

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7088833号

(P7088833)

(45)発行日 令和4年6月21日(2022.6.21)

(24)登録日 令和4年6月13日(2022.6.13)

(51)国際特許分類

G 0 2 F 1/1339(2006.01)

C 0 9 K 3/10 (2006.01)

F I

G 0 2 F 1/1339 5 0 5

C 0 9 K 3/10 B

C 0 9 K 3/10 E

C 0 9 K 3/10 L

請求項の数 7 (全18頁)

(21)出願番号 特願2018-534760(P2018-534760)
 (86)(22)出願日 平成30年6月14日(2018.6.14)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2018/022763
 (87)国際公開番号 WO2018/230655
 (87)国際公開日 平成30年12月20日(2018.12.20)
 審査請求日 令和2年10月15日(2020.10.15)
 (31)優先権主張番号 特願2017-118626(P2017-118626)
 (32)優先日 平成29年6月16日(2017.6.16)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 日本国(JP)

(73)特許権者 000002174
 積水化学工業株式会社
 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
 (74)代理人 110000914
 特許業務法人 安富国際特許事務所
 (72)発明者 山脇 大輝
 日本国大阪府三島郡島本町百山2-1
 積水化学工業株式会社内
 審査官 磯崎 忠昭

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液晶表示素子用シール剤、上下導通材料、及び、液晶表示素子

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

硬化性樹脂、重合開始剤及び/又は熱硬化剤、並びに、前記硬化性樹脂と相溶性が高く、前記硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない非反応性ポリマーを含有し、
 前記硬化性樹脂は、エポキシ(メタ)アクリレートを含む
 ことを特徴とする液晶表示素子用シール剤。

【請求項2】

前記非反応性ポリマーは、無官能(メタ)アクリルポリマーである請求項1記載の液晶表示素子用シール剤。

【請求項3】

前記非反応性ポリマーは、重量平均分子量が1000以上1万以下である請求項1又は2記載の液晶表示素子用シール剤。

【請求項4】

前記非反応性ポリマーは、ガラス転移温度が-30以下である請求項1、2又は3記載の液晶表示素子用シール剤。

【請求項5】

前記硬化性樹脂100重量部に対する前記非反応性ポリマーの含有量が5重量部以上150重量部以下である請求項1、2、3又は4記載の液晶表示素子用シール剤。

【請求項6】

請求項1、2、3、4又は5記載の液晶表示素子用シール剤と導電性微粒子とを含有する

上下導通材料。

【請求項 7】

請求項 1、2、3、4 若しくは 5 記載の液晶表示素子用シール剤又は請求項 6 記載の上下導通材料を用いてなる液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、接着性、透湿防止性、及び、低液晶汚染性に優れ、かつ、耐衝撃性に優れる液晶表示素子を得ることができる液晶表示素子用シール剤に関する。また、本発明は、該液晶表示素子用シール剤を用いてなる上下導通材料及び液晶表示素子に関する。

10

【背景技術】

【0002】

近年、液晶表示セル等の液晶表示素子の製造方法としては、タクトタイム短縮、使用液晶量の最適化といった観点から、特許文献 1、特許文献 2 に開示されているような、光熱併用硬化型のシール剤を用いた液晶滴下工法と呼ばれる方式が用いられている。

液晶滴下工法では、まず、2 枚の電極付き基板の一方に、ディスペンスにより棒状のシールパターンを形成する。次いで、シール剤が未硬化の状態では液晶の微小滴を基板のシール棒内に滴下し、真空下で他方の基板を重ね合わせ、シール部に紫外線等の光を照射して仮硬化を行う。その後、加熱して本硬化を行い、液晶表示素子を作製する。現在この滴下工法が液晶表示素子の製造方法の主流となっている。

20

【0003】

ところで、携帯電話、携帯ゲーム機等、各種液晶パネル付きモバイル機器が普及している現代において、装置の小型化は最も求められている課題である。小型化の手法として、液晶表示部の狭額縁化が挙げられ、例えば、シール部の位置をブラックマトリクス下に配置することが行われている（以下、「狭額縁設計」ともいう）。このような狭額縁設計に伴い、画素領域からシール剤までの距離が近くなっており、シール剤自体も細く描画されるため、従来のシール剤では接着性が充分でなく、透湿や液晶汚染等により液晶表示素子の表示不良が生じやすいという問題があった。

【0004】

また、携帯端末の普及に伴い、液晶表示素子には耐衝撃性がますます要求されており、シール剤には液晶表示素子の落下等により外部から衝撃を受けた場合でもパネル剥がれ等を引き起こすことのないようにより高い接着性が求められている。しかしながら、従来のシール剤では、このような高い接着性と透湿防止性や低液晶汚染性とを両立することが困難であった。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特開 2001 - 133794 号公報
国際公開第 02 / 092718 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、接着性、透湿防止性、及び、低液晶汚染性に優れ、かつ、耐衝撃性に優れる液晶表示素子を得ることができる液晶表示素子用シール剤を提供することを目的とする。また、本発明は、該液晶表示素子用シール剤を用いてなる上下導通材料及び液晶表示素子を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、硬化性樹脂、重合開始剤及び / 又は熱硬化剤、並びに、上記硬化性樹脂と相溶性が高く、上記硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない非反応性ポリマーを含有し、上

50

記硬化性樹脂は、エポキシ(メタ)アクリレートを含む液晶表示素子用シール剤である。
以下に本発明を詳述する。

【0008】

本発明者は、液晶表示素子用シール剤に可塑剤を配合することにより、シール剤の接着性及び硬化物の柔軟性を向上させ、液晶表示素子の耐衝撃性を向上させることを検討した。しかしながら、得られたシール剤は、透湿防止性に劣るという問題があった。そこで本発明者は鋭意検討した結果、シール剤に特定の非反応性ポリマーを配合することにより、接着性、透湿防止性、及び、低液晶汚染性に優れ、かつ、耐衝撃性に優れた液晶表示素子を得ることができる液晶表示素子用シール剤が得られることを見出し、本発明を完成させるに至った。

10

【0009】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、硬化性樹脂を含有する。

上記硬化性樹脂は、(メタ)アクリル化合物及び/又はエポキシ化合物を含有することが好ましい。

なお、本明細書において、上記「(メタ)アクリル」とは、アクリル又はメタクリルを意味し、上記「(メタ)アクリル化合物」とは、(メタ)アクリロイル基を有する化合物を意味し、上記「(メタ)アクリロイル」とは、アクリロイル又はメタクリロイルを意味する。

