



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년04월09일
(11) 등록번호 10-1134635
(24) 등록일자 2012년04월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 3/10 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0096655

(22) 출원일자 2009년10월12일

심사청구일자 2009년10월12일

(65) 공개번호 10-2011-0039699

(43) 공개일자 2011년04월20일

(56) 선행기술조사문헌

US5656685 A

JP05295087 A

(73) 특허권자

금호석유화학 주식회사

서울특별시 종로구 새문안로 76, 금호아시아나 본
관 (신문로1가)

(72) 발명자

손기인

서울특별시 광진구 자양변영로3길 20-9 (자양동)

박주현

충청남도 천안시 서북구 월봉4로 120-16, 월봉일
성아파트 506동 1001호 (쌍용동)

조규원

충청남도 아산시 신창면 온천대로 984, 코아루에
듀파크아파트 103동 402호

(74) 대리인

김창영

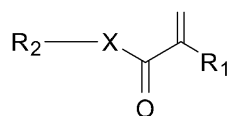
전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 이옥주

(54) 발명의 명칭 액정 표시 소자용 실란트 조성물

(57) 요약

하기 화학식(1)의 모노머를 포함하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물이 개시된다.



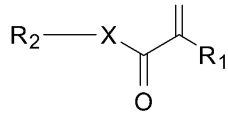
(1)

(상기 화학식 (1)에서, X는 O, S 또는 NH이고, R₁은 H 또는 CH₃이며, R₂는 C₂₋₃₀의 알코올기이다.)

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식(1)으로 표시되는 모노머를 포함하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.



(1)

(상기 화학식(1)에서, X는 O, S 또는 NH이고, R₁은 H 또는 CH₃이며, R₂는 C₂₋₃₀의 알코올기이다.)

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 R₂는 에틸렌 글리콜, 글리세린, 소르비톨, 트리 메틸올 프로판, (폴리)프로필렌글리콜, 1,3-프로판 디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 폴리에틸렌 글리콜, 모노(메트)아크릴레이트, 트리 메틸올에탄, 트리 메틸올프로판으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나인 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

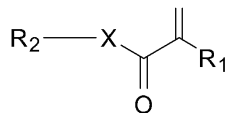
청구항 3

부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100 중량부;

하기 화학식(1)으로 표시되는 모노머 5 내지 30 중량부;

열경화제 1 내지 10 중량부; 및

광중합 개시제 1 내지 5 중량부를 포함하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.



(1)

(상기 화학식 (1)에서, X는 O, S 또는 NH이고, R₁은 H 또는 CH₃이며, R₂는 C₂₋₃₀의 알코올기이다.)

청구항 4

제3항에 있어서,

무기 충전제, 요변성 조절제 및 실란 커플링제 중 적어도 하나의 첨가제 10 내지 40 중량부를 더 포함하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

청구항 5

제3항에 있어서,

상기 변성 에폭시 수지의 점도가 1000 내지 15000cps인 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

청구항 6

제3항에 있어서,

상기 변성 에폭시 수지는 노블락형 에폭시 수지, 비페닐형 에폭시 수지, 나프탈렌형 에폭시 수지, 트리스 페놀 메탄형 에폭시 수지 및 비스페놀형 에폭시 수지로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 수지를 포함하는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

청구항 7

제3항에 있어서,

상기 열경화제는 이미다졸 계열, 디히드라지드 계열 및 아민 계열로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

청구항 8

제3항에 있어서,

상기 광중합 개시제는 벤조인계 화합물, 아세토페논류, 벤조페논류, 티옥산톤류, 안트라퀴논류, α -아실옥심에스테르류, 페닐글리옥시레이트류, 벤질류, 아조계 화합물, 티페닐술피드계 화합물, 아실포스핀옥시계 화합물, 유기 색소계 화합물 및 철-프탈로시아닌계 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

