



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0039753
(43) 공개일자 2012년04월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B32B 27/18 (2006.01) *B32B 9/00* (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01) *H05B 33/04* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2012-7005576
 (22) 출원일자(국제) 2010년08월02일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2012년02월29일
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2010/062993
 (87) 국제공개번호 WO 2011/016408
 국제공개일자 2011년02월10일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2009-182827 2009년08월05일 일본(JP)

(71) 출원인
아지노모토 가부시키키가이샤
 일본국 도쿄도 주오구 교바시 1쵸메15만1고
 (72) 발명자
가게야마 유이치
 일본 가나가와켄 2100801 가와사키시 가와사키쿠
 스즈키초 1-2 아지노모토 파인테크노 가부시키키가
 이샤 내
가토 히로야스
 일본 가나가와켄 2100801 가와사키시 가와사키쿠
 스즈키초 1-2 아지노모토 파인테크노 가부시키키가
 이샤 내
 (74) 대리인
장훈

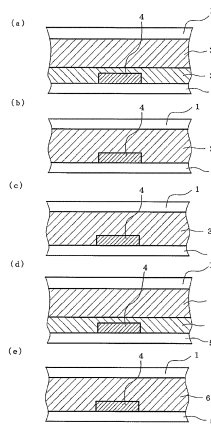
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **필름**

(57) 요약

본 발명은 지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 필름이다. 이러한 구성에 의해, 충분한 내투습성과, 소자의 내손상성(즉, 소자의 손상을 방지하는 기능)을 함께 갖는 필름을 실현할 수 있다. 본 발명의 필름은 유기 EL 소자의 봉지에 특히 적합하며, 본 발명의 필름을 사용함으로써, 봉지 작업에 있어서의 유기 EL 소자의 손상 뿐만 아니라 유기 EL 소자의 열 열화도 충분히 억제되어, 신뢰성이 높은 유기 EL 소자 디바이스를 수득할 수 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 것을 특징으로 하는, 필름.

청구항 2

제1항에 있어서, 흡습 수지 조성물층이, 흡습성 금속 산화물을 함유하는 것을 특징으로 하는, 필름.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 흡습 수지 조성물층이, 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유하는 것을 특징으로 하는, 필름.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중의 어느 한 항에 있어서, 보호 수지 조성물층이, 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유하는 것을 특징으로 하는, 필름.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중의 어느 한 항에 있어서, 40 내지 130℃의 범위로 설정된 라미네이트 온도에 있어서, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 용융 점도의 차이(흡습 수지 조성물층의 용융 점도 - 보호 수지 조성물층의 용융 점도)가 300 내지 1000000포아즈인 것을 특징으로 하는, 필름.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항에 기재된 필름을 갖는 것을 특징으로 하는, 유기 EL 디바이스.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 특정한 필름, 또한 당해 필름을 사용한 유기 EL 소자 디바이스에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 유기 EL(Electroluminescence) 소자는 발광 재료에 유기 물질을 사용한 발광 소자이며, 저전압으로 고휘도의 발광을 취득할 수 있는 최근 각광을 받고 있는 소재이다. 그러나, 유기 EL 소자는 수분에 매우 약하고, 유기 재료 자체가 수분에 의해 변질되어, 휘도가 저하되거나, 발광하지 않게 되거나, 전극과 유기 EL층의 계면이 수분의 영향으로 박리되거나, 금속이 산화되어 고저항화되어 버리거나 하는 문제가 있었다.

[0003] 이것에 대해, 특허문헌 1에는, 유리 기판 위에 유기물 EL층을 형성하고, 유기물 EL층 전면을 덮도록 경화형 수지층을 적층하고, 비투수성 유리 기판을 첩합한 것이 제안되어 있다. 그러나, 경화형 수지층에는 아크릴계의 자외선 경화형 수지 조성물을 사용하고 있기 때문에, 자외선에 의한 유기 EL 소자의 열화의 문제나, 자외선이 닿지 않는 곳에서 미경화부가 발생하고, 신뢰성이 높은 봉지 구조가 취득되기 어렵다는 점에서, 만족할 만한 것이 아니었다.

[0004] 또한, 특허문헌 2에서는, 유기 EL 소자의 전면 봉지를 실시하는 열경화형 경화성 수지 조성물이 제안되어 있다. 그러나, 취득된 경화물층의 내투습성이 충분하지 않다는 점에서, 만족할 만한 것이 아니었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 공개특허공보 제(평)5-182759호

(특허문헌 0002) 특허문헌 2: 일본 공개특허공보 2006-70221호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 과제는, 신뢰성이 높은 봉지 구조의 형성에 유리한, 충분한 내투습성과 소자의 내손상성을 겸비한 필름을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명자 등은 예의 연구를 한 결과, 지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 필름에 의해 상기 과제가 해결되는 것을 밝혀내어, 본 발명을 완성시켰다.

[0008] 즉, 본 발명은 이하의 형태를 포함한다.

[0009] (1) 지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 것을 특징으로 하는, 필름.

[0010] (2) 흡습 수지 조성물층이, 흡습성 금속 산화물을 함유하는 것을 특징으로 하는, 상기 (1)에 기재된 필름.

[0011] (3) 흡습 수지 조성물층이, 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유하는 것을 특징으로 하는, 상기 (1) 또는 (2)에 기재된 필름.

[0012] (4) 보호 수지 조성물층이, 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유하는 것을 특징으로 하는, 상기 (1) 내지 (3) 중 어느 하나에 기재된 필름.

[0013] (5) 40 내지 130℃의 범위로 설정된 라미네이트 온도에 있어서, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 용융 점도의 차이(흡습 수지 조성물층의 용융 점도 - 보호 수지 조성물층의 용융 점도)가 300 내지 100000포아즈인 것을 특징으로 하는, 상기 (1) 내지 (4) 중 어느 하나에 기재된 필름.

[0014] (6) 상기 (1) 내지 (5) 중 어느 하나에 기재된 필름을 함유하는 것을 특징으로 하는, 유기 EL 디바이스.

발명의 효과

[0015] 지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 필름에 의해, 충분한 내투습성과, 소자의 내손상성(즉, 소자의 손상을 방지하는 기능)을 겸비한 필름을 제공할 수 있게 되었다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1a는 실시예 1의 유기 EL 디바이스의 모식 단면도, 도 1b 내지 도 1e는 비교예 1 내지 4의 유기 EL 디바이스의 모식 단면도이다.

도 2는 시험예 4의 필름 단면의 SEM 사진이다.

도 3은 시험예 5의 필름 단면의 SEM 사진이다.

도 4는 시험예 6의 필름 단면의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 본 발명의 필름은, 지지체와 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층을 갖는 것이다.

[0018] [지지체]

[0019] 본 발명에 사용되는 지지체는 「보호 수지 조성물층 또는 흡습 수지 조성물층을 지지하는 물질」을 의미하지만, 그 기능을 발휘하기만 하면 특별한 제한은 없다.

[0020] 지지체는, 박리계 지지체와 봉지계 지지체로 분류된다.

[0021] 박리계 지지체란, 각종 디바이스의 제작시에 박리할 수 있는 지지체(즉, 각종 디바이스의 제작시에 본 발명의 필름으로부터 박리(분리)되는 지지체)를 의미한다. 이러한 박리계 지지체로서는, 구체적으로는, 폴리에틸렌,

폴리프로필렌, 폴리염화비닐 등의 폴리올레핀, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(이하 「PET」라고 약칭하는 경우가 있다.), 폴리에틸렌 나프탈레이트(이하 「PEN」이라고 약칭하는 경우가 있다.) 등의 폴리에스테르, 폴리카보네이트, 폴리이미드 등의 플라스틱으로 이루어지는 필름을 들 수 있다. 코스트 퍼포먼스의 관점에서, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름, 폴리에틸렌 나프탈레이트 필름이 바람직하며, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름이 보다 바람직하다.

[0022] 박리계 지지체의 두께는, 특별히 한정되지 않지만, 본 발명의 필름의 취급성의 관점에서, 당해 지지체의 두께의 상한은 150 μ m 이하가 바람직하며, 120 μ m 이하가 보다 바람직하며, 90 μ m 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 두께의 하한은, 본 발명의 필름의 취급성, 방습성 등의 관점에서 10 μ m 이상이 바람직하며, 40 μ m 이상이 보다 바람직하며, 70 μ m 이상이 더욱 바람직하다.

[0023] 박리계 지지체는 미리 이형 처리를 해 두는 것이 바람직하며, 이형 처리에 사용하는 이형제로서는, 구체적으로는, 불소계 이형제, 실리콘계 이형제, 알키드 수지계 이형제 등을 들 수 있다. 이형제는 1종 또는 2종 이상을 혼합하여 사용해도 좋다. 또한, 박리계 지지체의 표면은 매트 처리, 코로나 처리 등이 되어 있어도 좋고, 또한, 이러한 처리가 된 표면 위에 다시 이형 처리가 되어 있어도 좋다.

[0024] 봉지계 지지체란, 각종 디바이스 제작시에 그대로 각종 디바이스의 일부로서 사용할 수 있는(즉, 각종 디바이스의 제조에 제공되어, 최종적으로 제작되는 디바이스에 내장되는), 방습성을 갖는 지지체를 의미한다. 보다 구체적으로는, 당해 지지체는 각종 디바이스의 봉지 구조에 있어서, 소자(반도체 소자, LED 소자, 유기 EL 소자 등)가 그 표면에 형성된 소자 형성 기관으로부터 이반(離反)된 최외층에 배치되는 봉지 재료로서 사용된다. 당해 지지체로서는, 예를 들면, 금속박이나, 플라스틱 필름의 적어도 한쪽 면에 금속박 또는 무기물 증착막이 라미네이트된 적층 필름 등을 들 수 있다. 여기서 금속박으로서는, 구리박, 알루미늄박 등을 들 수 있고, 무기물 증착막으로서, 산화규소(실리카), 질화규소, SiCN, 비정질 실리콘 등의 증착막을 들 수 있다. 또한, 당해 지지체에는, 시판되고 있는 방습성을 갖는 플라스틱 필름을 사용할 수 있고, 예를 들면, 테크베리어 HX, AX, LX, L 시리즈[참조: 미쓰비시슈시사 제조]나 더욱 방습 효과를 높인 X-BARRIER[참조: 미쓰비시슈시사 제조] 등을 들 수 있다. 또한, 강성을 부여할 수 있다는 관점에서 유리판, 금속판 등을 사용할 수도 있다. 또한, 봉지계 지지체를 사용한 본 발명의 필름을 사용하여 유기 EL 디바이스를 제작하는 경우, 제작되는 유기 EL 디바이스의 발광면은, 소자 형성 기관의 유기 EL 소자가 형성된 면과는 반대측 면이 된다.

[0025] 봉지계 지지체에, 금속박을 사용하거나, 또는, 플라스틱 필름의 적어도 한쪽 면에 무기물 증착막 또는 금속박이 라미네이트된 적층 필름을 사용할 때는, 지지체의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 본 발명의 필름의 취급성의 관점에서, 당해 지지체의 두께의 상한은 150 μ m 이하가 바람직하며, 120 μ m 이하가 보다 바람직하며, 90 μ m 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 두께의 하한은, 본 발명의 필름의 취급성, 방습성 등의 관점에서 10 μ m 이상이 바람직하며, 40 μ m 이상이 보다 바람직하며, 70 μ m 이상이 더욱 바람직하다.

[0026] 봉지계 지지체에 유리판이나 금속판을 사용하는 경우의 당해 지지체의 두께의 상한은, 유기 EL 디바이스 자체를 얇고 가볍게 한다는 관점에서, 5mm 이하가 바람직하며, 1mm 이하가 보다 바람직하며, 100 μ m 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 지지체의 두께의 하한은, 수분 투과를 방지하는 관점, 유기 EL 디바이스의 강성 등의 관점에서, 5 μ m 이상이 바람직하며, 10 μ m 이상이 보다 바람직하며, 20 μ m 이상이 더욱 바람직하다.

[0027] 플라스틱 필름의 적어도 한쪽 면에 금속박이 라미네이트된 적층 필름은, PET 필름 등의 플라스틱 필름에 접착제를 그라비아 코터 등의 박막 코팅이 가능한 도포 헤드를 사용하여 코팅하고, 이 접착제의 코팅면에 알루미늄 등의 금속박을 라미네이트하여 수득할 수 있다. 금속박의 두께는, 라미네이트성, 내투습성 등의 관점에서 5 μ m 이상이 바람직하며, 취급성의 관점에서 125 μ m 이하가 바람직하다. 또한, 이 3층 구조의 적층 필름의 총 두께는 10 내지 150 μ m의 범위내로 하는 것이 바람직하다.

