

液晶メインシール用樹脂

はじめに

コンピューターをはじめとして今やあらゆる製品に表示デバイスは欠くことのできない存在となっています。その中でも液晶ディスプレイ市場はCRTやPDPなどとのすみわけをしながら、着実に成長を続けています。液晶ディスプレイ各メーカーは他社との差別化をはかるために、高精細、高信頼性、低コストの検討に余念がありません。

スリーボンドにおいても液晶ディスプレイの高生産性や高信頼性に寄与できる材料、メインシール剤、エンドシール剤、モールド剤、ピンリード固定用樹脂、異方導電性樹脂、上下導通剤などを提案しております(スリーボンドテクニカルニュースNo.43 液晶周辺材料参照)。その中でもメインシール剤、エンドシール剤は液晶材料と直接接触する重要な材料です。

様々な硬化形態の樹脂がシール剤として検討されていますが、ここでは紫外線硬化性メインシール剤の開発経緯を中心に説明いたします。

目 次

はじめに	
1. 液晶ディスプレイにおけるメインシール剤	2
2. 液晶との相溶性検討	2
3. メインシール剤の開発	5
4. 今後の方向性	6
おわりに	8

1. 液晶ディスプレイにおけるメインシール剤

現在、液晶ディスプレイに使用されているメインシール剤は溶剤型熱硬化タイプのエポキシ樹脂が主流です。しかし、高精細化が進むなかで、熱によるずれなどが問題になり、紫外線硬化性樹脂によるシールが検討されてきました。従来検討されてきた紫外線硬化性液晶メインシール剤の問題点を以下に示します。

液晶に対するコンタミ

シール剤と液晶材料が相溶するためにシール剤周辺に配向ムラが発生する。

硬化条件：加熱併用、硬化時間がかかる。

信頼性を実現するためにUV照射後、加熱する手法がとられましたが、加熱硬化時に剥離が発生するなどの問題があります。また加熱を必要としない場合でもUV硬化に10000mJ/cm²以上の光量が必要でした。

接着力不足

スクライブカット時の応力に耐えられず、剥離が発生する。

耐湿性不足

透湿度が高いため、水分が液晶パネル内に浸透し、配向不良が発生する。

耐熱性不足（低T_g）

T_gが低いため、等方性処理などの熱工程で剥離やギャップムラなどの不具合が発生する。

これらの問題点を解決するために従来とはまったく異なる液晶メインシール剤を開発しましたのでここで紹介いたします。

2. 液晶との相溶性検討

紫外線硬化性樹脂はエンドシール剤（封止剤）としては従来から使用されており、現在製造されているエンドシール剤のほとんどが紫外線硬化性樹脂です。しかし、パネルメーカーが完全に満足するにはいたっておりません。これはエンドシール剤が未硬化の状態では液晶材料と接触し、接触時及び硬化時に液晶材料と相溶し、配向不良を起こすためです。

今回、メインシール剤を検討するにあたって、未硬化での液晶との相溶性を検討しました。これは未硬化で液晶との相溶性が低ければ、当然硬化時の液晶との相溶はないと考えられること、また、この技術がエンドシール剤の開発にも生かすことができるからです。

DSC	<Sample>	<Comment>	<Temp.program[°C][°C/min][min]>
<Name>	MLC2027-184PS8A	N.T	1* 25.0 - 120.0 2.00 0.00
MLC2027-184PS	2.055 mg	-----	<Gas>
<Date>	(2.055 mg)	-----	N2 50.0 ml/min
96/01/22 22:30	<Reference>	-----	----- 0.0 ml/min
	A1	<Sampling>	
	10.000mg	1.0 sec	

