이트, 트리이소데실포스파이트, 트리스(트리데실)포스파이트, 트리올레일포스파이트, 트리스테아릴포스파이트, 트리페닐포스파이트, 트리스(노닐페닐)포스파이트, 디페닐모노데실포스파이트 등의 식(C2-3)으로 나타나는 화합물로 나타내는 화합물, 디이소데실펜타에리트리톨디포스파이트, 비스(트리데실)펜타에리트리톨디포스파이트, 디스테아릴펜타에리트리톨디포스파이트, 비스(노닐페닐)펜타에리트리톨디포스파이트, 디메틸하이드로디엔포스파이트, 디부틸하이드로디엔포스파이트, 디(2-에틸헥실)하이드로디엔포스파이트, 디라우릴하이드로디엔포스파이트, 디올레일하이드로디엔포스파이트로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상이 바람직하고, 식(C2-3)으로 나타나는 화합물이 보다 바람직하다. 식(C2-3)으로 나타나는 화합물 중에서는 트리메틸포스파이트, 트리에틸포스파이트, 트리n-부틸포스파이트, 트리스(2-에틸헥실)포스파이트, 트리이소옥틸포스파이트, 트리데실포스파이트, 트리이소데실포스파이트, 트리스(트리데실)포스파이트, 트리올레일포스파이트, 트리스테아릴포스파이트 등의 트리알킬포스파이트가 바람직하다. 트리알킬포스파이트 중에서는 트리데실포스파이트가 바람직하다.

[0184] (C) 인산 화합물의 사용량은 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.1~5질량부가 바람직하고, 0.02~3질량부가 보다 바람직하다. (C) 인산 화합물의 사용량이 0.1질량부 이상이면 광 조사 후의 점도 상승을 억제할 수 있고, 5질량부 이하이면 광경화성이 나빠지는 일도 없다.

[0185] 본 실시형태의 조성물은 광 증감제를 함유해도 된다. 광 증감제란 에너지선을 흡수하여 광양이온 중합 개시제로부터 양이온을 효율적으로 발생시키는 화합물을 말한다.

[0186] 광 증감제로서는 특별히 한정되지 않지만, 벤조페논 유도체, 페노티아진 유도체, 페닐케톤 유도체, 나프탈렌 유도체, 안트라센 유도체, 페난트렌 유도체, 나프타센 유도체, 크리센 유도체, 페릴렌 유도체, 펜타센 유도체, 아크리딘 유도체, 벤조티아졸 유도체, 벤조인 유도체, 플루오렌 유도체, 나프토퀴논 유도체, 안트라퀴논 유도체, 크산텐 유도체, 크산톤 유도체, 티옥산텐 유도체, 티옥산톤 유도체, 쿠마린 유도체, 케토쿠마린 유도체, 시아닌 유도체, 아진 유도체, 티아진 유도체, 옥사진 유도체, 인돌린 유도체, 아줄렌 유도체, 트리알릴메탄 유도체, 프탈로시아닌 유도체, 스피로피란 유도체, 스피로옥사진 유도체, 티오스피로피란 유도체, 유기 루테늄 착체 등을 들 수 있다. 이들 중에서는 2-히드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온 등의 페닐케톤 유도체 및/또는 9,10-디부톡시안트라센 등의 안트라센 유도체가 바람직하고, 안트라센 유도체가 보다 바람직하다. 안트라센 유도체 중에서는 9,10-디부톡시안트라센이 바람직하다.

[0187] 광 증감제의 사용량은 광경화성이 나빠지지 않고 저장 안정성이 저하되지 않는 점에서 (A) 양이온 중합성 화합물 100질량부에 대해 0.01~10질량부가 바람직하고, 0.02~5질량부가 보다 바람직하다.

[0188] 본 실시형태의 조성물은 실란 커플링제를 함유해도 된다. 실란 커플링제를 함유함으로써 본 실시형태의 조성물은 우수한 접착성이나 접착 내구성을 나타낸다.

