



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201042016 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：099109829

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 03 月 31 日

(51)Int. Cl.：

C09K3/10 (2006.01)

C08L83/04 (2006.01)

C08G59/17 (2006.01)

C08F290/06 (2006.01)

C08L63/00 (2006.01)

G02F1/1339 (2006.01)

(30)優先權：2009/04/28

日本

2009-109162

(71)申請人：日本化藥股份有限公司 (日本) NIPPON KAYAKU KABUSHIKI KAISHA (JP)

日本

(72)發明人：吉田早紀 YOSHIDA, SAKI (JP)；橋本昌典 HASHIMOTO, MASANORI (JP)；落直之 OCHI, NAOYUKI (JP)；三輪廣明 MIWA, HIROAKI (JP)；木田昌博 KIDA, MASAHIRO (JP)；太田英之 OTA, HIDEYUKI (JP)；西原榮一 NISHIHARA, EIICHI (JP)；並木務 NAMIKI, TSUTOMU (JP)；今澄貴公男 IMAZUMI, KIKUO (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 24 頁

(54)名稱

液晶密封劑及使用該密封劑的液晶顯示單元

SEALANT FOR LIQUID CRYSTAL AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY CELL USING THE SAME

(57)摘要

本發明係有關一種用於液晶滴入工法之液晶密封劑，其目的為提供一種液晶密封劑、以及使用該密封劑的液晶顯示單元，該液晶密封劑不會產生液晶滲入密封劑中之現象，且為 100Pa·s 以下之低黏度，在分配式塗佈、網版印刷塗佈之任一者之情形皆顯示塗佈性優良的效果者。本發明之解決手段為一種液晶密封劑，其係包含(a)聚矽氧橡膠粉末及(d)光硬化樹脂，且使用 E 型黏度計測得之 25°C 時之黏度為 100Pa·s 以下者。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201042016 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：099109829

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 03 月 31 日

(51)Int. Cl.：

C09K3/10 (2006.01)

C08L83/04 (2006.01)

C08G59/17 (2006.01)

C08F290/06 (2006.01)

C08L63/00 (2006.01)

G02F1/1339 (2006.01)

(30)優先權：2009/04/28

日本

2009-109162

(71)申請人：日本化藥股份有限公司 (日本) NIPPON KAYAKU KABUSHIKI KAISHA (JP)

日本

(72)發明人：吉田早紀 YOSHIDA, SAKI (JP)；橋本昌典 HASHIMOTO, MASANORI (JP)；落直之 OCHI, NAOYUKI (JP)；三輪廣明 MIWA, HIROAKI (JP)；木田昌博 KIDA, MASAHIRO (JP)；太田英之 OTA, HIDEYUKI (JP)；西原榮一 NISHIHARA, EIICHI (JP)；並木務 NAMIKI, TSUTOMU (JP)；今澄貴公男 IMAZUMI, KIKUO (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 24 頁

(54)名稱

液晶密封劑及使用該密封劑的液晶顯示單元

SEALANT FOR LIQUID CRYSTAL AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY CELL USING THE SAME

(57)摘要

本發明係有關一種用於液晶滴入工法之液晶密封劑，其目的為提供一種液晶密封劑、以及使用該密封劑的液晶顯示單元，該液晶密封劑不會產生液晶滲入密封劑中之現象，且為 100Pa·s 以下之低黏度，在分配式塗佈、網版印刷塗佈之任一者之情形皆顯示塗佈性優良的效果者。本發明之解決手段為一種液晶密封劑，其係包含(a)聚矽氧橡膠粉末及(d)光硬化樹脂，且使用 E 型黏度計測得之 25°C 時之黏度為 100Pa·s 以下者。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關一種液晶密封劑，其係分配式(dispense)塗佈性優良且可對應於網版印刷且黏度為 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下之液晶密封劑，且為不經過乾燥步驟或預烤步驟，而液晶不會滲入密封部中的液晶密封劑；並且，本發明係有關使用該密封劑的液晶顯示單元。

【先前技術】

近年來液晶顯示單元也朝應用於電視等大型顯示畫面進展，而在多用途上之需求越來越高。因此，關於液晶面板之製造，為了更加提高量產性，而正逐漸使基板大型化且縮短產距時間(tack time，每一步驟之時間)。

在製作液晶顯示裝置時，以往一直藉由下述方式來製作：藉由分配式塗佈或網版印刷等方法將液晶密封劑塗佈於玻璃基板後，予以密封而形成單元，並在真空環境中從設置於其一部分之液晶注入口將液晶注入單元內後，使用密封劑或封口劑將該液晶注入口予以密封(真空注入法)。