청구항 9

제4항에 있어서,

상기 요변성 조절제는 메틸 셀룰로오스, 메틸에틸 케톤 퍼옥사이드, 산화폴리에틸렌 왁스, 변성 폴리프로필렌 에멀전, 폴리아마이드 왁스, 유기(Organo) 클레이, 알킬 설페이트, 하이드록실 에틸셀룰로오스, 하이드록실 산 에스테르류, 폴리비닐 알코올, 폴리디메틸 실록산, 불포화 카르복실산 모노머류, 수산화 카르복실산 아마이드류, 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 알칼리 토금속 수산화물류 및 알칼리 토금속 탄산염류로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 액정 표시 소자용 실란트 조성물.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 실란트 조성물에 관한 것으로서, 경화성 수지와 무기물의 분산안정성을 도모하여 경화시간을 단축하고, 저장안정성이 우수하며, 액정에 대한 오염성이 적고, 경화 후 접착강도가 우수한 액정 표시 소자용 실란트 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 평판 표시장치(FPD)의 일종인 액정 표시장치(LCD)는 2개의 기판 및 상기 2개의 기판 사이에 개재되는 액정을 포함한다. 2개의 기판 사이에 액정을 개재시키기 위해서는 2개의 기판 중에서 어느 1개의 기판 가장자리에 실란트 조성물을 도포하고 상기 2개의 기판을 합착한 다음, 상기 실란트 조성물을 경화시켜야 한다. 그런데, 경화공정도중 또는 완료 후에 상기 실란트 조성물 또는 그 경화물이 상기 액정과 직접 접촉하게 되므로, 상기 경화공정은 신속하게 수행되어야 하고, 아울러 상기 실란트 조성물 또는 그 경화물이 액정으로 용출되지 않아야 한다. 또한, 외력에 대한 액정 표시장치의 신뢰성 향상을 위해 상기 경화물은 강한 접착 강도를 가질 필요가 있다.

[0003] 액정표시 셀의 대형화 및 양산화를 위해 광경화, 열경화 병용법이 사용되고 있고, 에폭시 부분 아크릴레이트 수지를 사용하는 접착제가 사용된다. 대형화 공정에 소요되는 시간을 단축하기 위해 사용되는 광경화, 열경화 병용 실란트 조성물을 사용한 액정 적하 공법은 한쪽의 투명 기판에 실란트 조성물 패틴을 형성하고, 내측에 액정을 적하하고, 다른 한쪽의 투명 기판을 겹쳐 밀봉하는 액정표시 셀의 제조방법이다. 하지만 최근 상기 액정 적하 공법에서는 액정과 미경화 상태의 실란트 조성물의 상호 접촉이 일어나 실란트 조성물의 성분이 액정으로 용출되어 액정의 액정 오염을 발생시키는 문제점이 발생되고 있다.

발명의 내용

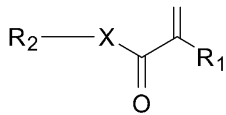
해결 하고자하는 과제

[0004] 본 발명은 분산안정성이 우수한 액정 표시 소자용 실란트 조성물을 제공한다.

과제 해결수단

[0005] 본 발명의 일 실시예에 따른 액정 표시 소자용 실란트 조성물은 하기 화학식(1)의 모노머를 포함한다.

화학식 1



[0006]

[0007] 상기 화학식 1에서, X는 O, S 또는 NH이고, R₁은 H 또는 CH₃이며, R₂는 C₂₋₃₀의 알코올기이며, 바람직하게는 에틸렌 글리콜, 글리세린, 소르비톨, 트리 메틸올 프로판, (폴리)프로필렌글리콜, 1,3-프로판 디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 폴리에틸렌 글리콜, 모노(메트)아크릴레이트, 트리 메틸올에탄, 트리 메틸올프로판으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나이다.

효과

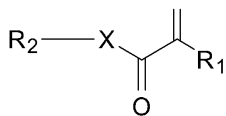
[0008] 본 발명에 따르면, 경화성 수지와 무기물의 분산안정성을 도모하여 경화시간을 단축하고, 저장안정성이 우수하며, 액정에 대한 오염성이 적고, 경화 후 접착강도가 우수한 액정 표시 소자용 실란트 조성물을 얻을 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0009] 이하, 본 발명의 일 실시예에 따른 액정 표시 소자용 실란트 조성물에 대하여 상세히 설명하도록 한다.

[0010] 상기 액정 표시 소자용 실란트 조성물에는 하기 화학식(1)의 모노머를 포함한다.