[0189] 실란 커플링제로서는 특별히 한정되지 않지만, γ-클로로프로필트리메톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리클로로실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐-트리스(β-메톡시에톡시)실란, γ-(메타)아크릴옥시프로필트리메톡시실란, β-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필트리에톡시실란, γ-메르캅토프로필트리메톡시실란, γ-아미노프로필트리에톡시실란, N-β-(아미노에틸)-γ-아미노프로필트리메톡시실란, N-β-(아미노에틸)-γ-아미노프로필메틸디메톡시실란 및 γ-유레이도프로필트리에톡시실란 등을 들 수 있다. 이들 실란 커플링제는 1종 이상을 선택하여 사용해도 된다. 이들 중에서는 β-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필트리에톡시실란, γ-(메타)아크릴옥시프로필트리메톡시실란으로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상이 바람직하고, γ-글리시독시프로필트리메톡시실란이 보다 바람직하다.

[0190] 실란 커플링제의 사용량은 접착성이나 접착 내구성이 얻어지는 점에서 (A)성분과 (B)성분의 합계 100질량부에 대해 0.1~10질량부가 바람직하고, 0.2~5질량부가 보다 바람직하다.

[0191] 본 실시형태의 조성물의 경화나 접착에 이용되는 광원으로서는 특별히 한정되지 않지만, 할로겐램프, 메탈할라이드 램프, 하이파워 메탈할라이드 램프(인듐 등을 함유함), 저압 수은 램프, 고압 수은 램프, 초고압 수은 램프, 크세논램프, 크세논 엑시머 램프, 크세논 플래시 램프, 라이트 에미팅 다이오드(이하, LED라고 함) 등을 들 수 있다. 이들 광원은 각각의 광양이온 중합 개시제의 반응 파장에 대응하는 에너지선의 조사를 효율적으로 행할 수 있는 점에서 바람직하다.

[0192] 상기 광원은 각각 방사 파장이나 에너지 분포가 다르다. 그 때문에 상기 광원은 광양이온 중합 개시제의 반응 파장 등에 의해 적절히 선택된다. 또한, 자연광(태양광)도 반응 개시 광원이 될 수 있다.

[0193] 상기 광원의 조사로서는 직접 조사, 반사경이나 파이버 등에 의한 집광 조사를 행해도 된다. 저파장 컷 필터, 열선 컷 필터, 콜드 미러 등도 이용할 수도 있다.

[0194] 본 실시형태의 조성물은 광 조사 후의 경화 속도를 촉진하기 위해 후가열 처리를 해도 된다. 후가열 온도는 유기 일렉트로 루미네센스 소자의 봉지에 이용하는 경우에는 유기 일렉트로 루미네센스 소자에 손상을 주지 않는 점에서 150℃ 이하가 바람직하고, 80℃ 이하가 보다 바람직하다. 또한, 후가열 온도는 60℃ 이상이 바람직하다.

[0195] 본 실시형태의 조성물은 접착제로서 이용해도 된다. 본 실시형태의 접착제는 유기 일렉트로 루미네센스 소자 등의 패키지 등의 접착에 적합하게 이용할 수 있다.

[0196] 본 실시형태의 조성물의 제조 방법에 대해서는 상기 성분을 충분히 혼합할 수 있으면 특별히 제한되지 않는다. 각 성분의 혼합 방법으로서는 특별히 한정되지 않지만, 프로펠러의 회전에 따른 교반력을 이용하는 교반 방법, 자전 공전에 의한 유성식 교반기 등의 통상적인 분산기를 이용하는 방법 등을 들 수 있다. 이들 혼합 방법은 저비용으로 안정된 혼합을 행할 수 있는 점에서 바람직하다.

[0197] 본 실시형태의 조성물을 이용하는 베이스재(基材)의 접착 방법으로서는 예를 들어 조성물을 한쪽의 베이스재의 전면 또는 일부에 도포하는 공정과, 상기 조성물이 도포된 베이스재의 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제에 광을 조사하는 공정과, 광이 조사된 상기 조성물이 경화되기까지의 동안에 상기 한쪽의 베이스재에 다른 쪽의 베이스재를 첩합하는 공정을 가짐으로써 베이스재를 광이나 열에 노출시키지 않고 접착할 수 있다.

