

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4348180号
(P4348180)

(45) 発行日 平成21年10月21日(2009.10.21)

(24) 登録日 平成21年7月24日(2009.7.24)

(51) Int.Cl.

F I

GO2F 1/167 (2006.01)
 GO2F 1/15 (2006.01)
 GO2F 1/17 (2006.01)
 GO2F 1/1333 (2006.01)
 GO9F 9/00 (2006.01)

GO2F 1/167
 GO2F 1/15 506
 GO2F 1/15 507
 GO2F 1/17
 GO2F 1/1333

請求項の数 16 (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-512773 (P2003-512773)
 (86) (22) 出願日 平成14年7月9日(2002.7.9)
 (65) 公表番号 特表2004-536336 (P2004-536336A)
 (43) 公表日 平成16年12月2日(2004.12.2)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2002/021590
 (87) 国際公開番号 W02003/007066
 (87) 国際公開日 平成15年1月23日(2003.1.23)
 審査請求日 平成17年6月1日(2005.6.1)
 (31) 優先権主張番号 60/304,117
 (32) 優先日 平成13年7月9日(2001.7.9)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 500080214
 イー インク コーポレーション
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ O2
 138, ケンブリッジ, コンコード
 アベニュー 733
 (74) 代理人 100078282
 弁理士 山本 秀策
 (74) 代理人 100062409
 弁理士 安村 高明
 (74) 代理人 100113413
 弁理士 森下 夏樹
 (72) 発明者 ホルマン, マヴィン エム.
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ O1
 960, ビーボディ, アヴァロン ド
 ライブ 70

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 積層接着剤層を有する電気光学ディスプレイ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電気光学ディスプレイであって、該電気光学ディスプレイは、第1の基板および第2の基板、ならびに該第1の基板と第2の基板との間に配置された、積層接着剤層および固体電気光学材料の層を備え、該ディスプレイは、該積層接着剤層が、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、増減の規模が3倍より大きく変化しない、10で測定される体積抵抗率を有することを特徴とし、該積層接着剤層が、少なくとも1つの電極と該電気光学材料の層との間に配置され、該電極が、該電気光学材料の該層に電場を印加するよう配置されている、電気光学ディスプレイ。

【請求項 2】

10で測定される、前記積層接着剤の体積抵抗率が、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、増減の規模が2倍より大きく変化しないことを特徴とする、請求項1に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 3】

10で測定される、前記積層接着剤の体積抵抗率が、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、増減の規模が1.5倍より大きく変化しないことを特徴とする、請求項2に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 4】

前記積層接着剤層が、本質的に可塑剤を含まないことを特徴とする、請求項1～3のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

10

20

【請求項 5】

前記積層接着剤層が、示差走査熱量測定によって測定される場合、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、2ジュール/グラム以下の、前記材料の任意の相転移に関連するエンタルピー変化を示すことを特徴とする、請求項1～4のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 6】

前記積層接着剤層が、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、2未満の比誘電率変化を示すことを特徴とする、請求項1～5のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 7】

前記積層接着剤が、少なくとも2種の材料のブレンドを含有することを特徴とする、請求項1～6のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 8】

前記積層接着剤が、少なくとも2種の積層接着剤のブレンドを含有し、該少なくとも2種の積層接着剤の少なくとも1つは、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、増減の規模が3倍より大きく変化する、10 で測定される体積抵抗率を有することを特徴とする、請求項1～7のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 9】

前記積層接着剤が、少なくとも1種のポリウレタンを含有することを特徴とする、請求項1～8のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 10】

前記積層接着剤が、少なくとも2種のポリウレタンのブレンドを含有することを特徴とする、請求項9に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 11】

前記積層接着剤が、非イオンの安定化されたポリエステルベースのポリウレタンと、アニオンの安定化されたポリエステルベースのポリウレタンとのブレンドを含有することを特徴とする、請求項10に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 12】

前記積層接着剤が、10 で測定される場合、 3×10^{-10} cm以下の体積抵抗率を有することを特徴とする、請求項1～11のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 13】

前記電気光学材料が、回転二色性部材、エレクトロクロミック、カプセル化された液晶、またはマイクロセル電気泳動材料を含むことを特徴とする、請求項1～12のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 14】

前記電気泳動材料が、複数のカプセルを含む電気泳動材料を含むことを特徴とし、各カプセルが、カプセル壁および該カプセル壁内にカプセル化された内部相を備え、該内部相が、懸濁流体中に懸濁した荷電粒子を含み、該粒子は、該電気泳動材料への電場の印加の際に、該流体を通して移動し得る、請求項1～12のいずれか1項に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 15】

前記電気光学媒体の反対側であって、該電気光学媒体と前記2つの基板との間に配置された、2つの電極によって特徴付けられ、該電極の少なくとも1つおよび隣接する基板は、光透過性であり、その結果、該電気光学媒体が、該光透過性の基板および電極を通して観察され得る、請求項1に記載の電気光学ディスプレイ。

【請求項 16】

電気光学ディスプレイを調製するためのプロセスであって、該プロセスは、電気光学材料の層および第1の基板を備える第1のサブアセンブリを提供する工程、第2の基板を備える第2のサブアセンブリを提供する工程であって、該サブアセンブリの少なくとも1つ

10

20

30

40

50

が電極を備える、工程、ならびに該電気光学材料の層が該第1の基板と第2の基板との間に配置されるように、該2つのサブアセンブリを、積層接着剤層を使用して互いに積層させる工程によるプロセスであり、該プロセスは、該積層接着剤層が、25 および45%の相対湿度で1000時間保持された後に、増減の規模が3倍より大きく変化しない、10 で測定される体積抵抗率を有することを特徴とし、該積層接着剤層が、少なくとも1つの電極と該電気光学材料の層との間に配置され、該電極が、該電気光学材料の該層に電場を印加するよう配置されている、プロセス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

本発明は、電気光学ディスプレイおよびそのディスプレイにおいて使用するための接着剤組成物に関する。より具体的には、本発明は、機械的特性、電気的特性および化学的特性を含む特性を有する接着剤組成物に関する。これらの特性は、これらの接着剤組成物を電気光学ディスプレイにおける使用にとって特に適切にし、そしてこのようなディスプレイの製造を容易にし、それらの有用な寿命を増大させる。本発明の接着剤組成物はまた、電気光学ディスプレイ以外の適用において有用であり得る。

【0002】

電気光学ディスプレイは、電気光学材料（本明細書中で、当該分野における通常の意味で使用され、少なくとも1つの光学特性が異なる第1および第2の表示状態を有する材料であって、この材料は、この材料への電場の印加によって、その第1の表示状態からその第2の表示状態へと変化する、材料をいう用語）の層を備える。光学特性は、代表的に、ヒトの目に知覚される色であるが、別の光学特性（例えば、光学透過、反射率、発光、または機械読み取りを意図されるディスプレイの場合には、可視範囲外の電磁波長の反射率の変化という意味での、擬似的な色）であり得る。

20

【0003】

本発明の電気光学ディスプレイは、代表的に、電気光学材料が固体外表面を有するが、この材料は、内部に液体またはガスを充填した空間を有し得、そしてしばしば有するという意味において固体である電気光学材料、およびこのような電気光学材料を用いてディスプレイを組み立てるための方法を含む。固体電気光学材料を用いるこのようなディスプレイは、本明細書中でこれ以降、都合上、「固体電気光学ディスプレイ」として言及される。従って、用語「固体電気光学ディスプレイ」は、カプセル化された電気泳動ディスプレイ、マイクロセル電気泳動ディスプレイおよびカプセル化された液体クリスタルディスプレイを含む。

30

【0004】

電気光学ディスプレイの1つの型は、例えば、米国特許第5,808,783号、同第5,777,782号および同第5,760,761号に記載されるような、回転二色性（rotating bichromal）部材型である（この型の電気光学媒体は、しばしば、「回転二色性ボール」媒体と称されるが、用語「回転二色性部材」が好ましい。なぜなら、この媒体のいくつかのバージョンにおいて、回転する部材が球状ではないからである）。

40

【0005】

電気光学媒体の別の型は、エレクトロクロミック媒体であり、例えば、少なくとも部分的に半導体金属酸化物で形成された電極、およびこの電極に付着される、可逆的な色変化を起こし得る複数の色素分子を含む、ナノクロミック（nanochromic）フィルムの形態のエレクトロクロミック媒体である；例えば、O'Regan, B.ら、Nature 1991, 353, 737；およびWood, D. Information Display, 18(3), 24(2002年3月)を参照のこと。Bach, U.ら、Adv. Mater., 2002, 14(11), 845もまた参照のこと。この型のナノクロミックフィルムはまた、例えば、国際出願公開番号WO98/35267およびWO01/27690、ならびに同時継続中の特許出願番号第60/365,368；同第

50

60/365, 369; 同第60/365, 385および60/365, 365(全て2002年3月18日出願)、ならびに出願番号第60/319, 279; 同第60/319, 280; および同第60/319, 281(全て2002年5月31日出願)に記載されている。

【0006】

電気光学ディスプレイの別の型(これは、多年にわたって、熱心な研究および開発の対象となっている)は、粒子ベースの電気泳動ディスプレイであり、ここで、複数の荷電粒子が、電場の影響下で、懸濁流体を通して移動する。電気泳動ディスプレイは、液晶ディスプレイと比較して、良好な輝度およびコントラスト、広い視角、状態の二安定性、ならびに低い電力消費の性質を有し得る。それにもかかわらず、これらのディスプレイの長期の画質に関する問題は、これらが広範に利用されることを妨げている。例えば、電気泳動ディスプレイを構成する粒子は、沈降する傾向があり、これらのディスプレイに対する不十分な耐用年数を生じる。

【0007】

Massachusetts Institute of Technology(MIT)およびE Ink Corporationに譲渡されたか、またはそれらの名義である、カプセル化された電気泳動媒体を記載する多くの特許および出願が、最近公開されている。このようなカプセル化された媒体は、多数の小さなカプセルを含み、これらのカプセルの各々自体が、液体懸濁媒体に懸濁した電気泳動可動粒子を含有する内部相、およびこの内部相を囲むカプセル壁を含む。代表的に、これらのカプセル自体が、ポリマー結合剤内に保持されて、2つの電極間に位置する干渉層を形成する。この型のカプセル化された媒体は、例えば、以下：米国特許第5,930,026号；同第5,961,804号；同第6,017,584号；同第6,067,185号；同第6,118,426号；同第6,120,588号；同第6,120,839号；同第6,124,851号；同第6,130,773号；同第6,130,774号；同第6,172,798号；同第6,177,921号；同第6,232,950号；同第6,241,921号；同第6,249,271号；同第6,252,564号；同第6,262,706号；同第6,262,833号；同第6,300,932号；同第6,312,304号；同第6,312,971号；同第6,323,989号；同第6,327,072号；同第6,376,828号；同第6,377,387号；同第6,392,785号；同第6,392,786号；および同第6,413,790号；米国特許出願番号第2001-0045934；同第2002-0018042；同第2002-0019081；同第2002-0021270；同第2002-0053900；および同第2002-0060321；ならびに国際出願公開番号WO 97/04398；WO 98/03896；WO 98/19208；WO 98/41898；WO 98/41899；WO 99/10767；WO 99/10768；WO 99/10769；WO 99/47970；WO 99/53371；WO 99/53373；WO 99/56171；WO 99/59101；WO 99/67678；WO 00/03349；WO 00/03291；WO 00/05704；WO 00/20921；WO 00/20922；WO 00/20923；WO 00/26761；WO 00/36465；WO 00/36560；WO 00/36666；WO 00/38000；WO 00/38001；WO 00/59625；WO 00/60410；WO 00/67110；WO 00/67327；WO 01/02899；WO 01/07691；WO 01/08241；WO 01/08242；WO 01/17029；WO 01/17040；WO 01/17041；WO 01/80287；およびWO 02/07216に記載されている。