[0011] [화학식 1]



[0012]

[0013] 상기 화학식 1에서, X는 O, S 또는 NH이고, R₁은 H 또는 CH₃이며, R₂는 C₂₋₃₀의 알코올기이며, 바람직하게는 에틸렌 글리콜, 글리세린, 소르비톨, 트리 메틸올 프로판, (폴리)프로필렌글리콜, 1,3-프로판 디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 폴리에틸렌 글리콜, 모노(메트)아크릴레이트, 트리 메틸올에탄, 트리 메틸올프로판으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나이다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에 따른 액정 표시 소자용 실란트 조성물은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 함유하는 변성 에폭시 수지[이하, 부분 (메타)아크릴레이트 변성 에폭시 수지라 함], 상기 화학식(1)의 모노머, 열경화제, 광중합 개시제, 무기 충전제, 및 요변성 조절제 및 실란 커플링제를 포함한다.

[0015] 본 발명의 일 실시예에 따른 액정 표시 소자용 실란트 조성물은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100중량부에 대하여, 상기 화학식(1)의 모노머 5 내지 30 중량부, 열경화제 1 내지 10 중량부, 광중합 개시제 1 내지 5 중량부, 및 무기 충전제, 요변성 조절제 및 실란 커플링제 등을 포함하는 첨가제 10 내지 40 중량부를 포함한다.

[0016] 상기 변성 에폭시 수지는 열경화 및 광경화에 의하여 경화될 수 있다.

[0017] 상기 부분 (메타)아크릴레이트 변성 에폭시 수지로서는, 노블락형 에폭시 수지, 비페닐형 에폭시 수지, 나프탈렌형 에폭시 수지, 트리스 페놀 메탄형 에폭시 수지, 비스페놀형 에폭시 수지 등이 사용될 수 있다. 상기 에폭시 수지는 단독으로 또는 둘 이상의 조합으로 사용될 수 있다.

[0018] 상기 부분 (메타)아크릴레이트 변성 에폭시 수지로서 점도가 1000 내지 15000cps인 수지가 사용될 수 있으며, 바람직하게는 5000 내지 10000 cps인 수지가 사용된다. 합성 전 에폭시 수지의 점도를 조절함으로써 부분 (메타)아크릴레이트 변성 에폭시 수지의 점도 조절이 가능하다.

