



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105723276 A

(43)申请公布日 2016.06.29

(21)申请号 201480062648.X

(22)申请日 2014.11.14

(30)优先权数据

2013-237319 2013.11.15 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2016.05.16

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2014/080237 2014.11.14

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/072554 JA 2015.05.21

(71)申请人 日产化学工业株式会社

地址 日本东京都

(72)发明人 万代淳彦 野口勇步

(74)专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277

代理人 刘新宇 李茂家

(51)Int.Cl.

G02F 1/1337(2006.01)

C08L 79/08(2006.01)

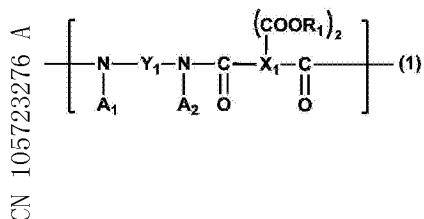
权利要求书4页 说明书48页

(54)发明名称

液晶取向剂和使用其的液晶表示元件

(57)摘要

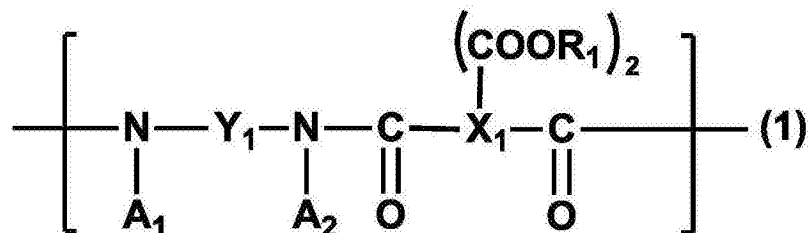
本发明提供能够提高密封剂与液晶取向膜的粘接性、抑制液晶表示元件的边框附近在高温高湿条件下发生表示不均的液晶取向剂。一种液晶取向剂,其含有(A)成分、(B)成分和有机溶剂。(A)成分:选自具有式(1)所示结构单元的聚酰亚胺前体和该聚酰亚胺前体的酰亚胺化聚合物组成的组中的至少1种聚合物。(B)成分:具有羟基烷基酰胺基的化合物。(X₁独立地为4价有机基团;Y₁为2价有机基团;R₁为氢原子或碳数1~5的烷基;A₁、A₂独立地为氢原子、碳数1~10的烷基、碳数2~10的烯基或碳数2~10的炔基,这些基团任选具有取代基。)



1. 一种液晶取向剂,其特征在于,其含有下述(A)成分、(B)成分和有机溶剂:

(A)成分:选自由具有下述式(1)所示结构单元的聚酰亚胺前体和该聚酰亚胺前体的酰亚胺化聚合物组成的组中的至少1种聚合物;

(B)成分:具有羟基烷基酰胺基的化合物,

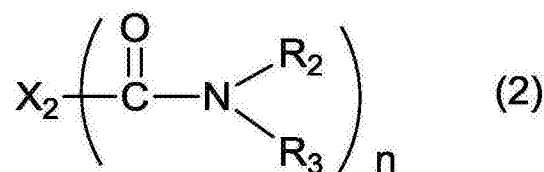


X₁为4价有机基团;Y₁为2价有机基团;R₁为氢原子或碳数1~5的烷基;A₁和A₂各自独立地为氢原子、碳数1~10的烷基、碳数2~10的烯基或碳数2~10的炔基,这些基团任选具有取代基。

2. 根据权利要求1所述的液晶取向剂,其中,(B)成分为具有2个以上羟基烷基酰胺基的化合物。

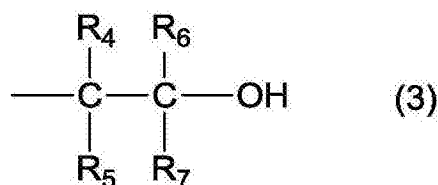
3. 根据权利要求1或2所述的液晶取向剂,其中,含有相对于(A)成分为0.1~20质量%的(B)成分。

4. 根据权利要求1~3中任一项所述的液晶取向剂,其中,(B)成分用下述式(2)表示,



X₂为碳数1~20的脂肪族烃基、或者包含芳香族烃基的n价有机基团,n为2~6的整数;R₂和R₃各自独立地为氢原子、碳数1~4的烷基、碳数2~4的烯基或碳数2~4的炔基,这些基团任选具有取代基,其中,R₂和R₃之中的至少1个具有羟基作为取代基。

5. 根据权利要求1~4中任一项所述的液晶取向剂,其中,R₂和R₃之中的至少1个为下述式(3),

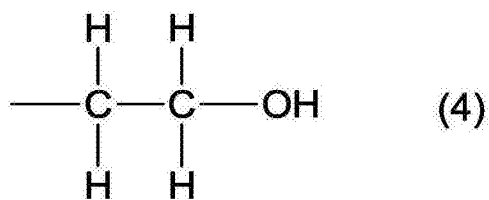


R₄~R₇各自独立地为氢原子、烃基、或者被羟基取代的烃基。

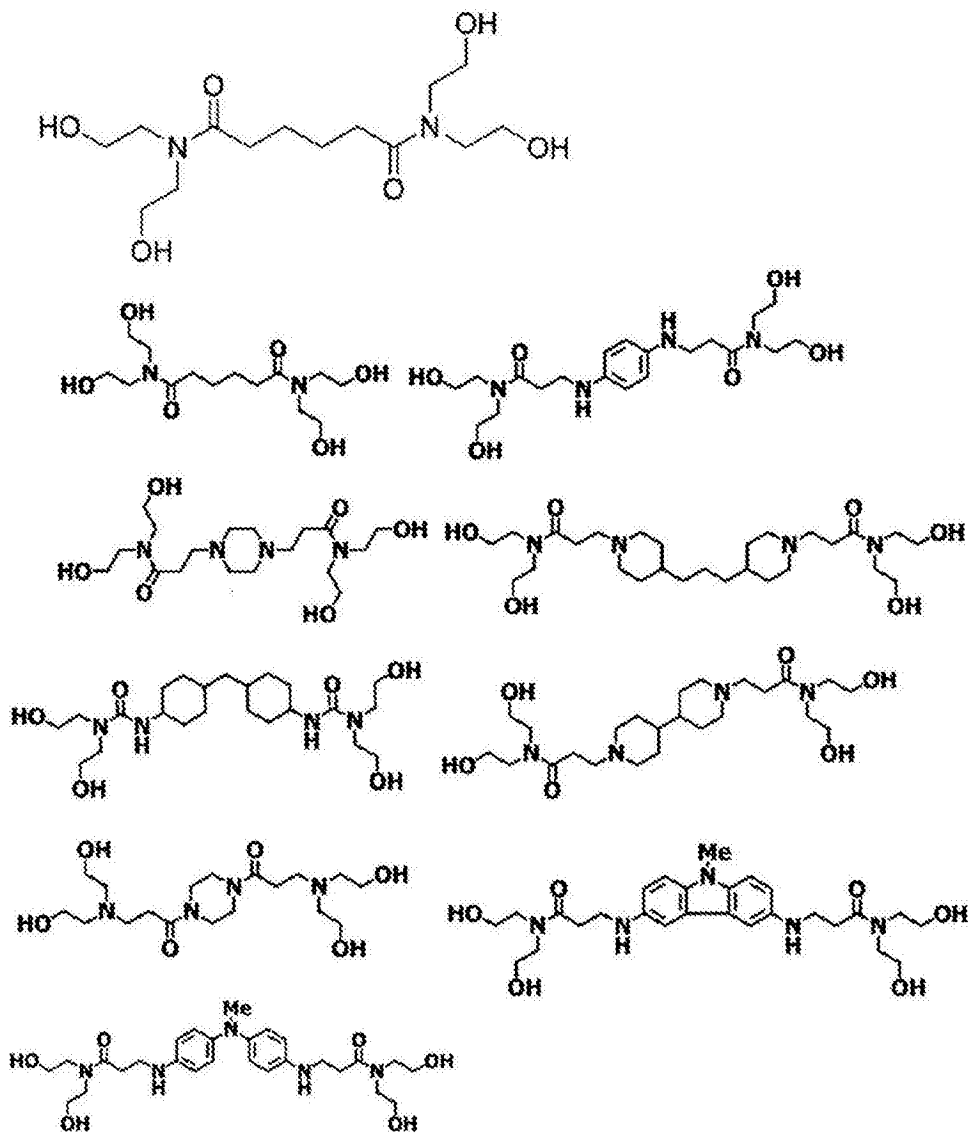
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的液晶取向剂,其中,X₂中的直接键合于羰基的原子是未形成芳香环的碳原子。

7. 根据权利要求1~6中任一项所述的液晶取向剂,其中,X₂为脂肪族烃基。

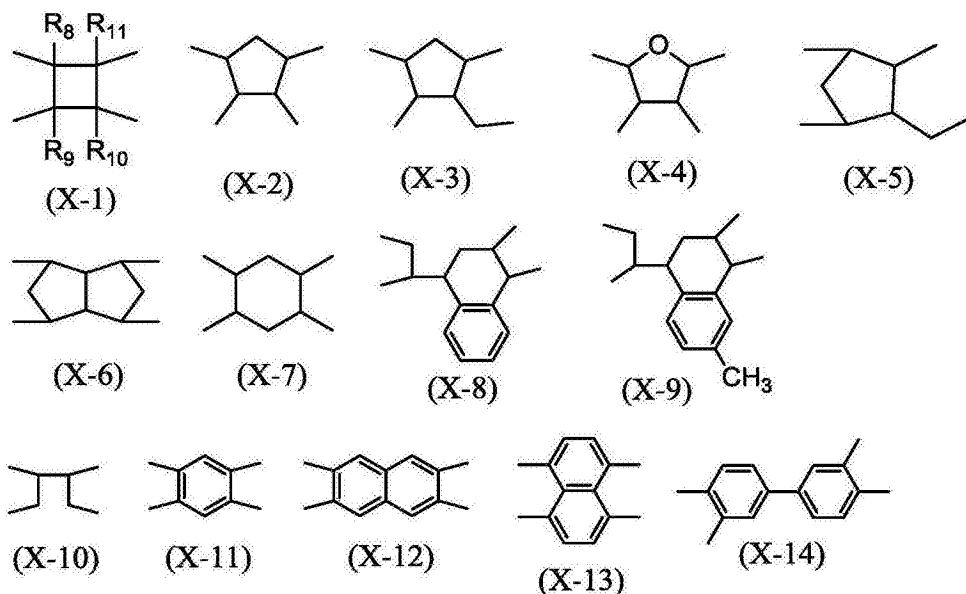
8. 根据权利要求1~7中任一项所述的液晶取向剂,其中,R₂和R₃为下述式(4)所示的化合物,