此外，將液晶滴入由樹脂製作成之堰中後進行貼合再使樹脂硬化的液晶滴入工法也正在實用化。在液晶滴入工法中，首先，於 2 片附有電極之透明基板中之一者上，藉由分配而形成長方形之由未硬化密封劑所構成之密封圖案。接著，在密封劑未硬化之狀態下將液晶之微小液滴滴入塗佈於透明基板之密封圖案之框內全面後，立刻將另一透明基板貼合，而製作液晶單元，並對密封圖案部照射紫

外線而進行預硬化。然後，依需要而加熱，進行主要硬化，而製作液晶顯示單元。只要在減壓下進行將基板貼合而製作液晶單元之步驟，則可以極高效率製造液晶顯示元件，現今此滴入工法已逐漸成為液晶顯示元件之製造方法之主流。

當藉由液晶滴入工法來製造液晶顯示元件時，有下述問題：所製得之液晶顯示單元之密封圖案發生變形，而產生液晶滲入密封圖案中之現象(滲入現象)，因而擾亂該密封圖案附近之液晶之定向。解決此問題之方法有例如使用黏度較通常所使用者更高之密封劑來形成密封圖案，但有因分配性惡化，而導致在進行分配時之乾涸、斷線等不良影響之可能性。此外，近年來為了更進一步縮短產距時間等之目的而希望可提高分配速度或更容易地藉由網版印刷形成密封圖案，因此而要求更低黏度且無滲入現象之密封劑。

關於此問題，在專利文獻 1 中，有在進行製作液晶單元之步驟前，藉由預先增加未硬化之密封圖案之黏度而防止滲入現象之報告。然而，尚無關於初期黏度為 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下之低黏度且不經過預烤步驟即直接用於液晶滴入步驟的液晶密封劑之前例。

此外，在專利文獻 2 及 3 中，有經改善液晶污染性之包含橡膠狀聚合物微粒子之液晶密封劑之報告。但在此等 2 份公報之情形，皆並非為初期黏度為 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下者，並且橡膠狀聚合物微粒子係用於抑制在光硬化時不容易被

UV 照射到之遮光部分之密封劑成分在進行熱硬化時溶出至液晶中。

〔 先前技術文獻 〕

〔 專利文獻 〕

〔 專利文獻 1 〕 日本特開 2008-275670 號公報

〔 專利文獻 2 〕 日本特開 2007-219039 號公報

〔 專利文獻 3 〕 日本特開 2007-262253 號公報

【發明內容】

(發明欲解決的課題)

本發明之課題為抑制在進行液晶滴入工法時液晶滲入密封劑中之滲入現象，而提供一種經抑制滲入現象之液晶密封劑及使用該密封劑的液晶顯示單元。

(解決課題的手段)

本發明人等進行致力研究後，結果發現一種包含聚矽氧(silicone)橡膠粉末之硬化性樹脂組成物，該硬化性樹脂組成物係即使初期黏度為 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下，也可抑制進行液晶滴入工法時之滲入現象。此外，也發現，經由在該硬化性樹脂組成物中添加胺基矽烷耦合劑，即可得到更進一步防止滲入現象之效果，再經由依需要而添加球狀填料，而可提高進行分配式塗佈時之密封之直線性，遂完成本發明。換言之，本發明係有關下述(1)至(10)者。

(1) 一種液晶密封劑，係包含(a)聚矽氧橡膠粉末，且使用 E 型黏度計測得之 25°C 時之黏度為 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以下者。

- (2) 如前述(1)之液晶密封劑，其中，復包含(b)胺基矽烷耦合劑。
- (3) 如前述(1)之液晶密封劑，其中，復包含(c)球狀填料。
- (4) 如前述(1)至(3)中任一項之液晶密封劑，其中，復包含(d)光硬化樹脂。
- (5) 如(4)中任一項之液晶密封劑，其中，(d)光硬化樹脂係環氧丙烯酸酯。
- (6) 如前述(1)至(5)中任一項之液晶密封劑，其中，復包含(e)光自由基聚合起始劑。
- (7) 如前述(1)至(6)中任一項之液晶密封劑，其中，復包含(f)熱硬化樹脂及／或(g)熱硬化劑。
- (8) 如前述(7)中任一項之液晶密封劑，其中，(f)熱硬化樹脂係環氧樹脂，成分(g)熱硬化劑係有機醯肼(hydrazide)。
- (9) 如前述(1)至(8)中任一項之液晶密封劑，其中，復包含(h)平均粒徑為 $3\mu\text{m}$ 以下之無機填料。
- (10) 一種液晶顯示單元，係經使前述(1)至(9)中任一項之液晶密封劑硬化而得之硬化物進行密封者。