[0028] [흡습 수지 조성물층]

[0029] 본 발명의 필름에 사용되는 흡습 수지 조성물층은, 열경화성 수지, 경화제 및 흡습성 금속 산화물을 포함하는 열경화성의 수지 조성물에 의해 구성되며, 내투습성을 갖는다. 이것에 의해, 목적의 디바이스(유기 EL 디바이스 등)의 봉지 구조에서 소자(유기 EL 소자 등)로의 수분 침입을 차단한다.

[0030] (열경화성 수지 및 경화제)

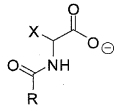
[0031] 열경화성 수지 및 경화제는 특별한 제한은 없으며, 구체적으로는, 에폭시 수지, 시아네이트에스테르 수지, 페놀 수지, 비스말레이미드-트리아진 수지, 폴리이미드 수지, 아크릴 수지, 비닐벤질 수지 등의 다양한 열경화성 수지와 이들의 경화제를 들 수 있다. 이 중에서도, 저온 경화성 및 경화물의 접착성 등의 관점에서, 에폭시 수지

와 이의 경화제가 바람직하다.

- [0032] 에폭시 수지로서는, 평균 1분자당 2개 이상의 에폭시기를 갖는 것이면 양호하며, 구체적으로는, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비페닐형 에폭시 수지, 비페닐아르알킬형 에폭시 수지, 나프톨형 에폭시 수지, 나프탈렌형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 인 함유 에폭시 수지, 비스페놀 S형 에폭시 수지, 방향족 글리시딜아민형 에폭시 수지(구체적으로는, 테트라글리시딜디아미노디페닐메탄, 트리글리시딜-p-아미노페놀, 디글리시딜톨루이딘, 디글리시딜아닐린 등), 지환식 에폭시 수지, 지방족 쇠상 에폭시 수지, 페놀노볼락형 에폭시 수지, 크레졸노볼락형 에폭시 수지, 비스페놀 A 노볼락형 에폭시 수지, 부타디엔 구조를 갖는 에폭시 수지, 페놀아르알킬형 에폭시 수지, 디사이클로펜타디엔 구조를 갖는 에폭시 수지, 비스페놀의 디글리시딜에테르화물, 나프탈렌디올의 디글리시딜에테르화물, 페놀류의 글리시딜에테르화물, 및 알코올류의 디글리시딜에테르화물, 및 이들의 에폭시 수지의 알킬 치환체, 할로겐화물 및 수소 첨가물 등을 들 수 있다. 이들은 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용해도 좋다.
- [0033] 이들 중에서도, 수지 조성물의 높은 내열성 및 낮은 투습성을 유지하는 등의 관점에서, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 페놀노볼락형 에폭시 수지, 비페닐아르알킬형 에폭시 수지, 페놀아르알킬형 에폭시 수지, 방향족 글리시딜 아민형 에폭시 수지, 디사이클로펜타디엔 구조를 갖는 에폭시 수지 등이 바람직하다.
- [0034] 또한, 에폭시 수지는, 액상이라도, 고형상이라도, 액상과 고형상 둘 다를 사용해도 좋다. 여기서, 「액상」 및 「고형상」은, 25℃에서의 에폭시 수지의 상태이다. 도포성, 가공성, 접착성 등의 관점에서, 사용하는 에폭시 수지 전체의 10중량% 이상이 액상인 것이 바람직하다.
- [0035] 또한, 에폭시 수지는 반응성의 관점에서, 에폭시 당량이 100 내지 1000인 범위의 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 120 내지 1000인 범위의 것이다. 여기서 에폭시 당량이란 1g당량의 에폭시기를 포함하는 수지의 그램수(g/eq)이며, JIS K-7236에 규정된 방법에 따라 측정되는 것이다.
- [0036] 에폭시 수지의 경화제로서는, 에폭시 수지를 경화하는 기능을 갖는 것이면 특별히 한정되지 않지만, 수지 조성물의 경화 처리시에 있어서의 소자(특히 유기 EL 소자)의 열 열화를 억제하는 관점에서, 수지 조성물의 경화 처리는 바람직하게는 140℃ 이하, 보다 바람직하게는 120℃ 이하에서 실시하는 것이 바람직하며, 경화제는 이러한 온도 영역에서 에폭시 수지의 경화 작용을 갖는 것이 바람직하다.
- [0037] 구체적으로는, 1급 아민, 2급 아민, 3급 아민계 경화제, 폴리아미노아미드계 경화제, 디시안디아미드, 유기산 디하이드라지드 등을 들 수 있지만, 이 중에서도, 속경화성의 관점에서, 아민어덕트계 화합물(아미큐어 PN-23, 아미큐어 MY-24, 아미큐어 PN-D, 아미큐어 MY-D, 아미큐어 PN-H, 아미큐어 MY-H, 아미큐어 PN-31, 아미큐어 PN-40, 아미큐어 PN-40J 등(모두 아지노모토파인테크노사 제조)), 유기산 디하이드라지드(아미큐어 VDH-J, 아미큐어 UDH, 아미큐어 LDH 등(모두 아지노모토파인테크노사 제조)) 등이 바람직하다. 이들은 1종 또는 2종 이상 조합하여 사용해도 좋다.
- [0038] 또한, 140℃ 이하, 바람직하게는 120℃ 이하의 온도에서 에폭시 수지를 경화할 수 있는 이온 액체, 즉, 140℃ 이하, 바람직하게는 120℃ 이하의 온도 영역에서 용해할 수 있는 염으로서, 에폭시 수지의 경화 작용을 갖는 염이 특히 적합하게 사용된다. 이온 액체는, 흡습 수지 조성물층의 경화물의 내투습성 향상에 유리하게 작용한다. 또한, 이온 액체는 에폭시 수지에 대해 이온 액체를 균일하게 용해하고 있는 상태에서 사용되는 것이 바람직하다.
- [0039] 이러한 이온 액체를 구성하는 양이온으로서, 이미다졸륨 이온, 피페리디늄 이온, 피롤리디늄 이온, 피라조늄 이온, 구아니디늄 이온, 피리디늄 이온 등의 암모늄계 양이온; 테트라알킬포스포늄 양이온(구체적으로는, 테트라부틸포스포늄 이온, 트리부틸헥실포스포늄 이온 등) 등의 포스포늄계 양이온; 트리에틸설포늄 이온 등의 설포늄계 양이온 등을 들 수 있다.
- [0040] 또한, 이러한 이온 액체를 구성하는 음이온으로서, 불화물 이온, 염화물 이온, 브롬화물 이온, 요오드화물 이온 등의 할로겐화물계 음이온; 메탄설포산 이온 등의 알킬황산계 음이온; 트리플루오로메탄설포산 이온, 헥사플루오르포스포산 이온, 트리플루오로트리스(펜타플루오로에틸)포스포산 이온, 비스(트리플루오로메탄설포닐)이미드 이온, 트리플루오로아세트산 이온, 테트라플루오르붕산 이온 등의 할소 화합물계 음이온; 페놀 이온, 2-메톡시페놀 이온, 2,6-디-tert-부틸페놀 이온 등의 페놀계 음이온; 아스파라긴산 이온, 글루탐산 이온 등의 산성 아미노산 이온; 글리신 이온, 알라닌 이온, 페닐알라닌 이온 등의 중성 아미노산 이온; N-벤조일알라닌 이온, N-아세틸페닐알라닌 이온, N-아세틸글리신 이온 등의 하기 화학식 1의 N-아실아미노산 이온; 포름산

이온, 아세트산 이온, 데칸산 이온, 2-피롤리돈-5-카복실산 이온, α-리포산 이온, 락트산 이온, 타르타르산 이온, 마노산 이온, N-메틸마노산 이온, 벤조산 이온 등의 카복실산계 음이온을 들 수 있다.

화학식 1



[0041]

[0042]

(상기 식에서, R-CO-는 탄소수 1 내지 5의 직쇄 또는 분기쇄의 지방산으로부터 유도되는 아실기, 또는, 치환 또는 무치환 벤조일기이며, -NH-CHX-CO₂-은 아스파라긴산, 글루탐산 등의 산성 아미노산 이온, 또는 글리신, 알라닌, 페닐알라닌 등의 중성 아미노산 이온이다.)

[0043]

상기 중에서도, 양이온은, 암모늄계 양이온, 포스포늄계 양이온이 바람직하며, 이미다졸륨 이온, 포스포늄 이온이 보다 바람직하다. 이미다졸륨 이온은, 보다 상세하게는, 1-에틸-3-메틸이미다졸륨 이온, 1-부틸-3-메틸이미다졸륨 이온, 1-프로필-3-메틸이미다졸륨 이온 등이다.

[0044]

또한, 음이온은, 페놀계 음이온, 화학식 1의 N-아실아미노산 이온 또는 카복실산계 음이온이 바람직하며, N-아실아미노산 이온 또는 카복실산계 음이온이 보다 바람직하다.

[0045]

페놀계 음이온의 구체예로서는, 2,6-디-tert-부틸페놀 이온을 들 수 있다. 또한, 카복실산계 음이온의 구체예로서는, 아세트산 이온, 데칸산 이온, 2-피롤리돈-5-카복실산 이온, 포름산 이온, α-리포산 이온, 락트산 이온, 타르타르산 이온, 마노산 이온, N-메틸마노산 이온 등을 들 수 있고, 이 중에서도, 아세트산 이온, 2-피롤리돈-5-카복실산 이온, 포름산 이온, 락트산 이온, 타르타르산 이온, 마노산 이온, N-메틸마노산 이온이 바람직하며, 아세트산 이온, N-메틸마노산 이온, 포름산 이온이 특히 바람직하다. 또한, 화학식 1의 N-아실아미노산 이온의 구체예로서는, N-벤조일알라닌 이온, N-아세틸페닐알라닌 이온, 아스파라긴산 이온, 글리신 이온, N-아세틸글리신 이온 등을 들 수 있고, 이 중에서도, N-벤조일알라닌 이온, N-아세틸페닐알라닌 이온, N-아세틸글리신 이온이 바람직하며, N-아세틸글리신 이온이 특히 바람직하다.

[0046]

구체적인 이온 액체로서는, 1-부틸-3-메틸이미다졸륨라테이트, 테트라부틸포스포늄-2-피롤리돈-5-카복실레이트, 테트라부틸포스포늄아세테이트, 테트라부틸포스포늄 데카노에이트, 테트라부틸포스포늄트리플루오로아세테이트, 테트라부틸포스포늄 α-리포에이트, 포름산테트라부틸포스포늄염, 테트라부틸포스포늄라테이트, 타르타르산비스(테트라부틸포스포늄)염, 마노산테트라부틸포스포늄염, N-메틸마노산테트라부틸포스포늄염, 벤조일-DL-알라닌테트라부틸포스포늄염, N-아세틸페닐알라닌테트라부틸포스포늄염, 2,6-디-tert-부틸페놀테트라부틸포스포늄염, L-아스파라긴산모노테트라부틸포스포늄염, 글리신테트라부틸포스포늄염, N-아세틸글리신테트라부틸포스포늄염, 1-에틸-3-메틸이미다졸륨라테이트, 1-에틸-3-메틸이미다졸륨 아세테이트, 포름산 1-에틸-3-메틸이미다졸륨염, 마노산-1-에틸-3-메틸이미다졸륨염, N-메틸마노산 1-에틸-3-메틸이미다졸륨염, 타르타르산비스(1-에틸-3-메틸이미다졸륨)염, N-아세틸글리신1-에틸-3-메틸이미다졸륨염이 바람직하며, N-아세틸글리신테트라부틸포스포늄염, 1-에틸-3-메틸이미다졸륨아세테이트, 포름산1-에틸-3-메틸이미다졸륨염, 마노산1-에틸-3-메틸이미다졸륨염, N-메틸마노산-1-에틸-3-메틸이미다졸륨염이 특히 바람직하다.

[0047]

상기 이온 액체의 합성법으로서, 알킬이미다졸륨, 알킬피리디늄, 알킬암모늄 및 알킬설포늄 이온 등의 양이온 부위와, 할로겐을 함유하는 음이온 부위로 구성되는 전구체에, NaBF₄, NaPF₆, CF₃SO₃Na나 LiN(SO₂CF₃)₂ 등을 반응시키는 음이온 교환법, 아민계 물질과 산 에스테르를 반응시켜 알킬기를 도입하면서, 유기산 잔기가 쌍음이온이 되는 산 에스테르법, 및 아민류를 유기산으로 중화하여 염을 수득하는 중화법 등이 있지만 이들에 한정되지 않는다. 음이온과 양이온과 용매에 의한 중화법에서는, 음이온과 양이온을 당량 사용하고, 수득된 반응액 중의 용매를 증류 제거하여, 그대로 사용하는 것도 가능하고, 또한 유기 용매(메탄올, 톨루엔, 아세트산에틸, 아세톤 등)를 주입하여 액 농축해도 상관없다.