【0010】

上記(メタ)アクリル化合物としては、例えば、(メタ)アクリル酸エステル化合物、エポキシ(メタ)アクリレート、ウレタン(メタ)アクリレート等が挙げられる。なかでも、エポキシ(メタ)アクリレートが好ましい。また、上記(メタ)アクリル化合物は、反応性の観点から、1分子中に(メタ)アクリロイル基を2個以上有するものが好ましい。なお、本明細書において、上記「(メタ)アクリレート」とは、アクリレート又はメタクリレートを意味し、上記「エポキシ(メタ)アクリレート」とは、エポキシ化合物中の全てのエポキシ基を(メタ)アクリル酸と反応させた化合物のことを表す。

20

【0011】

上記(メタ)アクリル酸エステル化合物のうち単官能のものとしては、例えば、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、t-ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、n-オクチル(メタ)アクリレート、イソオクチル(メタ)アクリレート、イソノニル(メタ)アクリレート、イソデシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、イソミリスチル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、ビスクロペンテニル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、2-メトキシエチル(メタ)アクリレート、2-エトキシエチル(メタ)アクリレート、2-ブトキシエチル(メタ)アクリレート、2-フェノキシエチル(メタ)アクリレート、メトキシエチレングリコール(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、フェノキシジエチレングリコール(メタ)アクリレート、フェノキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、エチルカルビトール(メタ)アクリレート、2,2,2-トリフルオロエチル(メタ)アクリレート、2,2,3,3-テトラフルオロプロピル(メタ)アクリレート、1H,1H,5H-オクタフルオロペンチル(メタ)アクリレート、イミド(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、2-(メタ)アクリロイロキシエチルコハク酸、2-(メタ)アクリロイロキシエチルヘキサヒドロフタル酸、2-(メタ)アクリロイロキシエチル2-ヒドロキシプロピルフタレート、2-(メタ)アクリロイロキシエチルホスフェート、グリシジル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

30

40

50

【 0 0 1 2 】

また、上記(メタ)アクリル酸エステル化合物のうち2官能のものとしては、例えば、1, 3 - ブタンジオールジ(メタ)アクリレート、1, 4 - ブタンジオールジ(メタ)アクリレート、1, 6 - ヘキサジオールジ(メタ)アクリレート、1, 9 - ノナンジオールジ(メタ)アクリレート、1, 10 - デカンジオールジ(メタ)アクリレート、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、テトラエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、2 - n - ブチル - 2 - エチル - 1, 3 - プロパンジオールジ(メタ)アクリレート、ジプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド付加ビスフェノールAジ(メタ)アクリレート、プロピレンオキシド付加ビスフェノールAジ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド付加ビスフェノールFジ(メタ)アクリレート、ジメチロールジシクロペンタジエンジ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド変性イソシアヌル酸ジ(メタ)アクリレート、2 - ヒドロキシ - 3 - (メタ)アクリロイロキシプロピル(メタ)アクリレート、カーボネートジオールジ(メタ)アクリレート、ポリエーテルジオールジ(メタ)アクリレート、ポリエステルジオールジ(メタ)アクリレート、ポリカプロラクトンジオールジ(メタ)アクリレート、ポリブタジエンジオールジ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

10

【 0 0 1 3 】

また、上記(メタ)アクリル酸エステル化合物のうち3官能以上のものとしては、例えば、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド付加トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、プロピレンオキシド付加トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、カプロラクトン変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、エチレンオキシド付加イソシアヌル酸トリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、プロピレンオキシド付加グリセリントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、トリス(メタ)アクリロイルオキシエチルフォスフェート、ジトリメチロールプロパンテトラ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

20

30

【 0 0 1 4 】

上記エポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、エポキシ化合物と(メタ)アクリル酸とを、常法に従って塩基性触媒の存在下で反応することにより得られるもの等が挙げられる。

【 0 0 1 5 】

上記エポキシ(メタ)アクリレートを合成するための原料となるエポキシ化合物としては、例えば、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、2, 2' - ジアリルビスフェノールA型エポキシ樹脂、水添ビスフェノール型エポキシ樹脂、プロピレンオキシド付加ビスフェノールA型エポキシ樹脂、レゾルシノール型エポキシ樹脂、ビフェニル型エポキシ樹脂、スルフィド型エポキシ樹脂、ジフェニルエーテル型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、オルトクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエンノボラック型エポキシ樹脂、ビフェニルノボラック型エポキシ樹脂、ナフタレンフェノールノボラック型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂、アルキルポリオール型エポキシ樹脂、ゴム変性型エポキシ樹脂、グリシジルエステル化合物等が挙げられる。

40

【 0 0 1 6 】

上記ビスフェノールA型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、j E R 8 2 8 E L、j E R 1 0 0 4 (いずれも三菱ケミカル社製)、エピクロン 8 5 0 C R P (D I C 社製)等が挙げられる。

50

上記ビスフェノールF型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、j E R 8 0 6、j E R 4 0 0 4（いずれも三菱ケミカル社製）等が挙げられる。

上記ビスフェノールS型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンE X A 1 5 1 4（D I C社製）等が挙げられる。

上記2, 2'-ジアリルビスフェノールA型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、R E - 8 1 0 N M（日本化薬社製）等が挙げられる。

上記水添ビスフェノール型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンE X A 7 0 1 5（D I C社製）等が挙げられる。

上記プロピレンオキシド付加ビスフェノールA型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、E P - 4 0 0 0 S（A D E K A社製）等が挙げられる。

10

上記レゾルシノール型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、E X - 2 0 1（ナガセケムテックス社製）等が挙げられる。

上記ビフェニル型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、j E R Y X - 4 0 0 0 H（三菱ケミカル社製）等が挙げられる。

上記スルフィド型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Y S L V - 5 0 T E（新日鉄住金化学社製）等が挙げられる。

上記ジフェニルエーテル型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Y S L V - 8 0 D E（新日鉄住金化学社製）等が挙げられる。

上記ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、E P - 4 0 8 8 S（A D E K A社製）等が挙げられる。

20

上記ナフタレン型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンH P 4 0 3 2、エピクロンE X A - 4 7 0 0（いずれもD I C社製）等が挙げられる。

上記フェノールノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンN - 7 7 0（D I C社製）等が挙げられる。

上記オルトクレゾールノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンN - 6 7 0 - E X P - S（D I C社製）等が挙げられる。

上記ジシクロペンタジエンノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、エピクロンH P 7 2 0 0（D I C社製）等が挙げられる。

上記ビフェニルノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、N C - 3 0 0 0 P（日本化薬社製）等が挙げられる。

30

上記ナフタレンフェノールノボラック型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、E S N - 1 6 5 S（新日鉄住金化学社製）等が挙げられる。