【0008】

上記の特許および出願の多くは、カプセル化された電気泳動媒体において不連続なマイクロカプセルを囲む壁が、連続相によって交換され得、これによって、いわゆるポリマー分散型電気泳動ディスプレイ(このディスプレイにおいて、電気泳動媒体は、電気泳動流

10

20

30

40

50

体の複数の不連続な液滴およびポリマー材料の連続相を備える)を作製すること、ならびにこのようなポリマー分散型電気泳動ディスプレイ内の電気泳動流体の不連続な液滴は、不連続なカプセル膜が各個々の液滴に付随していない場合でさえも、カプセルまたはマイクロカプセルとみなされ得ることを認識する;例えば、WO 01/02899、第10頁、第6行~第19行を参照のこと。国際出願PCT/US 02/06393もまた参照のこと。

【0009】

カプセル化された電気泳動ディスプレイは、代表的に、従来の電気泳動デバイスのクラスター化および沈降による故障モードを起こさず、そしてさらなる利点(例えば、広範な種々の可撓性基板および剛性基板上に、ディスプレイを印刷またはコーティングする能力)を提供する(用語「印刷」の使用は、全ての形態の印刷およびコーティングを包含することが意図され、予め計量されたコーティング(例えば、パッチダイコーティング、スロットコーティングまたは押出しコーティング、スライドコーティングまたはカスケードコーティング、カーテンコーティング);ロールコーティング(例えば、ナイフオーバーロールコーティング、順転ロールコーティングおよび反転ロールコーティング);グラビアコーティング;浸漬被覆;スプレーコーティング;メニスカスコーティング;スピンコーティング;ブラシコーティング;エアナイフコーティング;シルクスクリーン印刷プロセス;静電印刷プロセス;熱印刷プロセス;インクジェット印刷プロセス;ならびに他の類似の技術が挙げられるが、これらに限定されない)。従って、得られるディスプレイは、可撓性であり得る。さらに、ディスプレイ媒体は、(種々の方法を使用して)印刷され得るので、ディスプレイ自体が、安価に作製され得る。

【0010】

電気泳動ディスプレイの関連する型は、いわゆる「マイクロセル電気泳動ディスプレイ」である。マイクロセル電気泳動ディスプレイにおいて、荷電粒子および懸濁流体はマイクロカプセル内にカプセル化されないが、その代わりキャリア媒体(代表的に、ポリマーフィルム)内に形成された複数の空洞内に保持される。例えば、国際出願公開番号WO 02/01281および公開された米国出願番号第2002-0075556を参照のこと(両方ともSipix Imaging, Inc.に譲渡されている)。

【0011】

他の型の電気光学材料(例えば、ポリマー分散型の液晶)もまた、本発明のディスプレイにおいて使用され得る。

【0012】

電気光学材料の層に加えて、電気光学ディスプレイは、通常、電気光学材料の反対側に配置される少なくとも2つの他の層を備え、これらの2つの層の一方は、電極層である。このようなディスプレイの大部分において、両方の層が、電極層であり、そしてこれらの電極層の一方または両方が、パターン化されて、ディスプレイのピクセルを規定する。例えば、1つの電極層は、細長い列の電極にパターン化され得、そして他方は、列の電極に対して直角に延びる、細長い行の電極にパターン化され得、ピクセルは、これらの行電極と列電極との交点によって、規定される。あるいは、そしてより通常には、1つの電極層は、単一の連続電極の形態を有し、そして他の電極層は、ピクセル電極(これらの各々が、ディスプレイの1つのピクセルを規定する)の行列にパターン化される。ディスプレイとは別体の、スタイラス、プリントヘッドまたは類似の可動電極と共に使用することが意図された、別の型の電気光学ディスプレイにおいて、電気光学層に隣接する層の一方のみが電極を構成し、そして電気光学層の反対側の層は、代表的に、可動電極が電気光学層を損傷することを防止することが意図された、保護層である。

【0013】

三層電気化学的ディスプレイの製造は、通常、少なくとも1回の積層操作を包含する。例えば、上記MITおよびE Inkの特許および出願のうちのいくつかにおいて、カプセル化された電気泳動ディスプレイを製造するためのプロセスが記載されており、このプロセスにおいて、カプセル化された電気泳動媒体(これは、結合剤中にカプセルを含む)

が、可撓性基板（これは、プラスチックフィルム上に、インジウムスズ酸化物または類似の導電性コーティング（これは、最終的なディスプレイの1つの電極として働く）を備える）上にコーティングされ、カプセル/結合剤コーティングが乾燥されて、基板に強固に接着した電気泳動媒体の干渉層を形成する。別に、ピクセル電極のアレイおよびこれらのピクセル電極を駆動回路に接続するための適切な配置の導体を備える、バックプレーン（後平面）が調製される。最終的なディスプレイを形成するために、カプセル/結合剤層をその上に有する基板が、積層接着剤を使用して、バックプレーンに積層される（非常に類似のプロセスを使用して、バックプレーンを単純な保護層（例えば、プラスチックフィルム）（この上で、スタイラスまたは他の可動電極がスライドし得る）で置き換えることによって、スタイラスまたは類似の可動電極と共に使用可能な電気泳動ディスプレイを調製し得る）。このようなプロセスの1つの好ましい形態において、バックプレーン自体が可撓性であり、そしてピクセル電極および導体をプラスチックフィルムまたは他の可撓性基板上に印刷することによって、調製される。このプロセスによってディスプレイを大量生産するための、明らかな積層技術は、積層接着剤を使用するロール積層である。類似の製造技術は、他の型の電気光学ディスプレイと共に使用され得る。例えば、ミクロセル電気泳動媒体または回転二色性部材媒体は、カプセル化された電気泳動媒体と実質的に同じ様式においてバックプレーンに積層され得る。

【0014】

上記のプロセスにおいて、バックプレーンへの、電気光学層を有する基板の積層は、減圧積層法（vacuum lamination）によって有利に実施され得る。減圧積層法は、積層される2つの材料の間から空気を追い出す際に効果的であり、従って、最終的なディスプレイにおいて所望でない気泡を回避する；このような気泡は、ディスプレイ上に生じた画像に所望でないアーチファクトを導入し得る。（以下に議論されるように、複数の成分のブレンドによって最終的な積層接着剤を産生することが所望され得る。これが実施される場合、ブレンドする間に生じた気泡を分散させるために、使用する前に、いくらかの時間ブレンドした混合物を静置させることは有利であり得る。）しかし、この様式における電気光学ディスプレイの2つの部分の減圧積層法は、（特に、カプセル化された電気泳動媒体を用いるディスプレイの場合において）積層接着剤を使用する際にストリンジェントな要件を課す。積層接着剤は、電気光学層を、積層される層（代表的に電極層）に結合するために十分な接着強度を有さなければならない。この積層接着剤は、高品質の積層を確実にする積層温度で、適度な流体特性を有さなければならない。これに関して、カプセル化された電気泳動媒体およびいくつかの他の型の電気光学媒体を積層することの要求は、通常困難であり；この積層は、約110℃以下の温度で実施されてきた。なぜなら、この媒体は、損傷を伴わずには実質的により高い温度に曝露され得ないが、この接着剤のフローは、カプセルを含む層の、比較的平らでない表面（この表面は、カプセルを下敷きにすることによって不揃いにされる）に対処しなければならない。この積層温度は、実際、可能な限り低く維持されるべきであり、そして室温での積層が理想的であるが、このような室温での積層が可能な市販の接着剤は見出されていない。積層接着剤は、ディスプレイ中の他の全ての材料と化学的に適合性でなければならない。溶剤ベースの積層接着剤は回避されるべきである；（これは、文献に記載されていないようである）積層後の接着剤に残った任意の溶剤は、電気光学媒体中への所望でない混入物を導入する強い傾向を有することが見出されている。

【0015】

電気光学ディスプレイにおいて使用される積層接着剤は、種々の電氣的基準を満たさなければならない。このことは積層接着剤の選択にかなりの問題を導入することにもまた見出されている。積層接着剤の製造業者は、当然、このような接着剤の特性（例えば、接着の強度および積層温度）を、接着剤がその主要な適用（代表的には、積層ポリマーフィルムおよび類似のフィルムを含む）において十分に機能するように調整することを確実にするかなりの努力をしている。しかし、このような適用において、積層接着剤の電氣的特性は関連がなく、従って、製造業者はこのような電氣的特性に留意しない。実際に、本発明者ら

10

20

30

40

50

は、同じ市販の積層接着剤の異なるバッチの間の特定の電気特性において、（数倍までの）実質的なバリエーションを観察した。なぜなら、おそらく製造業者は、積層接着剤の非電気的特性（例えば、細菌増殖への抵抗性）を最適化することを試みており、そして電気的特性において生じる変化について少しも関心がないからである。

【0016】

しかし、積層接着剤が通常、電極（この電極は、電気光学媒体の電気的狀態を変化させるために必要とされる電場を印加する）の間に配置される電気光学ディスプレイにおいて、この接着剤の電気特性が重要となる。電気技師に理解されるように、積層接着剤の体積抵抗率が重要となる。なぜならば、電気光学媒体を横切る電圧低下が、積層接着剤を横切る電圧低下を差し引いた、電極を横切る電圧降下に本質的に等しいからである。接着剤層の抵抗性があまりにも高い場合、実質的な電圧低下がこの接着剤層内で生じ、電極を横切る電圧の増加を必要とする。この様式において、電極を横切る電圧を増加させることは、望ましくない。なぜなら、このことは、ディスプレイの電力消費を増加させ、そして関与する増加した電圧を取り扱うために、より複雑かつ高価な制御回路を使用することを必要とし得るからである。他方で、ディスプレイを横切って連続的に延びる接着剤層が、アクティブマトリックスディスプレイにおけるように電極のマトリックスと接触する場合、接着剤層の体積抵抗率は、低すぎるべきではないか、または連続的な接着剤層を通る電流の横方向の電導が、隣接する電極間での所望でないクロストーク（cross-talk）を引き起こし得る。また、大部分の材料の体積抵抗率は温度上昇と共に迅速に低下するので、接着剤層の体積抵抗率が低すぎる場合、実質的に上記の室温でのディスプレイの性能は不利に影響される。これらの理由のために、任意の所定の電気光学媒体を用いるための、積層接着剤の抵抗率値には最適な範囲が存在し、この範囲は電気光学媒体の抵抗性とともに変化する。カプセル化された電気泳動媒体の体積抵抗率は、代表的に、約 10^{10} cmであり、そして他の電気光学媒体の体積抵抗率は、通常、同じ桁である。従って、積層接着剤の体積抵抗率は、通常、ディスプレイの操作温度（代表的には、約 20°C ）で、 $10^8 \sim 10^{12}$ cm、好ましくは、 $10^9 \sim 10^{11}$ cmであるべきである。

【0017】

電気光学ディスプレイにおいて使用される電気光学媒体の体積抵抗率と積層接着剤の体積抵抗率との間には関連があるべきであることが明らかであり得るが、本発明者らは、電気光学ディスプレイの操作において観察された他の問題（以前は理解されていなかった）が、積層接着剤の電気特性および関連する特性に寄与することを発見した。例えば、以前に議論されたうちの大部分（正確には、電気光学ディスプレイにおける使用のための積層接着剤に対しての異なる要件）を満たし得る市販材料の数は小さいが、実際には、少数の水分散性ポリウレタンエマルジョン（主にポリエステルベースのウレタンエマルジョン）は、必須の特性の大部分を有するようであることが発見された。しかし、ディスプレイが最初に生産されたとき、これらの材料は十分に機能するが、得られたディスプレイは、室温でのかなりの時間（数百の桁の時間）にわたって操作されたか、または同じ時間保管された後、ディスプレイの機能はかなり劣化する。この劣化は、電気光学媒体（特に、積層接着剤が最も厚い領域）の白色状態の反射率の減少、およびゆっくりとしたスイッチングまたは不完全なスイッチングとして、最初に現われる；積層接着剤の厚みはディスプレイを横切って変動し得る。なぜなら、例えば、カプセル化された電気泳動媒体におけるような非平面電気光学層（ここで、球状または楕円状のカプセルが平面からの変動を導入する）に起因して、そして/あるいはディスプレイ中の電極マトリックスを産生するために通常使用される製造プロセスに電極マトリックス上の非平面表面を生じるからの両方である。この劣化は、より低い温度（ 10°C 以下）にて、そして時間と共に増加し、その結果、長期間後、ディスプレイ全体のスイッチングが室温にて影響される。この時間に伴う光学的性能の劣化は、ディスプレイの耐用年数の限定における重要な要因である。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明者らは、性能における上記の劣化が、少なくとも一部は、積層接着剤の体積抵抗率の変化によって引き起こされること、そしてその抵抗率が時間と共に大きく変化しない接着剤を使用することによって、電気泳動ディスプレイのこの性能の劣化が低減もしくは排除され、そしてこのようなディスプレイの耐用年数が増加することを発見した；類似の効果が、他の型の電気光学ディスプレイにおいて生じるようである。このような接着剤の使用はまた、ディスプレイの光状態における改善された反射率によって明示されるように、低温でのディスプレイの性能を改善することを見出している。