(發明的效果)

換言之，本發明之液晶密封劑係低黏度，並且不經過預烤步驟，而具有防止在進行液晶滴入工法時液晶滲入密封劑中之優良的效果。因此，經由使用此密封劑，即容易製造出可使分配式塗佈、網版印刷塗佈所耗費之時間縮短之液晶顯示面板。

【實施方式】

以下，詳細說明本發明。

本發明之液晶密封劑中所使用之聚矽氧橡膠粉末，只要為由以矽氧烷鍵之重複做為主鏈之聚合物所構成者，則無特別限定。聚矽氧粉末一般依彈性率而區分為樹脂粉末與橡膠粉末，從可抑制液晶滲入密封劑中之觀點來看，特別是以具有衝擊吸收性之橡膠粉末為佳。以未經交聯聚合物等被覆表面之聚矽氧橡膠粉末較佳。並且，在本發明中，聚矽氧橡膠係以使用具有使聚矽氧烷交聯而成之構造者為佳，聚矽氧烷以直鏈狀之二甲基聚矽氧烷為佳。此外，因密封劑之製造及使用時進行加熱處理，因此以具有耐熱性為佳。

本發明之液晶密封劑中所使用之聚矽氧橡膠粉末(a)之平均粒徑，由於若過大，則在製造間隙狹窄之液晶單元時，會成為當貼合上下玻璃基板時無法順利形成間隙等之不良要因，故通常為 $3\mu\text{m}$ 以下，且以 $2\mu\text{m}$ 以下為佳。此外，同樣地，最大粒徑通常為 $8\mu\text{m}$ 以下，且以 $5\mu\text{m}$ 以下為佳。並且，為了良好地形成間隙，以在 -50°C 至 250°C 顯示橡膠彈性為佳。此外，以在液晶污染性方面也良好為佳。以信越化學工業公司製 KMP-594 特佳。相對於本發明之液晶密封劑 100 質量%，其使用量通常為 1 至 20 質量%，且以 5 至 15 質量% 左右為佳。若添加更多，則搖變性增大，而使塗佈性降低。

本發明之液晶密封劑中所使用之聚矽氧橡膠粉末(a)

係以與胺基矽烷耦合劑(b)併用為佳。經由併用此等，由於耐衝擊性提高，故可防止液晶滲入密封劑中。

本發明之液晶密封劑中可使用之胺基矽烷耦合劑(b)一般可使用習知物，無特別限定。例如：胺基丙基三甲氧基矽烷、胺基丙基三乙氧基矽烷、二甲基胺基丙基三甲氧基矽烷、二乙基胺基丙基三甲氧基矽烷、二丙基胺基丙基三甲氧基矽烷、二丁基胺基丙基三甲氧基矽烷、單丁基胺基丙基三甲氧基矽烷、二辛基胺基丙基三甲氧基矽烷、二丁基胺基丙基二甲氧基矽烷、二丁基胺基丙基單甲氧基矽烷、二甲基胺基苯基三甲氧基矽烷、三甲氧基矽烷基- γ -丙基苯基胺、三甲氧基矽烷基- γ -丙基苄基胺、三甲氧基矽烷基- γ -丙基哌啶、三甲氧基矽烷基- γ -丙基嗎啉、三甲氧基矽烷基- γ -丙基咪唑等。此等可使用 1 種或併用 2 種以上。若令本發明之液晶密封劑整體為 100 質量%，則胺基矽烷耦合劑在液晶密封劑中所佔之含量為 0 至 3 質量% 左右。

本發明中之液晶密封劑之初期黏度為 100Pa·s 以下。若初期黏度為 100Pa·s 以下，則分配式塗佈性優良且可對應於網板印刷，而與面板之生產性大幅相關，且造成有效的影響。

本發明之液晶密封劑中可使用之球狀填料(c)可舉例如：氧化矽(silica)、矽膠(silica gel)、中空玻璃、碳黑、高分子聚乙烯等。若為球狀，則由於無論從任何方向施加攪動壓力皆可整體承受，故可非常安定地揉合。此外，

