



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년05월30일
(11) 등록번호 10-1269792
(24) 등록일자 2013년05월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 3/10 (2006.01) G02F 1/1339 (2006.01)
C08G 59/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-7007232
(22) 출원일자(국제) 2009년09월29일
심사청구일자 2011년03월29일
(85) 번역문제출일자 2011년03월29일
(65) 공개번호 10-2011-0061591
(43) 공개일자 2011년06월09일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2009/004997
(87) 국제공개번호 WO 2010/038431
국제공개일자 2010년04월08일
(30) 우선권주장
JP-P-2008-253612 2008년09월30일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2005232370 A
KR1020080013902 A

(73) 특허권자
미쓰이 가가쿠 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시심바시 1-5-2
(72) 발명자
미즈타 야스시
일본 지바켄 소테가우라시 나가우라 580-32 미쓰이 가가쿠 가부시키키가이샤 내
나카무라 겐이치
일본 지바켄 소테가우라시 나가우라 580-32 미쓰이 가가쿠 가부시키키가이샤 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
제일특허법인

전체 청구항 수 : 총 18 항

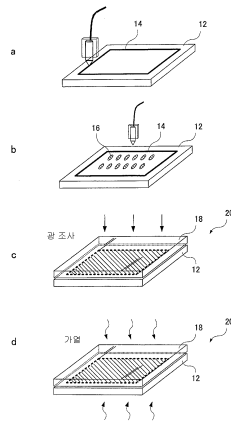
심사관 : 이정희

(54) 발명의 명칭 액정 실링제, 그것을 사용한 액정 표시 패널과 그의 제조방법, 및 액정 표시 장치

(57) 요약

본 발명의 목적은, 액정 표시 패널의 표시 신뢰성을 높이고, 또한 경화물의 가교 밀도가 높아 경화성이 우수한 액정 실링제를 제공하는 것이다. 본 발명의 액정 실링제는, 1분자 내에, 1 이상의 하이드록실기와, 합계로 3 이상의 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 갖는 지방족 에폭시 수지 a를 포함하고, 상기 지방족 에폭시 수지 a의 질량평균 분자량이 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

무라타 다츠지

일본 지바켄 소데가우라시 나가우라 580-32 미쓰이
가가쿠 가부시키키가이샤 내

오츠카 히로아키

일본 지바켄 소데가우라시 나가우라 580-32 미쓰이
가가쿠 가부시키키가이샤 내

특허청구의 범위

청구항 1

1분자 내에, 1 이상의 하이드록실기와, 합계로 3 이상의 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 갖는 지방족 에폭시 수지 α 를 포함하고,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 하이드록실기 당량은 300g/eq 이하이고, 질량평균 분자량은 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 이며,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 합계량은 액정 실링제에 대하여 5 내지 65질량%인 액정 실링제.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 방향환 당량이 400g/eq 이상인 액정 실링제.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 하이드록실기 당량은 100 내지 300g/eq이고, 또한 에폭시 당량은 50 내지 150g/eq인 액정 실링제.

청구항 4

1몰의 n 가(n 은 4 이상의 정수를 나타냄)의 다가 알코올 화합물에 대하여, 3몰 이상 ($n-1$)몰 이하의 에폭시화 화합물을 반응시켜 얻어지는 지방족 에폭시 수지 $\alpha 1$, 및

상기 지방족 에폭시 수지 $\alpha 1$ 과 (메트)아크릴산을 반응시켜 얻어지는, 에폭시기와 (메트)아크릴기를 모두 포함하는 지방족 에폭시 수지 $\alpha 2$ 중 어느 한쪽 또는 양쪽으로 이루어지는 지방족 에폭시 수지 α 를 포함하고,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 하이드록실기 당량은 300g/eq 이하이고, 질량평균 분자량은 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 인 액정 실링제.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 지방족 에폭시 수지 α 의 방향환 당량이 400g/eq 이상인 액정 실링제.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

잠재성 경화제와 충전재를 추가로 포함하는 액정 실링제.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 지방족 에폭시 수지 α 는, 에폭시기와 (메트)아크릴기를 모두 포함하는 지방족 에폭시 수지 $\alpha 2$ 인 액정 실링제.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

아크릴 수지와 광 래디칼 중합 개시제를 추가로 포함하는 액정 실링제.

청구항 9

삭제

청구항 10

제 1 항에 있어서,
방향족 에폭시 수지 β 를 추가로 포함하는 액정 실링제.

청구항 11

제 10 항에 있어서,
상기 방향족 에폭시 수지 β 의 연화점은 50℃ 이상인 액정 실링제.

청구항 12

제 10 항에 있어서,
상기 방향족 에폭시 수지 β 의 함유량은, 상기 지방족 에폭시 수지 α 의 합계량에 대하여 5 내지 40질량%인 액정 실링제.

청구항 13

제 1 항에 기재된 액정 실링제를 경화하여 이루어지는 경화물.

청구항 14

제 1 기관에 제 1 항에 기재된 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정,
상기 실링 패턴이 미경화인 상태에서, 상기 제 1 기관의 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역, 또는 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역에 대향하는 제 2 기관의 영역에, 액정을 적하하는 제 2 공정,
상기 제 1 기관과 상기 제 2 기관을 상기 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 3 공정, 및
상기 실링 패턴을 열 경화시키는 제 4 공정
을 포함하는 액정 표시 패널의 제조방법.

청구항 15

제 1 기관에 제 8 항에 기재된 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정,
상기 실링 패턴이 미경화인 상태에서, 상기 제 1 기관의 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역, 또는 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역에 대향하는 제 2 기관의 영역에, 액정을 적하하는 제 2 공정,
상기 제 1 기관과 상기 제 2 기관을 상기 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 3 공정, 및
상기 실링 패턴을 광 경화 및 열 경화시키는 제 4 공정
을 포함하는 액정 표시 패널의 제조방법.

청구항 16

제 1 기관에 제 1 항에 기재된 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정,
상기 제 1 기관과 제 2 기관을 상기 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 2 공정,
상기 실링 패턴을 열 경화시켜, 액정을 주입하기 위한 주입구를 갖는 액정 주입용 셀을 얻는 제 3 공정,
액정을 상기 주입구를 통해 상기 액정 주입용 셀에 주입하는 제 4 공정, 및
상기 주입구를 밀봉하는 제 5 공정
을 포함하는 액정 표시 패널의 제조방법.

청구항 17

표시 기관,

상기 표시 기관과 짝이 되는 대향 기관,

상기 표시 기관과 상기 대향 기관의 사이에 개재되어 있는 틀 형상의 실링 부재, 및

상기 표시 기관과 상기 대향 기관 사이의, 상기 실링 부재로 둘러싸인 공간에 충전된 액정층

을 포함하는 액정 표시 패널로서,

상기 실링 부재는 제 13 항에 기재된 경화물인 액정 표시 패널.

청구항 18

제 17 항에 기재된 액정 표시 패널을 포함하는 액정 표시 장치.

청구항 19

제 1 항에 있어서,

상기 지방족 에폭시 수지 α 가, 1몰의 n (n 은 4 이상의 정수를 나타냄)의 다가 알코올 화합물에 대하여, 3몰 이상 ($n-1$)몰 이하의 에폭시화 화합물을 반응시켜 얻어지는 지방족 에폭시 수지 $\alpha 1$ 이고,

상기 다가 알코올 화합물은 자일리톨, 솔비톨, 펜타에리스리톨, 만니톨, 다이글리세린 또는 폴리글리세린인 액정 실링제.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 액정 실링제, 그것을 사용한 액정 표시 패널과 그의 제조방법, 및 액정 표시 장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근, 휴대전화나 퍼스널 컴퓨터 등의 각종 전자 기기의 화상 표시 패널로서, 경량이고 고정밀하다는 등의 이점 때문에 액정 표시 패널이 널리 사용되고 있다. 액정 표시 패널은, 표면에 전극이 설치된 2장의 투명 기관과, 그 2장의 투명 기관 사이에 협지되고, 그의 주위가 액정 실링제에 의해 실링된 액정 재료(이하, 간단히 「액정」이라고 함)를 갖는다.

[0003] 액정 실링제는 그의 사용량은 조금이지만, 액정과 직접 접촉하기 때문에 액정 표시 패널의 신뢰성에 큰 영향을 준다. 따라서, 액정 표시 패널의 고화질화를 실현하기 위해, 현재, 액정 실링제에는 고도하고 다양한 특성이 요구되고 있다.

[0004] 종래, 액정 표시 패널은 주로 액정 주입 공법에 의해 제조되고 있다. 액정 주입 공법은, 일반적으로, 1) 한쪽의 투명한 기관 상에 액정 실링제를 도포하여, 액정을 충전하기 위한 틀을 형성하는 공정, 2) 상기 기관을 프리큐어 처리하여 액정 실링제를 건조시킨 후, 다른 쪽의 투명한 기관을 접합시키는 공정, 3) 접합시킨 2장의 기관을 가열 가압 체결에 의해 접착시켜 액정 주입용 셀을 얻는 공정, 4) 액정 주입용 셀에 적량의 액정을 주입한 후, 액정의 주입구를 밀봉하여 액정 표시 패널을 얻는 공정을 포함하는 방법이다.

[0005] 한편, 최근에는 생산성을 향상할 수 있는 액정 표시 패널의 제조방법으로서, 액정 적하 공법이 검토되고 있다. 액정 적하 공법은, 1) 한쪽의 투명한 기관 상에 액정 실링제를 도포하여, 액정을 충전하기 위한 틀을 형성하는 공정, 2) 액정 실링제가 미경화 상태인 채로, 상기 틀 내에 소량의 액정을 적하하는 공정, 3) 한쪽의 투명한 기관과 다른 쪽의 투명한 기관을 고진공 하에서 겹쳐 합치는 공정, 4) 액정 실링제를 경화시켜 액정 표시 패널을 얻는 공정을 포함하는 방법이다. 보통, 액정 적하 공법의 3) 및 4)의 공정에서는, 광 경화성과 열 경화성을 갖는 액정 실링제에 자외선 등의 광을 조사하여 액정 실링제를 가경화시킨 후, 가열하여 본경화시키고 있다.

[0006] 그런데, 최근 액정 표시 패널에는 높은 표시 신뢰성을 가질 것, 구체적으로는 고온 고습 조건에서도 표시가 변화되지 않을 것이 요구되고 있다. 높은 표시 신뢰성을 얻기 위한 액정 실링제로서, 에폭시 수지를 주체로 한 열 경화성 수지가 제안되어 있다.

- [0007] 액정 주입 공법용 액정 실링제 또는 액정 적하 공법용 액정 실링제로서, 액상 에폭시 수지가 제안되어 있다(예를 들면, 특허문헌 1 및 2). 이들의 문헌에는 액상 에폭시 수지로서 비스페놀 A형 액상 에폭시 수지 및 비스페놀 F형 액상 에폭시 수지가 바람직하다고 되어 있다. 그러나, 이러한 액상 에폭시 수지는, 상온에서도 액정에 대한 용해성을 갖기 때문에, 액정 표시 패널의 표시 특성을 저하시키는 요인이 된다.
- [0008] 액정에 대한 용해성이 낮은 액정 실링제로서, 용점이 140℃ 이하인 결정성 에폭시 수지와 아크릴산을 반응시켜 얻어지는 (메트)아크릴산 변성 에폭시 수지가 제안되어 있다(예를 들면, 특허문헌 3). 이 (메트)아크릴산 변성 에폭시 수지는 높은 결정성을 갖기 때문에, 액정에 대하여 용해되기 어렵다고 되어 있다. 또한, (메트)아크릴산 변성 에폭시 수지와 하이드록실기를 갖는 액상 에폭시 수지를 포함하는 액정 적하 공법용 액정 실링제도 제안되어 있다(예를 들면, 특허문헌 5).
- [0009] 또한 최근, 액정 표시 패널의 생산량이 증가하고 있는 점에서, 액정 실링제의 경화 시간 단축화도 요구되고 있다. 액정 실링제의 경화 시간을 단축하기 위해, 경화 촉매를 최적화하는 여러가지 제안이 이루어지고 있다. 트리스페놀형 에폭시 수지와, 2번 위치에 페닐기를 갖고 또한 용점이 170℃ 이상인 이미다졸계 경화 촉진제를 포함하는 액정 주입 공법용 액정 실링제가 제안되어 있다(예를 들면, 특허문헌 4).