上記グリシジルアミン型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、j E R 6 3 0（三菱ケミカル社製）、エピクロン4 3 0（D I C社製）、T E T R A D - X（三菱ガス化学社製）等が挙げられる。

上記アルキルポリオール型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Z X - 1 5 4 2（新日鉄住金化学社製）、エピクロン7 2 6（D I C社製）、エポライト8 0 M F A（共栄社化学社製）、デナコールE X - 6 1 1（ナガセケムテックス社製）等が挙げられる。

上記ゴム変性型エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、Y R - 4 5 0、Y R - 2 0 7（いずれも新日鉄住金化学社製）、エポリードP B（ダイセル社製）等が挙げられる。

40

上記グリシジルエステル化合物のうち市販されているものとしては、例えば、デナコールE X - 1 4 7（ナガセケムテックス社製）等が挙げられる。

上記エポキシ化合物のうちその他に市販されているものとしては、例えば、Y D C - 1 3 1 2、Y S L V - 8 0 X Y、Y S L V - 9 0 C R（いずれも新日鉄住金化学社製）、X A C 4 1 5 1（旭化成社製）、j E R 1 0 3 1、j E R 1 0 3 2（いずれも三菱ケミカル社製）、E X A - 7 1 2 0（D I C社製）、T E P I C（日産化学社製）等が挙げられる。

【 0 0 1 7 】

上記エポキシ（メタ）アクリレートのうち市販されているものとしては、例えば、ダイセ

50

ル・オルネクス社製のエポキシ(メタ)アクリレート、新中村化学工業社製のエポキシ(メタ)アクリレート、共栄社化学社製のエポキシ(メタ)アクリレート、ナガセケムテックス社製のエポキシ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

上記ダイセル・オルネクス社製のエポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、EBECRYL 860、EBECRYL 3200、EBECRYL 3201、EBECRYL 3412、EBECRYL 3600、EBECRYL 3700、EBECRYL 3701、EBECRYL 3702、EBECRYL 3703、EBECRYL 3708、EBECRYL 3800、EBECRYL 6040、EBECRYL RDX 63182等が挙げられる。

上記新中村化学工業社製のエポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、EA-1010、EA-1020、EA-5323、EA-5520、EA-CHD、EMA-1020等が挙げられる。

10

上記共栄社化学社製のエポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、エポキシエステルM-600A、エポキシエステル40EM、エポキシエステル70PA、エポキシエステル200PA、エポキシエステル80MFA、エポキシエステル3002M、エポキシエステル3002A、エポキシエステル1600A、エポキシエステル3000M、エポキシエステル3000A、エポキシエステル200EA、エポキシエステル400EA等が挙げられる。

上記ナガセケムテックス社製のエポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、デナコールアクリレートDA-141、デナコールアクリレートDA-314、デナコールアクリレートDA-911等が挙げられる。

20

【0018】

上記ウレタン(メタ)アクリレートは、例えば、イソシアネート化合物に対して水酸基を有する(メタ)アクリル酸誘導体を、触媒量のスズ系化合物存在下で反応させることによって得ることができる。

【0019】

上記イソシアネート化合物としては、例えば、イソホロンジイソシアネート、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート(MDI)、水添MDI、ポリメリックMDI、1,5-ナフタレンジイソシアネート、ノルボルナンジイソシアネート、トリジンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート(XDI)、水添XDI、リジンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、トリス(イソシアネートフェニル)チオフォスフェート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート、1,6,11-ウンデカントリイソシアネート等が挙げられる。

30

【0020】

また、上記イソシアネート化合物としては、ポリオールと過剰のイソシアネート化合物との反応により得られる鎖延長されたイソシアネート化合物も使用することができる。

上記ポリオールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、トリメチロールプロパン、カーボネートジオール、ポリエーテルジオール、ポリエステルジオール、ポリカプロラクトンジオール等が挙げられる。

40

【0021】

上記水酸基を有する(メタ)アクリル酸誘導体としては、例えば、ヒドロキシアルキルモノ(メタ)アクリレート、二価のアルコールのモノ(メタ)アクリレート、三価のアルコールのモノ(メタ)アクリレート又はジ(メタ)アクリレート、エポキシ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

上記ヒドロキシアルキルモノ(メタ)アクリレートとしては、例えば、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

50

上記二価のアルコールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、ポリエチレングリコール等が挙げられる。

上記三価のアルコールとしては、例えば、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン等が挙げられる。

上記エポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えば、ビスフェノールA型エポキシアクリレート等が挙げられる。

【0022】

上記ウレタン(メタ)アクリレートのうち市販されているものとしては、例えば、東亜合成社製のウレタン(メタ)アクリレート、ダイセル・オルネクス社製のウレタン(メタ)アクリレート、根上工業社製のウレタン(メタ)アクリレート、新中村化学工業社製のウレタン(メタ)アクリレート、共栄社化学社製のウレタン(メタ)アクリレート等が挙げられる。

10

上記東亜合成社製のウレタン(メタ)アクリレートとしては、例えば、M-1100、M-1200、M-1210、M-1600等が挙げられる。

上記ダイセル・オルネクス社製のウレタン(メタ)アクリレートとしては、例えば、EBECRYL210、EBECRYL220、EBECRYL230、EBECRYL270、EBECRYL1290、EBECRYL2220、EBECRYL4827、EBECRYL4842、EBECRYL4858、EBECRYL5129、EBECRYL6700、EBECRYL8402、EBECRYL8803、EBECRYL8804、EBECRYL8807、EBECRYL9260等が挙げられる。

20

上記根上工業社製のウレタン(メタ)アクリレートとしては、例えば、アートレジンUN-330、アートレジンSH-500B、アートレジンUN-1200TPK、アートレジンUN-1255、アートレジンUN-3320HB、アートレジンUN-7100、アートレジンUN-9000A、アートレジンUN-9000H等が挙げられる。

上記新中村化学工業社製のウレタン(メタ)アクリレートとしては、例えば、U-2HA、U-2PHA、U-3HA、U-4HA、U-6H、U-6HA、U-6LPA、U-10H、U-15HA、U-108、U-108A、U-122A、U-122P、U-324A、U-340A、U-340P、U-1084A、U-2061BA、UA-340P、UA-4000、UA-4100、UA-4200、UA-4400、UA-5201P、UA-7100、UA-7200、UA-W2A等が挙げられる。

30

上記共栄社化学社製のウレタン(メタ)アクリレートとしては、例えば、AH-600、AI-600、AT-600、UA-101I、UA-101T、UA-306H、UA-306I、UA-306T等が挙げられる。