【0019】

従って、1つの局面において、本発明は、時間と共に迅速に変化しない光学特徴を有する電気光学ディスプレイを提供することを試みており、その結果、このディスプレイは、改善された作動寿命を有する。

10

【0020】

電気光学ディスプレイにおいて発生することが知られているが、以前に説明されていない他の問題としては、以下が挙げられる：明示されるように、ディスプレイが、とりわけディスプレイのコントラスト比（ディスプレイの2つの極端な光学状態の相対的な反射率または光の透過）における温度上昇に伴う低減によって最初に生成される場合でさえ、温度上昇に伴うディスプレイの性能の劣化、湿度上昇に伴うディスプレイの性能の類似の劣化、および「自己消却（self-erasing）」として公知の現象。例えば、Ota, I.ら、「Developments in Electrophoretic Displays」、Proceedings of the SID、18、243（1977）（ここで、自己消却が、カプセル化されていない電気泳動ディスプレイにおいて報告された）を参照のこと。特定の電気泳動ディスプレイを横切って印加される電圧が切られる場合、この電気泳動媒体は、その光学状態を逆転し得、そしていくつかの場合には、作動電圧よりも大きくあり得る逆転電位は、電極を横切って生じることが観察され得る。（本発明は、この考えによって決して限定されないが）自己消却現象は、ディスプレイの種々の構成要素間の電気的特性における不一致に起因するようである。明らかに、自己消却は、自己消却が、ディスプレイの所望の光学状態を逆転する（またはさもなければ、グレースケールディスプレイの場合には、歪める）点で、非常に所望されない。これらの問題の全てが、種々の環境条件での積層接着剤の電気的特性における変化に、少なくとも一部は寄与し得ること、そしてその全てが、使用される積層接着剤の特性の注意深い選択によって低減または排除され得ることが見出されている。

20

30

【0021】

従って、本発明はまた、電気光学媒体に悪影響を及ぼさない比較的低温での電気光学ディスプレイの積層において使用され得る積層接着剤を提供することを試みる。

【0022】

本発明はまた、最適な機械的特性を有する積層接着剤を用いて電気光学ディスプレイを提供することを試みる。

【0023】

本発明はまた、最適な電気的特性を有する積層接着剤を用いて電気光学ディスプレイを提供することを試みる。

40

【0024】

まとめると、本発明は、電気光学ディスプレイにおける使用に最も適切な製造特性、機械的特性、電気的特性、環境特性、化学的特性および一時的安定特性の組み合わせを有する積層接着剤を提供することを試みる。

【0025】

本発明はまた、この積層接着剤を、電気光学ディスプレイ中の積層接着剤としての使用に非常に適切にする特性を有する、新規のポリウレタン組成物を提供することを試みる。

【0026】

従って、1つの局面において、本発明は、第1の基板および第2の基板、ならびに第1の基板と第2の基板との間に配置された積層接着剤層および固体電気光学材料の層を備え

50

る電気光学ディスプレイを提供する。この積層接着剤層は、25 および45%の相対湿度にて1000時間維持された後に、増減の規模が3倍より大きく変化しない、10で測定される体積抵抗率を有する。本発明のこの形態は、簡便さのために、本明細書中以降で、「抵抗安定性」発明といわれ得る。

【0027】

本発明はまた、電気光学ディスプレイを調製するためのプロセスを提供する。このプロセスにおいて、電気光学層および第1基板を備える第1サブアセンブリ、ならびに第2基板を備える第2サブアセンブリが提供され、少なくとも1つのサブアセンブリは、電極を備える。この2つのサブアセンブリは、積層接着剤を使用して互いに積層され、その結果、この電気光学層は、第1基板と第2基板との間に配置され、この積層接着剤は、10にて測定されるある体積抵抗率を有し、この体積抵抗率は、25 および45%の相対的湿度にて1000時間維持された後に、増減の規模が3倍より大きくは変化しない。

【0028】

本発明はまた、第1および第2の基板、ならびに第1基板と第2基板との間に配置された積層接着剤層および固体電気光学材料層を備える、電気光学ディスプレイを提供する。この積層接着剤は、以下の特定のうち任意の1以上を有する：

(a) 10にて測定されるある体積抵抗率を有し、この体積抵抗率は、25 および45%の相対的湿度にて1000時間維持された後に、増減の規模が3倍より大きく変化しない；

(b) 少なくとも21b/インチの積層接着剤と接触した電極材料からの、ある剥離強度を有する；

(c) 積層接着剤の体積抵抗率は、10～90%の相対湿度範囲内かつ10～50の温度範囲にわたって、増減の規模が10倍未満で変化する；

(d) 積層接着剤は、10～20 μ mの範囲の厚さを有する；

(e) 積層接着剤は、120にて、1メガパスカル以下の剪断弾性係数を有する；

(f) 積層接着剤の誘電率と体積抵抗率との積が、10～90%の相対湿度範囲内かつ10～50の温度範囲にわたる、電気光学媒体の誘電率と体積抵抗率との積以下である；

(g) 紫外線安定剤を含む；

(h) 光吸収材料を含む。

【0029】

本発明はまた、電気光学ディスプレイを調製するためのプロセスを提供する。このプロセスにおいて、電気光学層および第1基板を備える第1サブアセンブリ、ならびに第2基板を備える第2サブアセンブリが提供され、少なくとも1つのサブアセンブリは、電極を備える。この2つのサブアセンブリは、積層接着剤を使用して互いに積層され、その結果、この電気光学層は、第1基板と第2基板との間に配置され、この積層接着剤は、上記の段落(a)～(h)において列挙された特性のうち、任意の1以上を有する。

【0030】

本発明はまた、第1および第2の基板、ならびに第1基板と第2基板との間に配置された積層接着剤層および固体電気光学材料層を備える、電気泳動ディスプレイを提供する。この電気泳動材料は、複数のカプセルを含み、各々のカプセルは、カプセル壁およびカプセル壁内にカプセル化された内部相を備え、この内部相は、懸濁流体中に懸濁され、そして電気泳動材料への電場の印加の際にこの流体を介して移動し得る、荷電した粒子を含む。この積層接着剤は、以下の特定のうち任意の1以上を有する：

(i) 積層接着剤の誘電率と体積抵抗率との積が、この懸濁流体の誘電率と体積抵抗率との積の増減の規模が0.01～100倍である；

(j) 10～50の温度範囲内の懸濁流体の誘電率に対する積層接着剤の誘電率の比が、25にて、この比から2%以上変化しない；

(k) 10～50の温度範囲内の懸濁流体の誘電率に対する積層接着剤の誘電率の比が、25にて、この比から増減の規模が100倍以上で変化しない；

(1) 積層接着剤中の懸濁流体の溶解度が、10 ~ 50 の温度範囲にわたって、1重量%を越えない；

(m) 可動の種を実質的に含まない。

【 0 0 3 1 】

本発明はまた、電気泳動ディスプレイを調製するためのプロセスを提供する。このプロセスにおいて、第1基板を備える第1サブアセンブリおよび複数のカプセルを含む電気泳動媒体が提供され、各々のカプセルは、カプセル壁およびカプセル壁内にカプセル化された内部相を備え、この内部相は、懸濁流体中に懸濁され、そして電気泳動材料への電場の印加の際にこの流体を介して移動し得る、荷電した粒子を含む。第2基板を備える第2サブアセンブリもまた提供され；これらのサブアセンブリの少なくとも1つは電極を備える。この2つのサブアセンブリは、積層接着剤を使用して互いに積層され、その結果、この電気光学層は、第1基板と第2基板との間に配置され、この積層接着剤は、上記の段落(i) ~ (m) において列挙された特性のうち、任意の1以上を有する。

【 0 0 3 2 】

最後に、本発明は、マイクロセル電気泳動ディスプレイを提供し、このディスプレイは、形成された複数の閉空洞を有する基板を備え、この空洞は、懸濁流体中に懸濁され、そして電気泳動材料への電場の印加の際にこの流体を介して移動し得る、複数の荷電した粒子を含む電気泳動媒体によって少なくとも部分的に満たされ、このマイクロセル電気泳動ディスプレイは、さらに、少なくとも1つの電極、およびこの空洞と電極との間に配置された積層接着剤の層をさらに備える。この積層接着剤は、上記の段落(a) ~ (m) において列挙された特性のうち、任意の1以上を有する。

【 0 0 3 3 】

本発明の種々の局面を詳細に記載する前に、積層接着剤が電気光学ディスプレイの製造において使用されるプロセスをより詳細に説明することが所望されるとみなされる。すでに説明したように、代表的なプロセスにおいて、2つのサブアセンブリが最初に製造され、1つのサブアセンブリは、電気光学層および第1基板を備え、そして第2のサブアセンブリは、第2基板を備え；これらのサブアセンブリの少なくとも1つ、そして代表的にはこれら両方が、電極を備える。また、すでに示されているように、アクティブマトリックスディスプレイを製造するために使用される、このようなプロセスの1つの一般的形態において、1つのサブアセンブリは、基板、単一の連続(「共通」)電極(この電極は、複数のピクセルそして代表的にはディスプレイの全体にわたって広がる)および電気光学層を備えるが、第2のアセンブリ(通常、「バックプレーン(b a c k p l a n e)」といわれる)は、基板、ピクセル電極のマトリックス(これは、ディスプレイの個々のピクセルを規定する)ならびにディスプレイを駆動する(すなわち、ディスプレイ上に所望の画像を提供するために必要な光学状態へと、種々のピクセルを切り替える)ために必要とされる電位をピクセル電極上に発生させるために使用される、非線形デバイス(代表的には、薄いフィルムトランジスタ)および他の回路を備える。積層接着剤は、第1サブアセンブリと第2サブアセンブリとの間に提供され、そしてこれらのサブアセンブリと一緒に接着して、最終的なディスプレイを形成する。

【 0 0 3 4 】

理論的には、必要な物理的特性および機械的特性を有する積層接着剤を見出せば、例えば、別個のロールから3つの構成要素を供給し、そしてロールからロールへの基礎原料(r o l l t o r o l l b a s i s)で積層を実施することによって、2つのアセンブリおよび積層接着剤を一緒にして、単一の作業でディスプレイを形成し得る。しかし、当該分野の現在の水準では、これは実用的ではなく、そして通常、積層接着剤は、2つのサブアセンブリのうち一方に最初に適用され、そしてその後サブアセンブリ/接着剤の組み合わせが他方のサブアセンブリに積層されて、最終的なディスプレイを形成する。この積層接着剤は、いずれかのサブアセンブリに適用され得るが、一般に、電気光学媒体を含むサブアセンブリに適用されることが好ましい。すでに言及したように、特定の電気光学媒体は、剛性基板または可撓性基板上に、印刷技術またはコーティング技術によって適