此填料通常平均粒徑為 $0.001\ \mu\text{m}$ 至 $100\ \mu\text{m}$ 左右，且以 $0.01\ \mu\text{m}$ 至 $10\ \mu\text{m}$ 為佳。經由添加此尺寸之球狀填料，即可降低樹脂之搖變性。藉由此等，可進行安定之分配式塗佈，而提高密封之直線性。前述中，由於在樹脂中容易分散，故以表面經疏水化處理之矽膠更佳。可從市場取得信越化學工業製之次微米(submicron)球狀氧化矽粉末 x-24-9163A 等。若令本發明之液晶密封劑整體為 100 質量%，則其使用量通常為 0 至 10 質量%，且以 1 至 5 質量% 左右為佳。若添加更多，則聚矽氧橡膠粉末與胺基矽烷耦合劑所產生之效果低，而滲入性不良。

本發明之液晶密封劑中可使用之光硬化性樹脂(d)，只要為溶出至液晶中之溶出性低，則並無特別限定，可舉例如：如胺酯(urethane)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸酯、環氧(甲基)丙烯酸酯等具有丙烯醯基做為官能基之化合物。具體而言例如：甲基丙烯酸苄酯、甲基丙烯酸環己酯、甘油二甲基丙烯酸酯、甘油三甲基丙烯酸酯、EO 改質甘油三丙烯酸酯、季戊四醇丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三丙烯酸酯、參(丙烯醯氧基乙基)異氰脲酸酯、二季戊四醇六丙烯酸酯、氟甘胺醇(glycinol)三丙烯酸酯等。此外，從液晶污染性之觀點來看，以環氧(甲基)丙烯酸酯樹脂特佳。此環氧(甲基)丙烯酸酯樹脂可藉由使丙烯酸或甲基丙烯酸與分子中具有至少 2 個以上環氧基之環氧樹脂進行酯化反應而得到。此合成反應一般可藉由已知之方法進行。例如：在環氧樹脂中添加預定當量比之丙烯酸或甲基丙烯酸、以及觸媒(例如

苄基二甲基胺、三乙基胺、氯化苄基三甲基銨、三苯基膦、三苯基銻化氫(triphenyl stibine)等)、與聚合抑制劑(例如對甲氧基苯酚、氫醌、甲基氫醌、啡噻吡(phenothiazine)、二丁基羥基甲苯等),在例如 80 至 110 °C 進行酯化反應。此外,分子中具有至少 2 個以上環氧基之環氧樹脂可舉例如:雙酚 A 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 A 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 F 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 F 型環氧樹脂、雙酚 S 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 S 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 S 型環氧樹脂、酚酚醛(phenol novolac)型環氧樹脂、甲酚酚醛型環氧樹脂、聯苯型環氧樹脂、萘型環氧樹脂、環氧丙基胺型環氧樹脂、二環戊二烯型環氧樹脂、聚矽氧改質環氧樹脂、胺酯改質環氧樹脂、橡膠改質環氧樹脂等,以雙酚 A 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 A 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 F 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 F 型環氧樹脂、雙酚 S 型環氧樹脂、烷基取代雙酚 S 型環氧樹脂、環氧烷加成雙酚 S 型環氧樹脂為佳。在本發明之液晶密封劑中,若令本發明之液晶密封劑整體為 100 質量%,則光硬化性樹脂(d)在液晶密封劑中所佔之含量為 0 至 80 質量% 左右。

此外,本發明之液晶密封劑中可使用之光自由基聚合起始劑(e),只要為自由基型聚合起始劑,則並無特別限定,可舉例如:苄基二甲基縮酮、1-羥基環己基苯基酮、

二乙基噻噸酮(diethylthioxanthone)、二苯甲酮、2-乙基蒽醌、2-羥基-2-甲基苯丙酮、2-甲基-[4-(甲硫基)苯基]-2-嗎啉基-1-丙烷、2,4,6-三甲基苄醯基二苯基膦氧化物等。此外,也可使用 2-羥基-1-[4-(2-羥基乙氧基)苯基]-2-甲基丙-1-酮、或甲基丙烯酸 2-異氰酸基乙基酯與 2-羥基-1-[4-(2-羥基乙氧基)苯基]-2-甲基丙-1-酮之反應生成物。

在本發明之液晶密封劑中,光自由基聚合起始劑成分(e)相對於光硬化性樹脂(d)之調配比係,相對於(d)成分 100 質量份,通常為 0.01 至 20 質量份,且以 5 至 15 質量份為佳。若自由基產生型光自由基聚合起始劑之量少於 0.01 質量份,則光硬化反應不充分,若大於 20 質量份,則起始劑之量過多,而起始劑對液晶造成污染或硬化樹脂特性降低而成為問題。

在本發明之液晶密封劑中,也可包含熱硬化樹脂(f)及/或熱硬化劑(g)。經由使用熱硬化性樹脂(f)及/或熱硬化劑(g),而使液晶污染性良好。此外,接著強度、及耐濕熱測試之可靠性提高。