【0023】

上記エポキシ化合物としては、例えば、上記エポキシ(メタ)アクリレートを合成するための原料となるエポキシ化合物や、部分(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂等が挙げられる。

なお、本明細書において上記部分(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂とは、1分子中にエポキシ基と(メタ)アクリロイル基とをそれぞれ1つ以上有する化合物を意味し、例えば、1分子中に2つ以上のエポキシ基を有するエポキシ化合物の一部分のエポキシ基を(メタ)アクリル酸と反応させることによって得ることができる。

40

【0024】

上記部分(メタ)アクリル変性エポキシ樹脂のうち市販されているものとしては、例えば、UVACURE1561(ダイセル・オルネクス社製)等が挙げられる。

【0025】

本発明の液晶表示素子用シール剤が上記(メタ)アクリル化合物と上記エポキシ化合物とを含有する場合、上記硬化性樹脂中の(メタ)アクリロイル基とエポキシ基との合計における(メタ)アクリロイル基の比率を30モル%以上95モル%以下にすることが好ましい。上記(メタ)アクリロイル基の比率がこの範囲であることにより、液晶

50

汚染の発生を抑制しつつ、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性により優れるものとなる。

【0026】

上記硬化性樹脂は、液晶汚染をより抑制する観点から、-OH基、-NH-基、-NH₂基等の水素結合性のユニットを有するものが好ましい。

【0027】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、上記硬化性樹脂と相溶性が高く、上記硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない非反応性ポリマー（以下、「本発明にかかる非反応性ポリマー」ともいう）を含有する。本発明にかかる非反応性ポリマーを含有することにより、本発明の液晶表示素子用シール剤は、優れた接着性と優れた透湿防止性とを両立することができる。

10

なお、本明細書において上記「硬化性樹脂と相溶性が高い」とは、以下の状態を意味する。即ち、まず、25において硬化性樹脂100重量部に対して非反応性ポリマー30重量部を混合した後、攪拌機（シンキー社製、「あわとり練太郎 ARE-310」）にて1000rpmの条件で10分間攪拌する。その後10分間静置した後、5つの容器に均等に小分けし、各容器中に含まれる成分をLC-MSを用いて分析した際に、各容器中に含まれる成分の構成割合と混合時の成分の構成割合との差が全て2%以内である状態をいう。

【0028】

本発明にかかる非反応性ポリマーは、上記硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない。上記硬化性樹脂と反応し得る官能基は、用いる硬化性樹脂の種類によるが、具体的には例えば、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基、水酸基、アミノ基、カルボキシ基等が挙げられる。

20

【0029】

本発明にかかる非反応性ポリマーは、得られる液晶表示素子用シール剤が低液晶汚染性により優れるものとなることから、無官能(メタ)アクリルポリマーであることが好ましい。

【0030】

本発明にかかる非反応性ポリマーは、重量平均分子量の好ましい下限が1000、好ましい上限が1万である。本発明にかかる非反応性ポリマーの重量平均分子量が1000以上であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性により優れるものとなって、得られる液晶表示素子が耐衝撃性により優れるものとなる。本発明にかかる非反応性ポリマーの重量平均分子量が1万以下であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が描画性により優れるものとなる。本発明にかかる非反応性ポリマーの重量平均分子量のより好ましい下限は1500、より好ましい上限は8000である。

30

なお、本明細書において、上記重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)で溶媒としてテトラヒドロフランを用いて測定を行い、ポリスチレン換算により求められる値である。GPCによってポリスチレン換算による重量平均分子量を測定する際のカラムとしては、例えば、Shodex LF-804(昭和電工社製)等が挙げられる。

【0031】

本発明にかかる非反応性ポリマーは、ガラス転移温度の好ましい上限が-30である。上記ガラス転移温度が-30以下であることにより、本発明の液晶表示素子用シール剤は、より接着性に優れるものとなる。上記ガラス転移温度のより好ましい上限は-50である。

40

また、透湿防止性等の観点から、上記硬化物のガラス転移温度の好ましい下限は-100、より好ましい下限は-80である。

なお、本明細書において上記「ガラス転移温度」は、動的粘弾性測定により得られる損失正接(tan)の極大のうち、マイクロブラウン運動に起因する極大が現れる温度を意味する。上記ガラス転移温度は、粘弾性測定装置等を用いた従来公知の方法により測定することができる。

【0032】

50

上記硬化性樹脂 100 重量部に対する本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量の好ましい下限は 5 重量部、好ましい上限は 150 重量部である。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量が 5 重量部以上であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性により優れるものとなる。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量が 150 重量部以下であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性及び透湿防止性により優れるものとなり、かつ、硬化物が脆くなることを抑制できる。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量のより好ましい下限は 20 重量部、より好ましい上限は 80 重量部である。

【0033】

本発明の液晶表示素子用シール剤 100 重量部中における本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量の好ましい下限は 5 重量部、好ましい上限は 60 重量部である。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量が 5 重量部以上であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性により優れるものとなる。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量が 60 重量部以下であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が接着性及び透湿防止性により優れるものとなり、かつ、硬化物が脆くなることを抑制できる。本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量のより好ましい下限は 15 重量部、より好ましい上限は 45 重量部である。

10

【0034】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、重合開始剤及び/又は熱硬化剤を含有する。上記重合開始剤としては、例えば、ラジカル重合開始剤、カチオン重合開始剤等が挙げられる。

20

【0035】

上記ラジカル重合開始剤としては、加熱によりラジカルを発生する熱ラジカル重合開始剤、光照射によりラジカルを発生する光ラジカル重合開始剤等が挙げられる。

【0036】

上記光ラジカル重合開始剤としては、例えば、ベンゾフェノン化合物、アセトフェノン化合物、アシルフォスフィンオキサイド化合物、チタノセン化合物、オキシムエステル化合物、ベンゾインエーテル化合物、チオキサントン化合物等が挙げられる。

【0037】

上記光ラジカル重合開始剤のうち市販されているものとしては、例えば、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)ブタノン、1,2-(ジメチルアミノ)-2-(4-メチルフェニル)メチル)-1-(4-(4-モルホリニル)フェニル)-1-ブタノン、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキサイド、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オン、1-(4-(2-ヒドロキシエトキシ)-フェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチル-1-プロパン-1-オン、1-(4-(フェニルチオ)フェニル)-1,2-オクタジオン 2-(0-ベンゾイルオキシム)、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル等が挙げられる。