9. 根据权利要求1~8中任一项所述的液晶取向剂,其中,(B)成分为下述任意化合物:

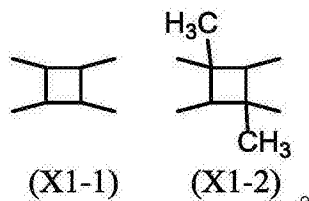


10. 根据权利要求1~9中任一项所述的液晶取向剂,其中,X₁为选自由下述式(X-1)~(X-14)组成的组中的至少1种结构:

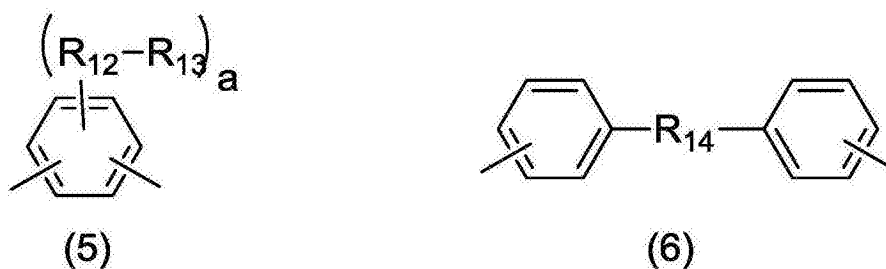


$R_8 \sim R_{11}$ 各自独立地为氢原子, 卤原子, 碳数1~6的烷基, 碳数2~6的烯基、炔基, 或苯基。

11. 根据权利要求1~10中任一项所述的液晶取向剂, 其中, X_1 为选自由下述式(X1-1)和(X1-2)组成的组中的至少1种结构:



12. 根据权利要求1~11中任一项所述的液晶取向剂, 其中, Y_1 为选自由下述式(5)和(6)组成的组中的至少1种结构:



R_{12} 为单键或碳数1~30的2价有机基团; R_{13} 为氢原子、卤原子或碳数1~30的1价有机基团; a 为1~4的整数, a 为2以上时, $(R_{12}-R_{13})$ 彼此相同或不同; R_{14} 为单键、-O-、-S-、-NR₁₅-、酰胺键、酯键、脲键或碳数1~40的2价有机基团; R_{15} 为氢原子或甲基。

13. 一种液晶取向膜, 其是涂布权利要求1~12中任一项所述的液晶取向剂并烧成而得到的。

14. 一种液晶取向膜, 其是涂布权利要求1~12中任一项所述的液晶取向剂并照射波长为100~400nm的偏振紫外线而得到的。

15. 根据权利要求13或14所述的液晶取向膜, 其中, 烧成后的膜厚为5~300nm。

16. 一种液晶表示元件, 其具备权利要求13~15中任一项所述的液晶取向膜。

17. 一种横向电场驱动型液晶表示元件, 其具备权利要求13~15中任一项所述的液晶

取向膜。

液晶取向剂和使用其的液晶表示元件

技术领域

[0001] 本发明涉及用于制造液晶表示元件的液晶取向剂、由该液晶取向剂得到的液晶取向膜、以及使用了该液晶取向膜的液晶表示元件。

背景技术

[0002] 液晶表示元件作为质量轻、体积薄且耗电低的表示设备是已知的。近年来,面向市场占有率快速扩大的便携电话、平板型终端的高清晰液晶表示元件实现了显著发展,以达到要求高表示品质的程度。

[0003] 液晶表示元件是用具备电极的一对透明基板夹持液晶层而构成的。液晶表示元件中,由有机材料形成的有机膜被用作液晶取向膜,以使液晶在基板之间形成期望的取向状态。即,液晶取向膜是液晶表示元件的构成部件,其形成于夹持液晶的基板的与液晶接触的表面,承担使液晶在该基板之间沿着一定的方向取向的作用。进而,通过液晶取向膜能够控制液晶的预倾角。主要已知的是:通过选择聚酰亚胺的结构而提高预倾角的方法(参照专利文献1)和通过选择聚酰亚胺的结构而降低预倾角的方法(参照专利文献2)等。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:日本特开平09-278724号公报

[0007] 专利文献2:日本特开平10-123532号公报

发明内容

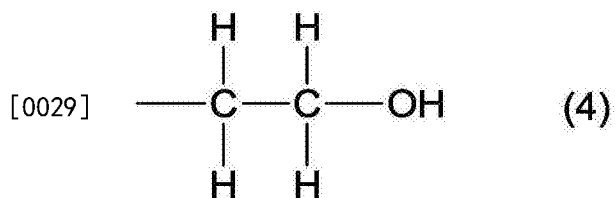
[0008] 发明要解决的问题

[0009] 近年来,面向智能手机、便携电话等移动用途而使用了液晶表示元件。对于这些用途而言,为了确保尽量大的表示面,要求的是,为了对液晶表示元件的基板之间进行粘接而使用的密封剂的宽度比以往窄的所谓窄边框化。随着所述面板的窄边框化,制作液晶表示元件时使用的密封剂的涂布位置会成为与液晶取向膜端部接触的位置、或者被涂布于液晶取向膜的上部,聚酰亚胺没有极性基团或者极性基团少,因此存在如下问题:密封剂与液晶取向膜表面未形成共价键、基板彼此的粘接变得不充分。在这种情况下,尤其是在高温高湿条件下的使用中,会产生如下问题:水容易从密封剂与液晶取向膜之间混入、液晶表示元件的边框附近发生表示不均。因此,课题在于提高聚酰亚胺系液晶取向膜与密封剂、基板的粘接性(密合性)。如上所述,液晶取向膜与密封剂、基板的粘接性的改善需要在不降低液晶取向膜所具有的液晶取向性、电特性的条件下实现,进而要求提高这些特性。

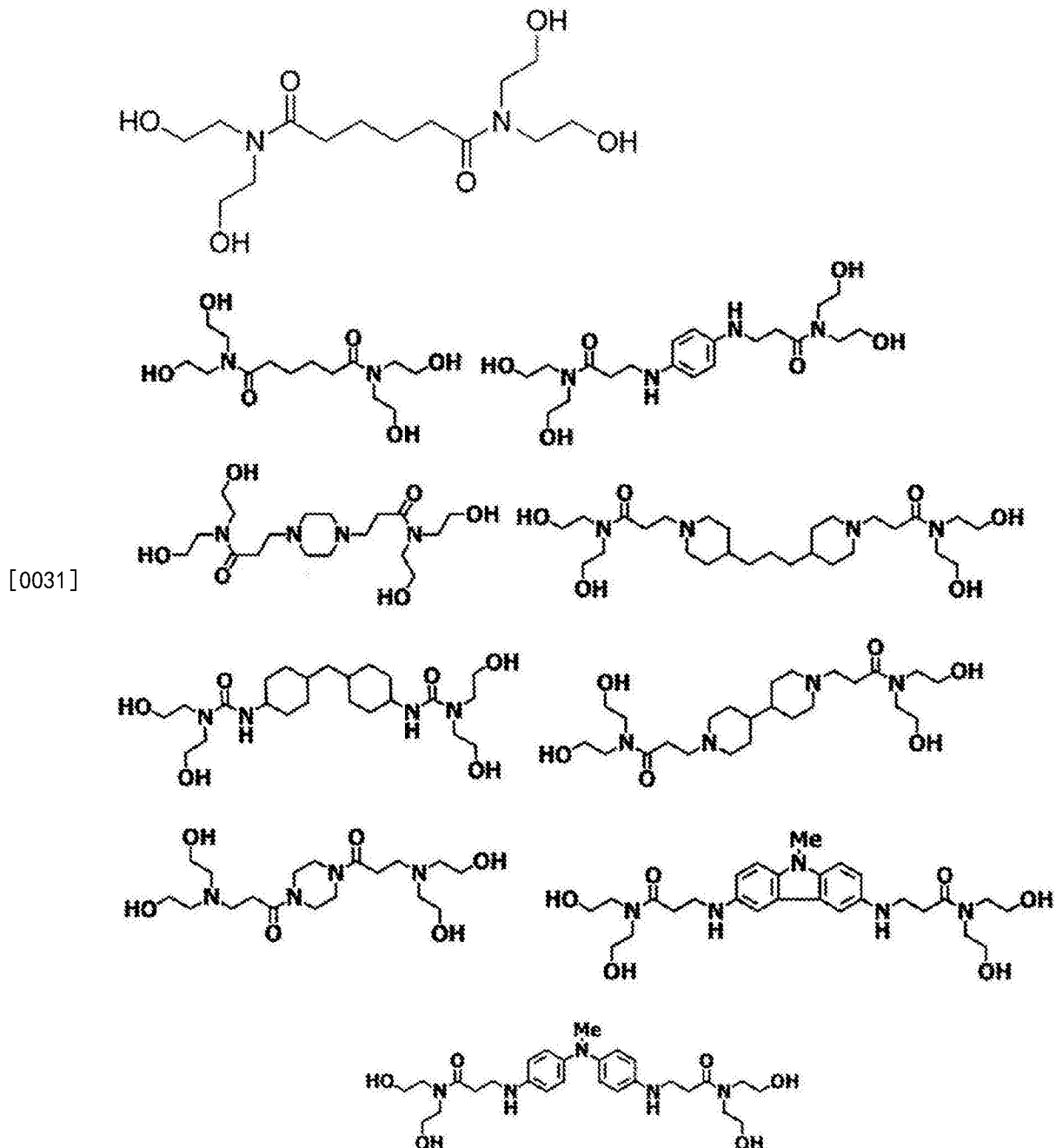
[0010] 本发明的主要目的在于,提供能够提高液晶取向膜与密封剂、基板的密合性而不降低液晶取向性、电特性的液晶取向剂。