本發明之液晶密封劑中可使用之熱硬化樹脂(f)並無特別限定,以 2 官能以上之環氧樹脂為佳,例如:雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、雙酚 S 型環氧樹脂、酚醛型環氧樹脂、甲酚酚醛型環氧樹脂、雙酚 A 酚醛型環氧樹脂、雙酚 F 酚醛型環氧樹脂、脂環式環氧樹脂、脂肪族鏈狀環氧樹脂、環氧丙酯型環氧樹脂、環氧丙基胺型環

氧樹脂、尿囊素(hydantoin)型環氧樹脂、異氰脲酸酯型環氧樹脂、具有三酚甲烷骨架之酚酚醛型環氧樹脂，其他尚有二官能酚類之二環氧丙基醚化物、二官能醇類之二環氧丙基醚化物、及該等之鹵化物、氫化物等。此等之中，從液晶污染性之觀點來看，以雙酚型環氧樹脂、酚醛型環氧樹脂為佳。

此外，可用於本發明之液晶密封劑中之熱硬化樹脂之水解性氯量係以 600ppm 以下為佳。若水解性氯量大於 600ppm，則液晶密封劑對液晶之污染性有成為問題之可能性。水解性氯量可藉由下述方式來定量，例如：使約 0.5g 之環氧樹脂溶於 20mL 之二噁烷(dioxane)中，以 1N 之 KOH / 乙醇溶液 5mL 回流 30 分鐘後，以 0.01N 硝酸銀溶液滴定。如此之環氧樹脂在液晶密封劑中所佔之含量為 5 至 50 質量% 左右。

本發明之液晶密封劑中可使用之(g)成分並無特別限定，宜使用固形之有機醯肼。可舉例如：屬於芳香族醯肼之水楊醯肼、苯甲醯肼、1-萘甲醯肼、對酞酸二醯肼、間酞酸二醯肼、2,6-萘甲酸二醯肼、2,6-吡啶二醯肼、1,2,4-苯三醯肼、1,4,5,8-萘甲酸四醯肼、均苯四甲酸四醯肼等。此外，脂肪族醯肼化合物可舉例如：甲醯肼、乙醯肼、丙醯肼、草酸二醯肼、丙二酸二醯肼、丁二酸二醯肼、戊二酸二醯肼、己二酸二醯肼、庚二酸二醯肼、1,4-環己烷二醯肼、酒石酸二醯肼、蘋果酸二醯肼、亞胺基二乙酸二醯肼、N,N'-六亞甲基雙(半卡肼)、檸檬酸三醯肼、氨基乙酸

三醯肼、環己烷三甲酸三醯肼、1,3-雙(卡肼基乙基)-5-異丙基尿囊素(1,3-bis(hydrazinocarbonoethyl)-5-isopropylhydantoin)等具有脛胺酸尿囊素骨架之二醯肼類等，從硬化反應性與潛在性之平衡之觀點來看，較佳可舉例如2官能之二醯肼，特佳可舉例如間酞酸二醯肼。

若此等醯肼化合物之平均粒徑過大，則在製造間隙狹窄之液晶單元時，會成為當貼合上下玻璃基板時無法順利形成間隙等之不良要因，故通常為 $3\mu\text{m}$ 以下，且以 $2\mu\text{m}$ 以下為佳。此外，同樣地，最大粒徑通常為 $8\mu\text{m}$ 以下，且以 $5\mu\text{m}$ 以下為佳。此粒徑係藉由雷射繞射/散射式粒度分布測定器(乾式)(股份有限公司 SEISHIN 企業製，LMS-30)進行測定。

在本發明之液晶密封劑中，芳香族醯肼化合物(g)之含有率係相對於成分(f)之環氧樹脂之環氧基之環氧當量，以0.20至0.80為佳、以0.4至0.6特佳。

此外，本發明之液晶密封劑中可使用之無機填料(h)可舉例如：熔融氧化矽、結晶氧化矽、碳化矽、氮化矽、氮化硼、碳酸鈣、碳酸鎂、硫酸鋇、硫酸鈣、雲母、滑石、黏土、氧化鋁、氧化鎂、氧化鋯、氫氧化鋁、氫氧化鎂、矽酸鈣、矽酸鋁、矽酸鋰鋁、矽酸鋯、鈦酸鋇、玻璃纖維、碳纖維、二硫化鋇、石棉等，以熔融氧化矽、結晶氧化矽、氮化矽、氮化硼、碳酸鈣、硫酸鋇、硫酸鈣、雲母、滑石、黏土、氧化鋁、氫氧化鋁、矽酸鈣、矽酸鋁為佳，以熔融氧化矽、結晶氧化矽、氧化鋁、滑石更佳。此等無機填料