선행기술문헌

특허문헌

- [0010] (특허문헌 0001) 일본 특허공개 제1998-273644호 공보
(특허문헌 0002) 일본 특허 제3955038호
(특허문헌 0003) 일본 특허공개 제2005-018022호 공보
(특허문헌 0004) 일본 특허공개 제2004-123909호 공보
(특허문헌 0005) 일본 특허공개 제2005-232370호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 특허문헌 3의 (메트)아크릴산 변성 에폭시 수지는, 실온 부근에서는 액정에 대해 용해되기 어렵지만, 고온 고습 조건 하에서는 액정에 대해 용해되기 쉬웠다. 이 때문에, 특허문헌 3의 액정 실링제는 액정 표시 패널의 표시 특성을 저하시키는 경우가 있었다. 특허문헌 4의 액정 실링제는, 종래의 액정 실링제보다도 높은 경화 속도를 갖지만, 아직 충분한 수준이 아니었다. 특허문헌 5의 액정 실링제의 경화물은, 가교 밀도가 낮고 내열성이 낮았다.
- [0012] 즉, 액정 표시 패널에 사용한 경우에, 고온 고습 조건 하에서도 표시 특성을 변화시키지 않고(이하, 「표시 신뢰성이 우수하다」고도 함), 또한 단시간에 경화할 수 있는 액정 주입 방식용 또는 액정 적하 방식용 액정 실링제가 요구되고 있다. 본 발명은 상기 사정을 감안하여 이루어진 것으로, 액정 표시 패널의 표시 신뢰성을 높이고, 또한 경화물의 가교 밀도가 높아 경화성이 우수한 액정 실링제를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명의 제 1 발명은 이하의 액정 실링제 및 그의 경화물에 관한 것이다.
- [0014] [1] 1분자 내에, 1 이상의 하이드록실기와, 합계로 3 이상의 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 갖는 지방족 에폭시 수지 a를 포함하고, 상기 지방족 에폭시 수지 a의 질량평균 분자량이 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 인 액정 실링제.
- [0015] [2] 상기 지방족 에폭시 수지 a의 방향환 당량이 400g/eq 이상인 [1]에 기재된 액정 실링제.
- [0016] [3] 상기 지방족 에폭시 수지 a의 하이드록실기 당량은 100 내지 300g/eq이고, 또한 에폭시 당량은 50 내지 150g/eq인 [1] 또는 [2]에 기재된 액정 실링제.
- [0017] [4] 1몰의 n가(n은 4 이상의 정수를 나타냄)의 다가 알코올 화합물에 대하여, 3몰 이상 (n-1)몰 이하의 에폭시

화 화합물을 반응시켜 얻어지는 지방족 에폭시 수지 a1, 및 상기 지방족 에폭시 수지 a1과 (메트)아크릴산을 반응시켜 얻어지는, 에폭시기와 (메트)아크릴기를 모두 포함하는 지방족 에폭시 수지 a2 중 어느 한쪽 또는 양 쪽으로 이루어지는 지방족 에폭시 수지 a를 포함하고, 상기 지방족 에폭시 수지 a의 질량평균 분자량이 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 인 액정 실링제.

- [0018] [5] 상기 지방족 에폭시 수지 a의 방향환 당량이 400g/eq 이상인 [4]에 기재된 액정 실링제.
- [0019] [6] 잠재성 경화제와 충전제를 추가로 포함하는 [1] 내지 [5] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제.
- [0020] [7] 상기 지방족 에폭시 수지 a는, 에폭시기와 (메트)아크릴기를 모두 포함하는 지방족 에폭시 수지 a2인 [1] 내지 [6] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제.
- [0021] [8] 아크릴 수지와 광 래디컬 중합 개시제를 추가로 포함하는 [1] 내지 [7] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제.
- [0022] [9] 상기 지방족 에폭시 수지 a의 합계량은, 액정 실링제에 대하여 5 내지 65질량%인 [1] 내지 [8] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제.
- [0023] [10] 방향족 에폭시 수지 β 를 추가로 포함하는 [1] 내지 [9] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제.
- [0024] [11] 상기 방향족 에폭시 수지 β 의 연화점은 50℃ 이상인 [10]에 기재된 액정 실링제.
- [0025] [12] 상기 방향족 에폭시 수지 β 의 함유량은, 상기 지방족 에폭시 수지 a의 합계량에 대하여 5 내지 40질량%인 [10] 또는 [11]에 기재된 액정 실링제.
- [0026] [13] [1] 내지 [12] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제를 경화하여 이루어지는 경화물.
- [0027] 본 발명의 제 2 발명은 이하의 액정 표시 패널의 제조방법에 관한 것이다.
- [0028] [14] 제 1 기관에 [1] 내지 [12] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정, 상기 실링 패턴이 미경화인 상태에서, 상기 제 1 기관의 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역, 또는 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역에 대항하는 제 2 기관의 영역에, 액정을 적하하는 제 2 공정, 상기 제 1 기관과 상기 제 2 기관을 상기 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 3 공정, 및 상기 실링 패턴을 열 경화시키거나, 또는 열 경화 및 광 경화시키는 제 4 공정을 포함하는 액정 표시 패널의 제조방법.
- [0029] [15] 제 1 기관에 [1] 내지 [12] 중 어느 하나에 기재된 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정, 상기 제 1 기관과 제 2 기관을 상기 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 2 공정, 상기 실링 패턴을 열 경화시켜, 액정을 주입하기 위한 주입구를 갖는 액정 주입용 셀을 얻는 제 3 공정, 액정을 상기 주입구를 통해 상기 액정 주입용 셀에 주입하는 제 4 공정, 상기 주입구를 밀봉하는 제 5 공정을 포함하는 액정 표시 패널의 제조방법.
- [0030] 본 발명의 제 3 발명은 이하의 액정 표시 패널 및 액정 표시 장치에 관한 것이다.
- [0031] [16] 표시 기관, 상기 표시 기관과 짝이 되는 대항 기관, 상기 표시 기관과 상기 대항 기관의 사이에 개재되어 있는 틀 형상의 실링 부재, 및 상기 표시 기관과 상기 대항 기관 사이의, 상기 실링 부재로 둘러싸인 공간에 충전된 액정층을 포함하는 액정 표시 패널로서, 상기 실링 부재는 [13]에 기재된 경화물인 액정 표시 패널.
- [0032] [17] [16]에 기재된 액정 표시 패널을 포함하는 액정 표시 장치.

발명의 효과

- [0033] 본 발명은 액정 표시 패널의 표시 신뢰성을 높이고, 또한 경화물의 가교 밀도가 높아 경화성이 우수한 액정 실링제를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0034] 도 1은 액정 적하 공법에 의한 본 발명의 액정 표시 패널의 제조방법의 일례를 나타내는 도면이다.
도 2는 액정 주입 공법에 의한 본 발명의 액정 표시 패널의 제조방법의 일례를 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0035] 1. 액정 실링제

- [0036] 본 발명의 액정 실링제는, (A-1) 에폭시 수지 α (지방족 에폭시 수지 α)를 포함하고, 필요에 따라, (A-4) 잠재성 경화제, (B) 충전재, (C) 아크릴 수지 및 (D) 광 래디컬 중합 개시제 등을 포함한다.
- [0037] (A) 에폭시 수지
- [0038] (A-1) 에폭시 수지 α
- [0039] 에폭시 수지 α 는 지방족 에폭시 수지로, 1분자 내에 1 이상의 하이드록실기와, 합계로 3 이상의 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 갖는다.
- [0040] 본 발명에 있어서의 지방족 에폭시 수지란, 분자 내에 방향환을 포함하지 않거나, 또는 분자 내에 실질적으로 방향환을 포함하지 않는 에폭시 수지이다. 일반적으로, 지방족 에폭시 수지의 주쇄 구조는, 방향족 에폭시 수지와 같은 강직한 구조를 갖지 않기 때문에 유연성을 갖는다. 유연성을 갖는 액정 실링제는 내부 응력 등을 흡수하기 쉬워, 온도 변화가 있는 환경 하에서도 양호한 접착성 및 실링성을 갖는다. 이 때문에, 에폭시 수지 α 는 분자 내에 방향환을 포함하지 않는 것이 바람직하지만, 에폭시 수지의 유연성이 유지되는 범위에서 분자 내에 방향환을 가질 수도 있다. 에폭시 수지의 유연성이 유지되는 범위에서 분자 내에 방향환을 가질 수도 있는 것을 '분자 내에 실질적으로 방향환을 포함하지 않는다'고도 한다.
- [0041] 에폭시 수지 α 의 방향환 당량은 400g/eq 이상인 것이 바람직하고, 무한대인 것이 보다 바람직하다. 에폭시 수지 α 의 방향환 당량이 400g/eq 미만이면, 액정 실링제의 경화물에 유연성을 부여할 수 없고, 접착 강도가 저하된다. 에폭시 수지의 방향환 당량은, 에폭시 수지의 분자량을 1분자의 에폭시 수지 α 에 포함되는 방향환의 수로 나누는 것에 의해 구할 수 있다. 에폭시 수지 α 가 축합환을 포함하는 경우, 축합환에 포함되는 방향환의 수를 센다. 예를 들면, 축합환이 나프탈렌에서 유래하는 구조인 경우, 나프탈렌에서 유래하는 구조의 방향환의 수는 2개이다. 축합환이 안트라센에서 유래하는 구조인 경우, 안트라센에서 유래하는 구조의 방향환의 수는 3개이다.
- [0042] 이러한 에폭시 수지 α 의 경화물의 탄성율은, 후술하는 방향족 에폭시 수지 β 의 경화물의 탄성율 보다도 낮다. 이 때문에, 에폭시 수지 α 를 포함하는 본 발명의 액정 실링제의 경화물은 유연성을 갖고 있어, 액정 표시 패널에서 발생하는 내부 응력을 저하시킨다. 그 결과, 본 발명의 액정 실링제의 경화물은 온도 변화가 있는 환경 하에서도 안정된 접착성 및 실링성을 갖는다.
- [0043] 에폭시 수지 α 의, E형 점도계를 사용하여 25°C, 2.5rpm에서 측정되는 점도는 2 내지 300Pa·s인 것이 바람직하다. 액정 실링제를 균일하게 도포하기 쉽기 때문이다. 에폭시 수지 α 의 점도는 에폭시 수지 α 의 질량평균 분자량 등에 의해 제어될 수 있다. 본 발명에 있어서 「내지」는 그의 양단의 수치를 포함한다.
- [0044] 에폭시 수지 α 의 질량평균 분자량은 0.3×10^3 내지 1.0×10^3 인 것이 바람직하다. 액정 실링제의 점도를 상기 범위로 제어하기 쉽기 때문이다. 에폭시 수지 α 의 질량평균 분자량은, 예를 들면 FD-MS 등의 질량 분석에 의해 측정될 수 있다.
- [0045] 액정 실링제는 액정에 용해되면 액정 표시 패널의 표시 특성을 저하시키는 경우가 있다. 또한, 지방족 에폭시 수지의 경화물은 방향족 에폭시 수지의 경화물과 비교하여 내열성이 낮은 경향이 있다. 그래서 본 발명에서는, 에폭시 수지 α 에 하이드록실기 등의 극성기를 도입하여, 액정에 대한 용해성을 낮게 하고 있다. 또한, 에폭시 수지 α 에 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 많이 도입하여, 경화 속도 및 경화물의 가교 밀도를 높이고 있다.
- [0046] 전술한 바와 같이, 에폭시 수지 α 는 하이드록실기, 싸이올기 및 카복실기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 극성기를 갖는다. 에폭시 수지 α 의 분자 극성을 높여, 액정에 대한 용해성을 낮게 하기 위해서이다. 에폭시 수지 α 는 경화물의 가교 밀도가 높고 취급이 용이하다는 등의 점에서, 분자 내에 하이드록실기를 갖는 것이 바람직하다.
- [0047] 하이드록실기는 에폭시 수지 α 의 극성을 높여, 액정에의 용해성을 저하시킨다. 또한, 하이드록실기는 수소 결합을 만들기 때문에, 에폭시 수지 α 의 분자끼리를 인접시켜 반응시키기 쉽게 한다. 이 때문에, 하이드록실기는 에폭시 수지 α 의 경화물의 가교 밀도도 높일 수 있다고 생각된다.
- [0048] 에폭시 수지 α 의 하이드록실기 당량은 100 내지 300g/eq인 것이 바람직하다. 분자량이 지나치게 커지는 일없이, 에폭시 수지 α 를 친수화할 수 있기 때문이다. 에폭시 수지 α 의 하이드록실기 당량은, 에폭시 수지 α 를 무수 아세트산을 포함하는 피리딘에 용해시켜 에폭시 수지 α 의 하이드록실기와 무수 아세트산을 반응시킨 후, 생성된 아세트산을 KOH로 적정하는 것에 의해 측정될 수 있다.