[0198] 본 실시형태의 조성물을 이용하여 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치를 제조하는 방법으로서는 예를 들어 한쪽의 기판 상(배면판)에 본 실시형태의 조성물을 도포하고, 이 조성물에 광을 조사하여 활성화시킨 후에 광을 차단하고, 상기 조성물을 통해 배면판과 일렉트로 루미네센스 소자를 형성한 기판을 맞추어붙이는 방법 등을 들 수 있다. 이 방법에 의해 유기 일렉트로 루미네센스 소자를 광이나 열에 노출시키지 않고 봉지할 수 있다.

[0199] 한쪽의 기판에 본 실시형태의 조성물을 도포하고, 이 조성물을 통해 다른 쪽의 기판을 맞추어붙인 후 조성물에 광을 조사하는 방법에 의해서도 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치를 제조할 수 있다.

[0200] 본 실시형태의 조성물은 광을 조사하고 나서 10분 후의 점도가 광 조사 전의 점도와 비교하여 5배 미만인 것이 바람직하다. 광으로서는 UV가 바람직하다. 예를 들어 고압 수은등으로 UV를 100mW/㎠로 30초간 조사하고 나서

10분 후의 점도가 UV 조사 전의 점도와 비교하여 5배 미만인 것이 보다 바람직하다.

[0201] 본 실시형태의 조성물은 (B) 광양이온 중합 개시제가 조사된 광을 흡수하여 여기하고, 그 여기종이 분해되어 산을 발생하는 것이 바람직하다.

[0202] 본 실시형태의 조성물은 광 조사 후의 점도 상승이 적고 아웃 가스의 발생을 억제할 수 있어 유기 일렉트로 루미네센스 소자를 열화시키기 어렵다.

[0203] 이상 본 발명의 적합한 실시형태에 대해 설명하였지만, 본 발명은 상기 실시형태에 한정되지 않는다.

[0204] 예를 들어 본 발명의 일 측면은 상술한 조성물을 경화하여 이루어지는 경화체이어도 된다.

[0205] 또한, 본 발명의 다른 일 측면은 상술한 경화체를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재이어도 된다. 이 봉지재는 경화체이어도 되고, 조성물의 경화체와 다른 구성 재료를 포함하는 것이어도 된다. 다른 구성 재료로서는 예를 들어 질화규소막, 산화규소막, 질화산화규소 등의 무기물층, 실리카, 마이카, 카올린, 탈크, 산화알루미늄 등의 무기 필러 등을 들 수 있다.

[0206] 또한, 본 발명의 또 다른 일 측면은 유기 일렉트로 루미네센스 소자와 상술한 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지재를 포함하는 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치이어도 된다.

[0207] 또한, 본 발명에 있어서, 유기 일렉트로 루미네센스 표시 장치의 제조 방법은 제1 부재에 상술한 조성물을 부착시키는 부착 공정과, 부착시킨 조성물에 광을 조사하는 조사 공정과, 광 조사된 상기 조성물을 통해 제1 부재와 제2 부재를 맞추어붙이는 첩합 공정을 갖는 것이어도 된다. 이 제조 방법에 있어서, 예를 들어 제1 부재는 기판이어도 되고, 제2 부재는 유기 일렉트로 루미네센스 소자이어도 된다. 이 제조 방법에서의 각 공정의 조건 등은 상술한 실시형태의 기재에 기초하여 적절히 선택해도 된다.

[0208] 실시예

[0209] 이하, 실험예를 들어 본 실시형태를 더욱 상세하게 설명한다. 본 실시형태는 이들에 한정되는 것은 아니다. 특기하지 않는 한 23℃, 상대 습도 50질량%로 시험하였다.

[0210] 실험예에서는 이하의 화합물을 사용하였다.

[0211] (A-1) 에폭시기를 갖는 지환식 화합물로서 하기를 이용하였다.

[0212] (a-1-1) 3',4'-에폭시시클로헥실메틸-3,4-에폭시시클로헥산카르복실레이트(다이셀 화학사 제품 「셀록사이드 2021P」)

[0213] (a-1-2) 수소 첨가 비스페놀 A형 에폭시 수지(미츠비시 화학사 제품 「YX8000」, 분자량 380~430)

[0214] (a-1-3) 3,4-에폭시시클로헥실메틸메타크릴레이트(다이셀사 제품 「사이클로머 M100」)

[0215] (A-2) 에폭시기를 갖는 방향족 화합물로서 하기를 이용하였다.