可混合 2 種以上使用。若其平均粒徑過大，則在製造間隙狹窄之液晶單元時，會成為當貼合上下玻璃基板時無法順利形成間隙等之不良要因，故通常為 $3\mu\text{m}$ 以下，且以 $2\mu\text{m}$ 以下為佳。粒徑係藉由雷射繞射/散射式粒度分布測定器(乾式)(股份有限公司 SEISHIN 企業製，LMS-30)進行測定。

本發明中可使用之無機填料在液晶密封劑中之含量通常為 5 至 40 質量%，且以 15 至 30 質量% 為佳。當無機填料之含量低於 5 質量% 時，由於對於玻璃基板之接著強度降低，且耐濕可靠性也不良，故有時吸濕後之接著強度也大幅降低。此外，當無機填料之含量大於 40 質量% 時，由於填料之含量過多，故難以壓扁而無法形成液晶單元之間隙。

為了提高接著強度，本發明之液晶密封劑可含有胺基矽烷耦合劑以外之矽烷耦合劑。矽烷耦合劑可舉例如：3-環氧丙氧基丙基三甲氧基矽烷、3-環氧丙氧基丙基甲基二甲氧基矽烷、3-環氧丙氧基丙基甲基二甲氧基矽烷、2-(3,4-環氧環己基)乙基三甲氧基矽烷、N-苯基- γ -胺基丙基三甲氧基矽烷、N-(2-胺基乙基)3-胺基丙基甲基二甲氧基矽烷、N-(2-胺基乙基)3-胺基丙基甲基三甲氧基矽烷、3-胺基丙基三乙氧基矽烷、3-巰基丙基三甲氧基矽烷、乙烯基三甲氧基矽烷、N-(2-(乙烯基苄基胺基)乙基)3-胺基丙基三甲氧基矽烷鹽酸鹽、3-甲基丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷、3-氯丙基甲基二甲氧基矽烷、3-氯丙基三甲氧基矽烷等矽烷耦合劑。此等矽烷耦合劑可混合 2 種以上使

用。此等之中，為了得到更良好的接著強度及搖變性，以組合 2 種矽烷耦合劑使用為佳。經由使用矽烷耦合劑，即得到具有強的接著強度之液晶密封劑。若令本發明之液晶密封劑整體為 100 質量%，則如此之矽烷耦合劑之含量通常為 0 至 3 質量% 左右。

在本發明之液晶密封劑中，可進一步依需要而調配有機填料、以及顏料、塗平(leveling)劑、消泡劑、溶劑等添加劑。

為了得到本發明之液晶密封劑，首先，在(d)成分中依需要而溶解混合(e)成分、(f)成分。接著，在此混合物中混合矽烷耦合劑，並添加預定量之(a)成分、(b)成分、(c)成分、(g)成分、(h)成分、以及依需要之有機填料、消泡劑、溶劑及塗平劑等後，藉由習知之混合裝置，例如三輥、混砂機、球磨機等均勻混合，並以金屬網進行過濾，藉此即可得到本發明之液晶密封劑。

本發明之液晶顯示單元係藉由將於基板形成有預定電極之一對基板相對向配置成預定間隔，並以本發明之密封劑將周圍密封後，於其間隙中封入液晶而成者。所封入之液晶之種類無特別限定。在此，基板係由包括玻璃、石英、塑膠、矽等且在至少一者具有透光性之組合之基板所構成。就其製法而言，例如當為液晶滴入方式時，在本發明之液晶密封劑中添加玻璃纖維等間隔件(spacer)(間隙控制材料)後，於該一對基板中之一者使用分配器或網版印刷裝置等塗佈該液晶密封劑。接著，於該液晶密封劑之堰之

內側滴入液晶，並在真空中將另一玻璃基板疊合，而進行間隙形成。形成間隙後，藉由紫外線照射機而對液晶密封部照射紫外線並進行光硬化。紫外線照射量較佳為 $500\text{mJ}/\text{cm}^2$ 至 $6000\text{mJ}/\text{cm}^2$ 、更佳為 $1000\text{mJ}/\text{cm}^2$ 至 $4000\text{mJ}/\text{cm}^2$ 之照射量。然後，依需要而在 90 至 130°C 進行硬化 1 至 2 小時，藉此即可得到本發明之液晶顯示單元。如此進行而得之本發明之液晶顯示單元係無因液晶污染所造成之顯示不良，且接著性、耐濕可靠性優良者。間隔件可舉例如：玻璃纖維、氧化矽珠、聚合物珠等。其直徑係依目的而異，通常為 2 至 $8\mu\text{m}$ ，且以 4 至 $7\mu\text{m}$ 為佳。相對於本發明之液晶密封劑 100 質量份，其使用量通常為 0.1 至 4 質量份，且以 0.5 至 2 質量份為佳、以 0.9 至 1.5 質量份左右更佳。（實施例）