[0048]

경화제는, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해, 0.1 내지 50중량%의 범위에서 사용되는 것이 바람직하며, 0.5 내지 25중량%의 범위가 보다 바람직하며, 1 내지 15중량%의 범위가 더욱 바람직하고, 1.5 내지 10중량%의 범위가 더욱 한층 바람직하다. 이 범위보다 적으면, 충분한 경화성이 수득되지 않을 우려가 있으며, 50중량%보다 많으면, 수지 조성물의 보존 안정성이 손상될 뿐만 아니라 경화물의 내투습성, 내열성이 저하되는 경우가

있다. 또한, 이온 액체를 사용하는 경우, 수지 조성물의 경화물의 내투습성 등의 점에서는, 에폭시 수지의 불휘발분 100중량%에 대해, 0.1 내지 10중량%가 바람직하며, 0.5 내지 8중량%가 보다 바람직하며, 1 내지 6중량%가 더욱 바람직하고, 1.5 내지 5중량%가 더욱 한층 바람직하다.

[0049] 본 발명에서 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물에 있어서는, 경화 온도, 경화 시간 등의 조정을 위해, 추가로 경화 촉진제를 함유하고 있어도 좋다. 경화 촉진제로서는 테트라메틸암모늄브로마이드, 테트라부틸암모늄브로마이드 등의 4급 암모늄염, 테트라페닐포스포늄브로마이드, 테트라부틸포스포늄브로마이드 등의 4급 설포늄염, DBU(1,8-디아자비사이클로(5.4.0)운데센-7), DBN(1,5-디아자비사이클로(4.3.0)노넨-5), DBU-페놀염, DBU-옥틸산염, DBU-p-톨루엔설포산염, DBU-포름산염, DBU-페놀노블락 수지염 등의 디아자비사이클로 화합물, 1-벤질-2-메틸이미다졸, 1-벤질-2-페닐이미다졸, 2-에틸-4-메틸이미다졸 등의 이미다졸 화합물, 트리스(디메틸아미노메틸)페놀, 벤질디메틸아민 등의 3급 아민, 방향족 디메틸우레아, 지방족 디메틸우레아, 방향족 디메틸우레아 등의 디메틸우레아 화합물 등을 들 수 있다.

[0050] 경화 촉진제를 사용하는 경우의 함유량은, 에폭시 수지의 총량에 대해, 0.01 내지 7중량%의 범위이다.

[0051] (흡습성 금속 산화물)

[0052] 본 발명에서 말하는 「흡습성 금속 산화물」이란, 수분을 흡수하는 능력을 갖고, 흡습한 수분과 화학 반응하여 수산화물이 되는 금속 산화물이며, 본 발명의 목적을 달성할 수 있으면 특별한 제한은 없지만, 구체적으로는, 산화칼슘, 산화마그네슘, 산화스트론튬, 산화알루미늄 및 산화발륨으로부터 선택되는 1종이나, 또는, 이들로부터 선택되는 2종 이상의 금속 산화물의 혼합물 또는 고용물이다. 2종 이상의 금속 산화물의 혼합물 또는 고용물의 예로서는, 구체적으로는, 소성 돌로마이트(산화칼슘 및 산화마그네슘을 함유하는 혼합물), 소성 하이드로탈사이트(산화칼슘과 산화알루미늄의 고용물) 등을 들 수 있다. 이러한 흡습성 금속 산화물은, 다양한 기술 분야에서 흡습재로서 공지되어 있으며, 시판품을 사용할 수 있다. 구체적으로는, 소성 돌로마이트(요시자와세키가이사 제조 「KT」 등), 산화칼슘(산쿄세훈사 제조 「모이스톱 #10」 등), 산화마그네슘(교와가가쿠교사 제조 「교와마그 MF-150」, 「교와마그 MF-30」, 타테호가가쿠교사 제조 「퓨어마그 FNMG」 등), 경소(輕燒) 산화마그네슘(타테호가가쿠교사 제조의 「#500」, 「#1000」, 「#5000」 등) 등을 들 수 있다.

[0053] 흡습성 금속 산화물의 평균 입자 직경은 특별히 한정되지는 않지만, 10 μ m 이하가 바람직하며, 5 μ m 이하가 보다 바람직하며, 1 μ m 이하가 더욱 바람직하다. 이러한 미소 사이즈의 것을 사용함으로써, 흡습 수지 조성물의 경화층에 고도의 내투습성을 부여할 뿐만 아니라 접착력을 높일 수 있다. 또한, 흡습성 금속 산화물의 평균 입자 직경이 지나치게 작으면, 입자끼리 응집되어 시트 가공을 하기 어려워지는 경향으로 되는 등의 점에서, 흡습성 금속 산화물의 평균 입자 직경은 0.01 μ m 이상이 바람직하며, 0.1 μ m 이상이 바람직하다.

[0054] 흡습성 금속 산화물의 시판품의 평균 입자 직경이 10 μ m 이하이면, 그것을 그대로 사용할 수 있지만, 시판품의 평균 입자 직경이 10 μ m을 초과하는 경우, 분쇄, 분급 등을 실시하여 평균 입자 직경 10 μ m 이하의 입상물로 조제한 후 사용하는 것이 바람직하다.

[0055] 여기서 말하는 「평균 입자 직경」이란, 측정 대상(입상물)의 입도 분포를 체적 기준으로 작성했을 때의, 당해 입도 분포의 메디안 직경이다. 체적 기준의 입도 분포는, 미(Mie) 산란 이론에 기초하는 레이저 회절·산란법에 의해 측정할 수 있고, 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치로서는, 구체적으로는, 호리바세사쿠쇼샤 제조의 LA-500을 사용할 수 있다. 측정 샘플은, 흡습성 금속 산화물을 초음파에 의해 수중에 분산시킨 것을 사용하는 것 바람직하다.

[0056] 흡습성 금속 산화물은, 표면 처리제로 표면 처리한 것을 사용할 수 있다. 이러한 표면 처리 흡습성 금속 산화물을 사용함으로써, 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물의 보존 안정성을 보다 높일 수 있고, 경화 전 단계에서, 수지 중의 수분과 흡습성 금속 산화물이 반응해 버리는 것을 방지할 수 있다.

[0057] 표면 처리에 사용하는 표면 처리제로서는, 구체적으로는, 고급 지방산, 알킬실란류, 실란 커플링제 등을 사용할 수 있고, 이 중에서도, 고급 지방산 또는 알킬실란류가 적합하다.

[0058] 고급 지방산은, 구체적으로는, 스테아르산, 몬탄산, 밀리스트산, 팔미트산 등의 탄소수 18 이상의 고급 지방산이 바람직하며, 이 중에서도, 스테아르산이 보다 바람직하다. 이들은 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용해도 좋다.

[0059] 알킬실란류로서는, 메틸트리메톡시실란, 에틸트리메톡시실란, 헥실트리메톡시실란, 옥틸트리메톡시실란, 데실트리메톡시실란, 옥타데실트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 옥틸트리메톡시실란, n-옥타데실디메틸(3-(트리메

톡시실릴)프로필)암모늄클로라이드 등을 들 수 있다. 이들은 1종 또는 2종 이상 조합하여 사용해도 좋다.

[0060] 실란 커플링제로서는, 구체적으로는, 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시실란, 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시실란, 3-글리시딜옥시프로필(디메톡시)메틸실란 및 2-(3,4-에폭시사이클로헥실)에틸트리메톡시실란 등의 에폭시계 실란 커플링제; 3-머캅토프로필트리메톡시실란, 3-머캅토프로필트리에톡시실란, 3-머캅토프로필메틸디메톡시실란 및 11-머캅토폰데실트리메톡시실란 등의 머캅토계 실란 커플링제; 3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-아미노프로필트리에톡시실란, 3-아미노프로필디메톡시메틸실란, N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-메틸아미노프로필트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란 및 N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필디메톡시메틸실란 등의 아미노계 실란 커플링제; 3-우레이드프로필트리에톡시실란 등의 우레이드계 실란 커플링제, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란 및 비닐메틸디에톡시실란 등의 비닐계 실란 커플링제; p-스티릴트리메톡시실란 등의 스티릴계 실란 커플링제; 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란 및 3-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란 등의 아크릴레이트계 실란 커플링제; 3-이소시아네이트프로필트리메톡시실란 등의 이소시아네이트계 실란 커플링제, 비스(트리에톡시실릴프로필)디설피드, 비스(트리에톡시실릴프로필)테트라설피드 등의 설피드계 실란 커플링제; 페닐트리메톡시실란, 메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, 이미다졸실란, 트리아진실란 등을 들 수 있다. 이들은 1종 또는 2종 이상 조합하여 사용해도 좋다.

[0061] 표면 처리는, 구체적으로는, 미처리 흡습성 금속 산화물을 혼합기로 상온에서 교반 분산시키면서, 표면 처리제를 첨가 분무하여 5 내지 60분간 교반함으로써 실시할 수 있다. 혼합기로서는, 공지의 혼합기를 사용할 수 있고, 구체적으로는, V 블렌더, 리본 블렌더, 버블콘 블렌더 등의 블렌더, 헨셀 믹서 및 콘크리트 믹서 등의 믹서, 볼 밀, 커터 밀 등을 들 수 있다. 또한, 볼 밀 등으로 흡습제를 분쇄할 때에, 상기의 고급 지방산, 알킬실란류 또는 실란 커플링제를 혼합하고, 표면 처리하는 방법도 가능하다. 표면 처리제의 처리량은 흡습성 금속 산화물의 종류 또는 표면 처리제의 종류 등에 따라서도 상이하지만, 흡습성 금속 산화물에 대해 1 내지 10중량%가 바람직하다.

[0062] 수지 조성물 중의 흡습성 금속 산화물의 함유량의 상한은, 흡습성 금속 산화물의 함유량이 지나치게 많아지면, 수지 조성물의 점도가 상승하고, 경화물의 강도가 저하되어 물리진다는 관점에서, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 40중량% 이하가 바람직하며, 35중량% 이하가 보다 바람직하며, 30중량% 이하가 더욱 바람직하고, 25중량% 이하가 더욱 한층 바람직하며, 20중량% 이하가 특히 바람직하다. 한편, 흡습성 금속 산화물의 함유량의 하한은, 흡습성 금속 산화물을 함유시키는 것에 의한 효과를 충분히 수득한다는 관점에서, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 1중량% 이상이 바람직하며, 5중량% 이상이 보다 바람직하며, 10중량% 이상이 더욱 바람직하다.

[0063] (무기 충전제)

[0064] 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물에는, 또한 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유시킬 수 있다. 당해 무기 충전제를 함유함으로써, 수지 조성물의 경화물의 내투습성이 향상되고, 또한, 필름 제작시의 조성물의 텅김이 방지되어 지지체나 봉지 재료와의 접촉력을 향상시킬 수 있다. 무기 충전제로서는, 구체적으로는, 실리카, 황산바륨, 수산화알루미늄, 수산화마그네슘, 탄산칼슘, 탄산마그네슘, 질화붕소, 붕산알루미늄, 티탄산바륨, 티탄산스트론튬, 티탄산칼슘, 티탄산마그네슘, 티탄산비스머스, 산화티탄, 지르콘산바륨, 지르콘산칼슘, 활석, 클레이, 운모, 뵈마이트, 제올라이트, 아파타이트, 고령토, 멀라이트, 스피넬, 오리빈, 세리사이트, 벤토나이트 등을 들 수 있다. 무기 충전제는 1종 또는 2종 이상을 조합하여 사용해도 좋다. 이들 중에서도 라미네이트시에 무기 충전제가 다른 층으로 이행하기 어렵다는 관점에서, 활석, 클레이, 운모, 뵈마이트 등의 입자 형태가 평판상인 충전제가 바람직하며, 또한 이러한 입자 형태가 평판상인 충전제를 사용함으로써, 흡습 수지 조성물층을 경화시켜 수득되는 경화층의 내투습성을 보다 한층 높일 수 있다.

[0065] 무기 충전제의 평균 입자 직경의 상한은, 분산성 향상이나 기계 강도의 저하 방지의 관점이나 라미네이트시에 무기 충전제가 다른 층으로 이행하기 어렵다는 관점에서, 1 μ m 이하가 바람직하며, 0.8 μ m 이하가 보다 바람직하며, 0.6 μ m 이하가 더욱 바람직하다. 또한, 무기 충전제의 평균 입자 직경의 하한은, 응집에 의한 분산성의 저하 방지나 수지 조성물의 점도 상승에 의한 취급성의 저하 방지의 관점에서, 0.01 μ m 이상이 바람직하며, 0.1 μ m 이상이 보다 바람직하며, 0.3 μ m 이상이 더욱 바람직하다. 또한, 여기서 말하는 평균 입자 직경이란, 상기의 흡습성 금속 산화물에서의 평균 입자 직경과 동일한 의미이다.