[0216] (a-2-1-1) 비스페놀 A형 에폭시 수지(미츠비시 화학사 제품 「jER828」, 분자량 360~390)

[0217] (a-2-1-2) 비스페놀 A형 에폭시 수지(미츠이 화학사 제품 「YL980」, 분자량 240)

[0218] (a-2-2-1) 비스페놀 F형 에폭시 수지(미츠비시 화학사 제품 「jER806」, 분자량 320~340)

[0219] (a-2-2-2) 비스페놀 F형 에폭시 수지(미츠이 화학사 제품 「YL983U」, 분자량 360~380)

[0220] (a-2-2-3) 비스페놀 F형 에폭시 수지(ADEKA사 제품 「KRM-2490」, 분자량 340~380)

[0221] 그 밖의 양이온 중합성 화합물로서 하기를 이용하였다.

[0222] (a-3) 트리프로필렌글리콜디글리시딜에테르(쿄에이샤 화학사 제품 「에포라이트 200P」)

[0223] (a-4) 디(1-에틸-(3-옥세타닐))메틸에테르(토아 고세이사 제품 「아론옥세탄 OXT-221」)

[0224] (a-5) 시클로헥산디메탄올디비닐에테르(니폰 카바이드사 제품 「CHDVE」)

[0225] (B)성분의 광양이온 중합 개시제로서 하기를 이용하였다.

[0226] (b-1) 트리아릴술포늄염 헥사플루오로안티모네이트(ADEKA사 제품 「아데카옵토머 SP-170」, 음이온종은 헥사플루오로안티모네이트)

[0227] (b-2) 트리아릴술포늄염(디페닐4-티오페녹시페닐술포늄트리스(펜타플루오로에틸)트리플루오로포스페이트, 산아프로사 제품 「CPI-200K」, 음이온종은 인 화합물)

[0228] (C)성분의 인산 에스테르 및/또는 아인산 에스테르로서 하기를 이용하였다.

[0229] (c-1) 트리스(2-에틸헥실)포스페이트(다이하치 화학공업사 제품 「TOP」)

[0230] (c-2) 트리데실포스파이트(조호쿠 화학공업사 제품 「JP-310」)

[0231] (c-3) 비스(데실)펜타에리트리톨디포스파이트(조호쿠 화학공업사 제품 「JPE-10」)

[0232] (c-4) 비스(2-에틸헥실)하이드로겐포스파이트(조호쿠 화학공업사 제품 「JPE-208」)

[0233] (c-5) 디페닐모노데실포스파이트(조호쿠 화학공업사 제품 「JPM-311」)

[0234] (c-6 비교예) 트리-n-옥틸포스핀옥사이드(홋코 화학공업사 제품 「T.O.P.O(등록상표)」)

[0235] (c-7 비교예) 트리-n-옥틸포스핀(조호쿠 화학공업사 제품 「TOCP」)

[0236] (c-8 비교예) 18-크라운-6-에테르(니폰 소다사 제품 「크라운에테르 O-18」)

[0237] 광 증감제로서 하기를 이용하였다.

[0238] (g-1) 9,10-디부톡시안트라센(카와사키 카세이 코교사 제품 「ANTHRACURE UVS-1331」)

[0239] 실란 커플링제로서 하기를 이용하였다.

[0240] (f-1) γ-글리시독시프로필트리메톡시실란(신에츠 실리콘사 제품 「KBM-403」)

[0241] 표 1~2에 나타내는 종류의 원재료를 표 1~2에 나타내는 조성 비율로 혼합하여 실시예 및 비교예의 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제를 조제하였다. 조성 비율의 단위는 질량부이다.

[0242] 실시예 및 비교예의 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제에 대해 하기의 각 측정을 행하였다. 그 결과를 표 1~2에 나타내었다.

[0243] 〔점도〕

[0244] 봉지제의 점도(전단 점도)는 E형 점도계(1° 34'×R24의 콘 로터)를 이용하여 온도 25℃, 회전수 10rpm의 조건하에서 측정하였다.