用され得、従って、可撓性基板（例えば、ポリマー性フィルム）に、ロールからロールのプロセスによって安価に適用され得る。この様式で可撓性基板へと電気光学媒体をコーティングし、次いでこの電気光学媒体を積層接着剤および剥離シート（release sheet）で覆うことによって、広範な種々のバックプレーンへの積層に適切な部分を生成するために、所望の場合、次いで切断され得る、いわゆる「フロントプレーン（front plane）積層」を提供する。現在の技術水準では、ほとんどのバックプレーンは、コーティングのためにはあまり簡便でない個々のシートの形態である剛性基板上に調製されるので、積層接着剤をバックプレーンに適用することは、あまり簡便ではない（が、本発明は、この可能性を排除しない）。

【0035】

どのサブアセンブリが積層接着剤を受けるかにかかわらず、接着剤適用プロセスには、2つの主要なバリエーション（すなわち、直接的プロセスおよび間接的プロセス）が存在する。以下により詳細に記載されるように、積層接着剤は、代表的に、実際の積層の前に実質的な固体へと（溶媒もしくは分散剤の除去、またはいくつかの他の形態の硬化のいずれかによって）転換される必要がある、液体または半固体の溶液または分散物として供給される。直接的プロセスにおいて、積層接着剤は、1つのサブアセンブリへと直接的に適用され、そしてこのサブアセンブリ上で固体層に転換される。間接的プロセスにおいて、積層接着剤は、剥離シートに適用され、この剥離シート上で固体層に転換され、次いで、代表的には、熱および/または圧力を使用して、1つのサブアセンブリへと転換される。最後に、この剥離シートは、他のサブアセンブリへの最終的な積層の前に、積層接着剤の固体層から除去される。多くの市販の積層接着剤は、比較的可動の種（例えば、有機溶媒および/または遊離モノマー）（これは、接着剤が適用されるサブアセンブリに依存して、バックプレーンの電気光学媒体または回路のいずれかに有利に影響を与え得る）を含むので、一般に、間接的方法は、直接的方法よりも好ましい。積層接着剤がなお剥離シート上に存在したままで、これらの比較的可動の種が乾燥または類似のプロセスによって除去されるのを可能にすることによって、間接的プロセスは、これらの比較的揮発性の材料をバックプレーンの電気光学媒体または回路に接触させることの悪影響を回避する。

【0036】

本発明の好ましい積層プロセスを、例示のみとして、添付の図面の図1を参照してここで記載する。図1は、以下に言及するように、本発明のプロセスにおいて使用される1つのサブアセンブリ（フロントプレーン（前平面）積層、すなわちFPL）を通る模式断面であり、このサブアセンブリは、基板、導電性層、電気光学層および接着剤層を備え、このサブアセンブリは、このサブアセンブリが第2のサブアセンブリに積層される前の、このプロセスの中間段階にて例示されている。

【0037】

図1に示されるフロントプレーン積層（一般に100と称する）は、光透過性基板110、光透過性電極層120、電気光学層130、積層接着剤層180および剥離シート190を備える；この剥離シートは、バックプレーンへのFPL100の積層に対して予備的な積層接着剤層180から除去されるプロセスの途中で示されている。

【0038】

基板110は、代表的に、透明プラスチックフィルム（例えば、7ミル（177 μm）のポリエチレンテレフタレート（PET）シート）である。（図1中の）基板110の下部表面（これは、最終的なディスプレイの表示表面を形成する）は、1以上のさらなる層（例えば、紫外線照射を吸収するための保護層、最終的なディスプレイへの酸素または湿気の進入を防止するための障壁層、およびディスプレイの光学特性を改善するための反射防止コーティング）（示さず）を有し得る。基板110の上部表面へのコーティングは、好ましくは酸化インジウム錫（ITO）（これは、最終的なディスプレイの一般的な表面電極（front electrode）として作用する）の薄い光透過性導電層120である。ITOでコーティングされたPETフィルムは、市販されている。

【0039】

電気光学層 130 は、代表的にはスロットコーティングによって、導電性層 120 上に沈着され、これら 2 つの層は、電機接触している。図 1 に示される電気光学層 130 は、カプセル化された電気泳動媒体であり、かつ微小カプセル 140 を含み、そしてこの微小カプセルの各々は、炭化水素ベースの懸濁流体 165 中に懸濁している、負に荷電した白色粒子 150 および正に荷電した黒色粒子 160 を含む。この微小カプセル 140 は、ポリマー性結合剤 170 内に保持されたままである。電気光学層 130 を越えた電場の印加の際に、白色粒子 150 は、正の電極へと移動し、そして黒色粒子 160 は、負の電極へと移動する。その結果、電気光学層 130 は、基板 110 を介してディスプレイを見る観察者にとって、導電性層 120 が、バックプレーン中の隣接するピクセル電極と比較して正であるか負であるかに依存して、白色または黒色に見える。

10

【0040】

FPL100 は、望ましくは、液体形態の積層接着剤 180 を、簡便にはスロットコーティングによってコーティングし、この接着剤を乾燥（またはさもなければ硬化）して固体層を形成し、次いでこの接着剤および剥離シートを電気光学層 130（これは、導電性層 120 を保有する基板 110 上に予めコーティングされている）に積層することによって、剥離シート 190 上に調製され；この積層は、熱ロール積層を使用して簡便にもたらされ得る（あるいは、あまり所望ではないが、この積層接着剤は、電気光学層 130 上に適用され得、そしてそこで、剥離シート 190 で覆われる前に乾燥またはさもなければ硬化され得る）。この剥離シート 190 は、簡便には 7 ミル（177 μm）のフィルムであり；使用される電気光学媒体の性質に依存して、剥離剤（例えば、シリコン）でこのフィルムをコーティングすることが所望され得る。図 1 に示されるように、剥離シート 190 は、FPL100 がバックプレーン（示さず）に積層されて最終的なディスプレイを形成する前に、積層接着剤 180 から剥がされるかまたは除去される。

20

【0041】

本発明における使用のための好ましい水性ポリウレタン分散物の場合（以下を参照のこと）、空气中 50 °C での 10 分間にわたる、剥離シート上のコーティングの乾燥によって、十分乾燥したコーティングが得られる。

【0042】

積層接着剤が使用されて本発明の電気光学ディスプレイを形成する方法をこのように概説してきたが、本発明者らはここで、今度は積層接着剤自体の好ましい特徴を詳細に記載する。すでに言及したように、本発明は、いくつかの局面を有し、そして本発明の任意の特定のディスプレイは、これらの局面の任意の 1 つ以上を取り込み得る。しかし、理解を容易にするため、本発明の以下の局面は、本明細書以降で別途記載される：

30

- (i) 保存安定性；
- (ii) 光遅効性および制御；
- (iii) 機械的特性；
- (iv) 電気的特性；および
- (v) 物理化学的特性。

【0043】

電気光学ディスプレイにおいて使用される積層接着剤についての最適な特性は、ディスプレイ中の電気光学媒体の正確な型に依存していくらか変化し、そして以下の議論が、全ての型の電気光学ディスプレイについてのこのような最適な特性の排他的なリストを特定することを意図しないことは、容易に明らかである。しかし、カプセル化された電気泳動ディスプレイ（ここで、荷電した粒子は、カプセル壁および（代表的には）ポリマー性結合剤によってそれ自体制限された内部相を介して移動する）の構造は、全ての電気光学ディスプレイに共通する要件に加えて、このようなカプセル化された電気泳動ディスプレイの要件において使用される積層接着剤を乱用する。特に、特定の最適な電気的特性は、以下に議論される最適な物理化学的特性のように、カプセル化された電気泳動ディスプレイに独特である。これに関して、ミクロセルが形成される材料に依存して、ミクロセル電気泳動ディスプレイは、代表的に、カプセル化された電気泳動ディスプレイと同じ要件を実

40

50

質的に強要する。なぜなら、両方の型の電気泳動ディスプレイは、同じ型の懸濁流体を使用し、そして、以下に議論するように、電気泳動ディスプレイについてのさらなる要件は、懸濁流体の特性と積層接着剤の特性との間の関係に関するからである。

【0044】

((i) 節：抵抗率安定性)

すでに言及したように、本発明者らは、時間がたつにつれた電気光学ディスプレイの性能における劣化が、少なくとも一部は積層接着剤の体積抵抗率の変化によって引き起こされ、ディスプレイの耐用年数が、その体積抵抗率が時間がたっても大きく変化しない積層接着剤の使用によって増加することを発見した。特に、積層接着剤は、10 で測定されるある体積抵抗率を有するべきであり、この体積抵抗率は、25 および45 %の相対的湿度にて1000時間維持された後に、増減の規模が3倍より大きくは変化しない。

10

【0045】

句「維持される」は、積層接着剤が、本発明のこの局面の要件に一致するかどうかを決定するための積層接着剤の試験において、この積層接着剤が妥当な時間内で特定の雰囲気によって平衡化されることを確実にするように注意を払わなければならないことを強調するために、故意に使用される。接着剤を厚い層において試験する場合、接着剤は、かなりの期間にわたって特定の雰囲気で平衡化されないかもしれないかもしれず、そして誤りを導く結果が得られ得る。このような誤りを導く結果は、より薄い層の接着剤を首尾よく試験し、そしてこれらの結果が矛盾しないことをチェックすることによって、回避され得る。十分に薄い層について、特定の期間にわたって特定の条件下で接着剤を保存するだけで十分である。

20

【0046】

(本発明者らは、このような考えによって決して制限されないが)多くの積層接着剤において経験される体積抵抗率の変化は、接着剤の部分的結晶化に起因し、そして上記で規定される抵抗率安定性試験を満たす接着剤は、実質的に結晶化しないと考えられる。ポリマー技術の当業者は、ポリマーの部分的または完全な結晶化が種々の状況において生じ、そしてしばしば、ポリマーの種々の物理化学的性質の実質的な変化を生じることを、当然知っている。しばしば、このような変化は、ポリマーに可塑剤を添加することによって、低減または排除され得る。しかし、可塑剤の添加は、通常、電気光学ディスプレイにおいて使用される積層接着剤においては実用的ではない。なぜなら、ほとんど全ての従来の可塑剤は、有機溶媒に対してかなりの親和性を有する低分子であり、そして積層接着剤へこのような材料を添加することは、その層の動作の際の悪影響を伴って、電気光学層への可塑剤の移動を生じる。積層接着剤中の可動の種を回避することの重要性については、以下の議論を参照のこと。

30

【0047】

すでに規定された抵抗率安定性試験と実質的に同じ結果を通常は実際に生じる、非結晶化についての代替的試験は、示差走査熱分析によって測定されるような、材料中の任意の相転移に関連するエンタルピーの変化(これは、25 および45 %の相対的湿度にて1000時間維持された後に、2ジュール/グラム以下である)であるか、または同じ保存期間後の2未満の誘電率の変化である。望ましくは、本発明において使用される積層接着剤は、3つ全ての試験を満たす。

40

【0048】

本ディスプレイおよびプロセスに使用される安定な抵抗率接着剤は、少なくとも原理的には単一の材料であり得、そして実際に下記において考察されるポリマーの注文設計によって、上記において考察されるように、電気光学ディスプレイにおける使用のための積層接着剤についての他の全ての要件と同様に、抵抗安定性要件を満たす積層接着剤を作製することが可能であり得る。しかし、今日まで、本発明者らは、それ自体が抵抗安定性要件および他の要件を満たすいずれの市販の接着剤も位置づけることができなかった。従って、本発明における使用のために現在好ましい接着剤は、2以上の材料のブレンドである。このようなブレンドは、1以上の積層接着剤および、それ自体は積層接着剤でない1以上のポリマー添加物を含み得る。しかし、最良の積層接着剤特性を得るために、使用される