以下藉由實施例更詳細說明本發明。在實施例中，「份」係意指質量份，「%」係意指質量%。

（液晶滴入工法用之密封劑之調整）

以下述表中所示之比例將各樹脂成分混合攪拌後，使光聚合起始劑加熱溶解。然後，適當添加填料、增稠劑等並攪拌。然後，藉由三輥磨機使其分散，並以金屬網（關西金網股份有限公司製，材質 SVS316，斜紋織法（twilling），網眼大小為 635 篩）過濾，而調製液晶滴入工法用密封劑。（藉由分配式塗佈而製作單元、評估）

在所調整之液晶滴入工法用密封劑中混合做為間隙劑之 $5\mu\text{m}$ 之玻璃纖維（日本電器硝子股份有限公司製，

PF-50S)並填充於注射器、消泡後，藉由分配器(MUSASHI ENGINEERING 公司製，SHOTMASTER 300)以描繪長方形之方式於玻璃基板上進行塗佈。對於如此製得之密封劑塗佈基板，將適量之液晶滴入密封框內，並設置於真空貼合裝置中，在真空中將另一基板疊合。使其回到大氣壓後，以肉眼確認其直線性。就直線性而言，以未發生斷線與起伏且線寬固定者為○，有斷線或起伏之任一者、或是線寬不固定者為△，有斷線或起伏之任一者且線寬不固定者為x。進一步觀察 10 分鐘後，發生密封破裂者為x，有滲入但未破裂者為△，未滲入、破裂者為○。

[表 1]

	實施例 1	實施例 2	實施例 3	比較例 1	比較例 2
(1)光硬化樹脂	6	6	6		
(2)光硬化樹脂	10	10	10		
(3)甲基丙烯酸酯改質化合物				12	12
(4)熱硬化樹脂	4	4	4		
(5)熱硬化樹脂				2	2
(6)熱硬化樹脂				6	6
(7)光聚合起始劑	3	3	3	0.4	0.4
(8)胺基矽烷耦合劑	0.1		0.1		
(9)矽烷耦合劑	0.3	0.3	0.3	0.2	0.2
(10)熱硬化劑	1.8	1.8	1.8		
(11)熱硬化劑				3.64	3.64
(12)KMP-594	4	4	4		
(13)KMP-600				2	
(14)F-351					2
(15)次微米球狀填料	1.25	1.25			
(16)氧化鋁	1.25	1.25	1.25		
(17)橡膠	0.26	0.26	0.26		
(18)氧化矽				6.8	6.8
初期黏度(10rpm)	75	80	84	280	279
搖變性(1rpm/10rpm)	1.48	1.50	1.94	1.12	1.09
滲入測試	○	△	○	○	○
直線性	○	○	△	×	×

(1) 雙酚 A 型環氧丙烯酸酯：R-93100(日本化藥股份有限公司製)

(2) 間苯二酚二環氧丙基醚與丙烯酸之反應物

(3) 甲基丙烯酸酯改質環氧丙烯酸酯：RM-93100(日本化

藥股份有限公司製)

- (4) 間苯二酚二環氧丙基醚
- (5) 酚芳烷基型環氧樹脂：YDF-8170C(東都化成股份有限公司製)
- (6) 酚芳烷基型環氧樹脂：EPPN501H(日本化藥股份有限公司製)
- (7) 1-[4-(2-羥基乙氧基)苯基]-2-羥基-2-甲基-1-丙-1-酮：Irgacure 2959(Ciba Specialty Chemical 公司製)
- (8) N-2-(胺基乙基)-3-胺基丙基三甲氧基矽烷：KBM-603
(信越化學工業股份有限公司製，KBM-603)
- (9) 3-環氧丙氧基丙基三甲氧基矽烷：SILA-ACE S-510
(CHISSO 股份有限公司製)
- (10) 間酐酸二醯肼：IDH-S(大塚化學股份有限公司製)
- (11) 1,3-雙(卡肼基乙基)-5-異丙基尿囊素：AMICURE VDH
(味之素 Fine Techno 股份有限公司)
- (12) 聚矽氧橡膠粉末：KMP-594(信越化學工業股份有限公司製)
- (13) 聚矽氧複合粉末：KMP-600(信越化學工業股份有限公司製)
- (14) 核殼型丙烯酸系共聚物：F-351S(GANZ 化成股份有限公司製)
- (15) 次微米球狀填料：X-24-9163A(信越化學工業股份有限公司製)