30

上記光ラジカル重合開始剤は、単独で用いられてもよいし、2種以上が組み合わせて用いられてもよい。

40

【0038】

上記熱ラジカル重合開始剤としては、例えば、アゾ化合物、有機過酸化物等からなるものが挙げられる。なかでも、高分子アゾ化合物からなる高分子アゾ開始剤が好ましい。

上記熱ラジカル重合開始剤は、単独で用いられてもよいし、2種以上が組み合わせて用いられてもよい。

なお、本明細書において高分子アゾ化合物とは、アゾ基を有し、熱によって(メタ)アクリロイルオキシ基を硬化させることができるラジカルを生成する、数平均分子量が300以上の化合物を意味する。

【0039】

50

上記高分子アゾ化合物の数平均分子量の好ましい下限は1000、好ましい上限は30万である。上記高分子アゾ化合物の数平均分子量がこの範囲であることにより、液晶への悪影響を防止しつつ、硬化性樹脂へ容易に混合することができる。上記高分子アゾ化合物の数平均分子量のより好ましい下限は5000、より好ましい上限は10万であり、更に好ましい下限は1万、更に好ましい上限は9万である。

なお、本明細書において、上記数平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）で溶媒としてテトラヒドロフランを用いて測定を行い、ポリスチレン換算により求められる値である。GPCによってポリスチレン換算による数平均分子量を測定する際のカラムとしては、例えば、Shodex LF-804（昭和電工社製）等が挙げられる。

【0040】

上記高分子アゾ化合物としては、例えば、アゾ基を介してポリアルキレンオキサイドやポリジメチルシロキサン等のユニットが複数結合した構造を有するものが挙げられる。

上記アゾ基を介してポリアルキレンオキサイド等のユニットが複数結合した構造を有する高分子アゾ化合物としては、ポリエチレンオキサイド構造を有するものが好ましい。

上記高分子アゾ化合物としては、具体的には例えば、4,4'-アゾビス（4-シアノペンタン酸）とポリアルキレングリコールの重縮合物や、4,4'-アゾビス（4-シアノペンタン酸）と末端アミノ基を有するポリジメチルシロキサンの重縮合物等が挙げられる。

上記高分子アゾ開始剤のうち市販されているものとしては、例えば、VPE-0201、VPE-0401、VPE-0601、VPS-0501、VPS-1001（いずれも富士フイルム和光純薬社製）等が挙げられる。

また、高分子ではないアゾ開始剤としては、例えば、V-65、V-501（いずれも富士フイルム和光純薬社製）等が挙げられる。

【0041】

上記有機過酸化物としては、例えば、ケトンパーオキサイド、パーオキシケタール、ヒドロパーオキサイド、ジアルキルパーオキサイド、パーオキシエステル、ジアシルパーオキサイド、パーオキシジカーボネート等が挙げられる。

【0042】

上記カチオン重合開始剤としては、光カチオン重合開始剤を好適に用いることができる。上記光カチオン重合開始剤は、光照射によりプロトン酸又はルイス酸を発生するものであれば特に限定されず、イオン性光酸発生タイプのものであってもよいし、非イオン性光酸発生タイプであってもよい。

上記光カチオン重合開始剤としては、例えば、芳香族ジアゾニウム塩、芳香族ハロニウム塩、芳香族スルホニウム塩等のオニウム塩類、鉄-アレン錯体、チタノセン錯体、アリールシラノール-アルミニウム錯体等の有機金属錯体類等が挙げられる。

【0043】

上記光カチオン重合開始剤のうち市販されているものとしては、例えば、アデカオプトマーSP-150、アデカオプトマーSP-170（いずれもADEKA社製）等が挙げられる。

【0044】

上記重合開始剤の含有量は、上記硬化性樹脂100重量部に対して、好ましい下限が0.1重量部、好ましい上限が30重量部である。上記重合開始剤の含有量が0.1重量部以上であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が硬化性により優れるものとなる。上記重合開始剤の含有量が30重量部以下であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤が保存安定性により優れるものとなる。上記重合開始剤の含有量のより好ましい下限は1重量部、より好ましい上限は10重量部であり、更に好ましい上限は5重量部である。

【0045】

上記熱硬化剤としては、例えば、有機酸ヒドラジド、イミダゾール誘導体、アミン化合物、多価フェノール系化合物、酸無水物等が挙げられる。なかでも、有機酸ヒドラジドが好

10

20

30

40

50

適に用いられる。

上記熱硬化剤は、単独で用いられてもよいし、2種以上が組み合わせて用いられてもよい。

【0046】

上記有機酸ヒドラジドとしては、例えば、セバシン酸ジヒドラジド、イソフタル酸ジヒドラジド、アジピン酸ジヒドラジド、マロン酸ジヒドラジド等が挙げられる。

上記有機酸ヒドラジドのうち市販されているものとしては、例えば、大塚化学社製の有機酸ヒドラジド、味の素ファインテクノ社製の有機酸ヒドラジド等が挙げられる。

上記大塚化学社製の有機酸ヒドラジドとしては、例えば、SDH、ADH等が挙げられる。

上記味の素ファインテクノ社製の有機酸ヒドラジドとしては、例えば、アミキュアVDH、アミキュアVDH-J、アミキュアUDH、アミキュアUDH-J等が挙げられる。

10

【0047】

上記熱硬化剤の含有量は、上記硬化性樹脂100重量部に対して、好ましい下限が1重量部、好ましい上限が50重量部である。上記熱硬化剤の含有量がこの範囲であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤の塗布性等を悪化させることなく、熱硬化性により優れるものとすることができる。上記熱硬化剤の含有量のより好ましい上限は30重量部である。

【0048】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、粘度調整、応力分散効果による接着性の更なる向上、線膨張率の改善、硬化物の透湿防止性の更なる向上等を目的として充填剤を含有することが好ましい。

20

【0049】

上記充填剤としては、無機充填剤や有機充填剤を用いることができる。

上記無機充填剤としては、例えば、シリカ、タルク、ガラスビーズ、石綿、石膏、珪藻土、スメクタイト、ペントナイト、モンモリロナイト、セリサイト、活性白土、アルミナ、酸化亜鉛、酸化鉄、酸化マグネシウム、酸化錫、酸化チタン、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、窒化アルミニウム、窒化珪素、硫酸バリウム、珪酸カルシウム等が挙げられる。

上記有機充填剤としては、例えば、ポリエステル微粒子、ポリウレタン微粒子、ビニル重合体微粒子、アクリル重合体微粒子等が挙げられる。

上記充填剤は、単独で用いられてもよいし、2種以上が組み合わせて用いられてもよい。

30

【0050】

本発明の液晶表示素子用シール剤100重量部中における上記充填剤の含有量の好ましい下限は10重量部、好ましい上限は70重量部である。上記充填剤の含有量がこの範囲であることにより、描画性等を悪化させることなく、接着性の更なる向上等の効果により優れるものとなる。上記充填剤の含有量のより好ましい下限は20重量部、より好ましい上限は60重量部である。