[0245] 〔광 조사 후의 점도 변화〕

[0246] 실시예 및 비교예에서 얻어진 각 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제를 유리 기판 상에 도포하고, 그 기판에 자외선 조사 장치(HOYA사 제품 초고압 수은 램프 조사 장치, 「UL-750」)를 이용하여 파장 365nm, 100mW/㎠의 자외선을 30초간 조사하였다. 자외선 조사를 끝내고 나서 10분 후에 E형 점도계(1° 34'×R24의 콘 로터)를 이용하여 온도 25℃, 회전수 10rpm의 조건하에서 측정하였다. 그리고 광 조사 전의 점도를 V0, 광 조사 후의 점도를 Vv로 하였을 때 식: Vv/V0에 따라 점도 변화율을 구하였다. 점도 변화율은 지경화성(遅硬化性)이 양호한 점에서 10 이하가 바람직하고, 9 이하가 보다 바람직하며, 8 이하가 가장 바람직하고, 6 이하가 더욱 바람직하며, 5 이하가 더욱 더 바람직하다.

[0247] 〔광경화 조건〕

[0248] 봉지제의 경화 물성 및 접착성의 평가시에 하기 광 조사 조건에 의해 봉지제를 경화시켰다. 무전극 방전 메탈할라이드 램프 탑재 UV 경화 장치(퓨전사 제품)에 의해 365nm의 파장의 적산 광량 4,000mJ/㎠의 조건으로 봉지제를 광경화시킨 후 80℃의 오븐 중에서 30분간의 후가열 처리를 실시하여 경화체를 얻었다.

[0249] 〔투습도〕

[0250] 두께 0.1mm의 시트형상의 경화체를 상기 광경화 조건으로 제작하고, JIS Z0208 「방습 포장 재료의 투습도 시험방법(컵 법)」에 준하여 흡습제로서 염화칼슘(무수)을 이용하고 분위기 온도 60℃, 상대 습도 90%의 조건으로 측정하였다. 투습도는 120g/(㎡·24hr) 이하가 바람직하다.

[0251] 〔인장 전단 접착 강도〕

[0252] 붕규산 유리 시험편(세로 25mm×가로 25mm×두께 2.0mm, 템팍스(등록상표) 유리)을 2장 이용하여 접착 면적 0.5

㎠, 접착 두께 80㎛로 상기 광경화 조건으로 봉지제를 경화시켰다. 경화 후, 봉지제로 접합한 시험편을 이용하여 인장 전단 접착 강도(단위: MPA)를 온도 23℃, 상대 습도 50%의 환경하에서 인장 속도 10㎜/분으로 측정하였다. 인장 전단 접착 강도는 15MPa 이상이 바람직하다.

[0253] [아웃 가스량]

[0254] 봉지제를 유리 기판 상에 단위면적당 도포량이 10㎎/㎠이 되도록 도포하고, 그 기판에 자외선 조사 장치(HOYA사 제품, 초고압 수은 램프 조사 장치 「UL-750」)를 이용하여 파장 365㎚, 100㎽/㎠의 자외선을 10초간 조사하였다. 그 후, 80℃에서 60분간 가열하여 발생한 가스 성분을 포집·농축하여 GC/MS(Agilent Technology사 제품, 「GC/MS 7890B/5977B」)로 아웃 가스량을 측정하였다. 아웃 가스량은 60ppm 이하가 바람직하다.

[0255] 〔유기 EL의 평가〕

[0256] 〔유기 EL 소자 기판의 제작〕

[0257] ITO 전극이 부착된 유리 기판을 아세톤, 이소프로판올 각각을 이용하여 세정하였다. 그 후, 진공 증착법으로 이하의 화합물을 박막이 되도록 순차 증착하여 양극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/전자 주입층/음극으로 이루어지는 유기 EL 소자 기판을 얻었다. 각 층의 구성은 이하와 같다.