[0066] 수지 조성물 중의 무기 충전제의 함유량의 상한은, 무기 충전제의 함유량이 지나치게 많아지면, 수지 조성물의 점도가 상승하고, 경화물의 강도가 저하되어 물리진다는 관점에서, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 50중량% 이하가 바람직하며, 40중량% 이하가 보다 바람직하며, 35중량% 이하가 더욱 바람직하고, 30중량% 이하

가 더욱 한층 바람직하다. 한편, 무기 충전재의 함유량의 하한은, 무기 충전재의 효과를 충분히 수득한다는 관점에서, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 1중량% 이상이 바람직하며, 5중량% 이상이 보다 바람직하며, 10중량% 이상이 더욱 바람직하다.

[0067] (고무 입자)

[0068] 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물에는, 추가로 고무 입자를 함유시킬 수 있고, 고무 입자를 함유시킴으로써, 수지 조성물의 경화물의 기계 강도의 향상이나 응력 완화 등을 도모할 수 있다. 당해 고무 입자는, 수지 조성물의 바니쉬를 조제할 때의 유기 용매에도 용해되지 않고, 에폭시 수지 등의 수지 조성물 중의 성분과도 상용하지 않고, 수지 조성물의 바니쉬 중에서는 분산 상태로 존재하는 것이 바람직하다. 이러한 고무 입자는, 일반적으로는, 고무 성분의 분자량을 유기 용제나 수지에 용해되지 않는 레벨로까지 크게 하여 입자상으로 함으로써 조제할 수 있고, 구체적으로는, 코어셸형 고무 입자, 가교 아크릴로니트릴부타디엔 고무 입자, 가교 스티렌부타디엔 고무 입자, 아크릴 고무 입자 등을 들 수 있다. 코어셸형 고무 입자는, 입자가 코어층과 셸층을 갖는 고무 입자이며, 구체적으로는, 외층의 셸층이 유리상 중합체, 내층의 코어층이 고무상 중합체로 구성되는 2층 구조, 또는 외층의 셸층이 유리상 중합체, 중간층이 고무상 중합체, 코어층이 유리상 중합체로 구성되는 3층 구조의 것 등을 들 수 있다. 유리층은 구체적으로는, 메타크릴산메틸의 중합물 등으로 구성되고, 고무상 중합체층은 구체적으로는, 부틸아크릴레이트 중합물(아크릴산부틸 고무) 등으로 구성된다. 이들 고무 입자의 1차 입자의 평균 입자 직경의 상한은, 응력 완화의 효과를 유지하는 것이나 수지 조성물에 의해 유기 EL 소자를 봉지할 때의 소자에 대한 내미지를 방지한다는 관점에서, 2 μ m 이하가 바람직하다. 한편, 고무 입자의 1차 입자의 평균 입자 직경의 하한은, 수지에 혼합할 때의 점도 상승에 의해, 취급성이 악화되는 것을 방지하는 관점에서, 0.05 μ m 이상이 바람직하다. 코어셸형 고무 입자의 구체예로서는, 스타필로이드 AC3832, AC3816N[참조: 간츠가세이사 제조], 메타블렌 KW-4426[참조: 미쯔비시레이온사 제조], F351[참조: 니혼제온사 제조] 등을 들 수 있다. 아크릴로니트릴 부타디엔 고무(NBR) 입자의 구체예로서는, XER-91[참조: JSR사 제조] 등을 들 수 있다. 스티렌부타디엔 고무(SBR) 입자의 구체예로서는, XSK-500[참조: JSR사 제조] 등을 들 수 있다. 아크릴고무 입자의 구체예로서는, 메타블렌 W300A, W450A[참조: 미쯔비시레이온사 제조]를 들 수 있다.

[0069] 고무 입자의 평균 입자 직경은, 동적 광산란법을 사용하여 측정할 수 있다. 구체적으로는, 적당한 유기 용제에 고무 입자를 초음파 등에 의해 균일하게 분산시키고, FPRA-1000[참조: 오즈카덴시사 제조]을 사용하여 고무 입자의 입도 분포를 중량 기준으로 작성하고, 그 메디안 직경을 평균 입자 직경으로 함으로써 측정된다.

[0070] 고무 입자의 함유량의 상한은, 흡습 수지 조성물층의 내열성이나 내투습성의 저하 방지의 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해, 20중량% 이하가 바람직하며, 10중량% 이하가 보다 바람직하다. 한편, 고무 입자의 함유량의 하한은, 고무 입자를 배합하는 것의 효과를 충분히 수득한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 0.1중량% 이상이 바람직하다.

[0071] 또한, 에폭시 수지에 고무 입자를 1차 입자의 상태로 분산시킨 고무 입자 분산 에폭시 수지가 시판되고 있으며, 에폭시 수지로서 고무 입자 분산 에폭시 수지를 사용함으로써, 수지 조성물에 고무 입자를 함유시켜도 좋다. 이러한 고무 입자 분산 에폭시 수지로서는, 구체적으로는, 니혼쇼쿠바이사 제조의 「BPA328」(고무 입자: 아크릴계 코어셸형 수지, 고무 입자의 평균 입자 직경: 0.3 μ m, 고무 입자 함유량: 17중량%, 에폭시 수지: 에폭시 당량 185의 비스페놀 A형 에폭시 수지), 카네카사 제조의 「MX120」(고무 입자: SBR계 수지, 고무 입자의 평균 입자 직경: 0.1 μ m, 고무 입자 함유량: 25중량%, 에폭시 수지: 에폭시 당량 185의 비스페놀 A형 에폭시 수지) 등을 들 수 있다.

[0072] (열가소성 수지)

[0073] 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물에는, 또한 열가소성 수지를 함유시킬 수 있다. 열가소성 수지를 함유시킴으로써, 수지 조성물의 경화물에 가요성을 부여할 수 있고, 또한, 수지 조성물을 코팅할 때의 양호한 가공성을 부여할 수 있다. 당해 열가소성 수지로서는, 구체적으로는, 페녹시 수지, 폴리비닐아세탈 수지, 폴리이미드 수지, 폴리아미드이미드 수지, 폴리테트라선폰 수지, 폴리선폰 수지 등을 들 수 있다. 이들 열가소성 수지는 어느 1종을 사용해도 2종 이상을 혼합하여 사용해도 좋다. 열가소성 수지는 가요성의 부여, 코팅시의 뒤틀림 방지의 점에서, 중량 평균 분자량이 10,000 이상이 바람직하며, 30,000 이상이 보다 바람직하다. 그러나, 중량 평균 분자량이 지나치게 크면, 에폭시 수지와와의 상용성이 저하되는 등의 경향이 있기 때문에, 중량 평균 분자량은 1,000,000 이하인 것이 바람직하며, 800,000 이하가 보다 바람직하다.

[0074] 또한, 여기서 말하는 「열가소성 수지의 중량 평균 분자량」은, 겔 침투 크로마토그래피(GPC)법(폴리스티렌 환

산)으로 측정된다. GPC법에 의한 중량 평균 분자량은, 구체적으로는, 측정 장치로서 시마즈세사쿠쇼사 제조의 LC-9A/RID-6A를, 칼럼으로서 쇼와덴코사 제조의 Shodex K-800P/K-804L/K-804L을, 이동상으로서 클로로포름 등을 사용하고, 칼럼 온도 40℃에서 측정하고, 표준 폴리스티렌의 검량선을 사용하여 산출할 수 있다.

[0075] 열가소성 수지는 상기한 예시물 중에서도 페녹시 수지가 특히 바람직하다. 페녹시 수지는 「에폭시 수지」와의 상용성이 좋고, 또한, 수지 조성물의 경화물의 접착성, 내습성에 대한 영향이 적다는 점에서도 바람직하다.

[0076] 페녹시 수지로서는, 비스페놀 A 골격, 비스페놀 F 골격, 비스페놀 S 골격, 비스페놀아세트페논 골격, 노볼락 골격, 비페닐 골격, 플루오렌 골격, 디사이클로펜타디엔 골격, 노르보넨 골격, 나프탈렌 골격, 안트라센 골격, 아다만탄 골격, 테르펜 골격, 트리메틸사이클로hex산 골격으로부터 선택되는 1종 이상의 골격을 갖는 것을 들 수 있다. 페녹시 수지는 2종 이상을 혼합하여 사용해도 좋다.

[0077] 페녹시 수지의 시판품으로서, 구체적으로는, 재팬에폭시레진사 제조의 1256, 4250(비스페놀 A 골격 함유 페녹시 수지), 재팬에폭시레진사 제조의 YX8100(비스페놀 S 골격 함유 페녹시 수지), 재팬에폭시레진사 제조의 YX6954(비스페놀아세트페논 골격 함유 페녹시 수지), 유니온카바이드사 제조의 PKHH(중량 평균 분자량(Mw) 42600, 수 평균 분자량(Mn) 11200) 등이 적합하고, 토도가세이사 제조의 FX280, FX293, 재팬에폭시레진사 제조의 YL7553BH30, YL6794, YL7213, YL7290, YL7482 등도 들 수 있다.

[0078] 열가소성 수지의 함유량의 상한은, 경화물의 내투습성 저하 방지의 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해, 50중량% 이하가 바람직하며, 25중량% 이하가 보다 바람직하다. 한편, 열가소성 수지의 함유량의 하한은, 열가소성 수지를 함유시키는 것에 의한 충분한 효과를 취득한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해, 1중량% 이상이 바람직하며, 3중량% 이상이 보다 바람직하며, 5중량% 이상이 더욱 바람직하고, 10중량% 이상이 더욱 한층 바람직하다.

[0079] (커플링제)

[0080] 본 발명에 사용되는 흡습 수지 조성물층에는, 추가로 커플링제를 함유시킴으로써, 그 경화물의 피착체(지지체, 보호 수지 조성물층, 봉지 재료 등)와의 밀착성이나 경화물의 내투습성을 향상시킬 수 있다. 당해 커플링제로서는, 구체적으로는, 티타늄계 커플링제, 알루미늄계 커플링제, 실란 커플링제 등을 들 수 있다. 이 중에서도, 실란 커플링제가 바람직하다. 이들은 1종 또는 2종 이상 조합하여 사용해도 좋다.

[0081] 실란 커플링제로서는, 구체적으로는, 3-글리시딜옥시프로필트리메톡시실란, 3-글리시딜옥시프로필트리에톡시실란, 3-글리시딜옥시프로필(디메톡시)메틸실란 및 2-(3,4-에폭시사이클로hexyl)에틸트리메톡시실란 등의 에폭시계 실란 커플링제; 3-머캅토프로필트리메톡시실란, 3-머캅토프로필트리에톡시실란, 3-머캅토프로필디메톡시실란 및 11-머캅토크톤데실트리메톡시실란 등의 머캅토계 실란 커플링제; 3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-아미노프로필트리에톡시실란, 3-아미노프로필디메톡시메틸실란, N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-메틸아미노프로필트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란 및 N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필디메톡시메틸실란 등의 아미노계 실란 커플링제; 3-우레이드프로필트리에톡시실란 등의 우레이드계 실란 커플링제, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란 및 비닐메틸디에톡시실란 등의 비닐계 실란 커플링제; p-스티릴트리메톡시실란 등의 스티릴계 실란 커플링제; 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란 및 3-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란 등의 아크릴레이트계 실란 커플링제; 3-이소시아네이트프로필트리메톡시실란 등의 이소시아네이트계 실란 커플링제, 비스(트리에톡시실릴프로필)디설피드, 비스(트리에톡시실릴프로필)테트라설피드 등의 설피드계 실란 커플링제; 페닐트리메톡시실란, 메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, 이미다졸실란, 트리아진실란 등을 들 수 있다. 이들 중에서도, 에폭시계 실란 커플링제가 특히 적합하다.

[0082] 커플링제의 함유량의 상한은, 커플링제 첨가에 의한 밀착성 개선 효과를 취득한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 10중량% 이하가 바람직하며, 5중량% 이하가 보다 바람직하다. 한편, 커플링제의 함유량의 하한은, 커플링제 첨가에 의한 밀착성 개선 효과를 취득한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 0.5중량% 이상이 바람직하다.

[0083] 본 발명에 사용되는 흡습 수지 조성물층에는, 본 발명의 효과가 발휘되는 범위에서, 상기한 성분 이외의 각종 첨가제를 임의로 함유시켜도 좋다. 이러한 첨가제로서는, 구체적으로는, 실리콘 파우더, 나일론 파우더 불소 파우더 등의 유기 충전제, 올벤, 벤톤 등의 증점제, 실리코계, 불소계, 고분자계의 소포제 또는 레벨링제, 트리아졸 화합물, 티아졸 화합물, 트리아진 화합물, 포르피린 화합물 등의 밀착성 부여제 등을 들 수 있다.

[0084] 본 발명에 사용되는 흡습 수지 조성물층의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 수지 조성물층 위에 지지체를 적층한 구조에서는, 수분은 수지 조성물층 측면에서만 침입하게 되기 때문에, 흡습 수지 조성물층의 두께를 작게 하

고, 외기와의 접촉 면적을 작게 함으로써, 수분을 차단한다는 관점에서, 두께의 상한은 200 μm 이하가 바람직하며, 150 μm 이하가 보다 바람직하며, 100 μm 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 충분한 흡습 효과를 수득하기 위한 흡습제 농도를 확보한다는 관점에서, 두께의 하한은 3 μm 이상이 바람직하며, 5 μm 이상이 보다 바람직하며, 10 μm 이상이 더욱 바람직하다.