【0051】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、シランカップリング剤を含有することが好ましい。

上記シランカップリング剤は、主にシール剤と基板等とを更に良好に接着するための接着助剤としての役割を有する。

40

【0052】

上記シランカップリング剤としては、例えば、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-イソシアネートプロピルトリメトキシシラン等が好適に用いられる。これらのシランカップリング剤は、基板等との接着性を向上させる効果に優れ、硬化性樹脂と化学結合することにより液晶中への硬化性樹脂の流出を抑制することができる。

上記シランカップリング剤は、単独で用いられてもよいし、2種以上が組み合わせて用いられてもよい。

【0053】

本発明の液晶表示素子用シール剤100重量部中における上記シランカップリング剤の含

50

有量の好ましい下限は0.1重量部、好ましい上限は10重量部である。上記シランカップリング剤の含有量がこの範囲であることにより、液晶汚染の発生を抑制しつつ、接着性の更なる向上等の効果により優れるものとなる。上記シランカップリング剤の含有量のより好ましい下限は0.3重量部、より好ましい上限は5重量部である。

【0054】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、遮光剤を含有してもよい。上記遮光剤を含有することにより、本発明の液晶表示素子用シール剤は、遮光シール剤として好適に用いることができる。

【0055】

上記遮光剤としては、例えば、酸化鉄、チタンブラック、アニリンブラック、シアニンブラック、フラーレン、カーボンブラック、樹脂被覆型カーボンブラック等が挙げられる。なかでも、チタンブラックが好ましい。

10

【0056】

上記チタンブラックは、波長300nm以上800nm以下の光に対する平均透過率と比較して、紫外線領域付近、特に波長370nm以上450nm以下の光に対する透過率が高くなる物質である。即ち、上記チタンブラックは、可視光領域の波長の光を十分に遮蔽することで本発明の液晶表示素子用シール剤に遮光性を付与する一方、紫外線領域付近の波長の光は透過させる性質を有する遮光剤である。本発明の液晶表示素子用シール剤に含有される遮光剤としては、絶縁性の高い物質が好ましく、絶縁性の高い遮光剤としてもチタンブラックが好適である。

20

【0057】

上記チタンブラックは、表面処理されていないものでも十分な効果を発揮するが、表面がカップリング剤等の有機成分で処理されているものや、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化ゲルマニウム、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム等の無機成分で被覆されているもの等、表面処理されたチタンブラックを用いることもできる。なかでも、有機成分で処理されているものは、より絶縁性を向上できる点で好ましい。

また、遮光剤として上記チタンブラックを含有する本発明の液晶表示素子用シール剤を用いて製造した液晶表示素子は、十分な遮光性を有するため、光の漏れ出しがなく高いコントラストを有し、優れた画像表示品質を有する液晶表示素子を実現することができる。

【0058】

上記チタンブラックのうち市販されているものとしては、例えば、三菱マテリアル社製のチタンブラック、赤穂化成社製のチタンブラック等が挙げられる。

30

上記三菱マテリアル社製のチタンブラックとしては、例えば、12S、13M、13M-C、13R-N、14M-C等が挙げられる。

上記赤穂化成社製のチタンブラックとしては、例えば、ティラックD等が挙げられる。

【0059】

上記チタンブラックの比表面積の好ましい下限は $13\text{ m}^2/\text{g}$ 、好ましい上限は $30\text{ m}^2/\text{g}$ であり、より好ましい下限は $15\text{ m}^2/\text{g}$ 、より好ましい上限は $25\text{ m}^2/\text{g}$ である。また、上記チタンブラックの体積抵抗の好ましい下限は $0.5\text{ }\cdot\text{ cm}$ 、好ましい上限は $3\text{ }\cdot\text{ cm}$ であり、より好ましい下限は $1\text{ }\cdot\text{ cm}$ 、より好ましい上限は $2.5\text{ }\cdot\text{ cm}$ である。

40

【0060】

上記遮光剤の一次粒子径は、液晶表示素子の基板間の距離以下であれば特に限定されないが、好ましい下限は1nm、好ましい上限は5000nmである。上記遮光剤の一次粒子径がこの範囲であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤の描画性等を悪化させることなく遮光性により優れるものとすることができる。上記遮光剤の一次粒子径のより好ましい下限は5nm、より好ましい上限は200nm、更に好ましい下限は10nm、更に好ましい上限は100nmである。

なお、上記遮光剤の一次粒子径は、NICOMP 380ZLS (PARTICLE SIZING SYSTEMS社製)を用いて、上記遮光剤を溶媒(水、有機溶媒等)に分散

50

させて測定することができる。

【0061】

本発明の液晶表示素子用シール剤100重量部中における上記遮光剤の含有量の好ましい下限は5重量部、好ましい上限は80重量部である。上記遮光剤の含有量がこの範囲であることにより、得られる液晶表示素子用シール剤の接着性、硬化後の強度、及び、描画性を大きく低下させることなく、より優れた遮光性を発揮することができる。上記遮光剤の含有量のより好ましい下限は10重量部、より好ましい上限は70重量部であり、更に好ましい下限は30重量部、更に好ましい上限は60重量部である。

【0062】

本発明の液晶表示素子用シール剤は、更に、必要に応じて、反応性希釈剤、スパーサー、硬化促進剤、消泡剤、レベリング剤、重合禁止剤等の添加剤を含有してもよい。

10

【0063】

本発明の液晶表示素子用シール剤を製造する方法としては、例えば、混合機を用いて、硬化性樹脂と、重合開始剤及び/又は熱硬化剤と、本発明にかかる非反応性ポリマーと、必要に応じて添加するシランカップリング剤等とを混合する方法等が挙げられる。

上記混合機としては、例えば、ホモディスペー、ホモミキサー、万能ミキサー、プラネタリーミキサー、ニーダー、3本ロール等が挙げられる。

【0064】

本発明の液晶表示素子用シール剤に、導電性微粒子を配合することにより、上下導通材料を製造することができる。このような本発明の液晶表示素子用シール剤と導電性微粒子とを含有する上下導通材料もまた、本発明の1つである。

20

【0065】

上記導電性微粒子としては、金属ボール、樹脂微粒子の表面に導電金属層を形成したもの等を用いることができる。なかでも、樹脂微粒子の表面に導電金属層を形成したものは、樹脂微粒子の優れた弾性により、透明基板等を損傷することなく導電接続が可能であることから好適である。