(16) 氧化鋁：SPC-AL(C. I. 化成股份有限公司製)

(17) 橡膠：Paraloid EXL-2655(大阪化成股份有限公司製)

(18) 氧化矽：SP-1B(扶桑化學工業股份有限公司製)

※聚矽氧複合粉末：聚矽氧橡膠粉末之表面經聚矽氧樹脂被覆之球狀粉末

(產業上之可利用性)

由上述得知，本發明之液晶密封劑係由於初期黏度低，故塗佈時之直線性優良，並且在液晶滲入密封劑中之滲入性方面也具有良好的性質。另一方面得知，比較例之液晶密封劑係由於初期黏度高，故液晶滲入密封劑中之滲入性方面雖優良，但直線性不良，並未如本發明之液晶密封劑般滿足任一特性。因此，本案發明之液晶密封劑係歷經步驟而於基板塗佈之作業性、液晶滴入工法時之滲入性皆優良，可謂可靠性高者。

【圖式簡單說明】

無。

【主要元件符號說明】

無。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：99109829

C09K 7/00

(2006.01)

※ 申請日：99.3.31

※IPC 分類：

C08K 8/40

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

C08K 5/40

(2006.01)

液晶密封劑及使用該密封劑的液晶顯示單元

SEALANT FOR LIQUID CRYSTAL AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY
CELL USING THE SAME

C08F 2/00

(2006.01)

二、中文發明摘要：

C08K 7/00

(2006.01)

C08F 2/00

(2006.01)

本發明係有關一種用於液晶滴入工法之液晶密封劑，其目的為提供一種液晶密封劑、以及使用該密封劑的液晶顯示單元，該液晶密封劑不會產生液晶滲入密封劑中之現象，且為 100Pa·s 以下之低黏度，在分配式塗佈、網版印刷塗佈之任一者之情形皆顯示塗佈性優良的效果者。

本發明之解決手段為一種液晶密封劑，其係包含(a)聚矽氧橡膠粉末及(d)光硬化樹脂，且使用 E 型黏度計測得之 25°C 時之黏度為 100Pa·s 以下者。

三、英文發明摘要：

The present invention relates to a sealant for liquid crystal which is used in one drop fill processes. An objective of the present invention is to provide a sealant for liquid crystal and a liquid crystal display cell using the same, the sealant having a low viscosity equal to or less than $100\text{Pa}\cdot\text{S}$ and showing excellent coating properties either in dispensing coating or in screen-printing coating, without a problem of liquid crystal permeating into sealant.

The sealant of the present invention contains (A) a silicone rubber powder and (d) a photocurable resin, and has a viscosity of $100\text{Pa}\cdot\text{S}$ or less which is measured by E type viscometer at 25°C .

七、申請專利範圍：

1. 一種液晶密封劑，係包含(a)聚矽氧橡膠粉末及(d)光硬化樹脂，且使用 E 型黏度計測得之 25°C 時之黏度為 100Pa·s 以下者。
2. 如申請專利範圍第 1 項之液晶密封劑，其中，(d)光硬化樹脂係環氧丙烯酸酯。
3. 如申請專利範圍第 1 項之液晶密封劑，其中，復包含(b)胺基矽烷耦合劑。
4. 如申請專利範圍第 3 項之液晶密封劑，其中，復包含(c)球狀填料。
5. 如申請專利範圍第 4 項之液晶密封劑，其中，復包含(e)光自由基聚合起始劑。
6. 如申請專利範圍第 5 項之液晶密封劑，其中，復包含(f)熱硬化樹脂及／或(g)熱硬化劑。
7. 如申請專利範圍第 6 項之液晶密封劑，其中，(f)熱硬化樹脂係環氧樹脂，(g)熱硬化劑係有機醯肼。
8. 如申請專利範圍第 7 項之液晶密封劑，其中，復包含(h)平均粒徑為 3 μ m 以下之無機填料。
9. 一種液晶顯示單元，係經使申請專利範圍第 8 項之液晶密封劑硬化而得之硬化物密封者。

四、指定代表圖：本案無圖式。

(一)本案指定代表圖為：第()圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

本案無化學式。