- [0049] 종래는, 비스페놀형 에폭시 수지 등의 방향족 에폭시 수지에 하이드록실기를 도입하고자 하는 경우, 에폭시기를 중합시켜 개환시킴으로써 하이드록실기를 생성시켜 왔다. 그러나, 방향족 에폭시 수지 자체의 분자량이 크기 때문에, 얻어지는 에폭시 수지의 분자량도 컸다. 분자량이 큰 에폭시 수지를 포함하는 액정 실링제는 점도가 높아 작업성이 저하된다.
- [0050] 이에 비해, 지방족 에폭시 수지의 분자량은 방향족 에폭시 수지의 분자량과 비교하여 작다. 이 때문에, 지방족 에폭시 수지의 주골격에 하이드록실기를 도입함으로써, 분자량이 작은 친수화 에폭시 수지를 얻을 수 있다. 일반적으로, 분자량이 작은 지방족 에폭시 수지는 액정에 대해 용해되기 쉽다. 그러나, 주골격에 하이드록실기가 도입된 지방족 에폭시 수지는 친수성이기 때문에, 액정에 대한 용해성이 낮아진다. 즉, 주골격에 하이드록실기가 도입된 에폭시 수지 a를 포함하는 액정 실링제는, 액정 표시 패널의 표시 신뢰성과 작업성의 균형이 우수하다.
- [0051] 전술한 바와 같이, 에폭시 수지 a는 합계로 3 이상의 에폭시기 및 (메트)아크릴기를 갖는다. 이 때문에, 에폭시 수지 a를 포함하는 액정 실링제의 경화물의 가교 밀도가 높아 경화성이 우수하다. 또한, 본 발명의 액정 실링제의 경화물은 높은 가교 밀도를 갖기 때문에, 실질적으로 지방족 에폭시 수지의 경화물임에도 불구하고, 내열성이 우수하다.
- [0052] 에폭시 수지 a의 1분자에 포함되는 에폭시기와 (메트)아크릴기의 총 수는 3 내지 6인 것이 바람직하다. 1분자에 포함되는 에폭시기와 (메트)아크릴기의 총 수가 3 미만인 에폭시 수지 a는, 경화물의 가교 밀도가 낮기 때문에 경화물의 내열성이 낮아진다. 한편, 에폭시 수지 a의 1분자에 포함되는 에폭시기와 (메트)아크릴기의 총 수가 지나치게 많으면, 에폭시 수지 a의 보존 안정성이 저하되는 경우가 있다.
- [0053] 에폭시 수지 a에 포함되는 (메트)아크릴기의 수는 용도에 따라 결정될 수 있다. 예를 들면, 열 경화성이 요구되는 액정 주입 방식용 액정 실링제에는, 분자 중에 (메트)아크릴기를 포함하지 않는 에폭시 수지 a1이 사용된다. 열 경화성과 광 경화성이 요구되는 액정 적하 방식용 액정 실링제에는, 분자 중에 1 이상의(메트)아크릴기를 포함하는 에폭시 수지 a2가 사용된다.
- [0054] 에폭시 수지 a1에 포함되는 에폭시기는 3 내지 6인 것이 바람직하다. 전술한 바와 같이, 에폭시기의 수가 지나치게 적으면 에폭시 수지 a1의 경화물의 가교 밀도가 낮고, 지나치게 많으면 에폭시 수지 a1의 보존 안정성이 저하되는 경우가 있다.
- [0055] 에폭시 수지 a1의 1분자 중에 포함되는 에폭시기의 수는, 에폭시 수지 a1의 분자량과 에폭시 당량에 의해 구할 수 있다. 예를 들면, 에폭시 수지 a1의 분자량이 300이고 에폭시 당량이 100g/eq인 경우, 에폭시 수지 a1의 1분자 중에 포함되는 에폭시기의 수는 $300/100 = 3$ 으로서 구해진다. 구해진 에폭시기의 수가 소수인 경우, 소수점 이하는 반올림된다. 예를 들면, 에폭시 수지 a1의 분자량이 320이고 에폭시 당량이 109g/eq인 경우, 에폭시 수지 a1의 1분자 중에 포함되는 에폭시기의 수는 $320/109 = 2.9 = 3$ 으로 해도 된다.
- [0056] 에폭시 수지 a1의 에폭시 당량은 50 내지 150g/eq 인 것이 바람직하다. 에폭시 수지 a1의 에폭시 당량은, 에폭시 수지 a1을 염산 다이옥세인 용액에 용해시킨 후, 에폭시기에 의해 소비된 염산량을 측정하는 것에 의해 측정될 수 있다.
- [0057] 에폭시 수지 a1은 임의의 방법으로 얻어진다. 에폭시 수지 a1은, 1몰의 n가 지방족 다가 알코올 화합물에 대하여, 3몰 이상 (n-1)몰 이하의 에폭시화 화합물을 알칼리 존재 하에서 반응시키는 것에 의해 얻어진다. n은 4 이상의 정수이다.
- [0058] n가(n은 4 이상의 정수임) 지방족 다가 알코올 화합물의 예에는, 자일리톨, 솔비톨, 펜타에리스리톨, 만니톨, 다이글리세린, 폴리글리세린 등이 포함된다. 에폭시화 화합물의 예에는, 에피클로로히드린 등이 포함된다.
- [0059] 에폭시 수지 a1은, 불포화 이중 결합을 갖는 지방족 다가 알코올 화합물을 과산으로 에폭시화 하는 것에 의해서도 얻어진다. 또한, 에폭시 수지 a1은, 수소 첨가 비스페놀 A형 에폭시 수지 등의 수소 첨가 비스페놀과 에피클로로히드린을 알칼리 존재 하에서 반응시키는 것에 의해서도 얻어진다.
- [0060] 에폭시 수지 a2((메트)아크릴산 변성 에폭시 수지)는 1분자 중에 에폭시기와 (메트)아크릴기를 갖는다. 이 때문에, 에폭시 수지 a2는 에폭시 수지와 아크릴 수지의 상용성을 높일 수 있다. 그 결과, 유리전이온도(Tg)가 높고 접착성이 우수한 경화물을 얻을 수 있다.
- [0061] 에폭시 수지 a2에 포함되는 (메트)아크릴기의 수는 1개 이상이면 된다. (메트)아크릴기를 많이 포함하는 에폭시 수지 a2는 광 경화성이 높고 아크릴 수지 등과의 친화성이 높다. 에폭시기를 많이 포함하는 에폭시 수지

$\alpha 2$ 는 열 경화성이 높고 에폭시 수지 $\alpha 1$ 등과의 친화성이 높다.

- [0062] 에폭시 수지 $\alpha 2$ 는 전술한 에폭시 수지 $\alpha 1$ 과 (메트)아크릴산을 반응시켜 얻어진다. (메트)아크릴산이, 에폭시 수지 $\alpha 1$ 에 포함되는 하이드록실기가 아니라, 에폭시기와 우선적으로 반응하도록 반응 조건을 조정하는 것이 바람직하다. 예를 들면, 에폭시 수지 $\alpha 1$ 과 (메트)아크릴산을 3급 아민 존재 하에 비교적 저온 하(30 내지 100℃)에서 반응시키는 것이 바람직하다. 에폭시 수지 $\alpha 1$ 에 포함되는 에폭시기와, (메트)아크릴산에 포함되는 카복실기의 반응이 우선해서 일어나기 때문이다. 에폭시 수지 $\alpha 1$ 은 분자 증류법, 세정법 등에 의해 고순도화 되어 있는 것이 바람직하다.
- [0063] (A-2) 방향족 에폭시 수지 β
- [0064] 본 발명의 액정 실링제는 방향족 에폭시 수지 β 를 포함할 수도 있다.
- [0065] 방향족 에폭시 수지 β 의 예에는, 방향족 다이올류 또는 그들을 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 알킬렌글리콜 등으로 변성한 방향족 다이올류와, 에피클로로히드린의 반응에 의해 얻어지는 방향족 다가 글리시딜 에터 화합물; 폴리페놀류와 에피클로로히드린의 반응에 의해 얻어지는 노볼락형 다가 글리시딜 에터 화합물; 자일렌 페놀 수지와 에피클로로히드린의 반응에 의해 얻어지는 글리시딜 에터 화합물 등이 포함된다.
- [0066] 방향족 다이올류의 예에는, 비스페놀 A, 비스페놀 S, 비스페놀 F, 비스페놀 AD 등이 포함된다. 예를 들면, 비스페놀 A와 에피클로로히드린의 반응에 의해 얻어지는 방향족 다가 글리시딜 에터 화합물은 비스페놀 A형 에폭시 수지이다.
- [0067] 폴리페놀류의 예에는, 페놀과 포름알데하이드로부터 유도된 노볼락 수지, 크레졸과 포름알데하이드로부터 유도된 노볼락 수지, 폴리알킬일페놀이나 그의 코폴리머 등이 포함된다.
- [0068] 방향족 에폭시 수지 β 는, 그 중에서도 크레졸 노볼락형 에폭시 수지, 페놀 노볼락형 에폭시 수지, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 트라이페놀 메테인형 에폭시 수지, 트라이페놀 에테인형 에폭시 수지, 트리스페놀형 에폭시 수지, 다이사이클로펜타다이엔형 에폭시 수지, 다이페닐에터형 에폭시 수지, 바이페닐형 에폭시 수지 등이 바람직하다. 이들은 1종류로 사용할 수도 있고 2종류 이상 조합하여 사용할 수도 있다.
- [0069] 방향족 에폭시 수지 β 의 환구법에 의한 연화점이 40℃ 이상, 바람직하게는 50℃ 이상이다. 방향족 에폭시 수지 β 의 연화점이 상기 범위 내에 있으면, 방향족 에폭시 수지 β 의 액정에 대한 용해성 및 확산성이 낮아, 얻어지는 액정 표시 패널의 표시 특성이 양호해진다. 연화점이 50℃ 이상인 방향족 에폭시 수지 β 의 예에는, 크레졸 노볼락형 에폭시 수지 및 페놀 노볼락형 에폭시 수지 등이 포함된다.
- [0070] 방향족 에폭시 수지 β 의 질량평균 분자량이 0.1×10^4 내지 1.0×10^4 인 것이 바람직하다. 방향족 에폭시 수지 β 의 질량평균 분자량이 상기 범위에 있으면, 점도가 지나치게 높아지지 않고, 에폭시 수지 α 나 후술하는 아크릴 수지 등과의 상용성이 양호하여, 액정 실링제의 접착 신뢰성이 향상한다. 방향족 에폭시 수지 β 의 환구법에 의한 연화점이 40℃ 이상이고, 또한 질량평균 분자량이 0.1×10^4 내지 1.0×10^4 인 것이 보다 바람직하다.
- [0071] 방향족 에폭시 수지 β 의 질량평균 분자량은, 예를 들면, 겔 투과 크로마토그래피(GPC)에 의해 폴리스타이렌을 표준으로 하여 측정될 수 있다. 방향족 에폭시 수지 β 는 분자 증류법 등에 의해 고순도화 처리되어 있는 것이 바람직하다.
- [0072] (A-3) 기타 에폭시 수지
- [0073] 본 발명의 액정 실링제는 필요에 따라 기타 에폭시 수지를 포함할 수도 있다. 기타 에폭시 수지에는 (메트)아크릴산 변성 방향족 에폭시 수지가 포함된다. (메트)아크릴산 변성 방향족 에폭시 수지는 1분자 내에 에폭시기와 (메트)아크릴기를 갖는 방향족 에폭시 수지이다.
- [0074] (메트)아크릴 변성 방향족 에폭시 수지의 예에는, 방향족 에폭시 수지와 (메트)아크릴산 또는 페닐메타크릴레이트를, 예를 들면 염기성 촉매 하에서 반응시키는 것에 의해 얻어지는 수지가 포함된다. 원료가 되는 방향족 에폭시 수지는, 비스페놀형 에폭시 수지 및 노볼락형 에폭시 수지 등의 공지된 방향족 에폭시 수지일 수 있다.
- [0075] 비스페놀 A형 에폭시 수지 및 비스페놀 F형 에폭시 수지 등의, 분자 내에 에폭시기를 2개 갖는 이작용성 에폭시 수지를 원료로 하는 경우, 에폭시기의 수와 (메트)아크릴기의 수가 거의 1:1의 비율이 되도록 이작용성 에폭시 수지와 (메트)아크릴산을 반응시키는 것이 바람직하다.