【0066】

本発明の液晶表示素子用シール剤又は本発明の上下導通材料を用いてなる液晶表示素子もまた、本発明の1つである。

【0067】

本発明の液晶表示素子を製造する方法としては、液晶滴下工法が好適に用いられ、具体的には例えば、以下の各工程を有する方法等が挙げられる。

30

まず、ITO薄膜等の電極付きのガラス基板やポリエチレンテレフタレート基板等の2枚の基板の一方に、本発明の液晶表示素子用シール剤を、スクリーン印刷、ディスペンサー塗布等により塗布して枠状のシールパターンを形成する工程を行う。次いで、本発明の液晶表示素子用シール剤が未硬化の状態では液晶の微小滴を基板のシールパターンの枠内に滴下塗布し、真空下で別の基板を重ね合わせる工程を行う。その後、本発明の液晶表示素子用シール剤のシールパターン部分に紫外線等の光を照射してシール剤を仮硬化させる工程、及び、仮硬化させたシール剤を加熱して本硬化させる工程を行う方法により、液晶表示素子を得ることができる。

40

【発明の効果】

【0068】

本発明によれば、接着性、透湿防止性、及び、低液晶汚染性に優れ、かつ、耐衝撃性に優れた液晶表示素子を得ることができる液晶表示素子用シール剤を提供することができる。

また、本発明によれば、該液晶表示素子用シール剤を用いてなる上下導通材料及び液晶表示素子を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0069】

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されない。

50

【 0 0 7 0 】

(実施例 1 ~ 1 1 及び比較例 1 ~ 3)

表 1、2 に記載された配合比に従い、各材料を遊星式攪拌機 (シンキー社製、「あわとり練太郎」) を用いて混合した後、更に 3 本ロールを用いて混合することにより実施例 1 ~ 1 1 及び比較例 1 ~ 3 の液晶表示素子用シール剤を調製した。

表中における「ARUFON UP - 1 0 2 1」は、実施例 1 ~ 5、1 1 で用いた硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない無官能アクリルポリマー (重量平均分子量 1 6 0 0、ガラス転移温度 - 7 1) である。また、2 5 において該硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して「ARUFON UP - 1 0 2 1」を 3 0 重量部混合 (合計 2 6 0 g) した後、攪拌機 (シンキー社製、「あわとり練太郎 ARE - 3 1 0」) にて 1 0 0 0 r p m の条件で 1 0 分間攪拌した。その後 1 0 分間静置した後、5 つの容器に均等に小分けし、各容器中に含まれる成分を LC - MS を用いて分析した際に、各容器中に含まれる成分の構成割合と混合時の成分の構成割合との差が全て 2 % 以内である状態であることを確認した。

10

表中における「ARUFON UP - 1 1 7 0」は、実施例 6 ~ 1 0 で用いた硬化性樹脂と反応し得る官能基を有さない無官能アクリルポリマー (重量平均分子量 8 0 0 0、ガラス転移温度 - 5 7) である。また、2 5 において該硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して「ARUFON UP - 1 1 7 0」を 3 0 重量部混合 (合計 2 6 0 g) した後、攪拌機 (シンキー社製、「あわとり練太郎 ARE - 3 1 0」) にて 1 0 0 0 r p m の条件で 1 0 分間攪拌した。その後 1 0 分間静置した後、5 つの容器に均等に小分けし、各容器中に含まれる成分を LC - MS を用いて分析した際に、各容器中に含まれる成分の構成割合と混合時の成分の構成割合との差が全て 2 % 以内である状態であることを確認した。

20

表中における「ARUFON UH - 2 0 4 1」は、比較例 2 で用いた硬化性樹脂と反応し得る官能基として水酸基を有するアクリルポリマー (重量平均分子量 2 5 0 0、ガラス転移温度 - 5 0) である。また、2 5 において該硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して「ARUFON UH - 2 0 4 1」を 3 0 重量部混合 (合計 2 6 0 g) した後、攪拌機 (シンキー社製、「あわとり練太郎 ARE - 3 1 0」) にて 1 0 0 0 r p m の条件で 1 0 分間攪拌した。その後 1 0 分間静置した後、5 つの容器に均等に小分けし、各容器中に含まれる成分を LC - MS を用いて分析した際に、各容器中に含まれる成分の構成割合と混合時の成分の構成割合との差が全て 2 % 以内である状態であることを確認した。

30

表中における「ARUFON UG - 4 0 1 0」は、比較例 3 で用いた硬化性樹脂と反応し得る官能基としてエポキシ基を有するアクリルポリマー (重量平均分子量 2 9 0 0、ガラス転移温度 - 5 7) である。また、2 5 において該硬化性樹脂 1 0 0 重量部に対して「ARUFON UG - 4 0 1 0」を 3 0 重量部混合 (合計 2 6 0 g) した後、攪拌機 (シンキー社製、「あわとり練太郎 ARE - 3 1 0」) にて 1 0 0 0 r p m の条件で 1 0 分間攪拌した。その後 1 0 分間静置した後、5 つの容器に均等に小分けし、各容器中に含まれる成分を LC - MS を用いて分析した際に、各容器中に含まれる成分の構成割合と混合時の成分の構成割合との差が全て 2 % 以内である状態であることを確認した。

【 0 0 7 1 】

< 評価 >

実施例及び比較例で得られた液晶表示素子用シール剤について以下の評価を行った。結果を表 1、2 に示した。

40

【 0 0 7 2 】

(描画性)

実施例及び比較例で得られた各液晶表示素子用シール剤 1 0 0 重量部に対して平均粒子径 5 μ m のスプレー粒子 (積水化学工業社製、「ミクロパール SP - 2 0 5 0」) 1 重量部を遊星式攪拌装置によって均一に分散させた。次いで、該スプレー粒子を分散させたシール剤をディスペンス用のシリンジ (武蔵エンジニアリング社製、「PSY - 1 0 E」) に充填し、脱泡処理を行ってから、ディスペンサー (武蔵エンジニアリング社製、「SHOTMASTER 3 0 0」) にて 2 枚の I T O 薄膜付きの透明基板の一方に長方形の枠を描く様にシール剤を塗布した。次いで、他方の透明基板を真空貼り合わせ装置にて 5 P

50

aの減圧下にて貼り合わせ、セルを得た。得られたセルにメタルハライドランプを用いて 100 mW/cm^2 の紫外線(波長 365 nm)を 30 秒照射した後、 120 で 1 時間加熱してシール剤を硬化させ、試験片を得た。得られた試験片内のシール剤を観察し、シール剤に断線不良もうねりもなくきれいなラインが描けていた場合を「 \square 」、断線不良はないがシール剤に僅かにうねりが生じていた場合を「 \square 」、断線不良はないがシール剤に大きなうねりが生じていた場合を「 \square 」、断線不良が生じていた場合を「 \times 」として描画性を評価した。