[0011] 用于解决问题的方案

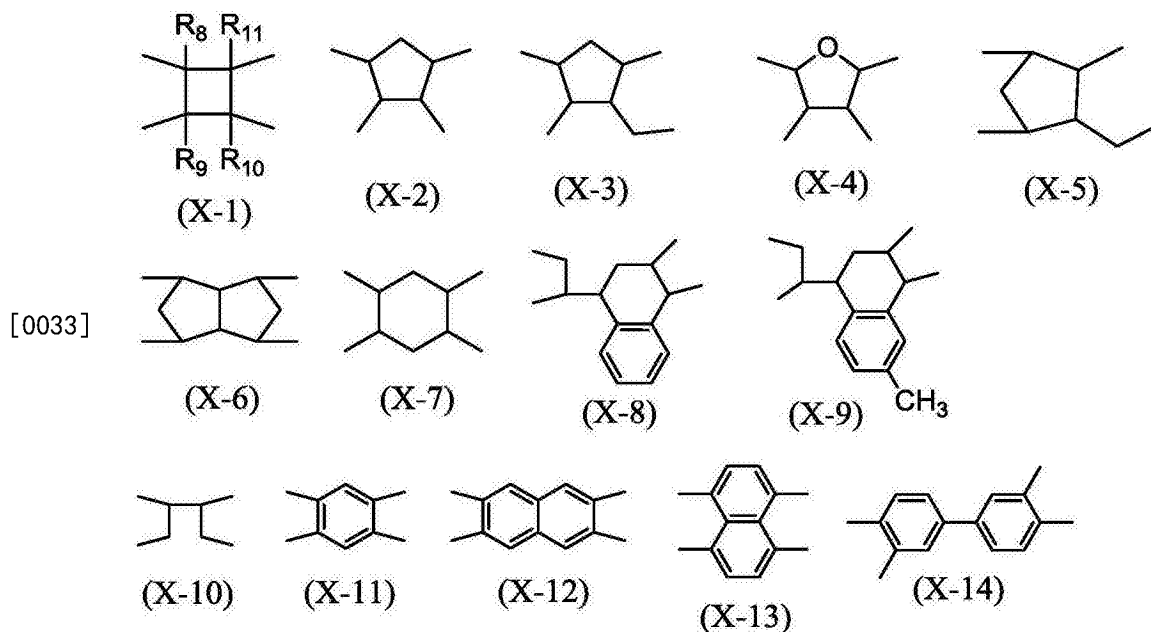
[0012] 本发明人等为了解决上述课题而进行了深入研究,结果完成了本发明。即,本发明的主旨如下所示。



[0030] 9. 根据上述1~8中任一项所述的液晶取向剂,其中,(B)成分为下述任意化合物。

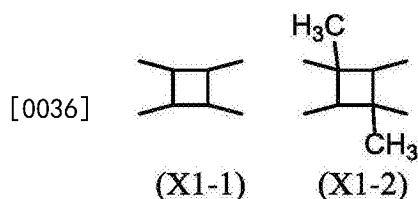


[0032] 10. 根据上述1~9中任一项所述的液晶取向剂,其中, X_1 为选自由下述式(X-1)~(X-14)组成的组中的至少1种结构。

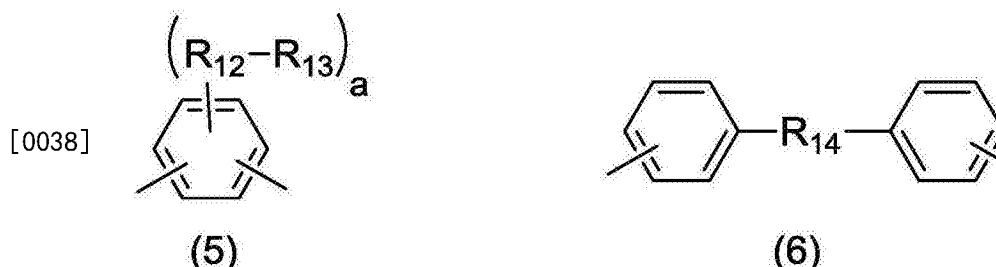


[0034] (R₈~R₁₁各自独立地为氢原子,卤原子,碳数1~6的烷基,碳数2~6的烯基、烯基,或苯基。)

[0035] 11.根据上述1~10中任一项所述的液晶取向剂,其中,X₁为选自由下述式(X1-1)和(X1-2)组成的组中的至少1种结构。



[0037] 12.根据上述1~11中任一项所述的液晶取向剂,其中,Y₁为选自由下述式(5)和(6)组成的组中的至少1种结构。



[0039] (R₁₂为单键或碳数1~30的2价有机基团,R₁₃为氢原子、卤原子或碳数1~30的1价有机基团,a为1~4的整数,a为2以上时,(R₁₂-R₁₃)彼此相同或不同。R₁₄为单键、-O-、-S-、-NR₁₅-、酰胺键、酯键、脲键或碳数1~40的2价有机基团,R₁₅为氢原子或甲基。)

[0040] 13.一种液晶取向膜,其是涂布上述1~12中任一项所述的液晶取向剂并烧成而得到的。

[0041] 14.一种液晶取向膜,其是涂布上述1~12中任一项所述的液晶取向剂并照射波长为100~400nm的偏振紫外线而得到的。

[0042] 15.根据上述13或14所述的液晶取向膜,其中,烧成后的膜厚为5~300nm。

[0043] 16.一种液晶表示元件,其具备上述13~15中任一项所述的液晶取向膜。

[0044] 17.一种横向电场驱动型液晶表示元件,其具备上述13~15中任一项所述的液晶取向膜。

[0045] 发明的效果

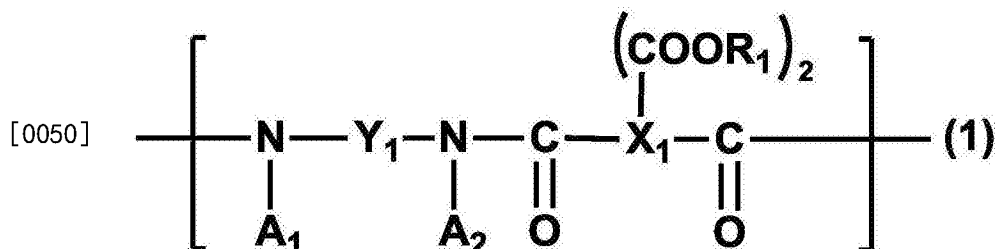
[0046] 通过使用本发明的液晶取向剂,可得到能够提高密封剂与液晶取向膜的粘接性、抑制液晶表示元件的边框附近在高温高湿条件下发生表示不均的液晶取向膜。由此,具有本发明的液晶取向膜的液晶表示元件通过提高密封剂与液晶取向膜的粘接性而能够解决边框附近的表示不均,能够制成大画面且高清晰的液晶显示器。

[0047] 进而,通过使用本发明的液晶取向剂,能够实现上述课题而不降低液晶取向性、电特性。

具体实施方式

[0048] <(A)成分>

[0049] 本发明的液晶取向剂中包含的(A)成分为选自由具有下述式(1)所示结构单元的聚酰亚胺前体和该聚酰亚胺前体的酰亚胺化聚合物组成的组中的至少1种聚合物。



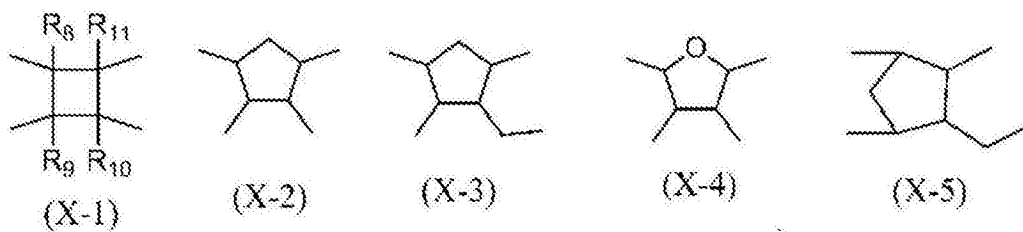
[0051] 式(1)中, X_1 为4价有机基团, Y_1 为2价有机基团。

[0052] R_1 为氢原子或碳数1~5的烷基。

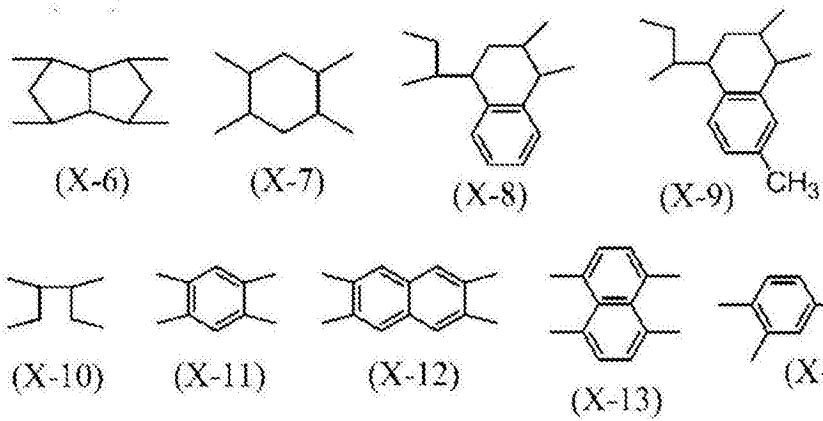
[0053] $\text{A}_1 \sim \text{A}_2$ 各自独立地为氢原子、碳数1~10的烷基、碳数2~10的烯基或碳数2~10的炔基,这些基团任选具有取代基。