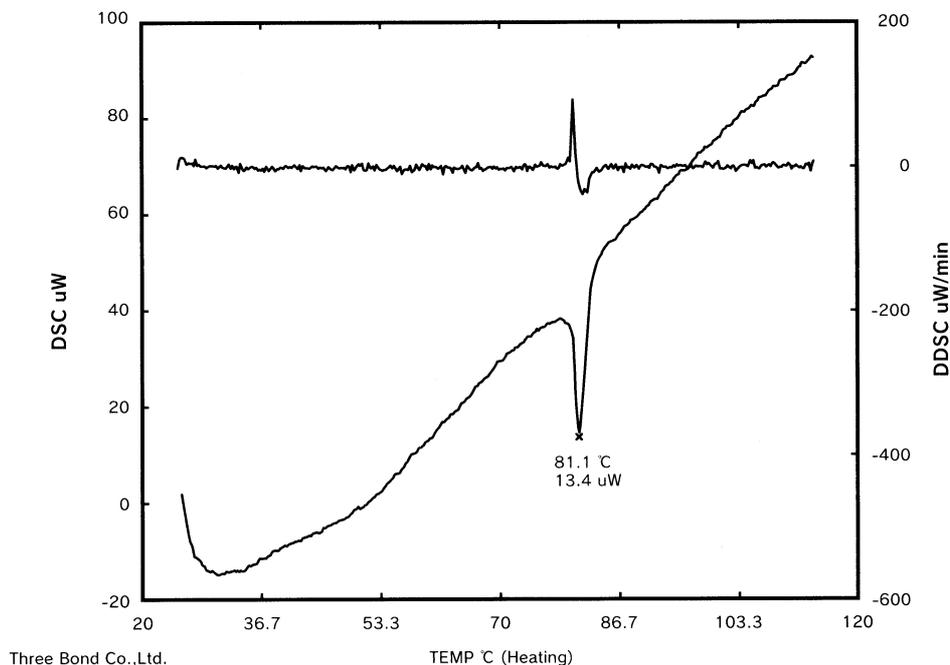


Fig.1 液晶材料のDSC測定結果

示しました。しかし、この吸熱ピークのずれ、つまり相転移温度のずれを配向不良の原因とするのは危険です。実際に比抵抗値の低下度合と比較すると全くのイコールにはなりません。相転移温度のずれは少なくとも液晶の特性に影響を与える成分が相溶していることを示していると考えられます。

この相溶した液晶材料をガスクロマトグラフィにかけることにより、相溶成分の同定を行いました。ウレタンアクリレート、エポキシアクリレートのアクリル系材料はアクリルモノマー、光重合開始剤成分が検出され、UVエポキシは光重合開始剤のみが検出されました。この検出成分を低減することにより、相溶成分を減少させることができると考えられます。

次に照度を変えたときのエポキシアクリレート、エポキシ（UV硬化）の吸熱ピークのずれを測定しました。その結果（Fig.4）照度が高い方が良好な結果となり、照度が低い場合には、エポキシ（UV硬化）よりもエポキシアクリレートの方が良好な結果となりました。この照度の差による配向性は実際のパネルでの配向不良の結果と一致します。Fig.5にエポキシアクリレートで封止した際の配向不良と硬化時のアウトガス量の関係を示します。この結果とFig.4の結果から、照度が低い場合、硬化時のアウトガス量が多くなり、液晶材料中に樹脂成分が溶け込むため、相転移点のずれを生じ、配向不良が発生することが推察されます。