[0085] [보호 수지 조성물층]

[0086] 본 발명의 필름에 사용되는 보호 수지 조성물층은, 열경화성 수지, 경화제를 함유하는 열경화성의 수지 조성물에 의해 구성되며, 목적의 디바이스(유기 EL 디바이스 등)의 봉지 구조에서, 소자(유기 EL 소자 등)를 직접 피복함으로써, 흡습 수지 조성물층 중의 흡습성 금속 산화물이 소자에 접촉하여 소자가 손상되는 것을 방지하는 역할을 갖는다.

[0087] (열경화성 수지 및 경화제)

[0088] 열경화성 수지 및 경화제는, 상기의 흡습 수지 조성물층에 사용하는 열경화성 수지 및 경화제와 같은 것이 사용된다. 보호 수지 조성물층에 사용하는 열경화성 수지 및 경화제와, 흡습 수지 조성물층에 사용하는 열경화성 수지 및 경화제는 서로 상이한 것이라도 좋지만, 양 층간의 밀착성, 경화 수축이나 경화 속도의 차이에 기인하는 경화 후의 양 층간의 계면 응력을 억제하는 등의 관점에서 보호 수지 조성물층에 사용하는 열경화성 수지 및 경화제와, 흡습 수지 조성물층에 사용하는 열경화성 수지 및 경화제는 동일한 것이 바람직하다.

[0089] (흡습성 금속 산화물)

[0090] 본 발명에 사용되는 보호 수지 조성물층에는, 유기 EL 소자의 손상 방지 기능을 손상시키지 않는 범위 내에서, 또한 흡습성 금속 산화물을 함유시켜도 좋다. 흡습성 금속 산화물을 함유시킴으로써, 내투습성을 향상시킬 수 있다.

[0091] 보호 수지 조성물층에 흡습성 금속 산화물을 함유시키는 경우에는, 흡습성 금속 산화물의 함유량의 상한은, 유기 EL 소자의 손상 방지의 관점에서, 보호 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 5중량% 이하가 바람직하다. 한편, 흡습성 금속 산화물의 함유량의 하한은, 내투습성 향상의 효과를 수득한다는 관점에서, 보호 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 0.5중량% 이상이 바람직하다.

[0092] 또한, 흡습성 금속 산화물을 보호 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 5중량% 이하의 범위 내에서 함유시킨 경우라도, 흡습성 금속 산화물의 입자 직경이 크면, 유기 EL 소자가 손상될 가능성이 있기 때문에, 흡습성 금속 산화물의 평균 입자 직경은 1 μm 미만이 바람직하다. 또한, 평균 입자 직경이 1 μm 미만이라도, 입도 분포가 브로드하면, 조대 입자를 함유하여 유기 EL 소자가 손상될 가능성이 있기 때문에, 평균 입자 직경이 1 μm 미만이고, 또한, 입자 직경이 3 μm 이상인 입자를 함유하지 않는 것이 보다 바람직하다.

[0093] 또한, 보호 수지 조성물층에 함유시키는 흡습성 금속 산화물은 상기의 흡습 수지 조성물층에 함유시키는 흡습성 금속 산화물과 같은 금속 산화물을 사용할 수 있고, 또한, 표면 처리 등도 같은 형태로 가할 수 있다. 또한, 흡습성 금속 산화물의 시판품은 그 평균 입자 직경이 1 μm 미만이면, 그대로 사용할 수 있지만, 시판품의 평균 입자 직경이 1 μm 이상인 경우, 분쇄, 분급 등을 실시하여 평균 입자 직경 1 μm 미만의 입상물로 조제한 후 사용한다. 여기서 말하는 「평균 입자 직경」도, 상기의 흡습 수지 조성물층에 함유시키는 흡습성 금속 산화물의 평균 입자 직경과 동일한 의미이다.

[0094] (무기 충전제)

[0095] 본 발명에 사용되는 보호 수지 조성물층에는, 또한 무기 충전제(단, 흡습성 금속 산화물은 제외)를 함유시킴으로써, 층중 및 EL 소자측과의 계면의 투습 속도를 지연시킬 수 있어 기판과의 접착력을 향상시킬 수 있다. 당해 무기 충전제에는, 상기의 흡습 수지 조성물층에 사용하는 무기 충전제와 같은 것을 사용할 수 있다. 라미네이트시에 무기 충전제가 노출되기 어렵다는 관점에서, 활석, 클레이, 운모, 비마이트 등의 입자 형태가 평판상인 충전제가 바람직하다. 또한, 무기 충전제를 사용하는 경우, 무기 충전제의 함유량의 상한은, 수지 조성물의 점도가 상승하고, 경화물의 강도가 저하되어 물리진다는 관점에서, 수지 조성물층 중의 불휘발분 100중량%에 대해 15중량% 이하가 바람직하며, 10중량% 이하가 보다 바람직하다. 한편, 무기 충전제의 함유량의 하한은, 수지 조성물층과 EL 소자측의 계면의 투습 속도를 지연시키는 효과를 수득한다는 관점에서, 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 1중량% 이상이 바람직하며, 3중량% 이상이 보다 바람직하다. 또한, 무기 충전제를 흡습성 금속 산화물과 함께 사용하는 경우에는, 무기 충전제와 흡습성 금속 산화물의 합계량이 수지 조성물 중의 불휘발분 100중량%에 대해 15중량% 이하가 되는 범위 내에서 사용된다.

- [0096] (고무 입자, 열가소성 수지, 커플링제 등)
- [0097] 본 발명에 사용되는 보호 수지 조성물층에는, 추가로 고무 입자를 함유시킴으로써, 그 경화물의 기계 강도의 향상이나 응력 완화 등을 실시할 수 있다. 또한, 본 발명에 사용되는 흡습 수지 조성물층에는, 또한 열가소성 수지를 함유시킴으로써, 그 경화물에 가요성을 부여하고, 수지 조성물을 코팅할 때의 양호한 가공성을 부여할 수 있다. 또한, 본 발명에 사용되는 흡습 수지 조성물층에는, 또한 커플링제를 함유시킴으로써, 그 경화물의 피착체와의 밀착성이나 경화물의 내투습성을 향상시킬 수 있다. 당해 고무 입자, 열가소성 수지 및 커플링제 등은, 상기의 흡습 수지 조성물층에 사용하는 고무 입자, 열가소성 수지 및 커플링제 등과 같은 것을 사용할 수 있고, 커플링제는 실란 커플링제가 바람직하며, 열가소성 수지는 페녹시 수지가 바람직하다. 이러한 열경화성 수지 조성물 중의 함유량은, 기본적으로 흡습 수지 조성물층을 구성하는 열경화성 수지 조성물에서의 함유량이 답습된다.
- [0098] 본 발명에 사용되는 보호 수지 조성물층에는, 본 발명의 효과가 발휘되는 범위에서, 상기한 성분 이외의 각종 첨가제를 임의로 함유시켜도 좋다. 구체적으로는, 실리콘 파우더, 나일론 파우더, 불소 파우더 등의 유기 충전제, 올벤, 벤톤 등의 증점제, 실리콘계, 불소계, 고분자계의 소포제 또는 레벨링제, 트리아졸 화합물, 티아졸 화합물, 트리아진 화합물, 포르피린 화합물 등의 밀착성 부여제 등을 들 수 있다.
- [0099] 본 발명에 사용되는 보호 수지 조성물층의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 투습량의 증대를 방지한다는 관점에서, 두께의 상한은 40 μm 이하가 바람직하며, 20 μm 이하가 보다 바람직하다. 한편, 유기 EL 소자의 손상 방지 효과가 충분히 발휘되는 두께로 한다는 관점에서, 두께의 하한은 1 μm 이상이 바람직하다.
- [0100] [보호 필름]
- [0101] 본 발명의 필름은 실제로 봉지 구조의 형성에 사용하기 전까지는, 수지 조성물층 표면으로의 먼지 등의 부착이나 흡집을 방지하기 위해서 보호 필름으로 보호되어 있는 것이 바람직하며, 보호 필름으로서는, 상기의 박리계 지지체에서 예시한 플라스틱 필름을 사용할 수 있다. 보호 필름은 미리 이형 처리를 가해 두는 것이 바람직하며, 이형제로서는, 구체적으로는, 불소계 이형제, 실리콘계 이형제, 알키드 수지계 이형제 등을 들 수 있다. 이형제는 상이한 종류의 것을 혼합하여 사용해도 좋다. 또한, 보호 필름의 두께도 특별히 제한되지 않지만, 1 내지 100 μm 이 바람직하며, 10 내지 75 μm 이 보다 바람직하며, 15 내지 50 μm 이 더욱 바람직하다.
- [0102] [필름 제조 방법]
- [0103] 본 발명의 필름은, 특별히 한정되는 것이 아니며, 반도체, 태양 전지, 고휘도 LED, LCD 썬, 유기 EL 등의 각종 디바이스에 사용할 수 있고, 특히 유기 EL 소자 봉지용으로 적합하게 사용할 수 있고, 유기 EL 디바이스에 적합하게 사용할 수 있다. 또한, 본 발명의 필름을 유통시키는 경우에는, 보호 필름을 붙여서 유통시킬 수 있다. 즉, 본 발명의 필름의 구성은, 이하의 6개의 형태를 포함한다.
- [0104] (1) 박리계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0105] (2) 봉지계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0106] (3) 박리계 지지체 + 보호 수지 조성물층 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0107] (4) 박리계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층
- [0108] (5) 봉지계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층
- [0109] (6) 박리계 지지체 + 보호 수지 조성물층 + 흡습 수지 조성물층
- [0110] 또한, 상기는 각 층의 적층 순서를 나타내고 있다.
- [0111] 본 발명의 필름의 (1), (2)의 구성은, 구체적으로는, 흡습 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물을 용해한 제1 바니쉬와, 보호 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물을 용해한 제2 바니쉬를 각각 조제하고, 박리계 지지체위 또는 봉지계 지지체 위에, 제1 바니쉬를 도포하고 유기 용제를 건조시켜 흡습 수지 조성물층을 형성하고, 그 위에 제2 바니쉬를 도포하고 유기 용제를 건조시켜 보호 수지 조성물층을 형성하고, 또한 보호 필름을 사용함으로써 수득할 수 있다. 또한, 본 발명의 필름의 (3)의 구성은, 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 반대로 형성함으로써 수득할 수 있다. 본 발명의 필름의 (4), (5), (6)의 구성은, (1), (2), (3)의 구성의 필름 제작에서 보호 필름을 사용하고 있지 않은 경우의 구성을 나타내고 있다.
- [0112] 본 발명의 필름이 (1), (3)의 구성인 경우, 박리계 지지체와 보호 필름의 관계는, 보호 필름이 먼저 박리되도록

되어 있어야 하는데, 보호 필름을 박리계 지지체보다 얇게 하거나, 보호 필름에 이형 처리나 엠보싱 가공을 하게 두는 것이 바람직하다. 또한, 박리계 지지체는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 필름이 바람직하며, 보호 필름은 2축 연신 폴리프로필렌이 바람직하다.

[0113] 바니쉬에 사용하는 유기 용제로서는, 구체적으로는, 아세톤, 메틸에틸케톤(이하, 「MEK」라고도 약칭한다), 사이클로헥산온 등의 케톤류, 아세트산에틸, 아세트산부틸, 셀로솔브아세테이트, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트, 카르비톨아세테이트 등의 아세트산 에스테르류, 셀로솔브, 부틸카르비톨 등의 카르비톨류, 톨루엔, 크실렌 등의 방향족 탄화수소류, 디메틸포름아미드, 디메틸아세트아미드, N-메틸피롤리돈 등을 들 수 있다. 이들은 1종 또는 2종 이상 조합하여 사용해도 좋다.

[0114] 건조 조건은 특별한 제한은 없지만, 50 내지 100℃에서 3 내지 15분이 적합하다.

[0115] 또한, 상기의 지지체 위에 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층을 이 순서로, 또는, 반대 순서로 순차 형성하여 본 발명의 필름을 제작하는 방법에서는, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 경계에 있어서 양쪽 층의 수지 조성물이 혼합된 혼합층이 형성되어 보호 수지 조성물층에 의한 유기 EL 소자의 손상 방지 효과가 손상되어 버릴 우려가 있다. 따라서, 제1 지지체 위에 제1 바니쉬를 사용하여 흡습 수지 조성물층을 형성한 제1 수지 조성물 시트를 제작하고, 이것과는 별도로, 제2 지지체 위에 제2 바니쉬를 사용하여 보호 수지 조성물층을 형성한 제2 수지 조성물 시트를 제작하고, 제1 수지 조성물 시트의 흡습 수지 조성물층과 제2 수지 조성물 시트의 보호 수지 조성물층을 라미네이트하여, 본 발명의 필름을 수득하는 방법이 바람직하다. 또한, 이 경우, 제1 지지체 및 제2 지지체 중 어느 한쪽이 본 발명의 필름의 지지체가 되고, 어느 다른쪽이 본 발명의 필름의 보호 필름이 된다.