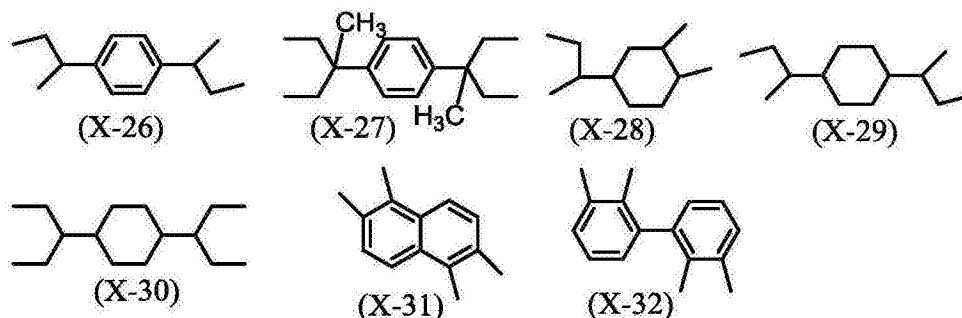
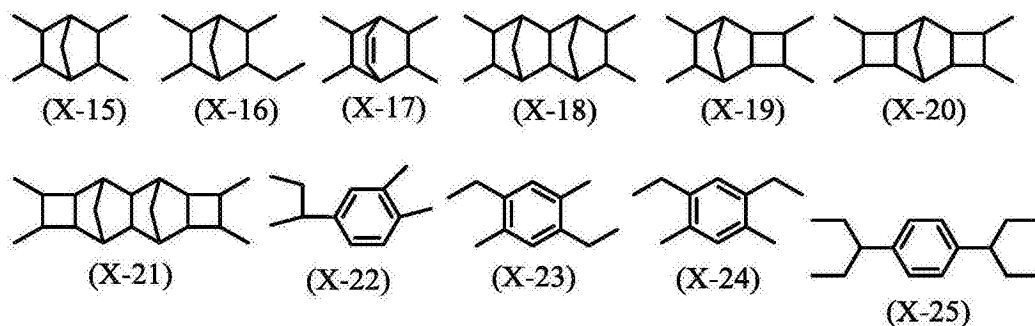
[0054] 作为 R_1 中的上述烷基的具体例,可列举出甲基、乙基、丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基等。从基于加热的酰亚胺化容易度的观点出发, R_1 优选为氢原子或甲基。

[0055] 式(1)中, X_1 为源自四羧酸衍生物的4价有机基团,其结构没有特别限定。聚酰亚胺前体中, X_1 可以混合存在2种以上。若示出 X_1 的具体例,则可列举出下述式(X-1)~(X-44)的结构。

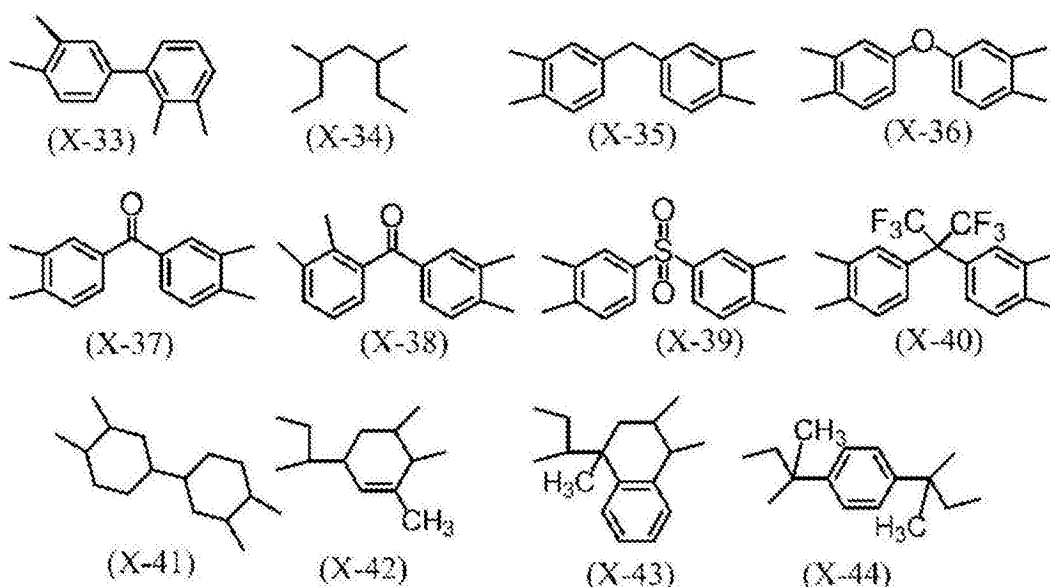


[0056]





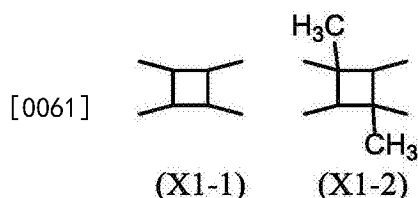
[0057]



[0058] 上述式(X-1)中的 $R_8 \sim R_{11}$ 各自独立地为氢原子, 卤原子, 碳数1~6的烷基, 碳数2~6的烯基、炔基, 或者苯基。 $R_8 \sim R_{11}$ 为大体积的结构时, 有可能使液晶取向性降低, 因此, 更优选为氢原子、甲基或乙基, 特别优选为氢原子或甲基。

[0059] 式(1)中, 从单体获取性的观点出发, X_1 优选为选自(X-1)~(X-14)中的结构。

[0060] 由于能够进一步提高所得液晶取向膜的可靠性, 因此, X_1 的结构优选为(X-1)~(X-7)和(X-10)之类的仅由脂肪族基团形成的结构, 更优选为(X-1)所示的结构。进而, 为了显示良好的液晶取向性, 作为 X_1 的结构, 进一步优选为下述式(X1-1)或(X1-2)。



[0062] 作为选自上述(X-1)~(X-14)中的结构的优选比例,为X₁整体的20摩尔%以上,更优选为60摩尔%以上,进一步优选为80摩尔%以上。

[0063] 式(1)中,A₁和A₂各自独立地为氢原子、任选具有取代基的碳数1~10的烷基、任选具有取代基的碳数2~10的烯基、或者任选具有取代基的碳数2~10的炔基。

[0064] 作为上述烷基的具体例,可列举出甲基、乙基、丙基、丁基、叔丁基、己基、辛基、癸基、环戊基、环己基、双环己基等。

[0065] 作为烯基,可列举出将上述烷基中存在的1个以上的CH₂-CH₂结构置换成CH=CH结构而得到的烯基,更具体而言,可列举出乙烯基、烯丙基、1-丙烯基、异丙烯基、2-丁烯基、1,3-丁二烯基、2-戊烯基、2-己烯基、环丙烯基、环戊烯基、环己烯基等。

[0066] 作为炔基,可列举出前述烷基中存在的1个以上的CH₂-CH₂结构置换成C≡C结构而得到的炔基,更具体而言,可列举出乙炔基、1-丙炔基、2-丙炔基等。

[0067] 上述烷基、烯基、炔基任选具有取代基,可以进一步借助取代基形成环结构。需要说明的是,借助取代基形成环结构是指,取代基彼此或取代基与母骨架的一部分键合而形成环结构。

[0068] 作为取代基的例子,可列举出卤素基团、羟基、硫醇基、硝基、芳基、有机氧基、有机硫基、有机甲硅烷基、酰基、酯基、硫酯基、磷酸酯基、酰胺基、烷基、烯基、炔基等。

[0069] 作为属于取代基的卤素基团,可列举出氟原子、氯原子、溴原子或碘原子。

[0070] 作为属于取代基的芳基,可列举出苯基。该芳基可以进一步取代有前述的其它取代基。

[0071] 作为属于取代基的有机氧基,可例示出-O-R所示的结构。R可以相同或不同,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。作为有机氧基的具体例,可列举出甲氧基、乙氧基、丙氧基、丁氧基、戊氧基、己氧基、庚氧基、辛氧基等。

[0072] 作为属于取代基的有机硫基,可例示出-S-R所示的结构。作为R,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。作为有机硫基的具体例,可列举出甲硫基、乙硫基、丙硫基、丁硫基、戊硫基、己硫基、庚硫基、辛硫基等。

[0073] 作为属于取代基的有机甲硅烷基,可例示出-Si-(R)₃所示的结构。R可以相同或不同,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。作为有机甲硅烷基的具体例,可例示出三甲基甲硅烷基、三乙基甲硅烷基、三丙基甲硅烷基、三丁基甲硅烷基、三戊基甲硅烷基、三己基甲硅烷基、戊基二甲基甲硅烷基、己基二甲基甲硅烷基等。

[0074] 作为属于取代基的酰基,可例示出-C(=O)-R所示的结构。作为R,可例示出前述烷基、烯基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。作为酰基的具体例,可列举出甲酰基、乙酰基、丙酰基、丁酰基、异丁酰基、戊酰基、异戊酰基、苯甲酰基等。

[0075] 作为属于取代基的酯基,可例示出-C(=O)O-R或-OC(=O)-R所示的结构。作为R,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。

[0076] 作为属于取代基的硫酯基,可例示出 $-C(S)O-R$ 或 $-OC(S)-R$ 所示的结构。作为R,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。

[0077] 作为属于取代基的磷酸酯基,可例示出 $-OP(O)-(OR)_2$ 所示的结构。R可以相同或不同,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。

[0078] 作为属于取代基的酰胺基,可例示出 $-C(O)NH_2$ 或 $-C(O)NHR$ 、 $-NHC(O)R$ 、 $-C(O)N(R)_2$ 、 $-NRC(O)R$ 所示的结构。该R可以相同或不同,可例示出前述烷基、烯基、炔基、芳基等。这些R可以进一步取代有前述取代基。