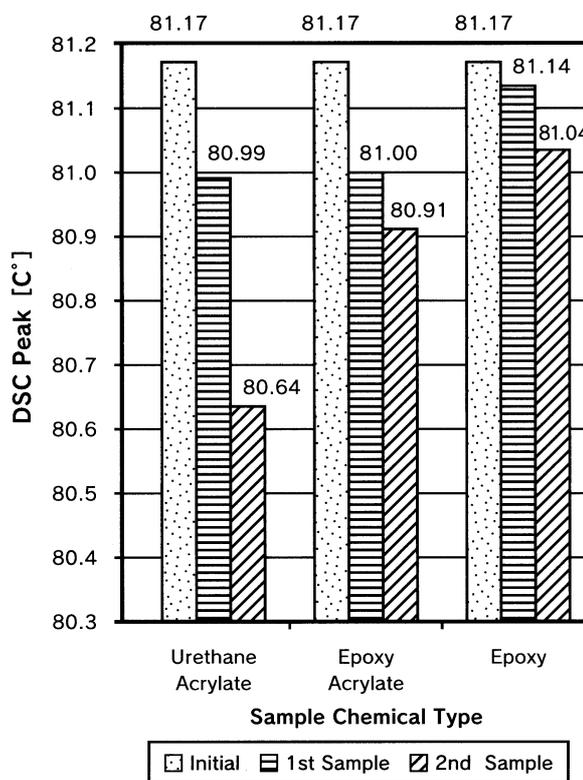


Fig.3 DSC Results

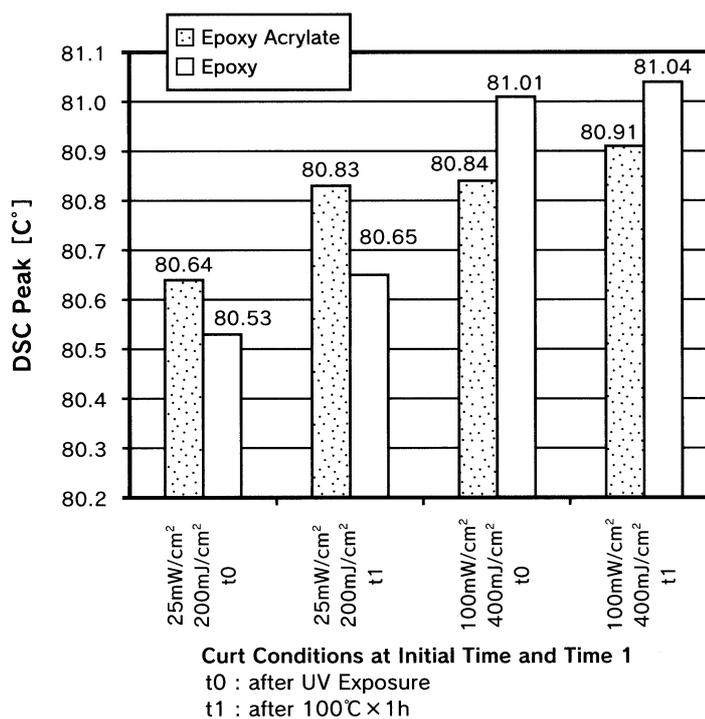


Fig.4 DSC Result of Changing UV Cure Conditions

ここまでの結果、エポキシアクリレートまたはエポキシ（UV硬化）の選定が望ましいと考えられますが、メインシール剤の場合、接着力、ガラス転移点、信頼性などの物理的特性が重要視されます。そこで高照度（100mW/cm²）での硬化を前提としてエポキシ（UV硬化）によるメインシール剤の開発を行いました。

3. メインシール剤の開発

エポキシを主成分として、高接着力、高T_g、低透湿度などを目標に配合し、開発された紫外線硬化性液晶メインシール剤がスリーボンド3025Gです。スリーボンド3025Gは紫外線のみで完全硬化するエポキシ樹脂です。