- [0076] (A-4) 잠재성 경화제
- [0077] 본 발명의 액정 실링제는 잠재성 경화제를 포함할 수도 있다. 잠재성 경화제란, 에폭시 수지와 혼합되어 있더라도, 보통의 보존 상태(실온, 가시광선 하 등)에서는 에폭시 수지를 경화시키지 않지만, 열이나 광이 주어지면 에폭시 수지를 경화시키는 경화제를 말한다. 잠재성 경화제를 함유하는 액정 실링제는 보존 안정성이 우수하고, 또한 열 경화성이 우수하다. 잠재성 경화제는 공지된 것을 사용할 수 있지만, 융점 또는 환구법(JACT 시험법: RS-2)에 의한 연화점 온도가 100℃ 이상인 것이 바람직하다. 액정 실링제의 점도 안정성을 높일 수 있기 때문이다.
- [0078] 잠재성 경화제의 바람직한 예에는, 유기산 다이하이드라지드(dihydrazide) 화합물, 이미다졸, 이미다졸의 유도체, 다이사이안다이아마이드 및 방향족 아민 등이 포함된다. 이들은 단독으로 사용할 수도 있고, 복수를 조합시켜 사용할 수도 있다.
- [0079] 에폭시 수지 전체의 에폭시 당량에 대한 잠재성 경화제의 활성수소 당량의 비가 0.8 내지 1.2가 되도록 잠재성 경화제를 첨가하는 것이 바람직하다. 에폭시 수지 경화물의 가교 밀도를 높이기 위해서이다.
- [0080] 이와 같이, 잠재성 경화제를 포함하는 액정 실링제는 1액 경화성 수지 조성물이 될 수 있다. 1액 경화성 수지 조성물은, 그의 사용시에 경화제를 추가로 혼합할 필요가 없기 때문에 작업성이 우수하다.
- [0081] (B) 충전제
- [0082] 본 발명의 액정 실링제는 추가로 충전제를 포함하고 있을 수도 있다. 충전제란, 액정 실링제의 점도 제어, 경화물의 강도 향상, 선팅창울의 제어 등을 목적으로 하여 첨가되는 충전제를 말한다. 충전제를 포함하는 액정 실링제의 경화물은, 온도나 습도 변화가 큰 환경 하에서도 접착성을 유지하기 쉽다(접착 신뢰성이 향상됨).
- [0083] 충전제는, 보통 전자 재료 분야에서 사용되는 것이면 한정되지 않는다. 충전제는 무기 충전제일 수도 있고, 유기 충전제일 수도 있다.
- [0084] 무기 충전제의 예에는, 탄산칼슘, 탄산마그네슘, 황산바륨, 황산마그네슘, 규산알루미늄, 규산지르코늄, 산화철, 산화타이타늄, 산화알루미늄(알루미나), 산화아연, 이산화규소, 타이타늄산칼륨, 카올린, 탈크, 유리비드, 세리사이트 활성 백토, 벤토나이트, 질화 알루미늄, 질화 규소 등의 무기 충전제가 포함된다.
- [0085] 유기 충전제는, 환구법(JACT 시험법: RS-2)에 의한 연화점 온도가 120℃를 초과하는 폴리머 입자일 수도 있다. 이러한 유기 충전제의 예에는, 폴리스타이렌, 및 스타이렌과, 그것과 공중합 가능한 모노머를 공중합시켜 얻어지는 공중합체, 폴리에스터 미립자, 폴리우레탄 미립자, 고무 미립자 등이 포함된다. 그 중에서도, 액정 실링제의 선팅창울을 저감하고, 액정 실링제의 형상을 양호하게 유지할 수 있다는 점에서, 무기 충전제가 바람직하고, 이산화규소, 탈크 등이 특히 바람직하다.
- [0086] 충전제의 형상은 특별히 한정되지 않고, 구상, 판상, 침상 등의 정형 형상일 수도 있고, 비정형 형상일 수도 있다. 충전제의 평균 일차 입자 직경은 1.5 μ m 이하이고, 또한 그의 비표면적은 1m²/g 내지 500m²/g인 것이 바람직하다.
- [0087] 충전제의 평균 일차 입자 직경은 JIS Z8825-1에 기재된 레이저 회절법으로 측정할 수 있다. 충전제의 비표면적 측정은 JIS Z8830에 기재된 BET 법에 의해 측정할 수 있다.
- [0088] 충전제의 함유량은, (A-1) 에폭시 수지 α , (A-2) 방향족 에폭시 수지 β , (A-4) 잠재성 경화제 및 (C) 아크릴 수지의 합계(이하, 「수지 유닛」이라고도 함) 100질량부에 대하여, 1 내지 50질량부인 것이 바람직하고, 10 내지 30질량부인 것이 보다 바람직하다.
- [0089] (C) 아크릴 수지
- [0090] 본 발명의 액정 실링제는 아크릴 수지를 포함할 수도 있다. 아크릴 수지란 아크릴산 에스터 및/또는 메타크릴산 에스터 또는 그의 올리고머를 말한다.
- [0091] 아크릴 수지의 예에는, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜 등의 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0092] 트리스(2-하이드록시에틸)아이소시아누레이트의 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0093] 1몰의 네오펜틸글리콜에, 4몰 이상의 에틸렌옥사이드 또는 프로필렌옥사이드를 부가하여 얻어진 다이올의 다이

아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;

- [0094] 1몰의 비스페놀 A에, 2몰의 에틸렌옥사이드 또는 프로필렌옥사이드를 부가하여 얻어진 다이올의 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0095] 1몰의 트라이메틸올프로페인에, 3몰 이상의 에틸렌옥사이드 또는 프로필렌옥사이드를 부가하여 얻어진 트라이올의 다이 또는 트리아크릴레이트 및/또는 다이 또는 트라이메타크릴레이트;
- [0096] 1몰의 비스페놀 A에, 4몰 이상의 에틸렌옥사이드 또는 프로필렌옥사이드를 부가하여 얻어진 다이올의 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0097] 트리스(2-하이드록시에틸)아이소시아아누레이트트리아크릴레이트 및/또는 트라이메타크릴레이트;
- [0098] 트라이메틸올프로페인트리아크릴레이트 및/또는 트라이메타크릴레이트, 또는 그의 올리고머;
- [0099] 펜타에리스리톨트리아크릴레이트 및/또는 트라이메타크릴레이트, 또는 그의 올리고머;
- [0100] 다이펜타에리스리톨의 폴리아크릴레이트 및/또는 폴리메타크릴레이트;
- [0101] 트리스(아크릴옥시에틸)아이소시아아누레이트;
- [0102] 카프로락톤 변성 트리스(아크릴옥시에틸)아이소시아아누레이트;
- [0103] 카프로락톤변성트리스(메타크릴옥시에틸)아이소시아아누레이트;
- [0104] 알킬 변성 다이펜타에리스리톨의 폴리아크릴레이트 및/또는 폴리메타크릴레이트;
- [0105] 카프로락톤 변성 다이펜타에리스리톨의 폴리아크릴레이트 및/또는 폴리메타크릴레이트;
- [0106] 하이드록시피발산 네오펜틸글리콜 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0107] 카프로락톤 변성 하이드록시피발산 네오펜틸글리콜 다이아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0108] 에틸렌옥사이드 변성 인산 아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0109] 에틸렌옥사이드 변성 알킬화 인산 아크릴레이트 및/또는 다이메타크릴레이트;
- [0110] 네오펜틸글루콜, 트라이메틸올프로페인, 펜타에리스리톨의 올리고아크릴레이트 및/또는 올리고메타크릴레이트 등이 포함된다.
- [0111] 아크릴 수지의 예에는, 에폭시 수지에 포함되는 모든 에폭시기를 (메트)아크릴산과 반응시켜 얻어지는 수지도 포함된다. 원료가 되는 에폭시 수지의 예에는, 크레졸 노볼락형 에폭시 수지, 페놀 노볼락형 에폭시 수지, 비스페놀 A형 에폭시 수지, 비스페놀 F형 에폭시 수지, 트라이페놀 메테인형 에폭시 수지, 트라이페놀 에테인형 에폭시 수지, 트리스페놀형 에폭시 수지, 다이페닐에터형 에폭시 수지, 다이사이클로펜타다이엔형 에폭시 수지, 바이페닐형 에폭시 수지 등이 포함된다.
- [0112] (D) 광 래디컬 중합 개시제
- [0113] 본 발명의 액정 실링제는 광 래디컬 중합 개시제를 포함할 수도 있다. 액정 실링제가 광 래디컬 중합 개시제를 포함하고 있으면, 액정 패널을 제조할 때에 광 경화에 의해 액정 실링제를 가경화시킬 수 있기 때문에 작업성이 우수하다.
- [0114] 광 래디컬 중합 개시제로서는 공지된 것이 사용된다. 광 래디컬 중합 개시제의 예에는, 벤조인계 화합물, 아세토페논류, 벤조페논류, 티옥산톤류, α-아실옥심에스터류, 페닐글리옥실레이트류, 벤질류, 아조계 화합물, 다이페닐설파이드계 화합물, 아실포스핀옥사이드계 화합물, 유기 색소계 화합물, 철-프탈로시아닌계, 벤조인류, 벤조인에터류, 안트라퀴논류 등이 포함된다.
- [0115] (E) 에폭시 변성 입자
- [0116] 본 발명의 액정 실링제는 에폭시 변성 입자를 포함할 수도 있다. 에폭시 변성 입자는 에폭시 수지로 변성된 열가소성 수지 입자이다. 에폭시 변성 입자는 특히 액정 주입 방식용 액정 실링제에 포함되는 것이 바람직하다. 에폭시 변성 입자는 열 경화시의 가열에 의해 액정 실링제의 경화물에 생기는 수축 응력을 완화할 수 있기 때문이다.
- [0117] 에폭시 변성 입자는, 에폭시기와 이중 결합기를 포함하는 수지를 래디컬 중합 가능한 모노머와 현탁 중합시켜

얻어진다. 에폭시기와 이중 결합기를 포함하는 수지의 예에는, 비스페놀 F형 에폭시 수지와 (메트)아크릴산을 3급 아민 존재 하에서 반응시켜 얻어지는 수지가 포함된다. 래디컬 중합 가능한 모노머의 예에는, 뷰틸아크릴레이트, 글리시딜메타크릴레이트 및 다이비닐벤젠 등이 포함된다.

[0118] 에폭시 변성 입자의 평균 입경은 보통 0.05 내지 5 μm 인 것이 바람직하고, 0.07 내지 3 μm 의 범위인 것이 보다 바람직하다. 액정 셀의, 액정이 충전되는 공간의 갭이 5 μm 이하인 것이 많기 때문이다. 에폭시 변성 입자의 첨가량은 수지 유닛 100질량부에 대하여 1 내지 30질량부인 것이 바람직하다.

[0119] (F) 기타 첨가제

[0120] 본 발명의 액정 실링제는 필요에 따라 각종 첨가제를 포함할 수도 있다. 첨가제의 예에는, 열 래디컬 중합 개시제, 실레인 커플링제 등의 커플링제, 이온 트래핑제, 이온 교환제, 레벨링제, 안료, 염료, 가소제, 소포제 등이 포함된다. 액정 셀의, 액정이 충전되는 공간의 갭을 조정하기 위해, 스페이서 등이 배합될 수도 있다.

[0121] 가열만으로 경화하는 액정 실링제는 열 래디컬 중합 개시제를 포함하는 것이 바람직하다. 액정 실링제가 (메트)아크릴기를 갖는 에폭시 수지 α 2를 포함하고 있더라도, 가열만으로 경화할 수 있기 때문이다.

[0122] 본 발명의 액정 실링제는, (A-1) 에폭시 수지 α 와, 용도에 따라, 추가로 (A-2) 방향족 에폭시 수지 β , (A-3) 기타 에폭시 수지, (A-4) 잠재성 경화제, (B) 충전제, (C) 아크릴 수지 및 (D) 광 래디컬 중합 개시제로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1 이상의 화합물을 임의로 포함할 수도 있다.

[0123] 에폭시 수지 α 의 함계량은, 액정 실링제 중 5 내지 65질량%인 것이 바람직하고, 5 내지 30질량%인 것이 보다 바람직하다.

[0124] 액정 주입 공법에 사용되는 액정 실링제는, (A-1) 에폭시 수지 α 1과 (A-4) 잠재성 경화제를 포함하는 것이 바람직하다. 액정 주입 공법에서는, 액정 실링제를 가열만으로 경화시키는 경우가 많기 때문이다.

[0125] 액정 적하 공법에 사용되는 액정 실링제는, (A-1) 에폭시 수지 α 2, (A-4) 잠재성 경화제, (C) 아크릴 수지 및 (D) 광 래디컬 중합 개시제를 포함하는 것이 바람직하고, (A-1) 에폭시 수지 α 1를 추가로 포함하는 것이 보다 바람직하다. 액정 실링제의 열 경화를 가능하게 할 뿐만 아니라, (단시간에 경화하는) 광 경화를 가능하게 하기 때문이다.

[0126] (A-1) 에폭시 수지 α 2의 함유량은, 액정 적하 공법용 액정 실링제의 수지 유닛 중 60질량% 이하인 것이 바람직하고, 25질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 15질량% 이하인 것이 더 바람직하다. (C) 아크릴 수지의 함유량은, 수지 유닛 중, 20질량% 이하인 것이 바람직하고, 15질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 액정 적하 공법용 액정 실링제가 (A-3) (메트)아크릴산 변성 방향족 에폭시 수지를 포함하는 경우, 그의 함유량도 수지 유닛 중 15질량% 이하인 것이 바람직하다.

[0127] 광 래디컬 중합 개시제의 함유량은, 수지 유닛 100질량부에 대하여 0.3 내지 5.0질량부인 것이 바람직하다. 광 래디컬 중합 개시제의 함유량을 0.3질량부 이상으로 함으로써, 광 조사에 의한 액정 실링제 경화물의 가교 밀도가 향상한다. 광 래디컬 중합 개시제의 함유량을 5.0질량부 이하로 함으로써, 액정 실링제를 기관에 도포할 때의 액정 실링제의 보존 안정성이 양호해진다.