[0079] 作为属于取代基的芳基,可列举出与前述芳基相同的芳基。该芳基可以进一步取代有前述的其它取代基。

[0080] 作为属于取代基的烷基,可列举出与前述烷基相同的烷基。该烷基可以进一步取代有前述的其它取代基。

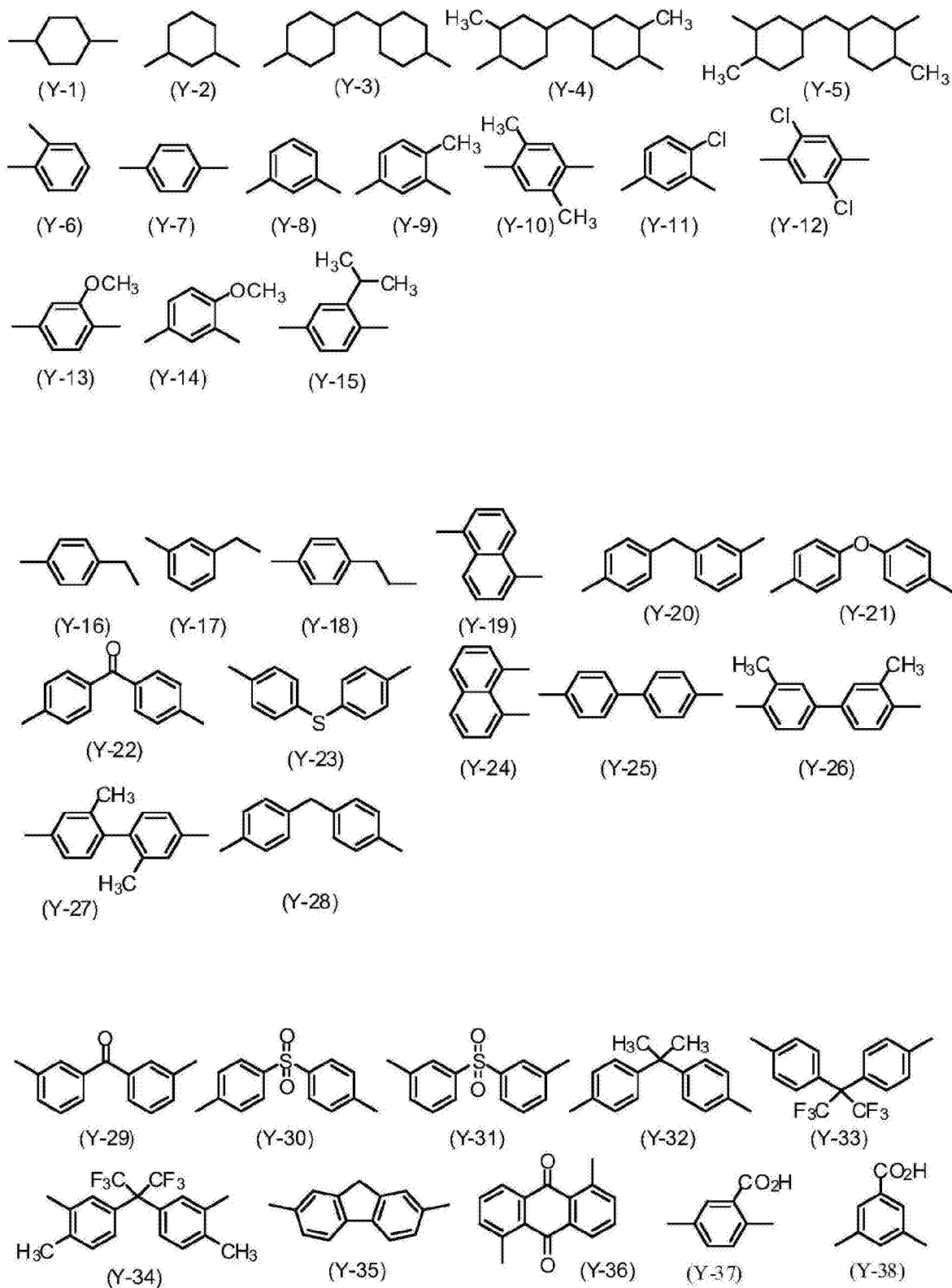
[0081] 作为属于取代基的烯基,可列举出与前述烯基相同的烯基。该烯基可以进一步取代有前述的其它取代基。

[0082] 作为属于取代基的炔基,可列举出与前述炔基相同的炔基。该炔基可以进一步取代有前述的其它取代基。

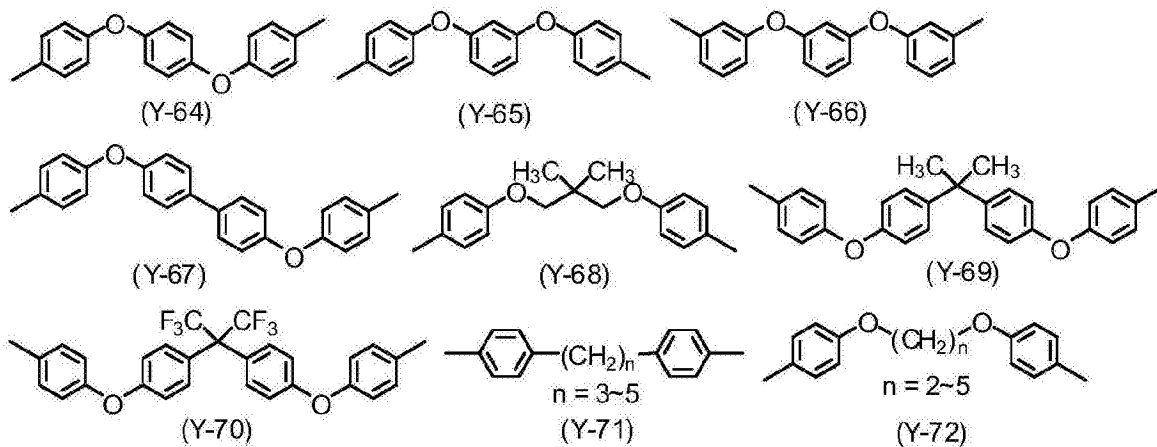
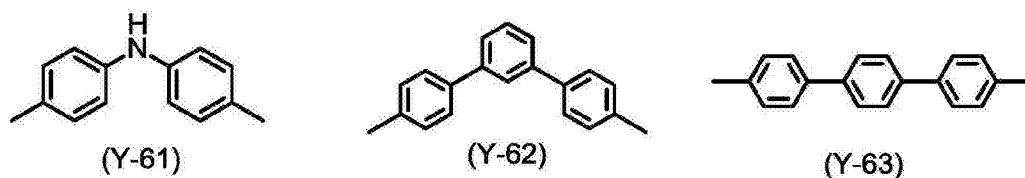
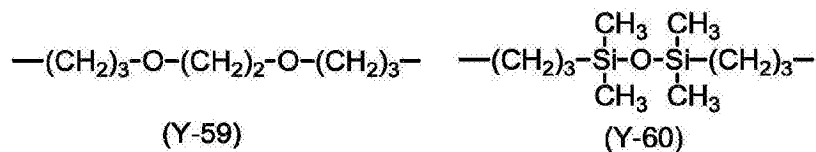
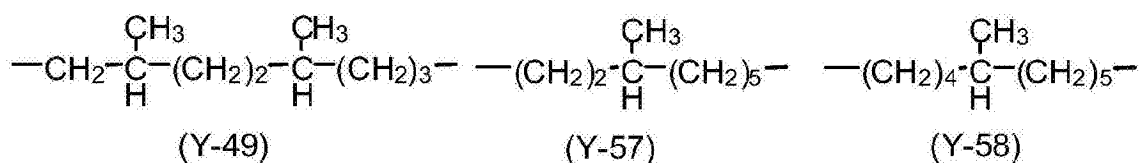
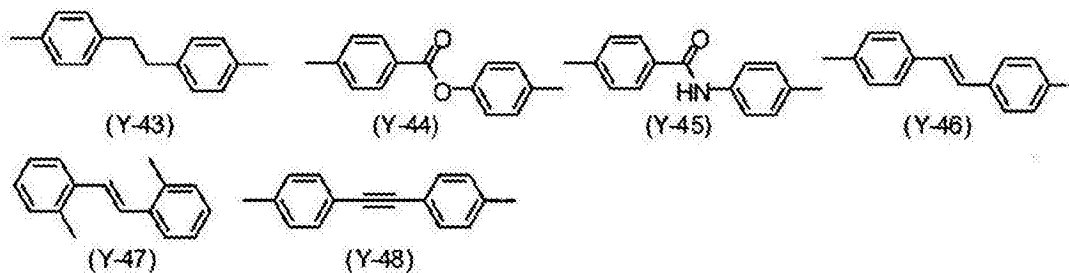
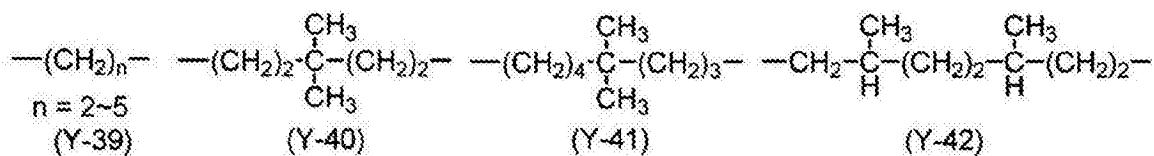
[0083] 一般来说,导入体积大的结构时,有可能使氨基的反应性、液晶取向性降低,因此,作为 A_1 和 A_2 ,更优选为氢原子或任选具有取代基的碳数1~5的烷基,特别优选为氢原子、甲基或乙基。