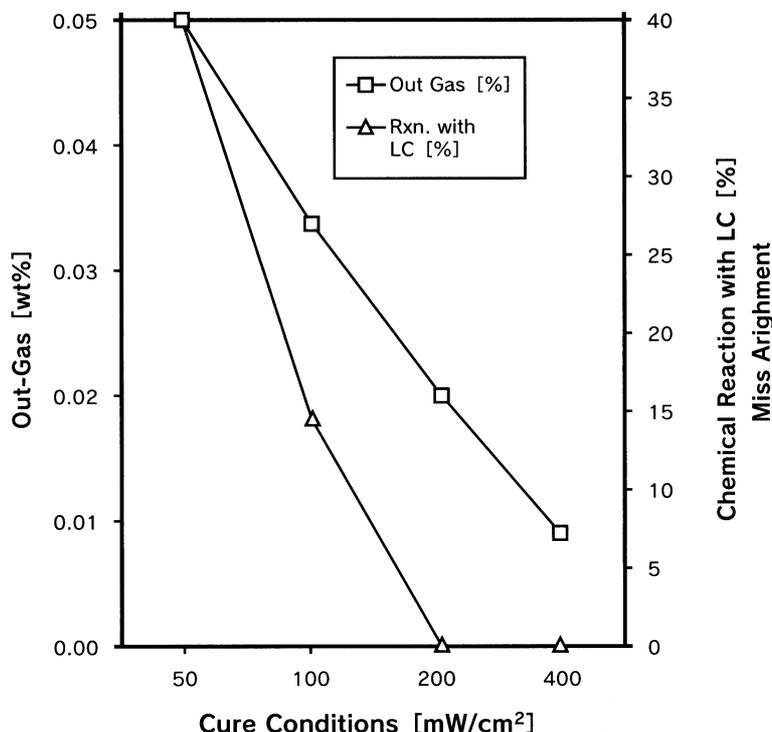


Fig.5 The Relation Between Out-Gas and Chemical Reaction with LC vs. Cure Condition at a Constant Energy of 800 mJ/cm²

Table 1. スリーボンド3025Gの性状と物性

試験項目	単位	ThreeBond 3025G	試験方法	備考
外観	—	乳褐色液状	3TS-201-01	
粘度	Pa·s {P}	45 {450}	3TS-210-02	25°C
比重	—	1.38	3TS-213-02	25°C

試験項目	単位	ThreeBond 3025G	試験方法	備考
硬度	—	90	3ST-215-01	JIS-D 25°C
ガラス転移点	°C	140	3ST-501-04	
吸水率	%	1.0	3ST-233-01	煮沸 2 h
透湿度	g/m ² ·24 h	5.0	JIS-Z-0208	40°C×95%RH
硬化収縮率	%	3.0	3ST-228-01	
引張り剥離接着強さ	MPa {kgf/cm ² }	0.93 {9.5}		コーニング社 7059
	MPa {kgf/cm ² }	0.62 {6.4}		
イオン濃度			3ST-511-01	PCT×48 h 抽出
Cl ⁻	ppm	25		
Na ⁺	ppm	1		
K ⁺	ppm	1		

硬化条件：4kW 高压水銀灯（オーク社製 HMW-244-11CM）

照射距離 15cm

積算光量 40kJ/m² {4000mJ/cm²}

スクリーン印刷だけでなく、ディスペンサー塗布も可能です。Table.1に性状及び物性を示します。硬化性はUV硬化エポキシ樹脂としては速硬化の4000mJ/cm²硬化を実現しています。接着強度はスクライブカッティングの応力にも十分耐えうる接着力を実現しています。引張り剥離接着強さ、ガラス転移点、弾性率の耐熱（120℃）、耐湿（85℃×90%RH）試験による経時変化データを示します。

4. 今後の方向性

紫外線硬化性液晶シール剤スリーボンド3025Gは紫外線硬化のみで硬化するという利点を生かし、ビューファインダーやプロジェクター用などの小型のpoly-Siパネルには使用されています。しかし、大型パネルに採用されるにはいくつかの問題点をクリアしていかなければなりません。以下に今後の課題を上げます。