- [0019] 상기 열경화제로는 낮은 온도에서는 경화가 일어나지 않고 고온에서 경화가 일어나는 잠재성 열경화제를 사용하는 것이 바람직하다. 잠재성 열경화제로는 이미다졸형, 디히드라지드형, 아민형의 열경화제가 사용될 수 있다. 특히, 제조되는 액정 표시 소자의 액정의 오염을 방지하고, 기관과의 접착력 향상을 위하여 디히드라지드형 경화제를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0020] 상기 이미다졸 형 경화제의 구체적인 예로서, 2-메틸이미다졸, 1,2-디메틸이미다졸, 1-시아노에틸-2-메틸이미다졸, P-0505(시코쿠 코퍼레이션제품) 등을 들 수 있다. 또한, 상기 디히드라지드계 경화제의 구체적인 예로서 아미큐어 VDH, 아미큐어 UDH(아지노모토사제품), ADH, SDH, DDH, IDH(오즈카화학사제품), NDH(일본히드라진 공업사제품)등을 들 수 있다. 또한, 아민형의 경화제의 구체적인 예로서, 아미큐어 PN-23, 아미큐어 PN-H, 아미큐어 PN-31, 아미큐어 PN-40, 아미큐어 PN-23J, 아미큐어 PN-31J, 아미큐어 PN-40J, 아미큐어 MY-24, 아미큐어 MY-H, 아미큐어 MY-HK-1, 아미큐어 AH-203, 아미큐어 AH-300, 아미큐어 AH-154, 아미큐어 AH-163(아지노모토사제품) 등을 들 수 있다. 상기 열경화제의 함량은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100중량부에 대하여 1 내지 10 중량부이다.
- [0021] 상기 광중합 개시제로서는 벤조인계 화합물, 아세토페논류, 벤조페논류, 티옥산톤류, 안트라퀴논류, α -아실옥심에스테르류, 페닐글리옥시레이트류, 벤질류, 아조계 화합물, 티페닐술피드계 화합물, 아실포스핀옥시계 화합물, 유기 색소계 화합물, 철-프탈로시아닌계 화합물 등을 사용할 수 있다. 구체적으로는, 벤조페논, 2,2-디에톡시아세토페논, 벤질, 벤조일이소프로필에테르, 벤질디메틸케탈, 1-히드록시시클로헥실페닐케톤, 티오크산톤 등을 사용 수 있다. 상기 광중합 개시제의 함량은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100중량부에 대하여 1 내지 5 중량부이다. 상기 광중합 개시제로서 사용될 수 있는 화합물들은 단독으로 또는 둘 이상의 조합으로 사용될 수 있다.
- [0022] 상기 무기 충전제로서 실리카 또는 탈크 등의 충전제를 사용할 수 있다. 또한 상기 충전제로서 입자의 최대 크기는 $5\mu\text{m}$ 이하인 것이 사용된다. 최대 입자의 크기가 $5\mu\text{m}$ 를 초과하면 액정 표시 소자의 상하판 글래스 접착시 셀 갭이 유지되지 않아 불량률의 원인이 된다. 바람직하게는 $2\mu\text{m}$ 이하의 평균입경을 갖고 및 입자 분포가 균일한 무기 충전제를 사용한다.
- [0023] 상기 무기 충전제의 종류는 크게 한정되지는 않지만 상기 무기 충전제는 예를 들면 실리카, 규조토, 알루미늄나, 산화아연, 산화철, 산화마그네슘, 산화주석, 산화티탄, 수산화 마그네슘, 수산화 알루미늄, 탄산마그네슘, 황산바륨, 석고, 규산칼슘, 탈크, 유리 비드, 견운모, 활석백토, 벤토나이트, 질화알루미늄, 질화규소, 티탄산칼륨, 제올라이트, 칼시아, 마그네시아, 페라이트 등을 포함한다. 상기 무기 충전제들은 단독으로 또는 둘 이상의 조합으로 사용될 수 있다.
- [0024] 상기 무기 충전제의 함량은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100중량부에 대하여 10 내지 40 중량부이다. 무기 충전제의 함량이 50 중량부를 초과하면 실란트 조성물의 점도가 지나치게 상승하는 문제점이 있다.
- [0025] 한편, 상기 무기 충전제와 더불어 유기 충전제가 사용될 수도 있다. 상기 무기 충전제와 병용하여 사용될 수 있는 유기 충전제로서는 메타크릴산 메틸, 폴리스티렌 및 이와 공중합이 가능한 모노머들의 공중합체를 들 수 있다.
- [0026] 상기 기타 첨가제로서는 요변성 조절제(Thixotropic Agent) 및 실란 커플링제 외에도 광개시 촉진제, 레벨링제, 점도조절제, 계면활성제, 가소제, 자외선 흡수제 등이 추가로 사용될 수 있다.
- [0027] 상기 요변성 조절제로서는 메틸 셀룰로오스, 메틸에틸 케톤 퍼옥사이드, 산화폴리에틸렌 왁스, 변성 폴리프로필렌 에멀전, 폴리아마이드 왁스, 유기(Organo) 클레이, 알킬 셀레이트, 하이드록실 에틸셀룰로오스, 하이드록실 산 에스테르류, 폴리비닐 알코올, 폴리디메틸 실록산, 불포화 카르복실산 모노머류, 수산화 카르복실산 아마이드류, 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 알칼리 토금속 수산화물류, 알칼리 토금속 탄산염류 등이 사용될 수 있다.
- [0028] 또한, 전술한 첨가제 외에 평균 입자의 크기가 100nm 이하인 무기 입자를 첨가제로서 사용할 수 있다. 예를 들어, 무기 충전제로 사용될 수 있는 미세 실리카, 제올라이트, 알루미늄나, 스테아린산 알루미늄, 수산화알루미늄, 운모, 벤토나이트 등을 소량 사용할 수 있다.
- [0029] 조성물 내에 포함되는 상기 첨가제들의 총 함량은 부분적으로 (메타)아크릴레이트기를 포함하는 변성 에폭시 수지 100중량부에 대하여 10 내지 40 중량부이다.

[0030] 이하에서는 구체적인 실시예들을 들어 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다. 그러나 하기 실시예들에 의하여 본 발명의 기술 사상이 한정되는 것은 아니다.