[0084] 式(1)中, Y_1 为源自二胺的2价有机基团,其结构没有特别限定。作为 Y_1 的结构的具体例,可列举出下述(Y-1)~(Y-118)。

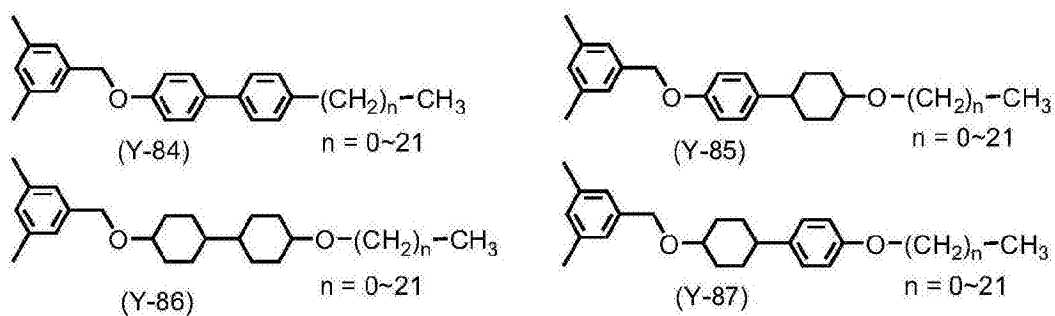
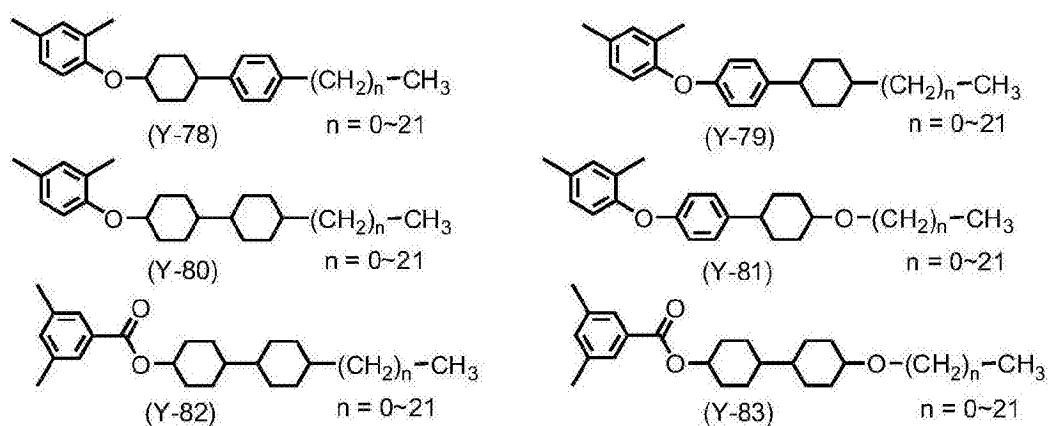
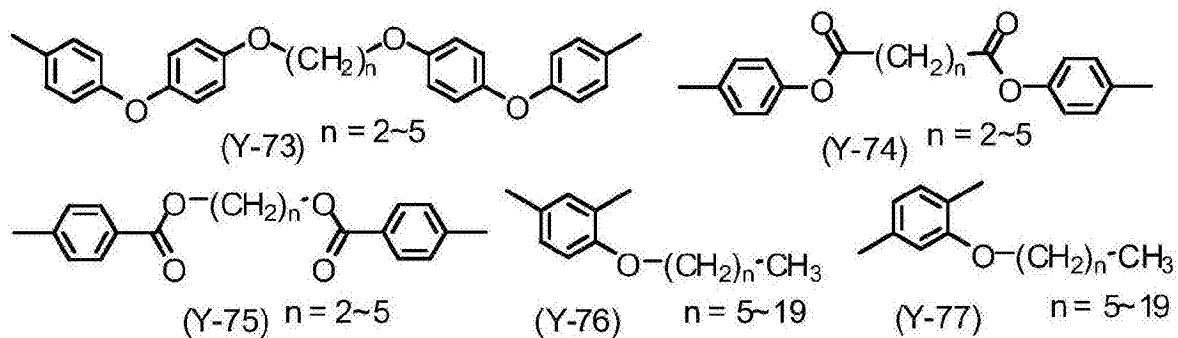
[0085]



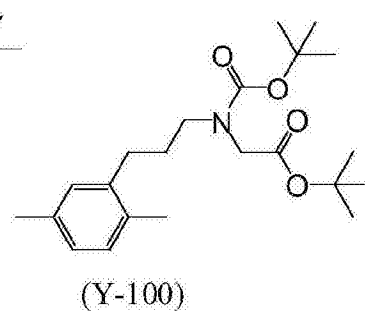
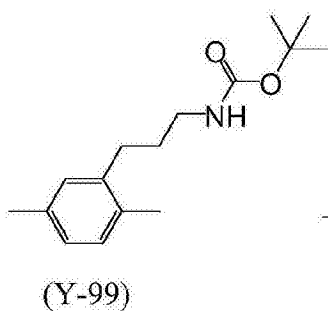
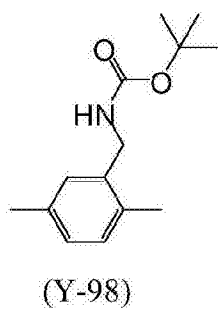
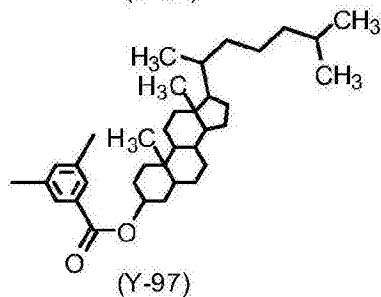
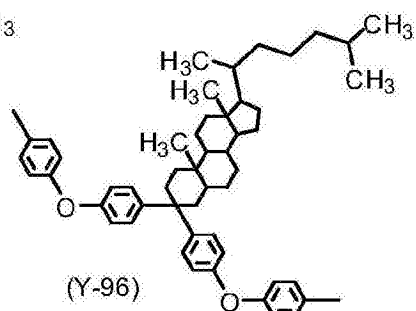
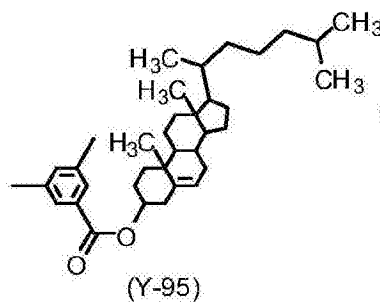
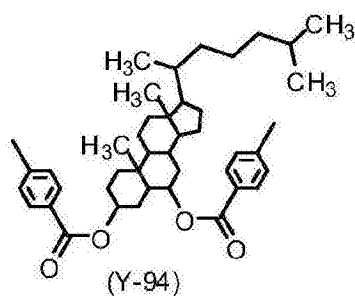
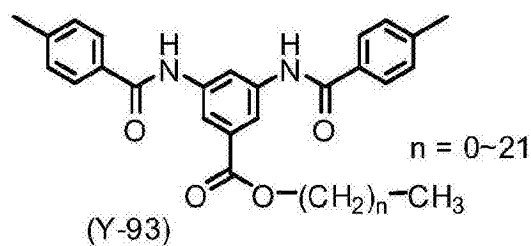
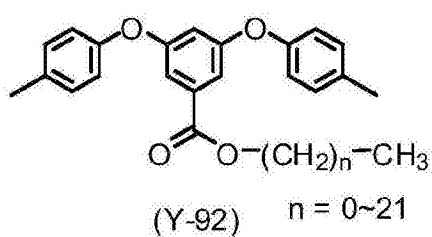
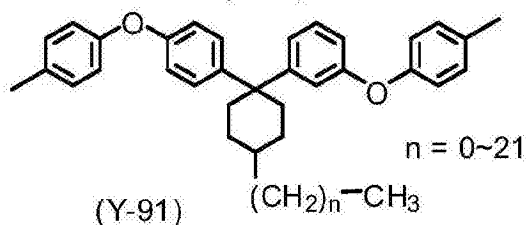
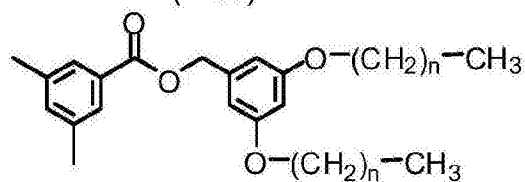
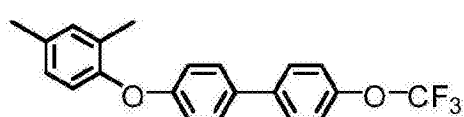
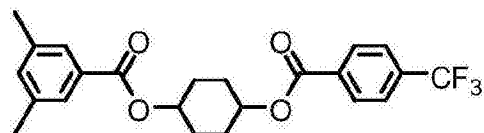
[0086]



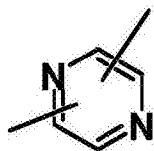
[0087]



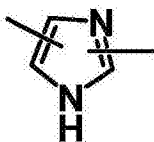
[0088]



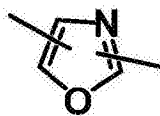
[0089]



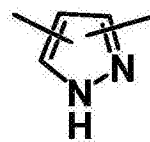
(Y-101)



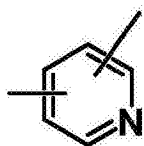
(Y-102)



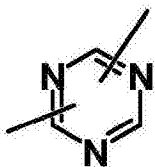
(Y-103)



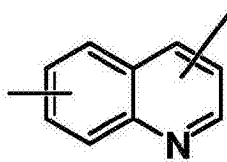
(Y-104)



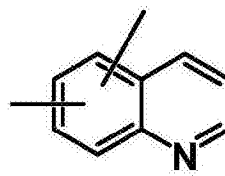
(Y-105)



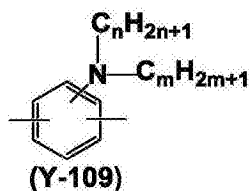
(Y-106)