50

ブレンドは、少なくとも2つの積層接着剤を含むことが好ましい。このようなブレンドは、不安定な抵抗率を有する第1の積層接着剤（しかし、その不安定な抵抗率を望ましくする他の特性を有する）および安定な抵抗率を有する第2の積層接着剤（しかし、第2の積層接着剤の他の特性（例えば、不適切な接着）が、第2の積層接着剤を単独で使用するには不適当にする）の混合物からなる。しかし、特定の安定な抵抗率ブレンドが、安定な抵抗率を有さない2以上の積層接着剤から形成され得ることが見出されており、そして現在好ましい接着剤混合物のいくつかは、この型である。

【0049】

安定な抵抗率ブレンドが、それらのそれぞれが個々には安定な抵抗率を保持しない2以上の積層接着剤から形成され得ることは奇妙に見え得る；しかし、これは、不安定な抵抗率が接着剤内の部分的な結晶化に関連すると考えられることおよびポリマーの部分的結晶化の現在の理解から説明可能である。本発明は、決してこの意見に限定されないが、ポリマー化学の当業者は、ポリマーの部分的結晶化がポリマー鎖に関する互いに整列される傾向（故にポリマー内に結晶領域を形成する）にあると考えている。2つのポリマー（その純粋形態の場合にそれらの両方ともこのような結晶の形成を生じやすいが、いくらか異なる化学構造を有する）がブレンドされる場合、ブレンド中に存在する2つの異なるポリマー鎖は、互いに干渉し得、ポリマーのいずれの型もその結晶領域を形成することを防止し、故にブレンドを結晶化しないようにする。

【0050】

明白であるべきであるように、本発明に使用される接着剤の体積抵抗率は、本ディスプレイの可使時間にわたって可能な限り安定であることが望ましい。しかし、経験的には（この節の実施例において例示されるように）、接着剤の体積抵抗率における変化の大部分は、耐用期間の最初の1000時間の間に起こり、結果として既述の安定抵抗率試験をみたす積層接着剤は、通常実質的に1000時間より長く、そして代表的には少なくとも10,000時間である可使時間にわたって安定な抵抗率を維持する。この接着剤の体積抵抗率が、2より大きい因数、好ましくは1.5より大きい因数によって、前述の1000時間試験下で変化しないことが望ましい。

【0051】

本ディスプレイおよびプロセスに有用であることが見出されている市販の積層接着剤としては、NeoRez R 9000、R 9314およびR 9320（すべてNeo Resins, 730 Main Street, Wilmington, MA 01887より入手可能）ならびにDispercoll U KA 8713、U 53およびU 54（すべてBayer Corporation, 100 Bayer Road, Pittsburgh PA 15205-9741から入手可能）が挙げられる。これらの材料のすべては、水に分散されたウレタン接着剤である。R 9320は、非イオン性に安定化されたポリエステルベースのウレタンであるが、一方U KA 8713は、陰イオン性に安定化されたポリエステルウレタンである。特定の好ましいブレンドは、以下のもの（以下のパーセントは、ブレンドの総重量に基づく）のいずれか1つを有するR 9320である：

25～50%のU KA 8713

50%のR 9000

10～50%のR 9314

25～50%のU 53

50%のU 54

ブレンドを形成する工程に、特別な技術は要求されない；2以上の成分は、単に従来の混合装置中で、これらの成分の完全な混合物を形成させるために十分な時間混合される。当然、このブレンドの種々の成分の化学的適合性、特に存在する分散剤の化学的適合性に注意が払われるべきである。なぜなら（ポリマー化学者に周知であるように）、特定の型の分散剤を混合することは、望まれないポリマーの沈殿物を生じる可能性が高いからである。

【0052】

長期の保存において安定である体積抵抗率（および好ましくは他の特性）を有する積層接着剤を使用することはまた、本ディスプレイの経済的な製造を確保することに役立つ。既に考察したように、商業的理由のために、体積抵抗率を有する積層接着剤は、基材、電導層、電気光学層、積層接着剤および剥離シートを備える、図1に示される形態の前平面積層物を調整するために便利である；この前平面積層物は、好ましくは圧延（roll-to-roll）プロセスで、大きなバッチで調製され得、保存され得、そしてその後、そのようなディスプレイを形成させるための積層の前に、個々のディスプレイの後平面への積層に適切な部分に切られ得る。このような製造プロセスの経済的操業に関して、部分が（例えば）数ヶ月から1年の期間にわたる異なる時期に大きなバッチから切られ得、そして最終的なディスプレイを形成させるために一貫した様式で後平面に積層され得るように積層接着剤が保存期間中安定であり続けることが必要である。

10

【0053】

以下の実施例を、安定な抵抗性の発明において使用する好ましい材料、プロセス、および技術の詳細を単に例証として示すためにここに提供する。

【実施例】

【0054】

（実施例1）

この実施例は、前述のR 9320の、前述のU KA 8713とこの材料をブレンドすることにより提供される、長期の保存における体積抵抗率の改善された安定性を例示する。

20

【0055】

純粋なR 9320およびU KA 8713、ならびにこれら2つの材料の90/10、75/25および50/50のw/wパーセントブレンドを使用して、以下の様式で試験サンプルを調製した。一端をマスクしたインジウム-スズ-酸化物（ITO）被覆ポリエステルの5mil（127μm）シート上に、医師用ブレードセットを使用して、40%固体含有量に調整した接着剤混合物を150μmでコートし、その結果、マスクした領域は、後に電極として機能する。得られたコーティングを、オープンで50-20分間乾燥し、約60μmの厚みの乾燥フィルムを製造した。次いで、得られた接着剤コート化フィルムを、減圧または圧延積層により第2のITOコート化ポリエステルシートに積層し、その結果、接着剤は両方のITO層に接触した。このように、調製したサンプルを、周囲温度および湿度で2500時間保存した。この接着剤の電気的特性を、Solartron 1296誘電インターフェースを有するSolartron SI 1260 Impedance/Grain-phase分析装置を使用して10で間隔を置いてインピーダンス分光法によって測定した。結果を、添付図面の図2に示す。3×10¹⁰ cmにおける横線は、前述のE InkならびにMIT特許および出願に記載されるように形成される埋め込み型（encapsulated）電気泳動ディスプレイの好ましい実施形態において有用な積層接着剤の最大体積抵抗率についての経験的な限界を表す。

30

【0056】

図2から、R 9320およびU KA 8713の両方の体積抵抗率が保存期間中、実質的に変化し、前者の体積抵抗率では、約10¹⁰から約9×10¹⁰ cmまで増加し、一方後者では、最初の1×10¹⁰ cmからほとんど5×10¹⁰ cmまで上昇したことが見られる。対照的に、3つのブレンド全ての体積抵抗率は、試験期間中実質的に安定であり、保存の500～2500時間の期間中、全てが約1～1.5×10¹⁰ cmの範囲内に収まった。

40

【0057】

（実施例2）

この実施例は、前述のR 9320の、この材料を前述のR 9000とブレンドすることによって提供される、長期の保存における体積抵抗率および誘電定数の改善された安定性を例示する。

50

【 0 0 5 8 】

R 9 0 0 0 を、U K A 8 7 1 3 と置き換えたこと、保存期間が 4 0 0 0 時間であること、および前述と同じインピーダンス分光法を使用して、このブレンドの誘電定数を測定することにより体積抵抗率測定を補ったことを除き、実施例 1 を繰り返した。体積抵抗率の結果を、添付図面の図 3 に、そして誘電定数の結果を図 4 に示す。

【 0 0 5 9 】

図 3 から、R 9 3 2 0 および R 9 0 0 0 の両方の体積抵抗率が試験期間中、実質的に変化したが、そのブレンドは、さらにより安定な抵抗率を有したことが見られる。特に、5 0 / 5 0 w / w ブレンドの性能は、際立っており、保存期間を通して 2 の因数より小さい変動を示した。図 4 は、この同じ 5 0 / 5 0 w / w 混合物が試験期間中に誘電定数において本質的に変動がないことを示す。

10

【 0 0 6 0 】

(実施例 3)

この実施例は、前述の R 9 3 2 0 の、この材料を前述の U 5 3 とブレンドすることによって提供される、長期の保存における体積抵抗率および誘電定数の改善された安定性を例示する (U 5 3 は、接着剤として販売されるが、これらの実験において使用される電気泳動ディスプレイの型において使用される場合、不十分な接着強度を生じることが見出されている)。

【 0 0 6 1 】

前述の U 5 3 を、R 9 0 0 0 と置き換えたこと、保存期間が 6 0 0 0 時間であることを除き、実施例 2 を繰り返した。体積抵抗率の結果を、添付図面の図 5 に、そして誘電定数の結果を図 6 に示す。

20

【 0 0 6 2 】

図 5 から、試験期間中の R 9 3 2 0 の体積抵抗率における実質的な変化は、ブレンドにおいてより顕著でないことが見られる。特に、7 5 / 2 5 w / w ブレンドおよび 5 0 / 5 0 w / w ブレンドの抵抗率は、保存期間を通して受容可能な範囲内にあった。同様に、図 6 は、7 5 / 2 5 w / w ブレンドおよび 5 0 / 5 0 w / w ブレンドの両方が、試験期間中、誘電定数において受容可能な変動を示したことを示す。

【 0 0 6 3 】

(実施例 4)

この実施例は、前述の R 9 3 2 0 の、この材料を前述の U 5 4 とブレンドすることによって提供される、長期の保存における体積抵抗率および誘電定数の改善された安定性を例示する (U 5 4 は、接着剤として販売されるが、これらの実験において使用される電気泳動ディスプレイの型において使用される場合、不十分な接着強度を生じることが見出されている)。

30

【 0 0 6 4 】

前述の U 5 4 を、R 9 0 0 0 と置き換えたこと、および保存期間が 5 5 0 0 時間であることを除き、実施例 2 を繰り返した。体積抵抗率の結果を、添付図面の図 7 に、そして誘電定数の結果を図 8 に示す。

【 0 0 6 5 】

図 7 から、試験期間中の R 9 3 2 0 の体積抵抗率における実質的な変化は、混合物においてあまり顕著でないことが見られる。特に、7 5 / 2 5 w / w ブレンドおよび 5 0 / 5 0 w / w ブレンドの抵抗率は、保存期間を通して受容可能な範囲内にあった。同様に、図 8 は、7 5 / 2 5 w / w ブレンドおよび 5 0 / 5 0 w / w ブレンドの両方が、試験期間中、誘電定数において受容可能な変動を示したことを示す。

40

【 0 0 6 6 】

(実施例 5)

この実施例は、前述の R 9 3 2 0 の、この材料を前述の R 9 3 1 4 と混合することによって提供される、長期の保存における体積抵抗率および誘電定数の改善された安定性を例示する。

50

【0067】

前述のR 9314を、R 9000と置き換えたこと、および保存期間が5000時間であることを除き、実施例2を繰り返した。体積抵抗率の結果を、添付図面の図9に、そして誘電定数の結果を図10に示す。

【0068】

図9から、このブレンドがR 9320に特徴的な時間で、抵抗率の激しい変動を受けなかったこと（図5および図7を参照のこと）、全時間において抵抗率が 3×10^{10} cm限界より低かったことが見られる。図10における誘電定数データはまた、全てのブレンドが良好であることを示す。

【0069】

（実施例6）

この実施例は、長期の保存後の低い温度における電気泳動ディスプレイの性能（および詳細には白色状態（white state））を改善する際における安定な抵抗率接着剤の効果を例示する。

【0070】

純粋なR 9320、および上記の実施例1で述べた75/25 w/w R 9320/U KA 8713ブレンドを使用して、国際出願番号PCT/US02/15337の実施例27～29に実質的に記載されるように埋め込み型の二重粒子電気泳動ディスプレイを調製した。得られたディスプレイを（黒色光学状態および白色光学状態を有する）を、3ヶ月間周囲の温度および湿度（屋内）で保存し、次いで最初にディスプレイを黒色状態にし、次いで黒色状態から白色状態に変わる極性の15V、600 msecの電気パルスを表示の電極に印加し、そして最後にこのパルスの最後において白色状態の反射率を測定することによって試験した。5～45の温度においてこの試験を繰り返し、そしてその結果を図11に示す。