[0031] 실시예

[0032] 실시예 1

[0033] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 65g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 6g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제 20g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0034] 실시예 2

[0035] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 66g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 5g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0036] 실시예 3

[0037] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 64g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 3g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0038] 실시예 4

[0039] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 63g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 2g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0040] 실시예 5

[0041] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 66g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 5g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 12g와 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0042] 실시예 6

[0043] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 67g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 4g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 12g와 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0044] 실시예 7

[0045] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 68g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 3g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0046] 실시예 8

[0047] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 69g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 2g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0048] 실시예 9

[0049] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 65g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 5g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 4g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0050] 실시예 10

[0051] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 67g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 4g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 2g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0052] 실시예 11

[0053] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 68g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 3g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 1g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0054] 실시예 12

[0055] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 69g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 2g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 3g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 1g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0056] 실시예 13

[0057] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 66g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 5g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasel사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 3g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 1g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0058] 실시예 14

[0059] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 67g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 4g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 3g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 1g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0060] 실시예 15

[0061] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 68g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 3g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 3g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 1g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0062] 실시예 16

[0063] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 69g, 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머 2g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 12g과 Aerosil 200(테구사 제품) 8g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 3g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 1g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0064] **비교예**

[0065] 비교예 1

[0066] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 69g, 광중합 개시제 3g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0067] 비교예 2

[0068] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 71g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0069] 비교예 3

[0070] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 66g, M121(Mirammer 121M, 미원상사 제품) 5g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0071] 비교예 4

[0072] 부분 (메타)아크릴레이트 에폭시 수지 61g, M121(Mirammer 121M, 미원상사 제품) 10g, 광중합 개시제 2g, 무기충진제로서 SP-15(Osaka kasei사 제품) 10g과 Aerosil 200(테구사 제품) 10g, 실란 커플링제 3g, 열경화제로서 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품) 2g와 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품) 2g을 배합하고, 3-롤 밀로 충분히 밀링한 후, 자전 공전 탈포기로 진공 탈포 처리하여 실란트 조성물을 수득하였다.

[0073] 실시예 1 내지 16 및 비교예 1 내지 4에서 실란트 조성물을 수득하기 위하여 배합한 조성을 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

	레진			필러		PI	커플링제	경화제	
	R _A	R _B	R _C	F _A	F _B	TPO	실란화합물	C _A	C _B
실시예 1	32.5	32.5	6	10	10	2	3	2	2
실시예 2	33	33	5	10	10	2	3	2	2
실시예 3	32	32	3	10	10	2	3	2	2
실시예 4	31.5	31.5	2	10	10	2	3	2	2
실시예 5	33	33	5	12	8	2	3	2	2
실시예 6	33.5	33.5	4	12	8	2	3	2	2
실시예 7	34	34	3	12	8	2	3	2	2
실시예 8	34.5	34.5	2	12	8	2	3	2	2
실시예 9	32.5	32.5	5	10	10	2	4	2	2
실시예 10	33.5	33.5	4	10	10	2	2	2	2
실시예 11	34	34	3	10	10	2	1	2	2
실시예 12	34.5	34.5	2	10	10	2	3	3	1
실시예 13	33	33	5	12	8	2	3	3	1
실시예 14	33.5	33.5	4	12	8	2	3	3	1
실시예 15	34	34	3	12	8	2	3	3	1
실시예 16	34.5	34.5	2	12	8	2	3	3	1
비교예 1	34.5	34.5		10	10	3	3	2	2
비교예 2	35.5	35.5		10	10	2	3	2	2
비교예 3	33	33	M121*5g	10	10	2	3	2	2
비교예 4	30.5	30.5	M121*10g	10	10	2	3	2	2

[0074]

[0075] 상기 표 1에서, 모든 단위는 g이다. 레진(resin, 수지)으로는 R_A, R_B, R_C를 혼합하여 사용하였는데, R_A는 비스페놀 A-디글리시딜(diglycidyl) 화합물로 (메타)아크릴레이트기와 에폭시기의 몰비가 1:1인 부분 (메타)아크릴레이트 화합물이고, R_B는 비스페놀 A-디글리시딜 화합물로 에폭시기 없이 (메타)아크릴레이트기만을 갖는 화합물이며, R_C는 하이드록시 에스터 (메타)아크릴레이트 모노머이다. 필러(filler, 무기충진제)로는 F_A 및 F_B를 혼합하여 사용하였는데, F_A는 SP-15(Osaka kasei사 제품)이고, F_B는 Aerosil 200(테구사 제품)이다. PI(photo initiator, 광중합개시제)로는 TPO(Iracure TPO, Ciba사 제품)를 사용하였다. 커플링제로 사용된 실란 화합물은 Z-6040(다우코닝사 제품)이다. 열경화제로는 C_A 및 C_B를 혼합하여 사용하였는데, C_A는 MDH(Malonic acid dihydrazide, 알드리치사 제품)이고, C_B는 Amicure UR(에어 프러덕트사 제품)이다.