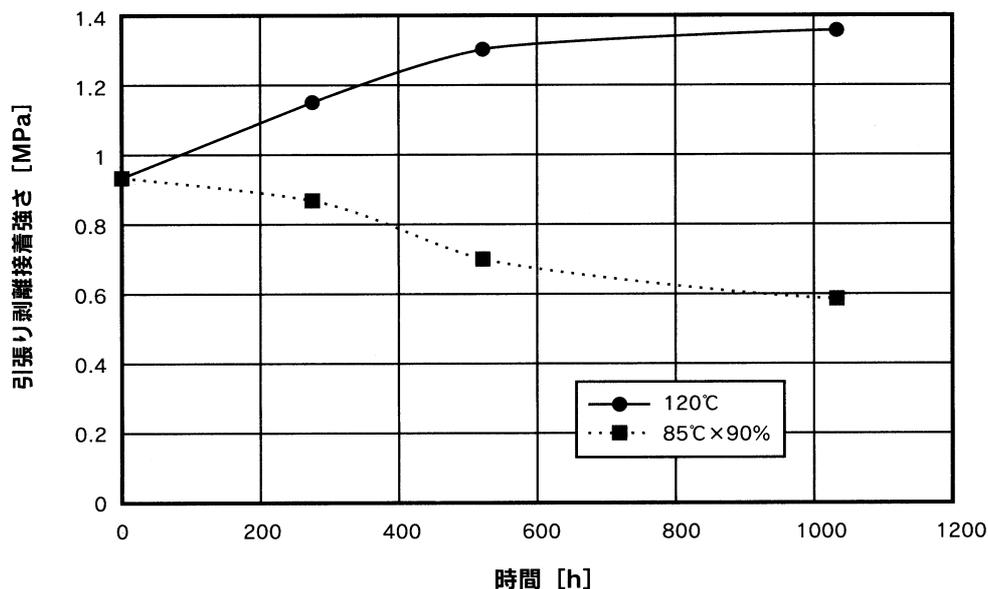
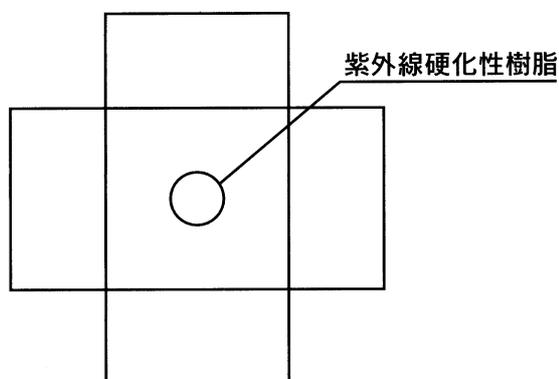


Fig.6 引張り剥離接着強さ試験結果

引張り剥離接着強さ試験方法

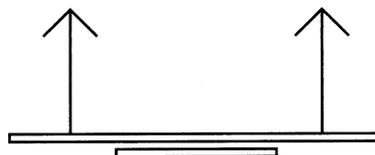
1. 紫外線硬化性樹脂に、スペーサー剤を添加し下記の図のように2枚のガラスで十字に挟み込む。
2. 100mW/cm²×40秒照射し硬化させた。

3. ガラス下側を固定し、上側ガラス両端を引張り、剥離試験を行った。
4. 接着面積を算出し、単位面積当たりの強度を算出した。



ガラスサイズ25×50×1.1(mm)