【0071】

この図から、反射率における低温下降は、純粋なR 9320よりもブレンドした接着剤であまり顕著でないことが見られた。一つの正当性が、このディスプレイについての良好な性能が、30%の最少の白色状態反射率を必要とすることが合理的に仮定される場合、R 9320ディスプレイは、約19の最低操作温度を有したのに対し、ブレンドした接着剤を使用したディスプレイは、約9の最低操作温度を有した。

【0072】

（（ii）節：耐光性および制御）

一見して、光（および他の電磁放射、特に紫外線照射）の影響は、電気光学ディスプレイにおける大きな懸案であるべきではないようである。なぜなら、組み立てたディスプレイにおいて、積層接着剤は、電気光学媒体（これは通常かなり不透明である）および後平面（これもまた通常不透明である）の間に挟まれているからである。しかし、実際には積層接着剤における光の影響は、長い可使用時間および耐用年数中の安定な電気光学特性を有するディスプレイの製造において重要な因子であることがわかった。多くの電気光学媒体が実際に、画面上に当たる光のいくらかの部分、電気光学層を通して積層接着剤に透過させ、そしてこの透過した光が積層接着剤における変化（これは、ディスプレイの可使用時間に悪影響を及ぼすか、および/またはその電気光学特性を経時的に変化させる）を引き起こし得ることが考えられている（しかし、本発明は決してこの意見に制限されない）。

【0073】

従って、紫外線安定剤（都合よくは「TINUVIN」の登録商標のもとで市販されるような阻害（hindered）アミン光安定剤（HALS））を含むことが積層接着剤にとって有利であることがわかった。このような安定剤の最適の量は、経験的に容易に決定され得るが、代表的には積層接着剤の約0.05～約0.5重量%の範囲内である。

【0074】

あるいはまたはさらには、積層接着剤は、光吸収物質を含み得る；この光吸収物質は、色素または顔料であり得るが、多くの色素は、電気光学ディスプレイで望まれる長い（1

10

20

30

40

50

0, 000時間の桁の) 可使時間の間に有意な退色を起こすので、顔料が一般的に好ましい。この目的のための便利な光吸収顔料は、カーボンブラックおよびマグネタイトである；これらの物質は安価であり、代表的にはディスプレイに、積層接着剤の特性または電気光学媒体自体に悪影響を及ぼし得るいずれの物質も導入しない。光の影響に対する積層接着剤の安定化に加えて、光吸収物質は、ディスプレイのコントラスト比を改善することにおいて有用であり得る。既に説明したように、多くの電気光学ディスプレイにおいて、電気光学媒体を通ったいくらかの光の漏れ、およびこの光の部分が電気光学媒体を通過した後平面の裏から反射され得、このディスプレイの画面から現れ得る。本発明に従って積層接着剤に光吸収物質を提供することは、画面を通過して再出現する、このような反射光の量を低減し、従ってディスプレイのみかけの反射率をわずかに低減する。反射率におけるこの減少の効果は、このディスプレイの白色状態において最少であるが、このディスプレイの暗い状態においてかなりより有意であり、そしてこのディスプレイのコントラスト比を改善する。

10

【0075】

紫外線吸収剤および/または光吸収物質を、積層接着剤に使用するかどうかにかかわらず、望ましくは接着剤自体を、光および他の放射線(特に紫外線照射)による分解に対して最少の感受性を有するように選択するべきである。このためには、芳香族有機物質を本質的に含まない接着剤を使用することが望ましいことがわかった。なぜならこれらの物質は、接着剤を放射線に引き起こされる化学的变化(特に紫外線に引き起こされる化学的变化)により感受性にするからである。例えば、下記の特注のポリウレタンは、脂肪族物質から形成され、そして芳香族基を含まない。

20

【0076】

((i i i) 節：機械的特性)

積層接着剤が、電気光学ディスプレイがしばしば対象になる機械的衝撃に耐久性のある様式で2つのサブアセンブリーに結合することを確実にするために、積層接着剤は、少なくとも2 lb / インチおよび好ましくは4 lb / インチの接触にある電極材料(例えばITO)からの剥離強度(*peel strength*)を有するべきであることがわかった。使用される特定の電極材料からの剥離強度は、実験的に最善に決定される。なぜなら、ITO、フッ素をドーピングした酸化スズおよび有機的半導体のような電極材料の特性は、層が体積して、結果として例えば任意の特定の積層接着剤のITO被覆ポリマーフィルムからの剥離強度がITOを体積するために使用される正確なプロセスに大きく依存して変化し得る様式でかなり変化し得ることに注意すべきであるからである。接着剤技術における当業者は、*American Society for Testing and Materials* によって規定されるような多くの標準的な手順(関連した剥離強度を測定するために使用され得る)を知っている。

30

【0077】

積層接着剤の厚さには、適切な接着および強固なディスプレイを確実にするために注意深く制御される必要があることがまたわかっている。薄すぎる接着剤の層は、サブアセンブリーの間の適切な接着を産生することに失敗し得、および/またはディスプレイを機械的衝撃により感受性にし得る。なぜならこの接着剤はいくらか電気光学媒体と後平面との間の衝撃吸収剤として機能し得るからである。さらに、既に述べたように、電気光学媒体のいくつかの型、例えば埋め込み型の電気泳動媒体は、本質的に非平面の表面を有し、そして適切な接着およびサブアセンブリーの間の空間が無いことを確実にするために、積層接着剤の層は、電気光学媒体の表面を平面化するために十分に厚いことが必要である。積層接着剤の層が厚すぎると、電極間に不必要な抵抗を導き、故にディスプレイの操作電圧および電力消費を増やすかまたはディスプレイの切り替え時間を増やす。さらに、積層接着剤の不必要に厚い層は、後平面電極と電気光学媒体との距離を増やし、故にディスプレイにおける「曇り(*blooming*)」または「ドットゲイン」を増やす傾向があり得る(すなわち、積層接着剤の不必要に厚い層は、任意の得られたピクセル電極によって切替えられる電気光学媒体の領域をその電極の物理的サイズよりも大きくし得、故にディス

40

50

プレイによって作製される画像の質を低下させる傾向があり得る)。この問題を回避するために、積層接着剤は、 $10 \sim 50 \mu\text{m}$ の範囲内の厚さを有するべきである；積層接着剤が $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 、望ましくは $12 \sim 18 \mu\text{m}$ 、そして最も望ましくは $13 \sim 17 \mu\text{m}$ の厚さを有することが好ましい。これらの好ましい厚さの層は、スロットコーティングまたは他の技術によって塗布され得る。

【0078】

積層接着剤の剪断弾性係数もまた重要である。積層接着剤は、積層接着剤が流れて、そして電気光学媒体における任意の突出または陥凹を平面化することを可能にするように積層の間に供される温度において比較的低い剪断弾性係数を有するべきである。望ましくは、積層接着剤は、 120 において1メガパスカル以下、および好ましくは 0.2 メガパスカル以下の剪断弾性係数を有する。

10

【0079】

((iv) 節：電気的特性)

既に考察したように、電気光学ディスプレイは、環境湿度における変化に感受性であることが公知であるが、この感受性についての理由は、これまでにあまり理解されていない。本発明者らは、この感受性が先行技術の電気光学ディスプレイにおいて使用される積層接着剤の体積抵抗率の変化に主に部分依存していること、およびこの問題が相対湿度での体積抵抗率の変動に注意を払うことによって大いに低減または除去され得ることを発見した。いくつかの積層接着剤は、その環境の温度および湿度が、 $10 \sim 50$ および $10 \sim 90\%$ 相対湿度(RH)の範囲内で変えられた場合、体積抵抗率において2桁の大きさよりも大きい変化を表し得る。良好な性能について、積層接着剤の体積抵抗率が $10 \sim 90\%$ RHおよび $10 \sim 50$ の範囲内または任意のより広いRHおよびディスプレイが操作されることが意図される温度の範囲内において10より大きい因数で変動するべきでないことがわかった。望ましくは、体積抵抗率は、特定のRHおよび温度範囲内で3より大きい因数、および好ましくは2より大きい因数で変化しない。RHおよび温度に伴う体積抵抗率における変化についての材料の試験において、体積抵抗率を測定する前に、試験するサンプルが本当に所望のRHおよび温度環境と平衡であることを確実にするために、上記と同じ防止が観察されるべきである。

20

【0080】

積層接着剤の電気特性についての別の、より複雑な必要性が存在する(すなわち、 $10 \sim 90\%$ RHおよび $10 \sim 50$ の範囲内または任意のより広いRHおよびディスプレイが操作されることが意図される温度の範囲内において、積層接着剤の誘電定数と体積抵抗率の積が電気光学媒体に関して対応する積よりも大きくあるべきでない)ことがまたわかった。2つの積の相対的な大きさは電気光学媒体を横切る電場に影響し、そしてこの場が良好に大きいことを確実にするために、前述の関係が観察されるべきである。

30

【0081】

既述の2つの電气的必要性は、すべての型のディスプレイに適用可能である。しかし、埋め込み型(および少なくともいくつかのマイクロセル)電気泳動ディスプレイの適切な操作のためのさらなる電气的な要件が存在すること(これらのさらなる要件は、積層接着剤の電气的特性と電気泳動粒子が懸濁される懸濁流体の電气的特性との間の関係に関する)ことがわかった。

40

【0082】

第一に、積層接着剤の誘電定数と体積抵抗率の積は、ディスプレイの操作温度範囲(つまり $10 \sim 50$)にわたって、懸濁流体の誘電定数および体積抵抗率の積の $0.01 \sim 100$ 倍であるべきである。望ましくは、この比は、 $0.1 \sim 10$ の範囲内であるべきであり、そして好ましくは $0.5 \sim 2$ の範囲内であるべきである。積層接着剤の誘電定数と体積抵抗率の積の、電気光学媒体の誘電定数と体積抵抗率の積の比に関して上記で考察した理由と同じ理由について、積層接着剤および懸濁流体について、同じ積の間の比は、電気泳動粒子および故にディスプレイの切替えによって経験される電場に影響する。理想的には、全ての関連温度において2つの積は同じであるが、当然これは実際に達成すること

50

が本質的に不可能である。

【0083】

第二に、10 ~ 50 の範囲にわたる温度（または、より広い場合、ディスプレイの作動温度範囲）内での、懸濁流体の誘電率に対する積層接着剤の誘電率の割合は、25 でのこの割合から、2%を越えて変化すべきでなく、望ましくは1%を越えて変化すべきでない。さらに、理想的には、この割合はあらゆる温度で変化しない。

【0084】

第三に、10 ~ 50 の温度範囲内（または、より広い場合、ディスプレイの作動温度範囲）内での懸濁流体の体積抵抗率に対する積層接着剤の体積抵抗率の割合は、25 でのこの率から、100のファクターを越えて変化すべきでなく、望ましくは10のファクターを越えて変化すべきでなく、そして好ましくは2のファクターを越えて変化すべきでない。さらに、理想的には、この割合はあらゆる温度で変化しない。

【0085】

カプセル化電気泳動ディスプレイの前提となる第二および第三の要求の理由は、既に記載された、第一の要求の理由と同様である。

【0086】

（（v）節：物理化学的性質）

本発明はまた、電気泳動ディスプレイにおいて用いられる積層接着剤の物理化学的性質に対する、特定の重要な要求が存在することを発見した。積層接着剤における懸濁流体の溶解性は1% w/wを超えるべきではなく、望ましくは0.1% w/wを超えるべきではなく、そして好ましくは0.01% w/wを超えるべきではない。積層接着剤において、懸濁流体の溶解性は当然、固体内での液体の溶解性を測定するための標準的な技術により、容易に測定され得る。従って、物理化学者にも容易に理解されるように、適切な溶解性は、実際のディスプレイにおける接着剤のフィルムを形成するために用いられるのと同様のプロセス条件を用いて、公知の重量の、積層接着剤の乾燥フィルムを形成し、このフィルムを懸濁流体浴中に浸し、フィルムの重量が安定になってすぐに、フィルムの増量を測定することにより測定され得る。