[0076] 실란트 조성물의 특성 평가

[0077] 접착력 평가

[0078] 상기 실시예 1 내지 16 및 비교예 1 내지 4에서 수득한 실란트 조성물을 각각 세정한 ITO 유리기판(삼성코닝정밀유리 제품)의 중앙부에 도포하고, 동일한 유리기판을 그 위에 겹쳐 놓았다. UV경화(2000mJ/cm²)한 후에 열경화(120℃, 30min)하여 접착강도 측정용 시편을 제작하였다. 각각의 시편에 대하여 인장강도계를 사용하여 접착력을 평가하여, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0079] PCT(Pressure Cooker Test)

[0080] 상기 접착력 평가를 위하여 제작한 접착강도 측정용 시편을 121℃, 100%R.H., 2atm의 조건에서 6 시간 동안 보

관한 후, 각각의 시편에 대하여 인장강도계를 사용하여 접착력을 평가하여, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0081] 액정오염성(T_{N-1})

[0082] 상기 실시예 1 내지 16 및 비교예 1 내지 4에서 수득한 실란트 조성물 각 1g을 취하여 앰플 병에 넣고, 이어서 액정 1g을 상기 앰플 병에 넣은 후 1 시간 동안 방치하였다. UV경화($2000\text{mJ}/\text{cm}^2$)한 후에 열경화(120°C , 30min)하고, DSC측정장치를 사용하여 승온 속도 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 각각의 샘플에 대한 T_{N-1} 값 및 블랭크 액정의 T_{N-1} 값을 측정하였다. 각 샘플의 T_{N-1} 값이 블랭크 액정의 T_{N-1} 값에 가까울수록 액정에 대한 오염이 적은 것이므로, 0.5°C 이상의 값의 변화가 있는 경우에 불량으로 평가하였고, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

[0083] 저장안정성

[0084] 상기 실시예 1 내지 16 및 비교예 1 내지 4에서 수득한 실란트 조성물을 실온에서 2 주 동안 보관한 후, 스핀들 점도계로 점도를 측정하였다. 2 주 후의 점도를 초기 점도와 비교하였을 때, 변화율이 100% 이내인 경우 양호, 100% 초과인 경우 불량으로 평가하였으며, 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

	결과값			
	접착력	PCT	T_{Ni}	저장안정성
실시예 1	1.6	1.7	양호	양호
실시예 2	1.8	1.8	양호	양호
실시예 3	1.6	1.6	양호	양호
실시예 4	1.4	1.3	양호	양호
실시예 5	1.6	1.6	양호	양호
실시예 6	1.3	1.2	양호	양호
실시예 7	1.2	1.2	양호	양호
실시예 8	1.0	1.1	양호	양호
실시예 9	2.0	2.3	양호	양호
실시예 10	1.2	1.1	양호	양호
실시예 11	0.9	1.0	양호	양호
실시예 12	1.2	1.4	양호	양호
실시예 13	1.5	1.7	양호	양호
실시예 14	1.4	1.6	양호	양호
실시예 15	1.4	1.5	양호	양호
실시예 16	1.3	1.5	양호	양호
비교예 1	1.1	1.0	양호	양호
비교예 2	1.0	0.9	양호	양호
비교예 3	0.8	0.6	불량	불량
비교예 4	0.9	0.5	불량	불량

[0085]

[0086] 표 2를 참조하면, 본 발명의 실시예를 통하여 제조된 실란트 조성물이 비교예를 통하여 제조한 실란트 조성물과 비교하여 전반적으로 접착력이 우수하고, PCT조건 후의 접착력도 우수하며, 액정과 반응성도 적고, 저장안정성이 양호함을 확인할 수 있다.