[0128] 본 발명의 액정 실링제는, 액정 주입 공법용 또는 액정 적하 공법용에 관계없이, (A-2) 방향족 에폭시 수지 β 를 추가로 포함하는 것이 바람직하다. 액정 실링제의 내열성을 높일 수 있기 때문이다. 방향족 에폭시 수지 β 의 함유량은, 수지 유닛 중 15질량% 이하인 것이 바람직하다. 또한, 방향족 에폭시 수지 β 의 함유량은, 에폭시 수지 α 의 함계량에 대하여 5 내지 40질량%인 것이 바람직하고, 5 내지 30질량%인 것이 보다 바람직하다.

[0129] 본 발명의 액정 실링제의, E형 점도계를 사용하여 25 $^{\circ}\text{C}$, 2.5rpm에서 측정되는 점도는 30 내지 350Pa·s 인 것이 바람직하다. 액정 실링제를 균일하게 도포할 수 있어 작업성이 좋기 때문이다. 액정 실링제의 점도는 에폭시 수지 α 및 방향족 에폭시 수지 β 의 질량평균 분자량, 함유량 등에 의해 제어될 수 있다. 예를 들면, 에폭시 수지 α 에 대한 방향족 에폭시 수지 β 의 질량비를 적게 하면, 액정 실링제의 점도를 낮게 할 수 있다.

[0130] 본 발명의 액정 실링제는, 발명의 효과를 손상하지 않는 범위에서 임의로 제조될 수 있다. 본 발명의 액정 실링제는, (A-1) 에폭시 수지 α 와, 전술한 각 성분 (A-2) 내지 (F) 중 필요한 성분을 혼합하여 조제된다.

[0131] 각 성분의 혼합 방법의 예에는, 양팔식 교반기, 물 혼련기, 2축 압출기, 볼밀 혼련기, 유성식 교반기 등의 공지된 혼련기를 사용한 혼합 방법이 포함된다. 혼련 온도는 25 내지 35 $^{\circ}\text{C}$ 인 것이 바람직하다. 액정 실링제를 겔화시키지 않고, 균일하게 혼련하기 위해서이다. 얻어진 혼합물은, 필요에 따라, 필터에 의한 여과 처리나 진공

탈포 처리가 행해진 후, 유리병이나 폴리 용기에 밀봉 충전된다.

[0132] 2. 액정 표시 패널과 그의 제조방법

[0133] 본 발명의 액정 표시 패널은, 표시 기관, 그것과 짝이 되는 대향 기관, 표시 기관과 대향 기관의 사이에 개재되어 있는 틀 형상의 실링 부재, 및 표시 기관과 대향 기관 사이의 실링 부재로 둘러싸인 공간에 충전된 액정층을 포함한다. 본 발명의 액정 실링제의 경화물을 실링 부재로 할 수 있다.

[0134] 표시 기관 및 대향 기관은 모두 투명 기관이다. 투명 기관의 재질은, 유리, 또는 폴리카보네이트, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리에터설폰 및 PMMA 등의 플라스틱일 수 있다.

[0135] 표시 기관 또는 대향 기관의 표면에는, 매트릭스상의 TFT, 컬러 필터, 블랙 매트릭스 등이 배치될 수 있다. 표시 기관 또는 대향 기관의 표면에는, 추가로 배향막이 형성된다. 배향막에는 공지된 유기 배향제나 무기 배향제 등이 포함된다.

[0136] 액정 표시 패널은 본 발명의 액정 실링제를 사용하여 제조될 수 있다. 액정 표시 패널의 제조방법에는 액정 적하 공법과 액정 주입 공법이 있다.

[0137] 액정 적하 공법에 의한 액정 표시 패널의 제조방법은,

[0138] 1) 한쪽 기관에, 본 발명의 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정,

[0139] 2) 실링 패턴이 미경화인 상태에서, 상기 기관의 실링 패턴으로 둘러싸인 영역, 또는 상기 실링 패턴으로 둘러싸인 영역에 대향하는 다른 쪽 기관의 영역에 액정을 적하하는 제 2 공정,

[0140] 3) 한쪽 기관과 다른 쪽 기관을 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 3 공정, 및

[0141] 4) 실링 패턴을 경화시키는 제 4 공정을 포함한다.

[0142] 2)의 공정에서, 실링 패턴이 미경화인 상태란, 액정 실링제의 경화 반응이 겹화점까지는 진행하고 있지 않은 상태를 의미한다. 이 때문에, 2)의 공정에서, 실링 패턴을 광 조사 또는 가열하여 반경화시킬 수도 있다. 반경화된 액정 실링제는 액정에 대해 용해되기 어렵기 때문이다. 한쪽 기관 및 다른 쪽 기관은 각각 표시 기관 또는 대향 기관이다.

[0143] 4)의 공정에서는, 가열에 의한 경화만을 행할 수도 있지만, 광 조사에 의한 경화(가경화)를 행한 후, 가열에 의한 경화(본경화)를 하는 것이 바람직하다.

[0144] 광 경화 시간은 액정 실링제의 조성에도 의하지만, 예를 들면 10분 정도이다. 광 조사 에너지는, 에폭시 수지 α2 또는 아크릴 수지 등을 경화 반응시킬 정도의 에너지이면 된다. 광은 바람직하게는 자외선이다. 열 경화 온도는 액정 실링제의 조성에도 의하지만, 예를 들면 120℃이고, 열 경화 시간은 2시간 정도이다.

[0145] 도 1은 액정 적하 공법에 의한 액정 표시 패널의 제조방법의 일례를 나타내는 도면이다. 도 1a에 나타난 바와 같이, 기관(12)에 본 발명의 액정 실링제의 실링 패턴(14)을 형성한다[1]의 공정]. 이어서, 도 1b에 나타난 바와 같이, 실링 패턴(14)이 미경화인 상태에서, 기관(12)의 실링 패턴(14)으로 둘러싸인 영역에 액정(16)을 적하한다[2]의 공정]. 이어서, 도 1c에 나타난 바와 같이, 기관(12)과 기관(18)을 실링 패턴(14)을 통해 겹쳐 합쳐서 적층체(20)을 얻는다. 이 적층체(20)를 광 조사하여 실링 패턴(14)을 광 경화시킨다[3] 및 4)의 공정]. 그 후, 도 1d에 나타난 바와 같이, 적층체(20)를 가열하여 실링 패턴(14)을 추가로 열 경화시킨다[4]의 공정].

[0146] 액정 적하 공법에서는, 미경화의 액정 실링제와 액정의 접촉 시간이 비교적 길어, 액정 오염이 생기기 쉽다. 이에 비해, 본 발명의 액정 실링제는 액정에의 용해성이 낮기 때문에, 액정이 오염되기 어렵다. 그 때문에, 본 발명의 액정 실링제를 사용한 액정 적하 공법에 의해 얻어지는 액정 표시 패널은, 표시 신뢰성이 우수하다.

[0147] 액정 주입 공법에 의한 액정 표시 패널의 제조방법은,

[0148] 1) 한쪽 기관에, 본 발명의 액정 실링제의 실링 패턴을 형성하는 제 1 공정,

[0149] 2) 한쪽 기관과 다른 쪽 기관을 실링 패턴을 통해 겹쳐 합치는 제 2 공정,

[0150] 3) 실링 패턴을 열 경화시켜, 액정을 주입하기 위한 주입구를 갖는 액정 주입용 셀을 얻는 제 3 공정,

[0151] 4) 액정을 주입구를 통해 액정 주입용 셀에 주입하는 제 4 공정, 및

[0152] 5) 주입구를 밀봉하는 제 5 공정을 포함한다.

- [0153] 1) 내지 3)의 공정에서는, 액정 주입용 셀을 준비한다. 우선, 2장의 투명한 기관(예를 들면, 유리판)을 준비한다. 그리고, 한쪽 기관에 액정 실링제로 실링 패턴을 형성한다. 기관의 실링 패턴이 형성된 면에, 다른 쪽 기관을 겹쳐 합친 후, 실링 패턴을 경화시키면 된다. 이때, 액정 주입용 셀의 일부에, 액정을 주입하기 위한 주입구를 설치할 필요가 있다. 주입구를 형성하는 방법에는, 실링 패턴을 묘화(描畵)할 때에 일부에 개구부를 설치하는 방법; 틀 형상의 실링 패턴을 형성 후, 원하는 부분의 실링 패턴을 제거하여 개구부를 설치하는 방법 등이 포함된다.
- [0154] 3)의 공정에서의 열 경화 조건은 액정 실링제의 조성에도 의하지만, 예를 들면 150℃에서 2 내지 5시간 정도이다.
- [0155] 4)의 공정은, 1) 내지 3)의 공정에서 얻어진 액정 주입용 셀의 내부를 진공상태로 하여, 액정 주입용 셀의 주입구로부터 액정을 흡입시킨다는 공지된 방법에 준하여 행하면 된다. 5)의 공정에서는, 액정 실링제를 액정 주입용 셀의 주입구에 봉입한 후, 경화시킬 수도 있다.
- [0156] 도 2는, 액정 주입 공법에 의한 액정 표시 패널의 제조방법의 일례를 나타내는 도면이다. 동 도면에 있어서, 도 1과 동일한 기능을 갖는 부재는 동일한 부호를 달았다. 도 2a에 나타낸 바와 같이, 기관(12)에 본 발명의 액정 실링제의 실링 패턴(14)을 형성한다[1]의 공정]. 도 2b에 나타낸 바와 같이, 기관(12)과 기관(18)을 실링 패턴(14)을 통해 겹쳐 합친 후, 실링 패턴(14)을 열 경화시킨다. 이것에 의해, 주입구(22A)를 갖는 액정 주입용 셀(22)을 얻는다[2] 및 3)의 공정]. 도 2c에 나타낸 바와 같이, 액정(16)을 주입구(22A)를 통해 액정 주입용 셀(22)에 주입한다. 도 2d에 나타낸 바와 같이, 액정 실링제 등을 주입구(22A)에 봉입하여 밀봉한다[5]의 공정].
- [0157] 이와 같이, 액정 주입 공법에서는, 액정 주입용 셀을 준비할 때에, 액정 실링제를 열 경화시킨다. 이 때문에, 미경화의 액정 실링제와 액정이 접촉하는 시간은 비교적 짧다. 그러나, 액정 실링제의 경화가 불충분하다더라도, 액정을 액정 주입용 셀에 주입하는 경우도 있다. 그와 같은 경우에도, 본 발명의 액정 실링제는, 액정에의 용해성이 낮아 액정을 오염하기 어렵다. 그 결과, 본 발명의 액정 실링제를 사용한 액정 주입 공법에 의해 얻어지는 액정 표시 패널도 표시 신뢰성이 우수하다.
- [0158] 또한, 본 발명의 액정 실링제의 경화물은 유연성을 갖기 때문에, 액정 표시 패널에서 발생하는 내부 응력을 저하시켜 높은 실링성을 갖는다. 이 때문에, 본 발명의 액정 실링제의 경화물을 실링 부재로서 포함하는 액정 표시 패널은, 고온 고습 조건하에서의 표시 신뢰성도 우수하다.
- [0159] [실시에]
- [0160] [합성예 1]
- [0161] 액상 에폭시 수지 A(에폭시 수지 a1)의 합성
- [0162] 0.1몰의 자일리톨을 100ml의 다이메틸설폭사이드에 용해시켰다. 이 용액에 0.4몰의 펠렛상 수산화칼륨을 가하고, 교반하면서 25℃에서 0.3몰의 에피클로로하이드린을 적하했다. 적하 종료 후, 추가로 12시간 교반하여 반응시켰다. 반응 종료 후, 얻어진 반응액에 300ml의 순수를 가하고, 헥세인으로 5회 추출하여 추출액을 회수했다. 추출액으로부터 헥세인을 증류 제거하고, 실리카겔 크로마토그래피에 의해 정제하여, 투명한 액상 에폭시 수지 A 16.8g을 얻었다.
- [0163] 액상 에폭시 수지 A의 분자량을, 전해 해리 질량 분석법(FD-MS법)에 의해 측정된 결과, 분자량 320이었다. 또한, 액상 에폭시 수지 A의 하이드록실기 당량을 무수 아세트산을 포함하는 피리딘 용액에 용해시키고, 물로 가수분해시켰다. 가수분해 후, 생성된 아세트산을 KOH로 적정하는 것에 의해 측정했다. 액상 에폭시 수지 A의 하이드록실기 당량은 160g/eq였다. 또한, 액상 에폭시 수지 A의 에폭시 당량을 염산 다이옥세인법에 의해 측정했다. 에폭시 당량은 109g/eq였다. 액상 에폭시 수지 A의 에폭시 당량과 분자량으로부터, 액상 에폭시 수지 A의 에폭시기 수는 $320/109 = \text{약 } 3$ 으로 산출되었다.
- [0164] [합성예 2]
- [0165] 액상 에폭시 수지 B(에폭시 수지 a1)의 합성
- [0166] 0.1몰의 솔비톨을 100ml의 다이메틸설폭사이드에 용해시켰다. 이 용액에 0.4몰의 펠렛상 수산화칼륨을 가하고, 교반하면서 25℃에서 0.4몰의 에피클로로하이드린을 적하했다. 적하 종료 후, 추가로 12시간 교반하여 반응시켰다. 반응 종료 후, 얻어진 반응액에 300ml의 순수를 가하고, 헥세인으로 5회 추출하여 추출액을 회수했다.