【0073】

(接着性)

実施例及び比較例で得られた各液晶表示素子用シール剤 100 重量部にスパーサー微粒子(積水化学工業社製、「ミクロパールSI-H050」) 1 重量部を分散させた。該スパーサー微粒子を分散させたシール剤について、 2 枚のラビング済み配向膜及び透明電極付き基板(長さ 75 mm 、幅 75 mm 、厚み 0.7 mm)の一方に、表示部が $45\text{ mm}\times 55\text{ mm}$ となるようにシール剤の線幅 1 mm でディスプレイ塗布した。続いて液晶(チソ社製、「JC-5004LA」)の微小滴を透明電極付き基板のシール剤の枠内全面に滴下塗布し、すぐにもう一方の基板を貼り合わせた。次いで、シール剤部分にメタルハライドランプを用いて 100 mW/cm^2 の紫外線(波長 365 nm)を 30 秒照射した後、 120 で 1 時間加熱することにより、実施例及び比較例で得られた各液晶表示素子用シール剤について、液晶表示素子をそれぞれ 10 セルずつ作製した。

各液晶表示素子を 2 m の高さから落下させる落下試験を行った。落下試験後、全てのセルに剥がれや割れによる液晶漏れがなかった場合を「 \square 」、 1 セル以上 4 セル未満の液晶表示素子に液晶漏れがあった場合を「 \square 」、 4 セル以上 7 セル未満の液晶表示素子に液晶漏れがあった場合を「 \square 」、 7 セル以上の液晶表示素子に液晶漏れがあった場合を「 \times 」として接着性を評価した。

【0074】

(透湿防止性)

実施例及び比較例で得られた各液晶表示素子用シール剤を、平滑な離型フィルム状にコーターで厚さ $200\sim 300\text{ }\mu\text{m}$ に塗工した。次いで、塗工したシール剤にメタルハライドランプを用いて 100 mW/cm^2 の紫外線(波長 365 nm)を 30 秒照射した後、 120 で 1 時間加熱してシール剤を硬化させ、透湿度測定用硬化フィルムを得た。JIS Z 0208の防湿包装材料の透湿度試験方法(カップ法)に準じた方法で透湿度試験用カップを作製し、得られた透湿度測定用硬化フィルムを取り付け、温度 60 湿度 90% RHの恒温恒湿オープンに投入して透湿度を測定した。透湿度が $200\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 未満であった場合を「 \square 」、 $200\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 以上 $250\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 未満であった場合を「 \square 」、 $250\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 以上 $300\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 未満であった場合を「 \square 」、 $300\text{ g/m}^2\cdot 24\text{ hr}$ 以上であった場合を「 \times 」として透湿防止性を評価した。

【0075】

(低液晶汚染性)

実施例及び比較例で得られた各液晶表示素子用シール剤について、上記「(接着性)」と同様にして液晶表示素子を作製した。

得られた液晶表示素子について、 100 時間動作試験を行った後、 80 で 1000 時間電圧印加状態とした後の液晶配向乱れを目視によって確認した。

液晶配向乱れは周辺部及び表示部の色むらにより判断しており、色むらが全くなかった場合を「 \square 」、周辺部に少しの色むらが確認された場合を「 \square 」、色むらが表示部へと広がっていた場合を「 \times 」として低液晶汚染性を評価した。

【0076】

10

20

30

40

50

【表 1】

		実施例											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
組成 (重量部)	硬化性樹脂	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	
	本発明にかかる 非反応性ポリマー	ビスフェノールA型エポキシ樹脂 (ダイセル・オルネクス社製、「EBECRYL3700」)	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
		ビスフェノールA型エポキシ樹脂 (DIC社製、「エピクロン850CRP」)	5	30	60	110	150	-	-	-	-	-	60
		無官能アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UP-1021」)	-	-	-	-	-	5	30	60	110	150	-
		無官能アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UP-1170」)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	その他のポリマー	水酸基含有アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UH-2041」)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		エポキシ基含有アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UG-4010」)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	光ラジカル 重合開始剤	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	熱硬化剤	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	充填剤	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	
シラン カップリング剤	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
遮光剤	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
液晶表示素子用シール剤100重量部中における本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量 (重量部)	3	17	29	43	51	3	17	29	43	51	29		
評価	描画性	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○	○	◎	
	接着性	△	○	◎	○	△	△	○	◎	○	△	◎	
	透湿防止性	◎	◎	○	○	△	◎	◎	○	○	△	○	
	低液晶汚染性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	

【 0 0 7 7 】

10

20

30

40

50

【表 2】

			比較例		
			1	2	3
組成 (重量部)	硬化性樹脂	ビスフェノールA型エポキシアクリレート (ダイセル・オルネクス社製、「EBECRYL3700」)	70	70	70
		ビスフェノールA型エポキシ樹脂 (DIC社製、「エピクロン850CRP」)	30	30	30
	本発明にかかる 非反応性ポリマー	無官能アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UP-1021」)	—	—	—
		無官能アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UP-1170」)	—	—	—
	その他のポリマー	水酸基含有アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UH-2041」)	—	60	—
		エポキシ基含有アクリルポリマー (東亜合成社製、「ARUFON UG-4010」)	—	—	60
	光ラジカル 重合開始剤	2, 2-ジメトキシ-1, 2-ジフェニルエタン-1-オン (IGM Resins社製、「Omnirad 651」)	2	2	2
	熱硬化剤	アジピン酸ジヒドРАЗド (大塚化学社製、「ADH」)	2	2	2
	充填剤	シリカ (日本触媒社製、「シーホスター KE-S100」)	40	40	40
	シラン カップリング剤	3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (チッソ社製、「サイラエース S510」)	1	1	1
遮光剤	チタンブラック (三菱マテリアル社製、「13M-C」)	—	—	—	
液晶表示素子用シール剤100重量部中における本発明にかかる非反応性ポリマーの含有量 (重量部)			0	0	0
評価	描画性		◎	◎	◎
	接着性		×	◎	◎
	透湿防止性		◎	×	×
	低液晶汚染性		○	○	○

10

20

【産業上の利用可能性】

【0078】

本発明によれば、接着性、透湿防止性、及び、低液晶汚染性に優れ、かつ、耐衝撃性に優れる液晶表示素子を得ることができる液晶表示素子用シール剤を提供することができる。また、本発明によれば、該液晶表示素子用シール剤を用いてなる上下導通材料及び液晶表示素子を提供することができる。

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2010-144092(JP,A)
特開2005-281493(JP,A)
特開2016-044187(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
- | | |
|------|----------|
| G02F | 1 / 1339 |
| C09K | 3 / 10 |