[0116] 이러한 방법으로 본 발명의 필름을 수득하는 경우, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 라미네이트 온도에 있어서, 보호 수지 조성물층의 용융 점도가 흡습 수지 조성물층의 용융 점도보다도 낮은 것이 바람직하다. 즉, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 라미네이트 온도에 있어서, 보호 수지 조성물층을 구성하는 수지 조성물의 용융 점도가 흡습 수지 조성물층의 용융 점도보다도 낮은 것에 의해, 흡습 수지 조성물층에 함유되는 충전제가 라미네이트시에 보호 수지 조성물층으로 이동하거나, 또는 보호 수지 조성물층을 통과하여 EL 소자에 손상을 주는 것을 피할 수 있기 때문이다.

[0117] 여기서 말하는 「용융 점도」는, 유비엡사 제조의 형식 Rheosol-G3000을 사용하고, 수지량은 1g, 직경 18mm의 패러렐 플레이트(parallel plate)를 사용하고, 측정 개시 온도 60℃, 승온 속도 5℃/분, 측정 온도 60 내지 200℃, 진동수 1Hz/deg로 측정된 값이다.

[0118] 라미네이트 온도는 특별한 제한은 없으며, 요구되는 성능에 따라, 적절히 설정할 수 있지만, 흡습 수지 조성물층 및 보호 수지 조성물층의 경화 온도보다도 낮은 것이 요구되기 때문에, 라미네이트 온도의 상한은 130℃ 이하가 바람직하며, 120℃ 이하가 보다 바람직하며, 110℃ 이하가 더욱 바람직하고, 100℃ 이하가 더욱 한층 바람직하다. 한편, 라미네이트 온도의 하한은, 상온에서의 취급성이 양호하다는 관점에서, 40℃ 이상이 바람직하며, 45℃ 이상이 보다 바람직하며, 50℃ 이상이 더욱 바람직하고, 55℃ 이상이 더욱 한층 바람직하며, 60℃ 이상이 특히 바람직하다. 또한, 설정된 라미네이트 온도에 있어서, 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층을 서로 혼합되지 않도록 한다는 관점, 흡습성 금속 산화물이 보호 수지 조성물층으로 이행되어 버리는 것을 방지한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층의 용융 점도와 보호 수지 조성물층의 용융 점도의 차이(흡습 수지 조성물층의 용융 점도 - 보호 수지 조성물층의 용융 점도)의 하한은, 300포아즈 이상이 바람직하며, 1000포아즈 이상이 보다 바람직하며, 5000포아즈 이상이 더욱 바람직하고, 10000포아즈 이상이 더욱 한층 바람직하며, 15000포아즈 이상이 특히 바람직하며, 30000포아즈 이상이 가장 바람직하다. 한편, 설정된 라미네이트 온도에 있어서, 흡습 수지 조성물층 및 보호 수지 조성물층을 효율적으로 한번에 굳힌다는 관점, 흡습 수지 조성물층 및 보호 수지 조성물층의 첩합을 효율적으로 실시한다는 관점에서, 흡습 수지 조성물층의 용융 점도와 보호 수지 조성물층의 용융 점도의 차이(흡습 수지 조성물층의 용융 점도 - 보호 수지 조성물층의 용융 점도)의 상한은, 1000000포아즈 이하가 바람직하며, 500000포아즈 이하가 보다 바람직하며, 100000포아즈 이하가 더욱 바람직하다.

[0119] 또한, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 용융 점도의 조정 방법으로서, 건조 조건에 의해 경화도를 변화시키는 방법, 액상 수지의 배합 비율을 변화시키는 방법, 무기 충전제의 입자 직경, 함유 비율 등을 변화시키는 방법 등을 들 수 있고, 이들은 2개 이상을 조합하여 실시해도 좋다. 따라서, 이들 방법에 의해, 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층의 점도 조정을 실시하고, 보호 수지 조성물층의 소정 온도에서의 용융 점도가 흡습 수지 조성물층의 소정 온도에서의 용융 점도보다도 낮아지도록 한다.

- [0120] 본 발명의 필름은, 각종 반도체 소자(개별 반도체, 광반도체, 로직 IC, 아날로그 IC, 메모리 등)의 봉지 구조의 형성에 적용할 수 있지만, 이 중에서도, 유기 EL 소자의 봉지에 특히 적합하게 사용할 수 있다.
- [0121] [유기 EL 디바이스 제조 방법]
- [0122] 본 발명의 필름을 사용하여 유기 EL 소자를 봉지하고, 유기 EL 디바이스를 제조하는 방법을 이하에 설명한다. 디바이스의 봉지 구조에 있어서, 보호 수지 조성물층은 소자 형성 기관의 소자를 피복하도록 배치되고, 흡습 수지 조성물층은 보호 수지 조성물층의 소자 형성 기관측의 면과는 반대측 면에 배치된다. 본 발명의 필름의 구성은, 상기한 바와 같이, 이하의 6개의 형태를 포함한다.
- [0123] (1) 박리계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0124] (2) 봉지계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0125] (3) 박리계 지지체 + 보호 수지 조성물층 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 필름
- [0126] (4) 박리계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층
- [0127] (5) 봉지계 지지체 + 흡습 수지 조성물층 + 보호 수지 조성물층
- [0128] (6) 박리계 지지체 + 보호 수지 조성물층 + 흡습 수지 조성물층
- [0129] (a) 본 발명의 필름이 (1)의 구성인 경우, 우선 보호 필름을 제거하고, 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트한다. 그 후에 박리계 지지체를 박리하고, 노출된 흡습 수지 조성물층 위에 봉지 재료를 라미네이트하고, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0130] (b) 본 발명의 필름이 (2)의 구성인 경우, 우선 보호 필름을 제거하고, 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트하고, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0131] (c) 본 발명의 필름이 (3)의 구성인 경우, 우선 보호 필름을 제거하고, 흡습 수지 조성물층을 봉지 재료에 라미네이트한다. 그 후에 박리계 지지체를 박리하고, 노출된 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트하고, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0132] (d) 본 발명의 필름이 (4)의 구성인 경우, 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트한다. 그 후에 박리계 지지체를 박리하고, 노출된 흡습 수지 조성물층 위에 봉지 재료를 라미네이트하고, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0133] (e) 본 발명의 필름이 (5)의 구성인 경우, 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트하고, 그대로 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0134] (f) 본 발명의 필름이 (6)의 구성인 경우, 흡습 수지 조성물층을 봉지 재료에 라미네이트하고, 그 후, 박리계 지지체를 박리하고, 노출된 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자가 형성된 투명 기관 위에 라미네이트하여, 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층의 열경화 작업을 실시하여 유기 EL 디바이스를 제조할 수 있다.
- [0135] 유기 EL 소자에 대해, 필요 이상의 열이력을 가하지 않는다는 관점에서, (b), (c), (e) 또는 (f)의 방법으로 유기 EL 디바이스를 제작하는 것이 바람직하다.
- [0136] 또한, (a), (c), (d) 및 (f)의 방법에 있어서 사용되는 봉지 재료는, 본 발명의 필름과는 별도로 준비되는, 봉지 구조를 형성하기 위한 재료이며, 당해 봉지 재료로서는, 방습성을 갖는 플라스틱 필름, 구리박, 알루미늄박 등의 금속박, 유리판, 금속판 등을 들 수 있다. 당해 봉지 재료의 두께의 상한은, 유기 EL 디바이스 자체를 얇고 가볍게 한다는 관점에서, 5mm 이하가 바람직하며, 1mm 이하가 보다 바람직하며, 더욱 바람직하게는 100 μ m 이하이다. 또한, 봉지 재료의 두께의 하한은, 수분 투과를 방지하는 관점, 유기 EL 디바이스의 강성의 관점에서, 5 μ m 이상이 바람직하며, 10 μ m 이상이 보다 바람직하며, 20 μ m 이상이 더욱 바람직하다. 봉지 재료는 2장 또는 그 이상을 첩합하여 사용해도 좋고, 그 경우에는 첩합 후의 총 두께가 5 μ m 이상, 5mm 이하의 범위내인 것이 바람직하다.

- [0137] 상기 (a) 내지 (f)의 방법에 있어서 실시하는 라미네이트의 방법은 배치식이라도, 롤에서의 연속식이라도 좋다. 라미네이트 조건은, 감압하에서 실시할 수 있고, 진공 라미네이터 등을 사용하여 실시하는 것이 바람직하다. 10^{-3} (10hPa)MPa 이하의 감압하, 온도 50 내지 130℃, 압력 0.5 내지 10kgf/cm²의 조건으로 라미네이트하는 것이 바람직하다. 진공 라미네이터로서는, 구체적으로는, 메이키세사쿠쇼사 제조의 진공 가압식 라미네이터, 니치고·모튼사 제조의 배큘 어플리케이터 등을 들 수 있다.
- [0138] 보호 수지 조성물층 및 흡습 수지 조성물층을 열경화하는 방법은 특별한 제한은 없으며, 공지된 것을 사용할 수 있다. 구체적으로는, 열풍 순환식 오븐, 적외선 히터, 히트건, 고주파 유도 가열 장치, 히트롤의 압착에 의한 가열 등을 들 수 있다. 본 발명의 필름은 매우 양호한 저온 경화성을 가지고 있으며, 경화 온도의 상한은 140℃ 이하가 바람직하며, 120℃ 이하가 보다 바람직하며, 110℃ 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 경화물의 접착성을 확보한다는 관점에서, 경화 온도의 하한은 50℃ 이상이 바람직하며, 55℃ 이상이 보다 바람직하다. 또한, 경화 시간의 상한은 120분 이하가 바람직하며, 90분 이하가 보다 바람직하며, 60분 이하가 더욱 바람직하다. 한편, 경화물의 경화를 확실하게 실시한다는 관점에서, 경화 시간의 하한은 20분 이상이 바람직하며, 30분 이상이 보다 바람직하다. 이것에 의해, 유기 EL 소자의 열 열화를 매우 작게 할 수 있다.
- [0139] 또한, 본 발명의 유기 EL 디바이스에 있어서, 투명 기관 위에 유기 EL 소자가 형성되어 있는 경우, 투명 기관층을 디스플레이의 표시면이나 조명 기구의 발광면으로 하면, 봉지계 지지체나 봉지 재료에는 반드시 투명 재료를 사용할 필요는 없으며, 금속판, 금속박, 불투명한 플라스틱 필름 또는 판 등을 사용해도 좋다.
- [0140] **실시예**
- [0141] 이하, 실시예와 비교예를 나타내어 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이하의 실시예에 한정되는 것이 아니다.
- [0142] [사용 재료]
- [0143] 실험에 사용한 사용 재료에 관해서 설명한다.
- [0144] (A) 에폭시 수지
- [0145] · 고휘 에폭시 수지(DIC사 제조 「HP7200H」: 디사이클로펜타디엔형 고휘 에폭시 수지, 에폭시 당량(278g/eq))
- [0146] · 고무 미립자 분산 액상 에폭시 수지(니혼쇼쿠바이사 제조 「BPA328」: 1차 입자 직경이 0.3 μ m인 2층 구조의 아크릴 수지 입자가 에폭시 당량 185의 비스페놀 A형 에폭시 수지에 17중량% 함유되어 이루어지는 조성물. 에폭시 당량(2309/eq))
- [0147] · 액상 에폭시 수지(니혼카야쿠사 제조 「GOT」: 오르토틸루이딘디글리시딜아민, 에폭시 당량(135g/eq))
- [0148] (B) 페녹시 수지
- [0149] · 재팬에폭시레진사 제조의 「YL7213-35M」(중량 평균 분자량 35000)의 고휘분 35중량%의 MEK 용액
- [0150] (C) 경화제
- [0151] · 에폭시 수지용 잠재성 경화 촉진제(산아프로사 제조 「U-CAT3502T」)
- [0152] · 이온 액체 경화제(「TBP/N-Ac-gly」, N-아세틸글리신테트라부틸 포스포늄염)
- [0153] (D) 흡습성 금속 산화물
- [0154] · 소성 돌로마이트: 요시자와세키가이샤 제조 「경소 돌로마이트」를 습식 분쇄한 것의 MEK 슬러리(고형분으로서 40중량%, 평균 입자 직경: 0.87 μ m)
- [0155] (E) 무기 충전제
- [0156] · 활석: 니혼타르크사 제조 「D-600」을 습식 분쇄한 것의 MEK 슬러리(고형분으로서 30중량%, 평균 입자 직경: 0.72 μ m)
- [0157] (F) 표면 처리제
- [0158] · 스테아르산
- [0159] (G) 커플링제