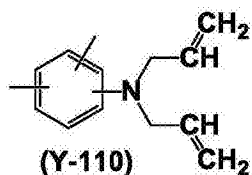
(Y-107)



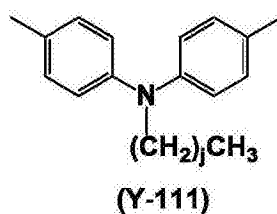
(Y-108)



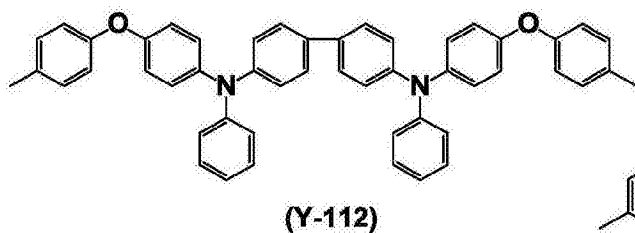
(Y-109)



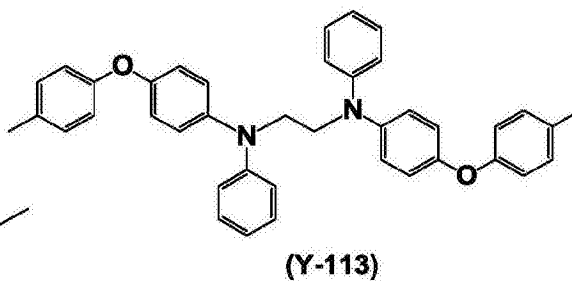
(Y-110)



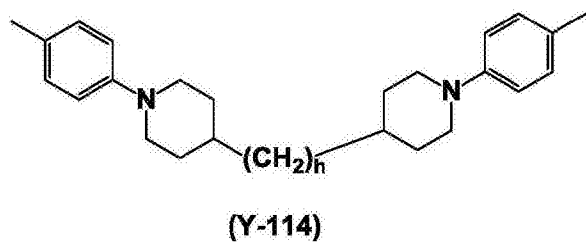
(Y-111)



(Y-112)

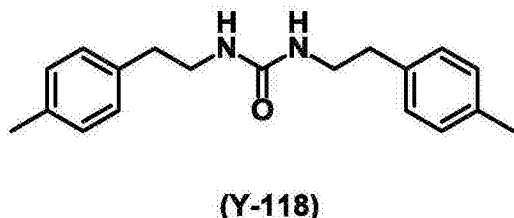
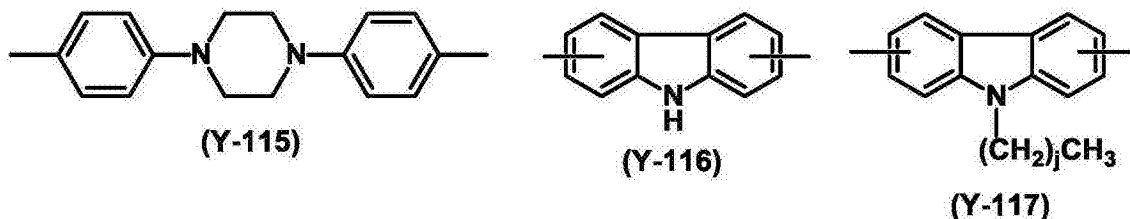


(Y-113)



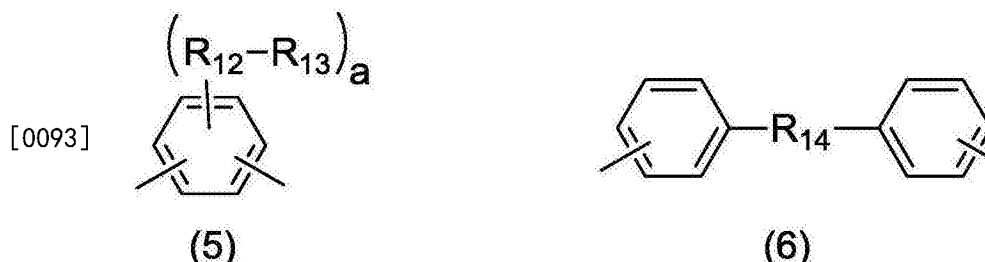
(Y-114)

[0090]



[0091] (式(Y-109)中, m 和 n 分别为1~11的整数, $m+n$ 为2~12的整数。式(Y-114)中, h 为1~3的整数, 式(Y-111)和(Y-117)中, j 为0~3的整数。)

[0092] 作为 Y_1 的结构, 从所得液晶取向膜的液晶取向性、预倾角的观点出发, 更优选为选自由下述式(5)和(6)组成的组中的至少1种结构。



[0094] 式(5)中, R_{12} 为单键或碳数1~30的2价有机基团, R_{13} 为氢原子、卤原子或碳数1~30的1价有机基团。

[0095] a 为1~4的整数, a 为2以上时, $(R_{12}-R_{13})$ 彼此相同或不同。

[0096] 式(6)中的 R_{14} 为单键、-O-、-S-、-NR₁₅-、酰胺键、酯键、脲键或碳数1~40的2价有机基团, R_{15} 为氢原子或甲基。

[0097] 作为式(5)和式(6)所示的 Y_1 的具体例, 由于线性高的结构在制成液晶取向膜时能够提高液晶的取向性, 因此优选为(Y-7)、(Y-21)、(Y-22)、(Y-23)、(Y-25)、(Y-43)~(Y-46)、(Y-48)、(Y-63)、(Y-71)~(Y-75)、(Y-98)、(Y-99)、(Y-100)、(Y-118)等。

[0098] 作为能够提高液晶取向性的上述结构的比例, 优选为 Y_1 整体的20摩尔%以上, 更优选为60摩尔%以上, 进一步优选为80摩尔%以上。通常优选为90摩尔%以下。

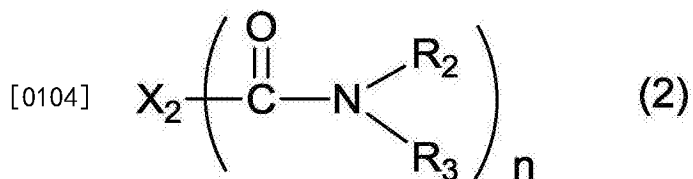
[0099] 想要提高制成液晶取向膜时的液晶预倾角时, Y_1 优选在侧链具有长链烷基、芳香族环、脂肪族环、类固醇骨架、或者它们组合而成的结构。作为这种 Y_1 , 可列举出(Y-76)~(Y-97)。

[0100] 作为想要提高预倾角时的上述结构的比例, 优选为 Y_1 整体的1~30摩尔%, 更优选为1~20摩尔%。

[0101] 本发明中使用的聚酰亚胺前体是通过二胺成分与四羧酸衍生物的反应而得到的, 可列举出聚酰胺酸、聚酰胺酸酯等。

[0102] <(B)成分>

[0103] 本发明的液晶取向剂中含有的(B)成分为具有羟基烷基酰胺基的化合物。(B)成分只要具有羟基烷基酰胺基,则其它结构没有特别限定,从获取性等的观点出发,作为优选例,可列举出下述式(2)所示的化合物。



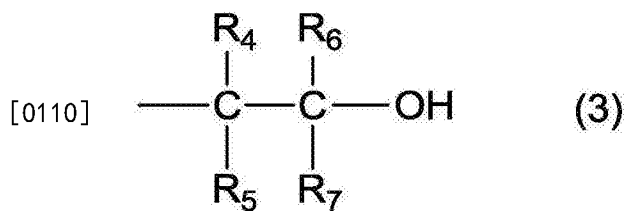
[0105] X_2 为碳数1~20的脂肪族烃基、或者包含芳香族烃基的n价有机基团。n为2~6的整数。

[0106] R_2 和 R_3 各自独立地为氢原子、任选具有取代基的碳数1~4的烷基、任选具有取代基的碳数2~4的烯基、或者任选具有取代基的碳数2~4的炔基。另外, R_2 和 R_3 之中的至少1个表示被羟基取代的烃基。

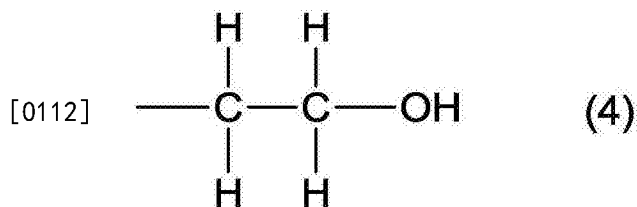
[0107] 其中,从液晶取向性的观点出发,式(2)的 X_2 中的直接键合于羰基的原子优选为未形成芳香环的碳原子。另外,从液晶取向性和溶解性的观点出发,式(2)的 X_2 优选为脂肪族烃基,碳数更优选为1~10。