추출액으로부터 헥세인을 증류 제거하고, 실리카겔 크로마토그래피에 의해 정제하여, 투명한 액상 에폭시 수지 B 19.2g을 얻었다.

[0167] 얻어진 액상 에폭시 수지 B의 분자량, 하이드록실기 당량 및 에폭시 당량을 합성에 1과 마찬가지로 측정했다. 액상 에폭시 수지 B의 분자량은 406이었다. 액상 에폭시 수지 B의 하이드록실기 당량은 203g/eq이고, 에폭시 당량은 102g/eq였다. 액상 에폭시 수지 B의 에폭시 당량과 분자량으로부터, 액상 에폭시 수지 B의 에폭시기 수는 $406/203 = \text{약 } 4$ 로 산출되었다.

[0168] [합성에 3]

[0169] 액상 에폭시 수지 C의 합성

[0170] 0.1몰의 펜타에리스리톨을 100ml의 다이메틸설폭사이드에 용해시켰다. 이 용액에 0.4몰의 펠렛상 수산화칼륨을 가하고, 교반하면서 25℃에서 0.2몰의 에피클로로하이드린을 적하했다. 적하 종료 후, 추가로 12시간 교반하여 반응시켰다. 반응 종료 후, 얻어진 반응액에 300ml의 순수를 가하고, 헥세인으로 5회 추출하여 추출액을 회수했다. 추출액으로부터 헥세인을 증류 제거하고, 실리카겔 크로마토그래피에 의해 정제하여, 투명한 액상 에폭시 수지 C 24.8g을 얻었다.

[0171] 얻어진 액상 에폭시 수지 C의 분자량, 하이드록실기 당량 및 에폭시 당량을 합성에 1과 마찬가지로 측정했다. 액상 에폭시 수지 C의 분자량은 248이었다. 액상 에폭시 수지 C의 하이드록실기 당량은 124g/eq이고, 에폭시 당량은 124g/eq였다. 액상 에폭시 수지 C의 에폭시 당량과 분자량으로부터, 액상 에폭시 수지 C의 에폭시기 수는 $248/124 = 2$ 로 산출되었다.

[0172] [합성에 4]

[0173] 액상 에폭시 수지 D의 합성

[0174] 0.1몰의 4작용 액상 에폭시 수지(YH-434: 도토화성사제)에, 0.1몰의 아세트산과 2mmol의 트라이에탄올아민을 가하고, 130℃에서 6시간 가열 교반시켜, 하이드록실기를 갖는 방향족 에폭시 수지 D 48.2g을 얻었다.

[0175] 얻어진 방향족 에폭시 수지 D의 분자량, 하이드록실기 당량 및 에폭시 당량을 합성에 1과 마찬가지로 측정했다. 방향족 에폭시 수지 D의 분자량은 482였다. 방향족 에폭시 수지 D의 하이드록실기 당량은 482g/eq이고, 에폭시 당량은 161g/eq였다. 방향족 에폭시 수지 D의 에폭시 당량과 분자량으로부터, 방향족 에폭시 수지 D의 에폭시기 수는 $482/161 = \text{약 } 3$ 로 산출되었다.

[0176] 상기 화합물 이외에, 이하의 재료를 준비했다.

[0177] 에폭시 수지 E: 지방족 에폭시 모노머, 1,6-헥세인다이올다이글리시딜에터(나가세켄텍스사제: EX-212L, 에폭시 당량 135g/eq)

[0178] 에폭시 수지 F: 하이드록실기 함유 에폭시 모노머(디·아이·씨사제: EXA-7120)

[0179] 에폭시 수지 G: 방향족 에폭시 모노머, 0-크레졸 노볼락형 에폭시 수지(니혼화약사제: EOCN-1020-75, 에폭시 당량 215g/eq)

[0180] [합성에 5]

[0181] 메타크릴산 변성 에폭시 수지 A(에폭시 수지 a2)의 합성

[0182] 합성에 1에서 얻어진 0.5몰의 액상 에폭시 수지 A와 0.5몰의 메타크릴산을, 2mmol의 트라이에탄올아민 존재 하, 건조 공기에서 버블링 하, 110℃에서 6시간 가열 교반시켜 메타크릴 변성 에폭시 수지 A 203g을 얻었다.

[0183] 얻어진 메타크릴 변성 에폭시 수지 A의 분자량, 하이드록실기 당량 및 에폭시 당량을 합성에 1과 마찬가지로 측정했다. 메타크릴산 변성 에폭시 수지 A의 분자량은 406이고, 하이드록실기 당량은 135g/eq이며, 에폭시 당량은 203g/eq였다.

[0184] [합성에 6]

[0185] 메타크릴산 변성 에폭시 수지 B(에폭시 수지 a2)의 합성

[0186] 0.5몰의 비스페놀 F형 에폭시 수지(에포토티 YDF-8170C: 도토화성사제)와 0.5몰의 메타크릴산을, 2mmol의 트라이에탄올아민 존재 하, 건조 공기 하에서 버블링하면서, 110℃에서 6시간 가열 교반하여 반응시켰다. 이 반응

액을 톨루엔으로 희석 후, 순수로 12회 세정하고, 톨루엔을 증류 제거함으로써, 메타크릴 변성 에폭시 수지 B 146g을 얻었다.

[0187] 얻어진 메타크릴 변성 에폭시 수지 B의 분자량, 하이드록실기 당량 및 에폭시 당량을 합성예 1과 마찬가지로 측정했다. 메타크릴산 변성 에폭시 수지 B의 분자량은 396이고, 하이드록실기 당량은 396g/eq이며, 에폭시 당량은 396g/eq였다.

[0188] 액상 에폭시 수지 A 내지 G, 및 (메트)아크릴 변성 에폭시 수지 A 내지 B의 특성을 표 1에 나타낸다.

표 1

에폭시 수지	합성예	주용액	분자량	하이드록실기 당량(g/eq)	에폭시 당량(g/eq)	하이드록실기 (개/분자)	에폭시기 (개/분자)	(메트)아크릴기 (개/분자)
에폭시 수지 A	합성예 1	지반족	320	160	109	2	3	0
에폭시 수지 B	합성예 2	지반족	406	203	102	2	4	0
에폭시 수지 C	합성예 3	지방족	248	124	124	2	2	0
에폭시 수지 D	합성예 4	방향족	482	482	161	1	3	0
에폭시 수지 E	시판품	지반족	270	-	135	0	2	0
에폭시 수지 F	시판품	방향족	430	430	215	1	2	0
에폭시 수지 G	시판품	방향족	-	-	215	0	30이상	0
(메트)아크릴 변성 에폭시 수지 A	합성예 5	지반족	406	135	203	2	2	1
(메트)아크릴 변성 에폭시 수지 B	합성예 6	방향족	396	396	396	1	1	1

[0189]

[0190] [합성예 7]

[0191] 에폭시 변성 입자의 합성

[0192] 0.625몰의 비스페놀 F형 에폭시 수지(에포토티 YDF-8170C: 도토화성사제)와 0.12몰의 메타크릴산을, 8.2mmol의 트라이에탄올아민 존재 하, 50ml의 톨루엔 중, 건조 공기 하에서 버블링하면서, 110℃에서 5시간 반응시켰다. 이 반응액에, 0.16몰의 뷰틸아크릴레이트, 0.16몰의 글리시딜메타크릴레이트, 7.7mmol의 다이바이닐벤젠, 7mmol

의 아조비스메틸발레로나이트릴, 14mmol의 아조비스아이소뷰티로나이트릴을 가했다. 이 반응액을 70℃에서 3시간, 추가로 90℃에서 1시간 중합시켜, 에폭시 변성 입자를 얻었다.

[0193] 또한, 이하의 재료를 준비했다.

[0194] 잠재성 경화제 A(에폭시 경화제 A): 1,3-비스(하이드라지노카보에틸)-5-아이소프로필하이단토인(아지노모토사제 아미큐어 VDH, 용점 120℃)

[0195] 잠재성 경화제 B(에폭시 경화제 B): 자일틸렌 페놀 노볼락 수지(미쓰이화학사제, 미렉스 XLC-LL, 용점 120℃)

[0196] 잠재성 경화제 C(에폭시 경화제 C): 2-페닐이미다졸아이소시아눌산 부가물(시코쿠화학공업사제, 큐아졸 2PZ-OK)

[0197] 아크릴 수지: 비스페놀 A형 에폭시 수지 변성 다이아크릴레이트

[0198] 충전제: 구상 실리카(니혼쇼쿠바이사제, C-포스터 S-30)

[0199] 광 래디컬 발생제: 이르가큐어 184(치바스페셜티·케미컬사제)

[0200] 커플링제: γ -글리시독시프로필트라이메톡시실레인(신에츠화학공업사제 KBM-403)

[0201] 용제: 프로필렌글리콜다이아세테이트

[0202] [실시에 1]

[0203] 75질량부의 액상 에폭시 수지 B, 15질량부의 에폭시 수지 G, 10질량부의 잠재성 경화제 A, 2질량부의 잠재성 경화제 C, 30질량부의 충전제, 10질량부의 에폭시 변성 입자, 1질량부의 커플링제 및 8질량부의 용제를, 달톤 믹서로 혼합 후, 3개 물을 사용하여 충분히 혼련하여, 페이스트 액상의 액정 실링제를 얻었다.

[0204] 액정 실링제의, 1) 점도, 2) 점도 안정성, 3) 내누출성, 4) 디스펜스 도포성, 5) 스크린 인쇄 도포성, 6) 액정 표시 패널의 표시 특성, 7) 실링 관찰 및 8) 접착 강도를 이하의 방법에 의해 평가했다. 또한, 9) 액정 실링제의 경화물의 유리전이온도(Tg)를 측정했다. 이들의 결과를 표 2에 나타낸다.

[0205] 1) 점도 측정

[0206] 액정 실링제의 점도는, E형 회전형 점도계(BROOKFIELD사제: 디지털레오미터 형식 DV-III ULTRA)를 사용하여 측정했다. 구체적으로는, 액정 실링제를 25℃에서 5분간 방치한 후, 반경 12mm, 각도 3°의 CP-52형 콘플레이트형 센서를 사용하여, 회전수 2.5rpm에서 측정했다. 실시에 1의 페이스트상의 액정 실링제의, E형 점도계에 의한 25℃, 2.5rpm에서의 점도는 50Pa·s였다.

[0207] 2) 점도 안정성

[0208] 액정 실링제를, 디스펜스용 실린지 내의 액정 실링제의 질량이 10g이 되도록 칭량한 후, 탈포 처리를 했다. 그 중 2g을 사용하여, 1)과 마찬가지로 초기 점도 a를 측정했다. 이어서, 23℃ 50% RH에서 일주간 보존한 후의 액정 실링제 점도 b를 다시 측정했다. 초기 점도 a에 대한 일주간 후의 점도 b의 상승률을 (b-a)/a로 했다. 점도 안정성은 이하의 기준으로 평가했다.

[0209] 상기 상승율이 1.5배 이하: 우수함(기호 ◎)

[0210] 상기 상승율이 1.5배 초과 2배 이하: 약간 뒤떨어짐(기호 △)

[0211] 상기 상승율이 2배 초과: 뒤떨어짐(기호 ×)

[0212] 3) 내누출성

[0213] 전술한 페이스트액에, 추가로 5 μ m의 구상 스페이서를 1질량부 첨가한 후 탈포 처리하여, 스페이서를 포함하는 액정 실링제를 얻었다. 이 액정 실링제의 점도안정성을 이하의 방법으로 측정했다.

[0214] 전술한 스페이서를 포함하는 액정 실링제를 디스펜스용 실린지에 충전했다. 그리고, 디스펜스 장치(히타치플랜트테크놀로지사제)를 사용하여, 360mm×470mm의 액정 표시 패널용 유리 기판(니혼덴키가라스사제) 상에 액정 실링제의 실링 패턴(단면적 3500 μ m²)을 50개 제작했다. 실링 패턴의 일부에, 35mm×40mm 모서리의 액정 주입구를 설치했다. 묘화 속도는 100mm/s로 했다.

[0215] 이 유리 기판을 80℃의 오븐 중에 10분간 방치한 후 꺼내어, 대향하는 유리 기판을 겹쳐 합쳤다. 집합된 2장의

유리 기판을, 신에츠엔지니어링사제의 진공 열 프레스 장치를 사용하여, 150℃, 10분간 열 프레스했다. 이것에 의해, 2장의 유리 기판 사이의 셀 갭을 조정했다. 그 후, 이 2장의 유리 기판을 오븐 내에서 150℃로 60분간 가열하여, 실링 패턴을 경화시켰다.

[0216] 얻어진 실링 패턴의 직선성(실링 라인의 직선성)을 이하의 방법으로 평가했다. 실링 라인의 직선성은 내누출성의 지표가 된다.