【0087】

積層接着剤における懸濁流体の溶解性は重要である。なぜならば、接着剤は、理論上はカプセル（またはマイクロセル壁（microcell wall））および（存在する場合）結合剤により懸濁流体から分離されるが、実際には、いくつかの流体は、接着剤への進路が必ず見付かる程に懸濁流体と積層接着剤との間の距離が非常に小さいからである。接着剤において過剰量の懸濁流体の存在は望ましくない。なぜならば、この流体は、予測不可能な動態である接着剤の電気的性質を変化させる傾向があり、接着剤の膨潤を引き起こし得（従って、ディスプレイの電極間の距離が変わる）、そして電気泳動媒体と隣接する基材または電極との間の接着剤が減少し得るからである。積層接着剤における懸濁流体の溶解性を最小限に維持することは、ディスプレイの適切な操作を実質的に妨害しないレベルまでこれらの問題を減少させることを助ける。

【0088】

カプセル化電気泳動ディスプレイで使われた積層接着剤に対するさらなる要求は、実質的にこのディスプレイの操作に影響し得る移動種を含まないことである。電気泳動ディスプレイは、それらの操作について、電気泳動粒子における安定した電荷の維持に依存し、そしてこれらの電荷が、電気泳動粒子を含む内部相への、積層接着剤からの流動体の移動によりもたらされ得ることが見出されている。この点について、移動種としては、イオン種、特にアルカリ金属イオン（例えば、 Na^+ ）、界面活性剤、溶媒（主に有機溶媒（例えば、N-メチルピロリドン（NMP）））、殺生剤（これは、しばしば市販の積層接着剤中に含まれ、積層接着剤上での微生物増殖を妨ぎ、そして積層接着剤の大部分の適用において好ましくないものではない）および遊離モノマーが挙げられる。任意の粒状の移動種の許容できる制限は、市販の積層接着剤中に共通に存在する材料に関しては、一般的なガイドンスにより経験的に最も良いものが決定され、積層接着剤の重量を基に、約5%

w/wを超えるNMP濃度、約1% w/wを超えるトリエタノールアミン濃度、および約0.5% w/wを超える界面活性剤濃度を避けるのが望ましいことが見出されている。積層接着剤から殺生剤を全て除くことが好ましい。

【0089】

上に記載された多数の基準の全てに、完全に当てはまる性質を有する公知の積層接着剤はなく、それ故に現在では、任意の積層接着剤は、必然的に競合する基準の間での妥協を示す。現在、特定の好ましい積層接着剤は、75~25重量部のNeoResin R 9630および25~75重量部のNeoResin R 9330（実験材料であり、まだ大量には入手できない）またはNeoResin R 9314のいずれかのブレンド、および実施例7で生成される自前のポリウレタンを含む。NeoResinの材料のブレンドの場合、最適な処方物は、60重量部のR 9630および40重量部のR 9330またはR 9314であるようである。好ましい積層接着剤はすべて、芳香族材料を含まない脂肪族ポリウレタンであり、そしてそのような脂肪族ポリウレタンの最も高い光安定な性質を有する。R 9630/R 9330ブレンドおよびR 9630/R 9314ブレンドを形成するための、特別な技術は必要とされない；従来の装置の中で、実質的に均質な混合物が得られるまで、成分は単純に混合される。代表的には、空気中で、50で10分間乾燥して、接着剤の固体層を形成した後、代表的には、好ましい積層接着剤を全て、0.7 ft/min (3.6 mm/sec) の速度および50 psigの圧力（約0.36 MPa）で、300°F（149℃ - これはロールの温度をいい、実質的により低い温度である、積層接着剤の自体の温度ではないことに注意）のホットローラー（hot roller）を用いて積層させる。これらの好ましい積層接着剤の選択された性質を、以下の表1に提供する。

【0090】

【表1】

表 1

性質	好ましい特徴	60:40 w/w R 9630/R 9330	60:40 w/w R 9630/R 9314	カスタムのPU
機械的				
接着剤	剥離強度 >2 lbs/in	6	6	4
バルク係数	体積弾性係数 @ 120 °C <= 10 ⁶ Pascals	10 ⁶	10 ⁶	6x10 ⁵
電氣的				
体積抵抗率 (25°C/22% RH)	10 ⁸ to 10 ¹² ohms-cm	1x10 ¹⁰	1x10 ¹⁰	2x10 ¹⁰
VRの時間安定性 (上記(i)節の試験)	<3	<2	<2	<2

【0091】

（実施例7）

この実施例は、上記の表で、好ましい積層接着剤の1つとして用いられた、カスタムのポリウレタンの調製を示し、そしてまた、このカスタムのポリウレタンの設計に対する合理性を説明する。

【0092】

ウォーターボーン（water borne）ポリウレタンの調製のためのいくつかのプロセスがありこれらとしては、アセトンプロセス、溶解分散プロセス、プレポリマー混合プロセスおよびケチミン（Ketimine）プロセスが挙げられる；例えば、Advances in Urethane Science and Technology, K.C. FrischおよびD. Klemper、編者、vol. 10, pp 121~1

62 (1987) から引用の J. R. Rosthauser ら、Water borne polyurethane を参照のこと。光に対する芳香族ポリウレタンの公知の感受性、および加水分解安定性の必要性（なぜならば、ポリウレタンの加水分解は、体積抵抗性における変化を引き起こし得る）に関して、見込みのあるアプローチは、ポリアルキレンオキシドおよび脂肪族ジイソシアネートをベースとしたポリウレタンであると決定した。

【0093】

添付の図面の図12は、鎖伸長工程中のポリアミンおよび少量の溶媒を利用して、カスタムのポリウレタンを生成するのに用いられるプレポリマー合成経路を概略的に示す。実験の初めのシリーズにおいて用いたアルキレンオキシドは、Dow Chemical Company, Wilmington DE 製の VORANOL（登録商標）シリーズの形式のポリプロピレンオキシド（PPO）を用い；PPO 骨格により提供される柔軟性および自由度は、積層接着剤に十分に適している。PPO セグメントの分子量は、1000 ~ 4000 で変化した。用いた材料の構造を、図13に示す。

【0094】

用いたジイソシアネートは、通常「H₁₂MDI」として公知である、4,4'-メチレンビス（シクロヘキシルイソシアネート）であり、登録商標 DESMODUR W. の下、Bayer で入手可能である。ポリウレタンその適用のために、優れた光安定性および耐湿性について、この材料を選択した。

【0095】

これらの実験で用いた他の材料は、以下のものであった：

共溶媒として、NMP（1-メチル-2-ピロリジン、Aldrich Chemical Company から入手可能である）；

内在性アニオン安定化セグメントとして、DMPA（2,2'-ビス（ヒドロキシメチル）プロピオン酸、これもまた Aldrich Chemical Company から入手可能である）；

触媒として、SnBu₂L₂（ジブチルスズジラウリン酸、これもまた Aldrich Chemical Company から入手可能である）；

中和薬剤として、TEA（トリエチルアミン、これもまた Aldrich Chemical Company から入手可能である）；および

鎖伸長剤（chain extender）として、HDA（ヘキサメチレンジアミン、これもまた Aldrich Chemical Company から入手可能である）。

【0096】

ポリウレタンの調製に用いた装置は、循環水冷却 / 加熱浴を備えた 500 ml ジャケット三口ガラスリアクタ、45° の角度でパドルを備え付けたオーバーヘッド機械式ミキサー（overhead mechanical mixer）、および窒素入口を備える。詳細な合成手順は、以下であった；

ポリマー工程：リアクタジャケットを 90 に加熱し、次いで前もって計量した DMPA、NMP、PPO ジオールおよび SnBu₂L₂ を添加した。窒素入口を用いて、反応の間、不活性な雰囲気を維持した。リアクタを、オーバーヘッドミキサーで 15 分間にわたり、250 rpm で攪拌し、そして攪拌の間に DMPA を徐々に溶解させた。次いで、H₁₂MDI を 5 分間にわたって滴下して添加し、そして 90 で 3 時間、重付加重合させた。

【0097】

分散工程：このリアクタを 70 まで冷却し、TEA を約 5 分間にわたって滴下して添加し、次いで反応物を 20 分間攪拌した。このリアクタを 35 まで冷却すると、ポリマーの粘稠性が急激に増加することが観察された。攪拌速度を 750 rpm に上げて、ポリマー（約 15 分にわたり、滴下して添加した）を水中に分散し、生じた混合物を 750 rpm でさらに 30 分間、分散させた。

【0098】

鎖伸長工程：HDAを約5分にわたり滴下して添加し、生じた混合物を1時間攪拌した。次いで、リアクタの温度を1時間、70℃まで上げて、残渣のジイソシアネートをすべて反応させた。次いで、リアクターを25℃まで冷却し、窒素入口を閉じ、そして分析のために生成物を収集した。

【0099】

上記の表1で言及した特定のカスタムのポリウレタンを、以下の材料を使用して、この手順を用いて調製した。

【0100】

PPO2000 (Dow Voranol 220-056)、CAS# 25322-69-4

NMP (1-メチル-2-ピロリドン、Aldrich)、CAS# 872-50-4

DMPA (2,2-ビス(ヒドロキシメチル)プロピオン酸、Aldrich)、CAS# 4767-03-7

SnBu₂L₂ (ジブチルスズジラウリン酸、Aldrich)、CAS# 77-58-7

H₁₂MDI (4,4'-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、Bayer Desmodur W)、CAS# 5124-30-1

TEA (トリエチルアミン、Aldrich)、CAS# 121-44-8

図14に、材料の相対的割合を提供する。

【0101】

このポリウレタンにおけるポリマー骨格は、TEAで中和し、次いでHDAで鎖を伸長させたPPO-DMPA-H₁₂MDI、100%からなる。DMPA/PPO2000モル比を1:1に維持し、NCO/OH比を1.4:1とした。

【0102】

5つに分離した材料のバッチを調製し、材料の重量平均分子量および体積抵抗率を下記の表2に示す；上記の表1のバッチ4をカスタムのポリウレタンとして使用した。

【0103】

【表2】

表 2

バッチ番号	Mw	VR (ohm-cm) 22°C/25% RH
1	36430	8.0e9
2	42896	4.0e10
3	53256	7.0e10
4	利用不可能	2.0e10
5	52861	7.0e10

【0104】

これらのデータは、分子量と体積抵抗率との間に相関があることを示し、このことはイオン伝導機構により説明され得る。

【0105】

第2のカスタムのポリウレタンを、鎖の伸長についてHDAの代わりに水を用いたことを除いては、似通った方法で、同じ材料を用いて調製した。用いた材料の詳細な説明を、図15に示す。

【0106】

本発明のディスプレイに存在する電気光学媒体は、先に記載した型のいずれかであり得る。従って、この電気光学媒体は、回転二色性(bichrome)部材、エレクトロクロミック媒体またはマイクロセル電気泳動媒体であり得る。しかし、この電気光学媒体は、複数のカプセルを含む電気泳動媒体であり、各々カプセル壁を含むカプセルであり、そ

して懸濁流体中に懸濁した電氣的荷電した粒子を含む内部位相であり、そして電場の印加を通じて、流体を電気泳動媒体へと移動することができることが好ましい。好ましくは、カプセルに加えて、電気泳動媒体はカプセルを保持するポリマー結合体を含む。

【0107】

また、既に示したように、このディスプレイは、上述の特許および出願に記載される形式のいずれかであり得る。従って、このディスプレイは、代表的には電気光学媒体と1つの基質との間に配置された少なくとも1つの電極を備え、この電極は、電場を電気光学媒体に印加するようにアレンジされている。一般的に、このディスプレイは、電気光学媒体の反対側および電気光学媒体と2つの基材との間に配置した2つの電極を含み、少なくとも1つの電極および隣接する基材は、電気光学媒体が光透過性の基材および電極を通して見え得るような光透過性である。