- [0160] · 실란 커플링제: 신에츠가가쿠사 제조 「KBM-403」 (3-글리시독시프로필트리메톡시실란)
- [0161] [측정 방법]
- [0162] 다음에, 측정 방법에 관해서 설명한다.
- [0163] [지지체와 수지 조성물층간의 접착력]
- [0164] 알루미늄박(폭 50mm, 길이 50mm, 두께 50 μ m)을 2장 준비하고, 1장째의 알루미늄박의 한쪽 면에, 기재 위에 있는 수지 조성물층(폭 40mm, 길이 50mm)을 포개고, 진공 라미네이터에 의해, 온도 80℃, 압력 1kgf/cm²(9.8×10⁴Pa)의 조건으로 라미네이트하였다. 그리고, 기재를 박리하여, 노출된 수지 조성물층 위에 2장째의 알루미늄박을 포개어 동일한 조건으로 라미네이트를 실시하여 알루미늄박, 수지 조성물층, 알루미늄박의 3층 구조의 시험편을 작성하였다. 이 시험편을 110℃, 30분의 조건으로 가열 경화 후, 폭 10mm, 길이 50mm의 직사각형의 시험편으로 절단하고, JIS K-6854의 T형 박리 시험 방법에 준거하여 시험편의 길이 방향의 접착력(박리력)을 측정하였다.
- [0165] [평가 방법]
- [0166] 다음에, 평가 방법에 관해서 설명한다.
- [0167] [내투습성의 평가]
- [0168] 유기 EL 디바이스를 60℃/90% RH 항온 환경에 1000시간 동안 노출시키고, 필름의 내투습성을 평가하였다. 필름의 내투습성은 유기 EL 소자 발광부에 발생하는 발광 면적의 수축(쉬링크) 및 DS(다크 스팟)의 상태로부터 판정하고, 초기(0시간)와 1000시간 후의 휘도의 상대 변화율을 평가하였다. 즉, 쉬링크나 DS가 많이 발생하면 발광 면적이 감소되어 발광부의 휘도가 증대되어 결함이 없는 초기 상태의 휘도에 대한 상대 변화율이 커진다. 또한, 휘도는 정전류 구동(15mA)으로 2점 측정하고, 평균값을 산출하였다. 평가로서, 상대 변화율이 1.1 미만인 경우에는 ○으로 하고, 1.1 이상인 경우에는 ×로 하였다.
- [0169] [소자의 내손상성의 평가]
- [0170] 유기 EL 소자의 손상의 정도를 구동 전압 3V에 있어서의 암전류값으로 평가하였다. 평가로서, 암전류값이 0.2 μ A 미만인 경우에는 ○으로 하고, 0.2 μ A 이상인 경우에는 ×로 하였다.
- [0171] 다음에 나타내는 순서로 하기의 표 1에 기재하는 배합 조성의 경화성 수지 조성물 바니쉬 A 내지 E를 조제하였다. 또한, 표 1에 기재하는 각 재료의 배합량의 수치는 중량부이다.
- [0172] (제조예 1)
- [0173] 고휘 에폭시 수지(DIC사 제조 「HP7200H」)를 페녹시 수지(재팬에폭시레진사 제조의 「YL7213-35M」의 고휘분 35중량%의 MEK 용액)에 용해시킨 혼합 용해물을 작성하고, 그 혼합 용해물에, 고무 미립자 분산 액상 에폭시 수지(니혼쇼쿠바이사 제조 「BPA328」)와, 액상 에폭시 수지(니혼카야쿠사 제조 「GOT」)와, 에폭시 수지용 잠재성 경화 촉진제(산아프로사 제조 「U-CAT3502T」)와, 실란 커플링제(신에츠가가쿠사 제조 「KBM-403」)와, 이온 액체 경화제(N-아세틸글리신테트라부틸 포스포늄염)와, MEK를 첨가하여 고속 회전 믹서로 균일하게 분산시켜 바니쉬 A를 수득하였다.
- [0174] (제조예 2)
- [0175] 고휘 에폭시 수지(DIC사 제조 「HP7200H」)를 페녹시 수지(재팬에폭시레진사 제조의 「YL7213-35M」의 고휘분 35중량%의 MEK 용액)에 용해시킨 혼합물 A를 작성하였다. 한편, 소성 돌로마이트(요시자와세키가이샤 제조를 습식 분쇄한 것)의 MEK 슬러리(고형분으로서 40중량%)에 스테아르산을 첨가 분산시켜 혼합물 B를 작성하였다. 혼합물 A, 혼합물 B, 활석(니혼타르크사 제조 「D-600」)을 습식 분쇄한 것으로, 고휘분 30중량%의 MEK 슬러리), 고무 미립자 분산 액상 에폭시 수지(니혼쇼쿠바이사 제조 「BPA328」)와, 에폭시 수지용 잠재성 경화 촉진제(산아프로사 제조 「U-CAT3502T」), 액상 에폭시 수지(니혼카야쿠사 제조 「GOT」), 실란 커플링제(신에츠가가쿠사 제조 「KBM-403」)를 배합하고, 아지호모믹서 로보믹스형 혼합 교반기[참조: 플라이믹스사 제조]로 혼합하였다. 여기에 이온 액체 경화제(N-아세틸글리신테트라부틸 포스포늄염)를 첨가하고 고속 회전 믹서로 균일하게 분산시켜 바니쉬 B를 수득하였다.
- [0176] (제조예 3)
- [0177] 활석(니혼타르크사 제조 「D-600」)을 습식 분쇄한 것으로, 고휘분 30중량%의 MEK 슬러리)을 가한 것 이외에는,

제조예 1에서의 바니쉬 A와 같은 방법에 의해, 하기 표 1의 배합표에 따라, 바니쉬 C를 조제하였다.

- [0178] (제조예 4)
- [0179] 제조예 2에서의 바니쉬 B와 같은 방법에 의해, 하기 표 1의 배합표에 따라, 바니쉬 D를 조제하였다.
- [0180] (제조예 5)
- [0181] 제조예 2에서의 바니쉬 B와 같은 방법에 의해, 하기 표 1의 배합표에 따라, 바니쉬 E를 조제하였다.
- [0182] (시험예 1 내지 3)
- [0183] 바니쉬 B, D, E에 의해 제작한 각각의 수지 조성물층에 관해서, 지지체와의 접착력을 측정하였다. 결과를 표 2에 기재한다.
- [0184] 표 2의 결과로부터, 본 발명의 필름의 수지 조성물층 중에 활석을 배합함으로써, 수지 조성물층의 지지체에 대한 접착력이 크게 향상되는 것을 알 수 있다.
- [0185] (시험예 4 내지 6)
- [0186] 바니쉬 A를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 10 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95 $^{\circ}$ C에서 12분 동안 건조시킴으로써, 보호 수지 조성물층 A1을 수득하였다. 보호 수지 조성물층 A1의 100 $^{\circ}$ C에서의 용융 점도는 6170포아즈이었다.
- [0187] 바니쉬 A를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 10 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 80 $^{\circ}$ C에서 6분 동안 건조시킴으로써, 보호 수지 조성물층 A2를 수득하였다. 보호 수지 조성물층 A2의 100 $^{\circ}$ C에서의 용융 점도는 1030포아즈이었다.
- [0188] 바니쉬 B를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 30 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95 $^{\circ}$ C에서 12분 동안 건조시킴으로써, 흡습 수지 조성물층 B1을 수득하였다. 흡습 수지 조성물층 B1의 100 $^{\circ}$ C에서의 용융 점도는 23700포아즈이었다.
- [0189] 바니쉬 B를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 30 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 80 $^{\circ}$ C에서 6분 동안 건조시킴으로써, 흡습 수지 조성물층 B2를 수득하였다. 흡습 수지 조성물층 B2의 100 $^{\circ}$ C에서의 용융 점도는 4460포아즈이었다.
- [0190] 표 3에 기재한 조합으로, PET 필름 부착 보호 수지 조성물층과 PET 필름 부착 흡습 수지 조성물층을, 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 마주 보게 하고 진공 라미네이터에 의해, 온도 100 $^{\circ}$ C, 압력 1Kg/cm²(9.8 \times 10⁴Pa)의 조건으로 라미네이트하여, 지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 필름(시험예 4 내지 6)을 제작하였다. 그 후, 제작한 각각의 필름의 단면에 있어서의 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층의 경계 부근을 SEM(주사형 전자현미경)으로 관찰하였다(배율 2000배). 도 2는 시험예 4의 필름 단면의 SEM 사진, 도 3은 시험예 5의 필름 단면의 SEM 사진, 도 4는 시험예 6의 필름 단면의 SEM 사진이다.
- [0191] 필름 중의 흡습 수지 조성물층과 보호 수지 조성물층의 용융 점도의 차이(흡습 수지 조성물층의 용융 점도 - 보호 수지 조성물층의 용융 점도)는, 시험예 4의 필름이 17530포아즈, 시험예 5의 필름이 3430포아즈, 시험예 6의 필름이 -1710포아즈다. 시험예 4의 필름(도 2)에서는, 흡습 수지 조성물층(상층)과 보호 수지 조성물층(하층)의 계면이 대략 수평하게 되어 있으며, 흡습 수지 조성물층(상층)으로부터 보호 수지 조성물층(하층)으로의 흡습성 금속 산화물의 이행은 확인되지 않았다. 시험예 5의 필름(도 3)도, 흡습 수지 조성물층(상층)으로부터 보호 수지 조성물층(하층)으로의 흡습성 금속 산화물의 이행은 확인되지 않았다. 한편, 시험예 6의 필름(도 4)에서는, 흡습 수지 조성물층(상층)으로부터 보호 수지 조성물층(하층)으로의 흡습성 금속 산화물(엷은 색의 반점)(7)의 이행이 확인되었다.
- [0192] 다음에, 이하의 순서로 유기 EL 디바이스를 제작하였다.
- [0193] [유기 EL 디바이스의 작성]
- [0194] (ITO 기판 및 봉지용 유리판의 세정)
- [0195] ITO(인듐·주석 산화물) 기판 및 봉지용 유리판의 세정은, 각각, 클래스10000의 클린룸 내와, 클래스 100의 클린 부스내에서 실시하였다. 세정 용제는 반도체 세정용 세제 및 초순수(18M Ω 이상, 전체 유기 탄소(TOC): 10ppb 미만)를 사용하고, 초음파 세정기와 UV 세정기를 사용하였다.

- [0196] (증착 프로세스)
- [0197] 진공도 1 내지 2×10^{-4} Pa, 증착 속도 1.0 내지 2.0 \AA/s 로, 30mm각(세로 30mm×가로 30mm), 0.7mm 두께의 유리 기반 위에, Glass/SiO₂[53nm]/ITO[55nm]/PEDOT·PSS[40nm]/ α -NPD[50nm]/Alq₃[50nm]/LiF[0.8nm]/Al[15nm]의 구성으로 각 층을 증착하여 유기 EL 소자를 제작하였다. 발광부 면적은 $10 \times 10 \text{ mm}^2$ 이다.
- [0198] 또한, 「PEDOT·PSS」는, (폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜))·(폴리스티렌설포산)의 약칭, 「 α -NPD」는 (비스[N-(1-나프틸)-N-페닐]벤지딘)의 약칭, 「Alq₃」은 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄의 약칭이다.
- [0199] (유기 EL 소자의 봉지)
- [0200] 우선, 본 발명의 필름을 봉지 재료인 유리판(21mm×28mm, 0.7mm 두께)에 라미네이트하였다. 라미네이트는 클래스 100의 클린 부스 내에서, 80℃, 감압(1×10^{-3} MPa 이하) 흡인 20초, 프레스 20초의 조건으로 진공 프레스함으로써 실시하였다.
- [0201] 다음에, 지지체를 박리하고, 이러한 유리판에 노출된 수지 조성물층을, 산소농도 10ppm 이하, 수분 농도 10ppm 이하의 글로브 박스 내에서, 80℃, 0.04MPa 하중하, 감압(1×10^{-3} MPa 이하) 흡인 120초, 프레스 20초의 조건으로, 유기 EL 소자 형성 기판을 향하여 진공 프레스하였다.
- [0202] 그 후에 글로브 박스 내에서, 110℃의 핫 플레이트 위에서 30분 동안 가열하여 본 발명의 필름을 열경화시켰다.
- [0203] 또한, 상기 수지 조성물층은 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 적층한 것이며, 봉지 재료인 유리판으로의 라미네이트는 흡습 수지 조성물층을 유리판에 압착하고, 유기 EL 소자 형성 기판으로의 라미네이트는 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자 형성 기판에 압착시켰다.
- [0204] (실시에 1)
- [0205] 바니쉬 A를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μm)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 10 μm 이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95℃에서 12분 동안 건조시킴으로써, 보호 수지 조성물층을 수득하였다.
- [0206] 마찬가지로, 바니쉬 B를 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μm)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 30 μm 이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95℃에서 12분 동안 건조시킴으로써, 흡습 수지 조성물층을 수득하였다.
- [0207] PET 필름 부착 보호 수지 조성물층과 PET 필름 부착 흡습 수지 조성물층을, 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 마주 보게 하여 진공 라미네이터에 의해, 온도 80℃, 압력 1 Kg/cm^2 ($9.8 \times 10^4 \text{ pa}$)의 조건으로 라미네이트하여, 본 발명의 필름을 제작하였다. 또한, 보호 수지 조성물층의 80℃에서의 용융 점도는 27500포아즈, 흡습 수지 조성물층의 80℃에서의 용융 점도는 63400포아즈이었다. 다음에, 당해 필름의 흡습 수지 조성물층측의 PET 필름을 박리하고, 흡습 수지 조성물층을 봉지 재료인 유리판에 라미네이트한 후, 보호 수지 조성물층측의 PET 필름을 박리하고, 보호 수지 조성물층을 유기 EL 소자를 갖는 유리판에 라미네이트하여, 유기 EL 디바이스를 제작하였다.
- [0208] 도 1a는 제작된 유기 EL 디바이스의 횡단면을 모식적으로 도시한 도면이며, 유기 EL 소자(4)가 형성된 기판(5)의 유기 EL 소자(4)의 형성면에 보호 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 비함유)(3), 흡습 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 함유)(2) 및 봉지 재료(유리판)(1)가 이 순서로 적층되어 있다.
- [0209] (비교예 1)
- [0210] 바니쉬 B를, 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μm)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 40 μm 이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95℃에서 12분 동안 건조시킴으로써, 수지 조성물층을 수득하였다. 이 PET 필름 부착 수지 조성물층을 봉지 재료인 유리판에 라미네이트한 후, PET 필름을 박리하고, 수지 조성물층을 유기 EL 소자를 갖는 유리판에 라미네이트하여, 유기 EL 디바이스를 제작하였다.
- [0211] 도 1b는 제작된 유기 EL 디바이스의 횡단면을 모식적으로 도시한 도면이며, 유기 EL 소자(4)가 형성된 기판(5)의 유기 EL 소자(4)의 형성면에 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 함유)(2) 및 봉지