[0217] 실링 라인의 최대 폭과 최소 폭의 비율(%) = (실링 라인의 최소 폭/실링 라인의 최대 폭)×100

[0218] 상기 비율이 95% 이상: ◎(우수함)

[0219] 상기 비율이 80% 이상 95% 미만: ○(약간 우수함)

[0220] 상기 비율이 80% 미만: ×(뒤떨어짐)

[0221] 실링 패턴 내에 기포가 들어가 있는 경우는, 내누출성이 뒤떨어지기 때문에 ×로 했다.

[0222] 4) 디스펜스 도포성

[0223] 20g의 상기 3)에서 조제한 액정 실링제를, 디스펜스용 실린지에 진공 하에서 충전했다. 이어서, 디스펜스용 실린지의 구경 0.35mm의 침선(針先)으로부터 1g의 액정 실링제를 토출시킨 후, 23℃에서 1일간 방치했다. 이어서, 디스펜스용 실린지를 디스펜스 장치(히타치플랜트테크놀로지사제)에 셋팅하고, 360mm×470mm의 액정 표시 패널용 유리 기판(니혼덴키가라스사제)의 위에, 35mm×40mm의 실링 패턴을 50개 묘화했다. 실린지의 토출 압력을 0.3MPa로 했다. 실링 패턴의 단면적 3000 μm^2 , 묘화 속도를 100mm/s로 했다. 얻어진 실링 패턴을 관찰하여, 이하와 같이 평가했다.

[0224] 실링 절단 및 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 50개: ◎(우수함)

[0225] 실링 절단 및 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 48개 내지 49개: △(약간 뒤떨어짐)

[0226] 실링 절단 및 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 48개 미만: ×(뒤떨어짐)

[0227] 5) 스크린 인쇄 도포성

[0228] 상기 3)에서 조제한 액정 실링제를, 스크린 인쇄기(도카이정기사제)를 사용하여 도포함으로써, 360mm×470mm의 액정 표시 패널용 유리 기판(니혼덴키가라스사제)의 위에 35mm×40mm의 실링 패턴을 50개 제작했다. 80회 인쇄 후의 실링 패턴을 관찰하여, 이하와 같이 평가했다.

[0229] 실링 절단, 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 50개: ◎(우수함)

[0230] 실링 절단, 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 48개 내지 49개: △(약간 뒤떨어짐)

[0231] 실링 절단, 실링 균힘이 전혀 발생하지 않은 실링 패턴의 수가 48개 미만: ×(뒤떨어짐)

[0232] 6) 액정 표시 패널의 표시 특성

[0233] 투명 전극 및 배향막을 배치한 40mm×45mm 유리 기판(EHC사제, RT-DM88-PIN) 상에, 디스펜서(슛마스터: 무사시 엔지니어링제)에 의해 상기 3)에서 조제한 액정 실링제를 토출시켜, 35mm×40mm의 사각형 실링 패턴(단면적 3500 μm^2)을 묘화했다. 실링 패턴의 일부에 액정 주입구를 설치했다.

[0234] 이 유리 기판을 80℃의 오븐 중에 10분간 방치한 후 꺼내어, 대향하는 유리 기판을 겹쳐 합쳤다. 접합시켰던 2장의 유리 기판을, 진공 열 프레스 장치(신에츠엔지니어링사제)를 사용하여, 150℃에서 10분간 열 프레스 했다. 이것에 의해, 2장의 유리 기판 사이의 셀 갭을 조정했다. 그 후, 이 2장의 유리 기판을 오븐 내에서 150℃로 60분간 가열하여, 실링 패턴을 경화시켰다. 이것에 의해 액정 주입용 셀을 얻었다.

[0235] 액정 재료(MLC-11900-000: 메르크사제)를 액정 주입구를 통해 액정 주입용 셀에 주입했다. 그 후, 자외선 경화 수지를 액정 주입구에 봉입했다. 이것에 의해, 액정 표시 패널을 얻었다.

[0236] 이 액정 표시 패널을 70℃, 95% RH에서 500시간 방치하여, 방치 전후에 있어서 액정 표시 패널의 실링부 주변의 액정에 생기는 색 얼룩을 육안 관찰했다. 이어서, 이 액정 표시 패널을 직류 전원 장치를 사용하여 5V의 인가 전압으로 구동시켰다. 이때, 액정 실링제 근방의 액정 표시 기능이 구동 초기부터 정상으로 기능하는지 아닌지로, 액정 표시 패널의 표시 특성을 평가했다. 평가 기준은 이하와 같이 했다.

- [0237] 실링 시까지 액정 표시 기능이 발휘되고 있는 경우: 표시 특성이 양호(기호 ◎)
- [0238] 실링 시의 근방 0.3mm 미만에서 표시 기능의 이상을 발견한 경우: 표시 특성이 뒤떨어짐(기호 △)
- [0239] 실링 시의 근방 0.3mm를 초과하여 표시 기능의 이상을 발견한 경우: 표시 특성이 현저히 뒤떨어짐(기호 ×)
- [0240] 7) 실링의 관찰
- [0241] 상기 3)에서 조제한 액정 실링제를 스크린판으로 25mm×45mm 두께 0.7mm의 무알칼리 유리 기판 상에 도포하여, 직경 1mm의 원 형상의 실링 패턴을 얻었다.
- [0242] 이 유리 기판을 80℃의 오븐 중에 10분간 방치한 후 꺼내어, 대향하는 무알칼리 유리 기판을 겹쳐 합쳐서 고정했다. 고정된 2장의 무알칼리 유리 기판을, 진공 열 프레스 장치(신에츠엔지니어링사제)를 사용하여 150℃에서 60분간 열 프레스 하여 접합시켰다. 접합시킨 2장의 무알칼리 유리 기판(이하, 「시험편」이라고 함)을 25℃, 습도 50%의 항온조에서 24시간 보관했다. 보관 후의 실링 상태를 육안 및 광학 현미경으로 관찰했다.
- [0243] 실링의 상태를 이하와 같이 평가했다.
- [0244] 육안으로 유출 및 공극 있음: ×(뒤떨어짐)
- [0245] 육안으로 약간의 공극 또는 유출 있음: △(약간 뒤떨어짐)
- [0246] 육안으로 공극 및 유출은 없지만, 광학 현미경 관찰로 실링 분리 있음: ○(좋음)
- [0247] 육안으로 공극 및 유출은 없고, 또한 광학 현미경 관찰로 실링 분리 없음: ◎(우수함)
- [0248] 8) 접착 강도
- [0249] 상기 7)의 항온조로부터 꺼낸 시험편의 평면 인장 강도(접착 강도)를 인장 시험 장치(인테스코제)를 사용하여 측정했다. 인장 속도는 2mm/분으로 했다. 접착 강도를 이하와 같이 평가했다.
- [0250] 접착 강도가 15MPa 이상: ◎(우수함)
- [0251] 접착 강도가 7MPa 이상 15MPa 미만: △(약간 뒤떨어짐)
- [0252] 접착 강도가 7MPa 미만: ×(뒤떨어짐)
- [0253] 9) 액정 실링제 경화물의 유리전이온도
- [0254] 액정 실링제를 지지체 상에 도포 후 가열(경화)시켜, 두께 100 μ m의 필름을 제작했다. 이 필름의 유리전이온도를 동적 점탄성 측정법(DMS)에 의해 5℃/분의 승온 속도로 측정했다. 유리전이온도를 미측정한 경우는 표 2에서 「-」로 표시했다.
- [0255] [실시에 2 내지 4]
- [0256] 표 2에 나타내는 조성으로 한 것을 제외하고는 실시예 1과 마찬가지로 하여, 액정 실링제를 얻었다. 또한, 실시예 1과 마찬가지로 액정 실링제를 평가했다. 이들의 결과를 표 2에 나타낸다.
- [0257] [실시에 5]
- [0258] 40질량부의 액상 에폭시 수지 B, 10질량부의 에폭시 수지 G, 5질량부의 잠재성 경화제 A, 20질량부의 아크릴 수지, 25질량부의 메타크릴산 변성 에폭시 수지 B, 1질량부의 광 래디컬 발생제, 20질량부의 충전재, 1질량부의 커플링제를 달톤 믹서로 혼합 후, 3개 롤을 사용하여 충분히 혼련하여, 페이스트 액상의 액정 실링제를 얻었다. 액정 실링제의 점도를 전술한 바와 마찬가지로의 방법으로 측정했다. 액정 실링제의, E형 점도계(2.5rpm)에 의한 25℃에서의 점도는 300Pa·s이었다.
- [0259] 또한, 액정 실링제의 2) 점도 안정성, 4) 디스펜스 도포성, 5) 스크린 인쇄 도포성에 관해서는 전술한 바와 마찬가지로 측정 및 평가했다. 또한, 액정 실링제의 3) 내누출성, 6) 액정 표시 패널의 표시 특성, 7) 실링 관찰 및 8) 접착 강도를 이하와 같이 하여 평가했다. 이들의 결과를 표 2에 나타낸다.
- [0260] 3) 내액정 누출성(내누출성)
- [0261] 액정 실링제에 추가로 5 μ m의 구상 스페이서를 1질량부 첨가하고 탈포 처리하여, 스페이서를 포함하는 액정 실링제를 얻었다. 이 액정 실링제를 옐로우 램프 하에서 디스펜스용 실린지에 충전했다. 추가로, 디스펜스 장치(히타치플랜트테크놀로지사제)를 사용하여, 360mm×470mm의 액정 표시 패널용 유리 기판(니혼덴키가라스사제)

상에 35mm×40mm 모서리의 사각형 실링 패턴(단면적 3500 μm^2)을 50개 제작했다. 묘화 속도는 100mm/s로 했다. 50개 실링 패턴 각각의 외주에, 상기와 같은 조건으로 추가로 실링 패턴을 제작하여, 2중 틀의 실링 패턴을 얻었다.

- [0262] 유리 기관의 실링 패턴의 내측에, 접합시킨 후의 패널 내용량에 상당하는 액정 재료(MLC-11900-000: 메르크사제)를 디스펜스 장치(히타치플랜트테크놀로지사제)를 사용하여 정밀하게 적하였다.
- [0263] 전술한 유리 기관과, 대향하는 유리 기관을, 진공 접합 장치(신에쓰엔지니어링사제)를 사용하여 5Pa의 감압 하에서 겹쳐 합쳤다. 접합시킨 2장의 유리 기관을 차광 박스 내에서 3분간 유지 후, 2000mJ/cm²의 자외선을 조사하여 가경화시키고, 이어서 120℃에서 60분 가열하여 경화시켰다.
- [0264] 얻어진 액정 표시 패널의 실링 패턴 직선성(실링 라인의 직선성)을 이하의 방법으로 평가했다. 실링 라인의 직선성은 내누출성의 지표가 된다.
- [0265] 실링 라인의 최대 폭과 최소 폭의 비율(%) = (실링 라인의 최소 폭/실링 라인의 최대 폭)×100
- [0266] 상기 비율이 95% 이상: ◎(우수함)
- [0267] 상기 비율이 80% 이상 95% 미만: ○(약간 우수함)
- [0268] 상기 비율이 80% 미만: ×(뒤떨어짐)
- [0269] 실링 라인 내에 액정이 들어가 있는 것에 관해서는, 내누출성이 뒤떨어지기 때문에 ×로 했다.
- [0270] 6) 액정 표시 패널의 표시 특성
- [0271] 투명 전극 및 배향막을 부착한 40mm×45mm 유리 기관(EHC사제, RT-DM88-PIN) 상에, 디스펜서(쑤트마스터: 무사시 엔지니어링제)를 사용하여 액정 실링제의 35mm×40mm의 사각형 실링 패턴(단면적 3500 μm^2)(메인 실링)을 묘화했다. 또한, 이 메인 실링의 외주에, 메인 실링과 닮은 형의 실링 패턴을 묘화했다. 이어서, 접합시킨 후의 패널 내용량에 상당하는 액정 재료(MLC-11900-000: 메르크사제)를 디스펜서를 사용하여 메인 실링의 틀 내에 정밀하게 적하였다.
- [0272] 이 유리 기관에, 짝이 되는 유리 기관을 감압하에서 접합시킨 후, 대기 개방하여 차광 박스 내에서 3분간 유지했다. 그 후, 접합시킨 유리 기관에 2000mJ/cm²의 자외선을 조사했다. 이어서, 접합시킨 유리 기관을 120℃에서 1시간 가열하고, 실링 패턴을 경화시켜 액정 표시 패널을 얻었다.
- [0273] 이 액정 표시 패널을 70℃, 95% RH에서 500시간 방치하여, 방치 전후에 있어서의 실링부 주변의 액정에 생기는 색 얼룩을 육안으로 관찰했다. 이 액정 표시 패널을 직류 전원 장치를 사용하여 5V의 인가 전압으로 구동시켰다. 이때의 액정 실링제 근방의 액정 표시 기능이 구동 초기부터 정상으로 기능하는지 아닌지로, 액정 표시 패널의 표시 특성을 평가했다. 평가 기준은 이하와 같이 했다.
- [0274] 실링 시까지 액정 표시 기능을 발휘할 수 있는 경우: 표시 특성이 양호(기호 ◎)
- [0275] 실링 시의 근방 0.3mm 미만에서 표시 기능의 이상을 발견한 경우: 표시 특성이 뒤떨어짐(기호 △)
- [0276] 실링 시의 근방 0.3mm를 초과하여 표시 기능의 이상을 발견한 경우: 표시 특성이 현저히 뒤떨어짐(기호 ×)
- [0277] 7) 실링의 관찰
- [0278] 상기 3)에서 조제한 액정 실링제(구상 스페이서 포함 액정 실링제)를 사용하여, 스크린판으로 25mm×45mm 두께 0.7mm의 무알칼리 유리판 상에 직경 1mm 원 형상의 실링 패턴을 도포했다. 다음으로, 짝이 되는 무알칼리 유리판을 십자로 겹쳐 합쳐서 고정했다. 이 겹쳐 합쳐서 고정된 2장의 유리판에 자외선 2000mJ/cm²를 조사한 후, 120℃에서 60분 가열하여 접합시켰다. 접합시킨 2장의 유리판(이하, 「시험편」이라고 함)을 25℃, 습도 50%의 항온조에 24시간 보관했다. 보관 후의 실링 상태를 육안 및 광학 현미경으로 관찰했다.
- [0279] 실링의 상태를 이하와 같이 평가했다.
- [0280] 육안으로 유출 및 공극 있음: ×(뒤떨어짐)
- [0281] 육안으로 약간의 공극 또는 유출 있음: △(약간 뒤떨어짐)