[0258] ·양극 ITO, 양극의 막두께 250㎚

[0259] ·정공 주입층 구리프탈로시아닌 두께 30㎚

[0260] ·정공 수송층 N,N'-디페닐-N,N'-디나프틸벤지딘(α-NPD) 두께 20㎚

[0261] ·발광층 트리스(8-히드록시퀴놀리나토)알루미늄(금속 착체계 재료), 발광층의 막두께 1000Å

[0262] ·전자 주입층 불화 리튬 두께 1㎚

[0263] ·음극 알루미늄, 양극의 막두께 250㎚

[0264] 〔유기 EL 소자의 제작〕

[0265] 실시예 및 비교예에서 얻어진 봉지제를 질소 분위기하에서 도공 장치로 유리에 도포하여 유기 EL 소자 기판과 맞추어붙이고, 접착 두께 10㎛로 상기 광경화 조건으로 이 봉지제를 경화시켜 유기 EL 소자를 제작하였다. 유기 EL 소자 기판의 음극측을 봉지제를 통해 유리에 맞추어붙였다.

[0266] 〔유기 EL 평가〕

[0267] 〔초기〕

[0268] 제작한 직후의 유기 EL 소자에 6V의 전압을 10초간 인가하여 유기 EL 소자의 발광 상태를 육안과 현미경으로 관찰하여 다크 스폿의 직경을 측정하였다.

[0269] 〔고온 고습도〕

[0270] 제작한 직후의 유기 EL 소자를 온도 85℃, 상대 습도 85질량%의 조건하에서 1000시간 폭로한 후 6V의 전압을 10초간 인가하여 유기 EL 소자의 발광 상태를 육안과 현미경으로 관찰하여 다크 스폿의 직경을 측정하였다.

[0271] 다크 스폿의 직경은 300㎛ 이하가 바람직하고, 150㎛ 이하가 보다 바람직하며, 100㎛ 이하가 가장 바람직하고, 50㎛ 이하가 더욱 바람직하며, 다크 스폿은 없는 것이 더욱 더 바람직하다.

[0272] [저장 안정성 평가]

[0273] 봉지제의 초기 점도(V0, 봉지제 조제 직후의 점도)를 측정한 후, 용기에 넣고 뚜껑을 덮은 상태(밀폐계)로 약 40℃의 고온 환경하에서의 촉진 시험으로 4주일 후의 봉지제의 점도(V4)를 측정하였다. 그리고 식: V4/V0에 따라 점도 변화율을 구하였다. 점도 변화율은 저장 안정성이 양호한 점에서 1.5 이하가 바람직하다.

표 1

[0274]

성분	명칭	실험예 1	실험예 2	실험예 3	실험예 4	실험예 5	실험예 6	실험예 7	실험예 8	실험예 9	실험예 10	실험예 11	실험예 12	실험예 13	실험예 14
(A-1)	(A-1-1)셀록사이드2021P	60.0	70.0	70.0	60.0	-	-	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0
	(A-1-2)YX8000	-	-	-	-	50.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-1-3)사이클로머M100	-	-	-	-	-	60.0	-	-	-	-	-	-	-	-
(A-2)	(A-2-1-1)jER828	-	-	20.0	32.0	25.0	20.0	20.0	15.0	15.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
	(A-2-1-2)YL980	8.0	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-2-2-1)jER806	-	-	-	-	25.0	20.0	10.0	5.0	5.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	(A-2-2-2)YL983U	32.0	20.0	10.0		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-2-2-3)KRM-2490	-	-	-	8.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(B)	(A-3)에포라이트200P	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-4)아론옥세탄OXT-221	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-
	(A-5)CHDVE	-	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-
	(B-1)아데카옵토머 SP-170	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	-	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	(B-2)CPI-200K	-	-	-	-	-	-	1.0	-	-	-	-	-	-	-
(C)	(C-1)TOP	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	-	-	-	-
	(C-2)JP-310	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0	-	-	-
	(C-3)JPE-10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0	-	-
	(C-4)JPE-208	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0	-
	(C-5)JPM-311	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0
	(C-6)T.O.P.O	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(C-7)TOCP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	크라운에테르 O-18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	ANTHRACURE UVS-1331	-	-	-	-	-	-	0.2	-	-	-	-	-	-	-
	KBM-403	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
점도	[mPa·s]	2000	1500	700	4200	25000	1800	800	500	500	800	800	800	800	800
광조사후의 점도변화	[-]	1.9	3.5	3.4	3.2	2.0	2.8	3.6	3.0	2.8	2.1	3.1	3.6	4.9	4.5
투습도 60℃90%	[g/(m²·24hr)]	53	58	54	59	63	81	55	60	70	55	55	52	50	55
인장전단 접착강도	[MPa]	16	25	22	21	28	26	25	22	21	27	26	26	24	27
아웃 가스량	[ppm]	11	10	12	13	16	18	11	16	18	9	9	10	11	12
유기TI평가 초기	[μm]	10	10	0	10	10	30	0	20	10	0	0	0	10	10
유기TI평가 고온고습후	[μm]	30	20	0	20	40	60	0	40	40	0	0	0	40	60
저장 안정성 평가 점도 변화율	[-]	1.2	1.3	1.1	1.3	1.1	1.4	1.3	1.5	1.4	1.1	1.1	1.1	1.2	1.1
비스페놀 A형 에폭시 수지 : 비스페놀 F형 에폭시 수지	[질량비]	1:4	2:1	2:1	4:1	1:1	1:1	2:1	3:1	3:1	2:1	2:1	2:1	2:1	2:1
비고		실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예	실시예