10

【0108】

本発明の接着組成物の包含されるものの他に、本発明の電気泳動媒体およびディスプレイは、上記MITおよびE Inkの特許および出願（読者は、さらなる情報についてこれらを参照する）におけるものと同じ構成要素および製造技術を使用し得る。

【0109】

先に記載された本発明の特定の実施形態において、多くの変更が本発明の精神的な範囲から逸脱することなくなされ得ることが、当業者に明らかである。従って、前述の記載全体は、例示として解釈されるべきであり、制限的な意味ではない。

【0110】

20

前述から、本発明は、改善された積層接着剤を有する電気光学ディスプレイを提供することが理解される。本発明は、電気光学ディスプレイの製造の当業者が精通する、従来の装置および処理技術のみを必要とする。

【図面の簡単な説明】

【0111】

【図1】添付の図面の図1は、本発明のプロセスにおいて使用される1つのサブアセンブリを通る模式断面であり、このサブアセンブリは、基板、導電性層、電気光学層および接着剤層を備え、このサブアセンブリは、このサブアセンブリが第2のサブアセンブリに積層される前の、このプロセスの中間段階にて例示されている。

【図2】図2は、実施例1に記載されるような、2種の市販の材料をブレンドすることによって達成される積層接着剤の体積抵抗率の保存についての改善された安定性を例示するグラフである。

30

【図3】図3は、実施例2に記載されるような、2種の市販の材料をブレンドすることによって達成される積層接着剤の体積抵抗率の保存についての改善された安定性を例示するグラフである。

【図4】図4は、実施例2に記載されるような、市販の材料をブレンドすることによって達成される積層接着剤の誘電率の保存についての改善された安定性を例示するグラフである。

【図5】図5は、実施例3に記載されるような、市販の材料をブレンドすることによって達成される積層接着剤の体積抵抗率の保存についての改善された安定性を例示するグラフである。

40

【図6】図6は、実施例3に記載されるような、市販の材料をブレンドすることによって達成される積層接着剤の誘電率の保存についての改善された安定性を例示するグラフである。

【図7】図7は、実施例4において得られた結果を示す、図5と類似のグラフである。

【図8】図8は、実施例4において得られた結果を示す、図6と類似のグラフである。

【図9】図9は、実施例5において得られた結果を示す、図5と類似のグラフである。

【図10】図10は、実施例5において得られた結果を示す、図6と類似のグラフである。

。

【図11】図11は、実施例6に記載されるような、本発明の積層接着剤を使用して達成

50

される電気泳動ディスプレイの温度に対する、白色光学状態 (white optical state) の改善された安定性を示すグラフである。

【図 1 2】図 1 2 は、本発明における使用のために好ましい特定のポリウレタンを生成するために、実施例 7 において使用された合成スキームを例示する。

【図 1 3】図 1 3 は、実施例 7 において使用された特定の材料の化学構造を例示する。

【図 1 4】図 1 4 は、実施例 7 において生成された特定のポリウレタンを生成するために使用された試薬を列挙する。

【図 1 5】図 1 5 は、実施例 7 において生成された特定のポリウレタンを生成するために使用された試薬を列挙する。

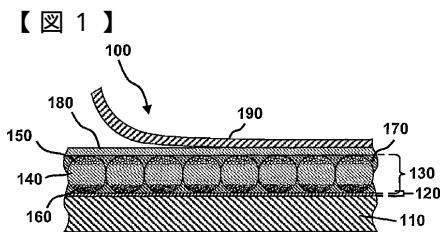


Fig. 1

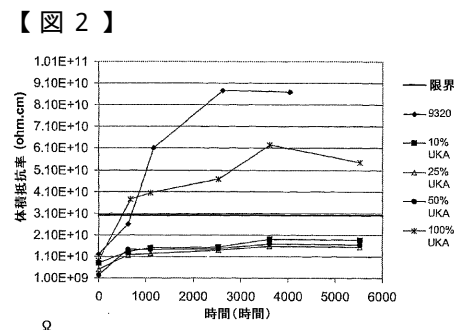


Fig. 2

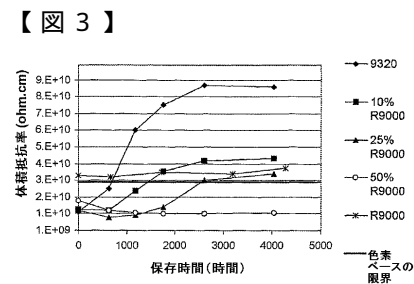


Fig. 3

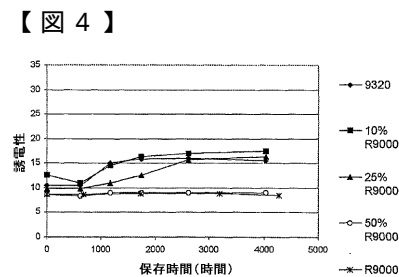


Fig. 4

【図 5】

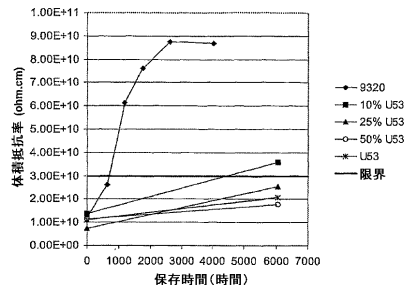


Fig. 5

【図 6】

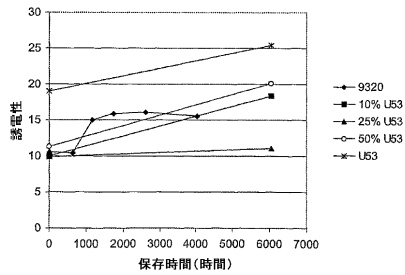


Fig. 6

【図 7】

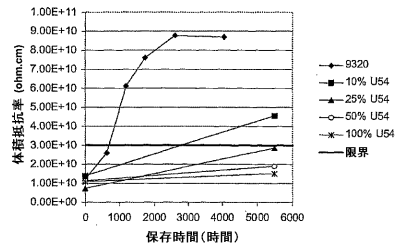


Fig. 7

【図 8】

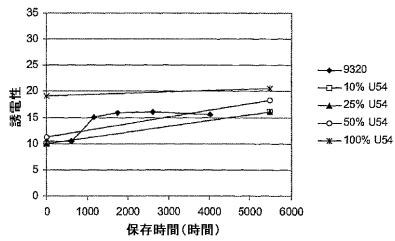


Fig. 8

【図 9】

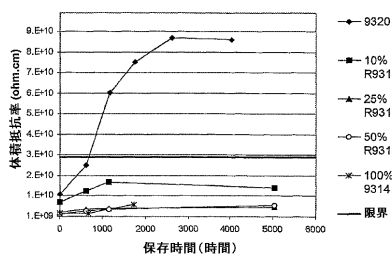


Fig. 9

【図 10】

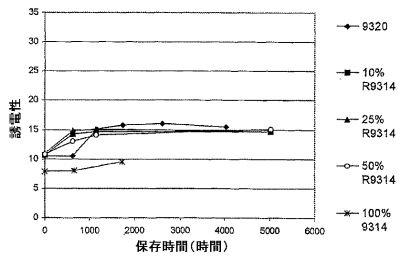


Fig. 10

【図 11】

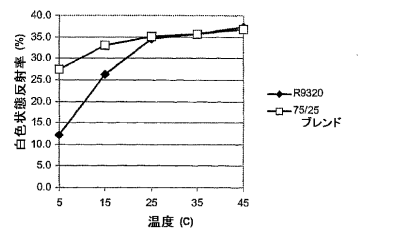


Fig. 11

【図 12】

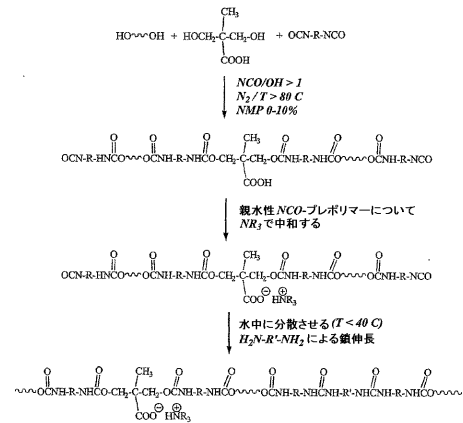


Fig. 12

【 図 1 3 】

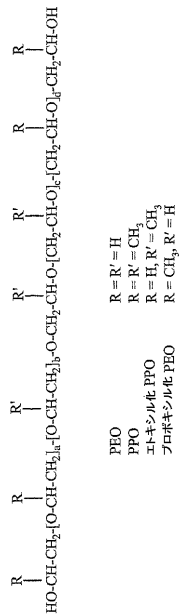


Fig. 13

【 図 1 4 】

物質	Wt (g)	Wt%	MW	モル	モル %
PPO2000	50.00	0.653	2000.00	0.025	0.152
DMPA	3.35	0.044	134.13	0.025	0.152
SnB2L2	0.04		631.66		
NMP	10.00				
H12MDI	18.36	0.240	262.35	0.070	0.424
TEA	2.53	0.033	101.19	0.025	0.152
H ₂ O	105.00				
HMDA	2.32	0.030	116.21	0.020	0.121
50% HDA soln in H ₂ O	2.32				

理論的ポリマー重量	76.57 g
分散物重量	183.94 g
固形分 (%)	39.5%
NMP (%)	5.2%

Fig 14

【 図 1 5 】

物質	Wt (g)	Wt%	MW	モル	モル%
PPD2030	50.00	0.673	2000.00	0.025	0.172
DMPA	3.35	0.045	134.13	0.025	0.172
SnB2L2	0.04		631.56		
NMP	10.00				
H12MDI	18.36	0.247	262.35	0.070	0.483
TEA	2.53	0.034	101.19	0.025	0.172
H2O	100.00				

ポリマー重量	74.25 g
分散物重量	184.29 g
固形分(%)	40.3%

Fig 15

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
 C 0 9 J 11/00 (2006.01) G 0 9 F 9/00 3 4 2 Z
 C 0 9 J 175/04 (2006.01) C 0 9 J 11/00
 C 0 9 J 175/06 (2006.01) C 0 9 J 175/04
 C 0 9 J 201/00 (2006.01) C 0 9 J 175/06
 C 0 9 J 201/00

- (72)発明者 アブラムソン, ジャスティン
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 4 7 8, ウェイランド, グッドマン レーン 5
- (72)発明者 クロスリー, グレン
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 4 7 8, ベルモント, パートレット アベニュー 2
- (72)発明者 ゲラミタ, キャサリン
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 1 3 9, ケンブリッジ, フランクリン ストリート 1 8 8, アpartment ナンバー 2
- (72)発明者 ゼーナー, ロバート ダブリュー.
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 1 3 9, ケンブリッジ, パイン ストリート 6 1, アpartment ナンバー 1
- (72)発明者 アムンドソン, カール アール.
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 1 3 8, ケンブリッジ, カーkland ストリート 5 6, アpartment ナンバー 1
- (72)発明者 ツァン, リビング
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 0 6 7, シャロン, ノーフォーク プレイス 2 8
- (72)発明者 ウェバー, リチャード エム.
 アメリカ合衆国 マサチューセッツ 0 2 4 4 5, ブルックリン, ケント ストリート 7 4, アpartment ナンバー 7

審査官 鈴木 俊光

- (56)参考文献 特表 2 0 0 2 - 5 0 4 6 9 6 (J P , A)
 特表 2 0 0 0 - 5 0 5 9 1 8 (J P , A)
 特表 2 0 0 2 - 5 2 0 6 3 5 (J P , A)
 特開昭 6 1 - 0 7 4 8 3 8 (J P , A)
 特開 2 0 0 0 - 0 3 0 5 2 6 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

G02F 1/167
 G02F 1/15
 G02F 1/17
 G02F 1/19
 G02F 1/1333
 G09F 9/00