- [0282] 육안으로 공극 및 유출은 없지만, 광학 현미경 관찰로 실링 분리 있음: ○(좋음)
- [0283] 육안으로 공극 및 유출은 없고, 또한 광학 현미경 관찰로 실링 분리 없음: ◎(우수함)
- [0284] 8) 접착 강도
- [0285] 7)의 항온조로부터 꺼낸 시험편의 평면 인장 강도(접착 강도)를 인장 시험 장치(인테스코제)를 사용하여 측정했다. 인장 속도는 2mm/분으로 했다. 접착 강도는 이하와 같이 평가했다.
- [0286] 접착 강도가 15MPa 이상: ◎(우수함)
- [0287] 접착 강도가 7MPa 이상 15MPa 미만: △(약간 뒤떨어짐)
- [0288] 접착 강도가 7MPa 미만: ×(뒤떨어짐)
- [0289] [실시에 6 내지 10]
- [0290] 표 2에 나타내는 조성으로 한 것을 제외하고는 실시예 5와 마찬가지로 하여 액정 실링제를 얻었다. 또한, 실시예 5와 마찬가지로 액정 실링제를 평가했다. 이들의 결과를 표 2에 나타낸다.
- [0291] [비교예 1 내지 6]
- [0292] 표 3에 나타내는 조성으로 한 것을 제외하고는 실시예 1과 마찬가지로 하여 액정 실링제를 얻었다. 또한, 실시예 1과 마찬가지로 액정 실링제를 평가했다. 이들의 결과를 표 3에 나타낸다.
- [0293] [비교예 7 내지 12]
- [0294] 표 3에 나타내는 조성으로 한 것을 제외하고는 실시예 5와 마찬가지로 하여 액정 실링제를 얻었다. 또한, 실시예 5와 마찬가지로 액정 실링제를 평가했다. 이들의 결과를 표 3에 나타낸다.

표 2

구분/	OH/에폭시/이 크릴				실시에					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
에폭시 수지 A (실량부)	지반중/2/3/0									
에폭시 수지 B (실량부)	지반중/2/4/0	75	90	80	40	40			50	50
에폭시 수지 C (실량부)	지반중/2/2/0									
에폭시 수지 D (실량부)	지반중/1/3/0									
에폭시 수지 E (실량부)	지반중/0/2/0									
에폭시 수지 F (실량부)	지반중/1/2/0									
에폭시 수지 G (실량부)	지반중/0/30/상/0	15	10							
완제성 경화제 A (실량부)		10	10	20	5	5	5	5	5	5
완제성 경화제 B (실량부)		20								
완제성 경화제 C (실량부)		2	2	2	2					
아크릴 수지 (실량부)					20	20	20	20	20	20
변성 에폭시 수지 A (실량부)	지반중/2/2/1				25	25	60	35	25	25
변성 에폭시 수지 B (실량부)	지반중/1/1/1									
광 레디컬 개시제 (실량부)					1	1	1	1	1	1
충전제 (실량부)		30	30	30	20					
에폭시 변성 입자 (실량부)		10	10	10	10					
커플링제 (실량부)		1	1	1	1	1	1	1	1	1
용제 (실량부)		8	10	4	5					
배달의 체조 방식		주입	주입	주입	적하	적하	적하	적하	적하	적하
점도 (Pa · s)		50	55	40	45	300	280	275	285	270
점도 안정성		△	◎	△	◎	△	◎	△	◎	△
내수축성		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
디스펜스 도포성		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
스크린 인쇄성		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
표시 특성		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
실린 관찰 (육안 및 광학 현미경)		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
적착 강도 (MPa)		22	25	18	29	19	18	18	16	18
T _g (°C)		118	110	-	-	-	125	-	-	122

표 3

구분	비교예											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
에폭시 수지 A (실링부)	1											
에폭시 수지 B (실링부)												
에폭시 수지 C (실링부)					75							40
에폭시 수지 D (실링부)						75						40
에폭시 수지 E (실링부)	75		75				40	20	30			
에폭시 수지 F (실링부)		65		65				20		15		
에폭시 수지 G (실링부)	15	25	15	25	15	15	10	10	5	15	10	10
점착성 경화제 A (실링부)	10	10		10	10	10	5	5	5	5	5	5
점착성 경화제 B (실링부)												
점착성 경화제 C (실링부)	2	2	2	2	2	2						
이크릴 수지 (실링부)							20	20	20	20	20	20
변성 에폭시 수지 A (실링부)							25	25	45	45	25	25
변성 에폭시 수지 B (실링부)							1	1	1	1	1	1
변성 에폭시 수지 C (실링부)												
광레디컬 개시제 (실링부)							1	1	1	1	1	1
총린제 (실링부)	30	30	30	30	30	30						
에폭시 변성 인자 (실링부)	10	10	10	10	10	10						
카탈리스트 (실링부)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
용제 (실링부)	8	20	4	15	8	8						
페닐의 체조 변성												
점도 (Pa · s)	40	55	45	60	50	55	적하	적하	적하	적하	적하	적하
점도 안정성	◎	△	◎	◎	△	◎	◎	◎	◎	◎	△	◎
내누출성	X	◎	X	◎	X	◎	○	○	◎	◎	◎	◎
디스펜스도 특성	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
스크린 인쇄성	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
표시 특성	X	△	X	△	△	X	X	X	X	△	△	X
실링 관찰 (육안 및 광학 현미경)	△	◎	X	◎	△	◎	◎	△	◎	△	◎	◎
점착 강도 (MPa)	17	8	19	10	8	15	19	12	18	11	9	17

[0296]

[0297] 실시예 1 내지 10에서는, 액정 표시 패널의 고온 고습 조건 하에서의 표시 특성이 모두 우수한 것을 알 수 있다.

[0298] 또한, 실시예 5와 6, 실시예 9와 10의 비교로부터, 액정 실링제에 포함되는 에폭시 수지의 1분자 중에 포함되는 에폭시기의 수가 많으면, 그의 경화물의 점착 강도가 높아지는 경향을 볼 수 있다. 에폭시 수지에 포함되는 에폭시기는 유리 기판 표면의 작용기와 반응하여 점착성이 높아지기 때문이라고 생각된다.

[0299] 이에 비해, 비교예 1 내지 12에서는, 액정 표시 패널의 고온 고습 조건 하에서의 양호한 표시 특성을 나타내는 것이 없었다. 예를 들면, 에폭시 수지 C를 포함하는 액정 실링제를 사용한 비교예 5에서는, 액정 표시 패널의 고온 고습 조건 하에서의 표시 특성이 낮은 것을 알 수 있다. 액정 실링제 경화물의 내누출성이 낮기 때문이라고 생각된다. 비교예 6과 12에서는, 액정 표시 패널의 표시 특성이 낮은 것을 알 수 있다. 비교예 6과 12의 액정 실링제는, 방향족 에폭시 수지 D를 많이 포함하는 점에서, 그의 경화물의 유연성이 낮아져서 실링성이 저

하했기 때문이라고 생각된다. 비교예 1, 3, 7 및 8에서는, 액정 표시 패널의 표시 특성 및 내누출성이 낮은 것을 알 수 있다. 비교예 1, 3, 7 및 8의 액정 실링제는, 하이드록실기를 포함하지 않는 에폭시 수지 E, 또는 에폭시 수지 G를 포함하여, 액정에 용해되기 쉬워졌기 때문이라고 생각된다.

[0300] 본 출원은, 2008년 9월 30일 출원된 일본 특허출원 제2008-253612호에 근거한 우선권을 주장한다. 상기 출원 명세서 및 도면에 기재된 내용은 전부 본원 명세서에 인용된다.

[0301] [산업상 이용 가능성]

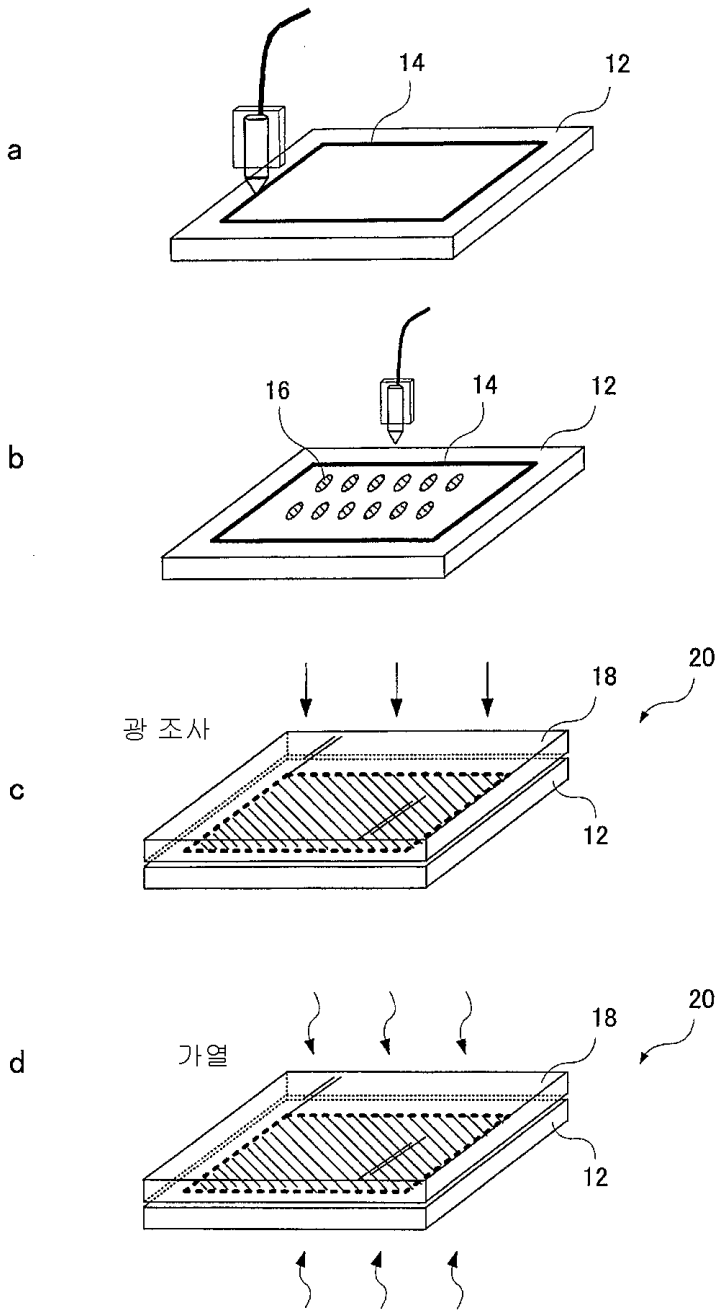
[0302] 본 발명의 액정 실링제는 경화물의 가교 밀도가 높고, 경화성이 우수하다. 또한, 본 발명의 액정 실링제의 경화물을 실링 부재(액정 실링부)로서 적용하면, 실링 부재의 변형이나 액정의 실링 부재로의 누출이 없어, 표시 신뢰성이 우수한 액정 패널을 제공할 수 있다. 이 때문에, 본 발명의 액정 실링제는 액정 표시 패널의 제조에 적합하다.

부호의 설명

- [0303] 12, 18: 기관
- 14: 실링 패턴
- 16: 액정
- 20: 적층체
- 22: 액정 주입용 셀
- 22A: 주입구

도면

도면1



도면2