각 성분의 사용량의 단위는 질량부.

표 2

[0275]

성분	명칭	실험예 15	실험예 16	실험예 17	실험예 18	실험예 19	실험예 20	실험예 21	실험예 22	실험예 23
(A-1)	(A-1-1)셀록사이드2021P	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	100.0	-	20.0	20.0
	(A-1-2)YX8000	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-1-3)사이클로머M100	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(A-2)	(A-2-1-1)jER828	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	-	60.0	10.0	70.0
	(A-2-1-2)YL980	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-2-2-1)jER806	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	-	40.0	70.0	10.0
	(A-2-2-2)YL983U	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-2-2-3)KRM-2490	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-3)에포라이트200P	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-4)아론옥세탄 OXT-221	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(A-5)CHDVE	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(B)	(B-1)아데카옵토머SP-170	1.0	1.0	1.0	1.0	-	1.0	1.0	1.0	1.0
	(B-2)CPI-200K	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(C)	(C-1)TOP	-	-	-	-	1.0	1.0	1.0	-	-
	(C-2)JP-310	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(C-3)JPE-10	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(C-4)JPE-208	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(C-5)JPM-311	-	-	-	-	-	-	-	1.0	1.0
	(C-6)T. O. P. O	-	1.0	-	-	-	-	-	-	-
	(C-7)TOCP	-	-	1.0	-	-	-	-	-	-
	크라운에테르 O-18	-	-	-	1.0	-	-	-	-	-
	ANTHRACURE UVS-1331	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	KBM-403	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
점도	[mPa·s]	800	800	800	800	800	250	32000	15000	18000
광조사후의 점도변화	[-]	10<	1.0		3.2	1.0	4.6	3.5	4.1	4.3
투습도 60℃90%	[g/(m²·24hr)]	58	미경화 때문에 측정불가	겔화 때문에 측정불가	58	미경화 때문에 측정불가	45	111	111	124
인장전단 접착강도	[MPa]	27			25		22	22	28	29
아웃 가스량	[ppm]	9			28		38	32	10	11
유기EL평가 초기	[μm]	0			10		90	40	90	60
유기EL평가 고온고습후	[μm]	0			290		160	180	160	180
저장 안정성 평가 점도 변화율	[-]	1.2	1.1		1.1	1.0	1.4	1.2	1.2	1.2
비스페놀 A형 에폭시 수지 : 비스페놀 F형 에폭시 수지	[질량비]	2:1	2:1	2:1	2:1	2:1	-	3:2	1:7	7:1
비고		비교예	비교예	비교예	비교예	비교예	비교예	비교예	비교예	비교예

각 성분의 사용량의 단위는 질량부.

[0276] 본 실시형태의 조성물은 광 조사시에 아웃 가스를 발생하기 어려우므로 내구성이 양호하며 소자를 열화시키지 않는다. 이 결과로부터 본 실시형태의 조성물이 유기 일렉트로 루미네센스 소자용 봉지제로서 적합한 것이 확인되었다.