재료(유리판)(1)가 이 순서로 적층되어 있다.

[0212] (비교예 2)

[0213] 바니쉬 A를, 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 40 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95 $^{\circ}$ C에서 12분 동안 건조시킴으로써, 수지 조성물층을 수득하였다. 이 PET 필름 부착 수지 조성물층을 봉지 재료인 유리판에 라미네이트한 후, PET 필름을 박리하고, 수지 조성물층을 유기 EL 소자를 갖는 유리판에 라미네이트하여 유기 EL 디바이스를 제작하였다.

[0214] 도 1c는 제작된 유기 EL 디바이스의 횡단면을 모식적으로 도시한 도면이며, 유기 EL 소자(4)가 형성된 기판(5)의 유기 EL 소자(4)의 형성면에 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 비함유)(3) 및 봉지 재료(유리판)(1)가 이 순서로 적층되어 있다.

[0215] (비교예 3)

[0216] 바니쉬 B 대신에 바니쉬 C를 사용하는 것 이외에는 실시예 1과 같이 하여 필름을 제작하였다. 이 필름의 바니쉬 C 유래의 수지 조성물층측의 PET 필름을 박리하고, 당해 수지 조성물층을 봉지 재료인 유리판에 라미네이트한 후, 바니쉬 A 유래의 수지 조성물층측의 PET 필름을 박리하고, 당해 수지 조성물층을 유기 EL 소자를 갖는 유리판에 라미네이트하여, 유기 EL 디바이스를 제작하였다.

[0217] 도 1d는 제작된 유기 EL 디바이스의 횡단면을 모식적으로 도시한 도면이며, 유기 EL 소자(4)가 형성된 기판(5)의 유기 EL 소자(4)의 형성면에 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 비함유)(3), 수지 조성물층(무기 충전제 함유, 흡습성 금속 산화물 비함유)(6) 및 봉지 재료(유리판)(1)가 이 순서로 적층되어 있다.

[0218] (비교예 4)

[0219] 바니쉬 C를, 알키드계 이형제로 처리된 PET 필름(두께 38 μ m)의 이형 처리면 위에, 건조 후의 수지 조성물층의 두께가 40 μ m이 되도록 다이 코터로 균일하게 도포하고, 60 내지 95 $^{\circ}$ C에서 12분 동안 건조시킴으로써, 수지 조성물층을 수득하였다. 이 PET 필름 부착 수지 조성물층을 봉지 재료인 유리판에 라미네이트한 후, PET 필름을 박리하고, 수지 조성물층을 유기 EL 소자를 갖는 유리판에 라미네이트하여, 유기 EL 디바이스를 제작하였다.

[0220] 도 1e는 제작된 유기 EL 디바이스의 횡단면을 모식적으로 도시한 도면이며, 유기 EL 소자(4)가 형성된 기판(5)의 유기 EL 소자(4)의 형성면에 수지 조성물층(무기 충전제 함유, 흡습성 금속 산화물 비함유)(6) 및 봉지 재료(유리판)(1)가 이 순서로 적층되어 있다.

[0221] 실시예 1, 비교예 1 내지 4의 유기 EL 디바이스에 관해서, 성능 평가 결과를 표 4에 기재한다.

표 1

배합표

	제조예 1	제조예 2	제조예 3	제조예 4	제조예 5
BPA328	30	30	30	30	30
GOT	10	10	10	10	10
U-CAT3502T	3	3	3	3	3
KBM-403	1	1	1	1	1
HP7200H	60	60	60	60	60
YL7213-35M	60	60	60	60	60
소성 돌로마이트 슬러리 (고형분 40중량%의 MEK 용액)		37.5		37.5	37.5
스테아르산		0.6		0.6	0.6
D-600 분급 슬러리 (고형분 30중량%의 MEK 용액)		50	50	33	17
MEK	25		20		
TBP/N-Ac-gly	3	3	3	3	3

[0222]

표 2

활석 배합시의 접착력의 측정결과

	시험예 1	시험예 2	시험예 3
지지체와 수지 조성물층 사이의 접착력 (N/cm)	3.5	2.4	1.3

[0223]

표 3

필름의 조합

	시험예 4	시험예 5	시험예 6
흡습 수지 조성물층	B 1	B 2	B 2
보호 수지 조성물층	A 1	A 2	A 1

[0224]

표 4

유기 EL 디바이스의 성능평가

		실시에 1	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4
내투습성	휘도의 상대 변화율 (500 시간 후)	0.99	0.99	1.09	1.02	1.09
	휘도의 상대 변화율 (1000 시간 후)	1.03	1.04	1.24	1.19	1.28
	평가	○	○	×	×	×
소자의 내손상성	압전류 (μA)	0.18	0.24	0.11	0.15	0.15
	평가	○	×	○	○	○

[0225]

[0226]

실시에 1로부터, 본 발명의 필름을 사용함으로써, 유기 EL 소자의 손상을 경감시키면서, 유기 EL 소자의 수분으로부터 높은 레벨로 차단이 달성되는 유기 EL 소자의 봉지 구조를 간단하게 형성할 수 있는 것을 알 수 있다. 또한, 실시에 1에서는, 흡습 수지 조성물층 및 보호 수지 조성물층이 저온에서 경화되어 유기 EL 소자가 봉지되기 때문에, 봉지 작업에 있어서의 유기 EL 소자의 손상 뿐만 아니라 유기 EL 소자의 열 열화도 충분히 억제되어, 신뢰성이 높은 유기 EL 소자 디바이스를 획득할 수 있었다.

[0227]

한편, 비교예 1은, 흡습성 금속 산화물을 많이 함유하고 있으며, 유기 EL 소자를 손상시켜 버렸다. 또한, 비교예 2, 3, 4는, 흡습성 금속 산화물을 함유하고 있지 않기 때문에, 유기 EL 소자가 수분에 의해 대미지를 받았다. 또한, 비교예 4는, 활석을 함유하고 있지만 평판상의 충전제로 인해 이행하기 어려워 소자의 내손상성은 보이지 않았다.

[0228]

[산업상의 이용가능성]

[0229]

지지체와 보호 수지 조성물층과 흡습 수지 조성물층을 갖는 필름에 의해, 내투습성과 소자의 내손상성을 겸비한 필름을 실현할 수 있고, 이러한 필름에 의해, 신뢰성이 높은 유기 EL 디바이스를 제공할 수 있게 되었다.

[0230]

본 출원은 일본에서 출원된 일본 특허출원 2009-182827을 기초로 하고 있으며, 그 내용은 본 명세서에 모두 포함된다.

부호의 설명

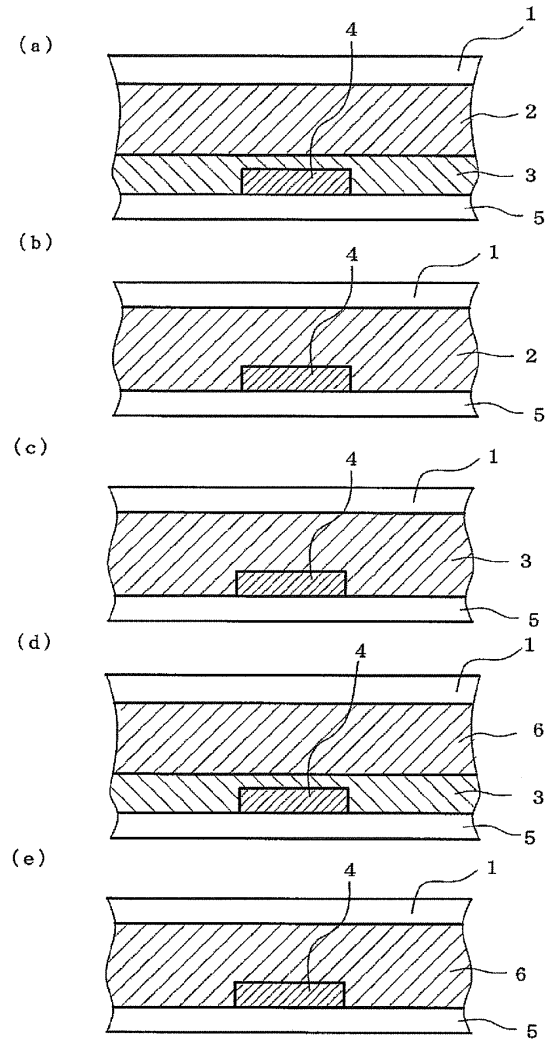
[0231]

- 1 봉지 재료(유리판)
- 2 흡습 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 함유)

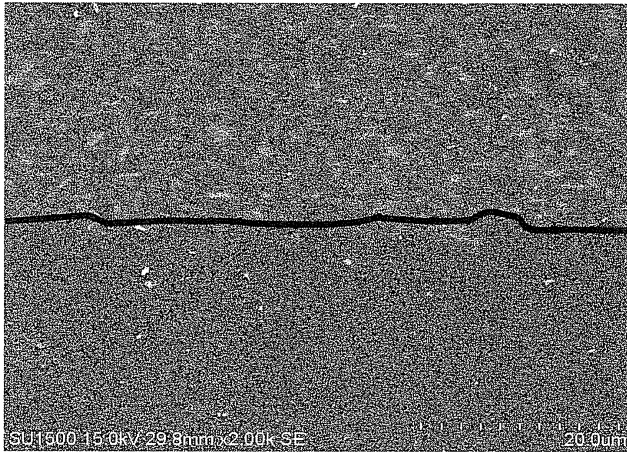
- 3 보호 수지 조성물층(무기 충전제, 흡습성 금속 산화물 비함유)
- 4 유기 EL 소자
- 5 기판
- 6 수지 조성물층(무기 충전제 함유, 흡습성 금속 산화물 비함유)
- 7 흡습성 금속 산화물

도면

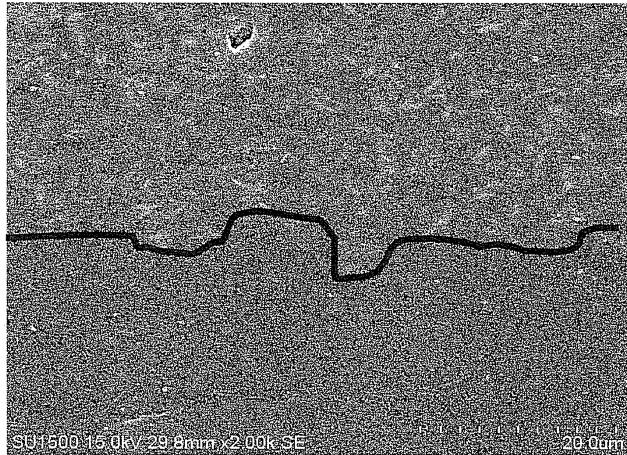
도면1



도면2



도면3



도면4