テンシロン万能試験機による引張り剥離



アルミ配線下など影部の硬化手法検討
 接着力のさらなる向上
 貼り合わせ装置とのマッチング

狭ギャップ対応
 また、フィルム液晶対応やエンドシール剤の性能
 向上、UV上下導通剤などの検討も必要です。

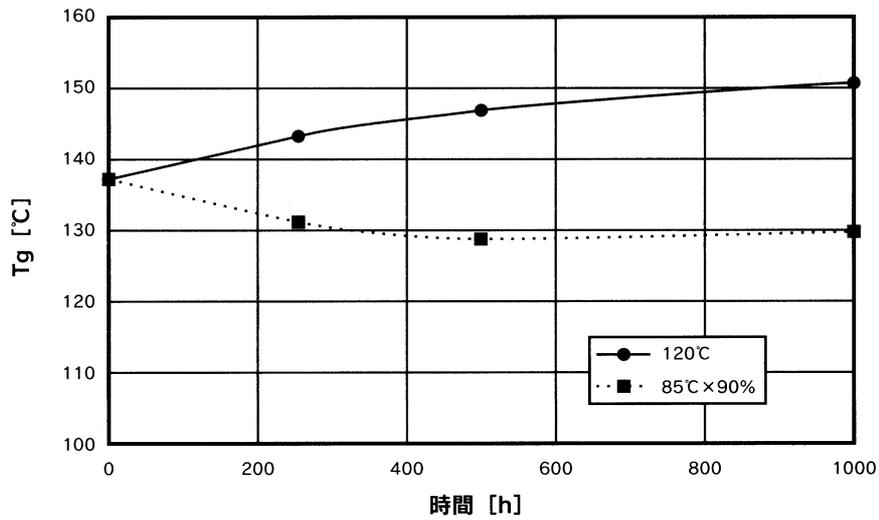


Fig.7 Tg信頼性試験投入時経時変化

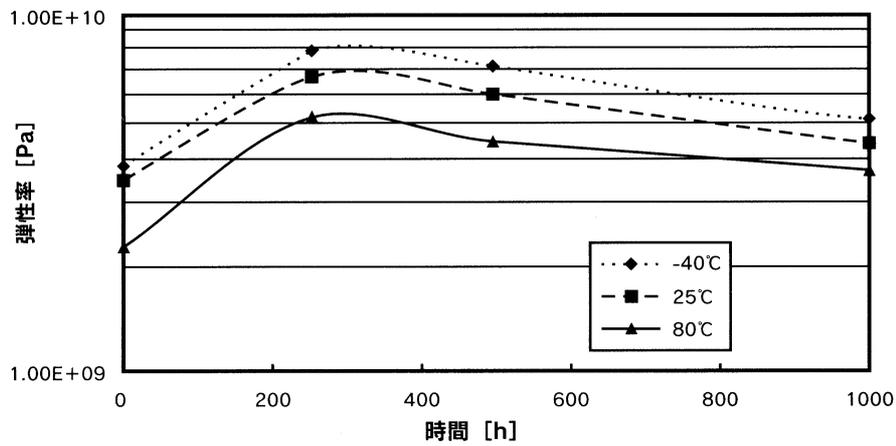


Fig.8 120 恒温試験における各温度での弾性率経時変化

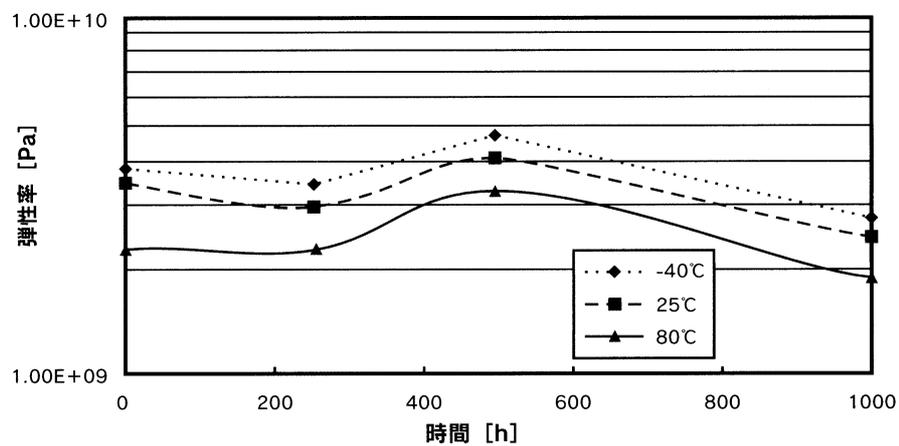


Fig.9 85 x 90%RH下における各温度での弾性率経時変化

おわりに

液晶メインシール剤のUV化はまだ始まったばかりです。しかし、液晶パネルの高スループット、高歩留まり、高精細化のためには欠かすことのできない技術になりつつあります。大型基板に採用されるにはまだまだ技術的ブレークスルーが必要ですが、液晶パネルメーカーや装置メーカーとの協力により、大型基板でのUVシール化の日も近いと確信しています。

株式会社スリーボンド

開発部 電気事業開発課

スリーボンド リサーチセンター USA 株式会社

堀江 賢一

赤坂 秀文

武岡 徹

John Ethan Adams



企画 株式会社 URC 編集室
編集 東京都港区南青山5-12-3-903
電話 03(3407)0333

発行 株式会社 スリーボンド
東京都八王子市狭間町1456
電話 0426(61)1333(代)