[0108] 式(2)中,从溶解性的观点出发,n优选为2~4。

[0109] 式(2)中,从反应性的观点出发, R_2 和 R_3 之中的至少1个优选为下述式(3)所示的结构,进一步优选为下述式(4)所示的结构。

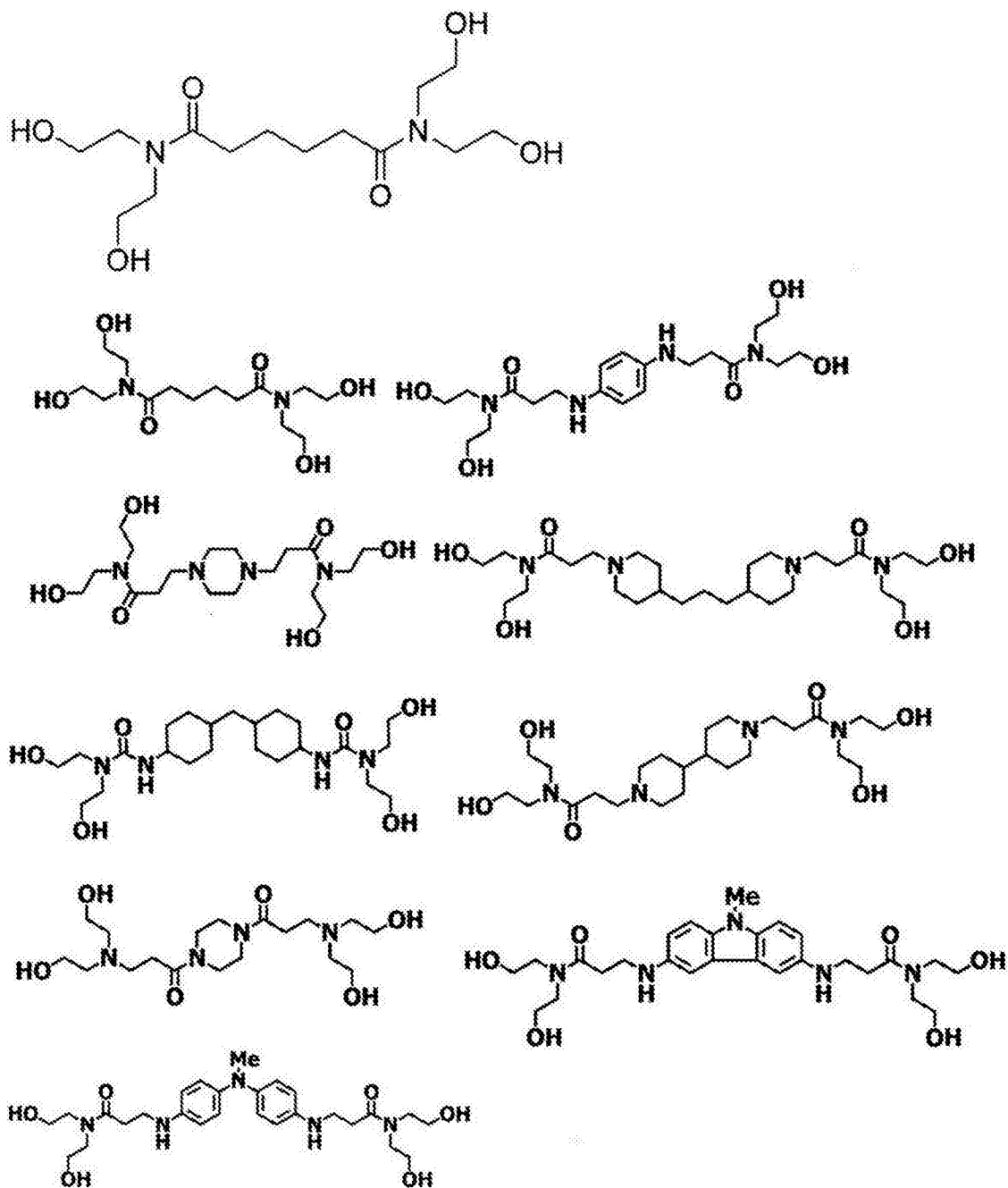


[0111] 式(3)中, $\text{R}_4 \sim \text{R}_7$ 各自独立地为氢原子、烃基、或者被羟基取代的烃基。



[0113] 作为(B)成分的优选具体例,可列举出下述化合物。

[0114]



[0115] (B)成分过多时,对液晶取向性、预倾角造成影响,过少时,无法获得本发明的效果。因此,(B)成分的含量相对于(A)成分优选为0.1~20质量%,更优选为1~10质量%。

[0116] <聚酰亚胺前体-聚酰胺酸的制造>

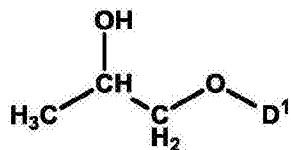
[0117] 本发明所使用的聚酰亚胺前体即聚酰胺酸可通过以下方法来制造。

[0118] 具体而言,可以通过使四羧酸二酐与二胺在溶剂的存在下以-20~150℃、优选以0~50℃反应30分钟~24小时、优选反应1~12小时而合成。

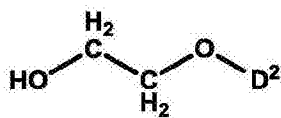
[0119] 二胺成分与四羧酸成分的反应通常在溶剂中进行。作为此时使用的溶剂,只要是溶解所生成的聚酰亚胺前体的溶剂就没有特别限定。以下可列举出反应中使用的溶剂的具体例,但不限于这些例子。例如可列举出N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮、γ-丁内酯、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、二甲基亚砷或1,3-二甲基咪唑啉酮。

[0120] 另外,聚酰亚胺前体的溶解性高时,可以使用甲乙酮、环己酮、环戊酮、4-羟基-4-甲基-2-戊酮、或者下述式[D-1]~式[D-3]所示的溶剂。

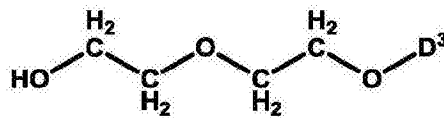
[0121]



[D-1]



[D-2]



[D-3]

[0122] 式[D-1]中, D^1 表示碳数1~3的烷基,式[D-2]中, D^2 表示碳数1~3的烷基,式[D-3]中, D^3 表示碳数1~4的烷基。

[0123] 这些溶剂可以单独使用,也可以混合使用。进而,即使是不溶解聚酰亚胺前体的溶剂,在所生成的聚酰亚胺前体不会析出的范围内,也可以混合至前述溶剂中使用。另外,溶剂中的水分会阻碍聚合反应、进而成为使所生成的聚酰亚胺前体发生水解的原因,因此溶剂优选脱水干燥后使用。

[0124] 从聚合物不容易发生析出且容易获得高分子量体的观点出发,反应体系中的聚酰胺酸聚合物的浓度优选为1~30质量%,更优选为5~20质量%。

[0125] 如上操作而得到的聚酰胺酸可以通过一边充分搅拌反应溶液一边注入至下述不良溶剂而使聚合物析出从而进行回收。另外,进行数次析出,用不良溶剂清洗后,进行常温干燥或加热干燥,从而能够得到经精制的聚酰胺酸的粉末。不良溶剂没有特别限定,可列举出水、甲醇、乙醇、己烷、丁基溶纤剂、丙酮、甲苯等。

[0126] <聚酰亚胺前体-聚酰胺酸酯的制造>

[0127] 本发明所使用的聚酰亚胺前体即聚酰胺酸酯可通过如下所示的(1)、(2)或(3)的制法来制造。

[0128] (1)由聚酰胺酸进行制造时

[0129] 聚酰胺酸酯可以通过对如上那样制造的聚酰胺酸进行酯化来制造。具体而言,可以通过使聚酰胺酸与酯化剂在溶剂的存在下以-20~150℃、优选以0~50℃反应30分钟~24小时、优选反应1~4小时来制造。

[0130] 作为酯化剂,优选能够利用精制而容易地去除,可列举出N,N-二甲基甲酰胺二甲基缩醛、N,N-二甲基甲酰胺二乙基缩醛、N,N-二甲基甲酰胺二丙基缩醛、N,N-二甲基甲酰胺二新戊基丁基缩醛、N,N-二甲基甲酰胺二叔丁基缩醛、1-甲基-3-对甲苯基三氮烯、1-乙基-3-对甲苯基三氮烯、1-丙基-3-对甲苯基三氮烯、4-(4,6-二甲氧基-1,3,5-三嗪-2-基)-4-甲基氯化吗啉等。酯化剂的添加量相对于聚酰胺酸的重复单元1摩尔优选为2~6摩尔当量,更优选为2~2.5摩尔当量。

[0131] 作为溶剂,例如可列举出N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮、γ-丁内酯、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、二甲基亚砷或1,3-二甲基咪唑啉酮。另外,聚酰亚胺前体的溶剂溶解性高时,可以使用甲乙酮、环己酮、环戊酮、4-羟基-4-甲基-2-戊酮、或者前述式[D-1]~式[D-3]所示的溶剂。

[0132] 这些溶剂可以单独使用,也可以混合使用。进而,即使是不溶解聚酰亚胺前体的溶剂,在所生成的聚酰亚胺前体不会析出的范围内,也可以混合至前述溶剂中使用。另外,溶

剂中的水分会阻碍聚合反应、进而成为使所生成的聚酰胺前体发生水解的原因,因此溶剂优选脱水干燥后使用。

[0133] 从聚合物的溶解性出发,上述反应中使用的溶剂优选为N,N-二甲基甲酰胺、N-甲基-2-吡咯烷酮或 γ -丁内酯,它们可以使用1种或者混合使用2种以上。从聚合物不容易发生析出且容易获得高分子量体的观点出发,制造时的浓度优选为1~30质量%,更优选为5~20质量%。

[0134] (2)利用四羧酸二酯二氯化物与二胺的反应来制造时

[0135] 具体而言,可以通过使四羧酸二酯二氯化物与二胺在碱和溶剂的存在下以-20~150℃、优选以0~50℃反应30分钟~24小时、优选反应1~4小时来制造。

[0136] 碱可以使用吡啶、三乙胺、4-二甲氨基吡啶等,为了使反应温和地进行而优选为吡啶。从为容易去除的量且容易得到高分子量体这一观点出发,碱的添加量相对于四羧酸二酯二氯化物优选为2~4倍摩尔,更优选为2.5~3倍摩尔。

[0137] 从单体和聚合物的溶解性出发,上述反应中使用的溶剂优选为N-甲基-2-吡咯烷酮或 γ -丁内酯,它们可以使用1种或者混合使用2种以上。从聚合物不容易发生析出且容易获得高分子量体这一观点出发,制造时的聚合物浓度优选为1~30质量%,更优选为5~20质量%。另外,为了防止四羧酸二酯二氯化物的水解,优选用于制造聚酰胺酸酯的溶剂尽可能进行了脱水,优选在氮气气氛中以防止外气的混入。

[0138] (3)由四羧酸二酯和二胺来制造时

[0139] 具体而言,可以通过使四羧酸二酯与二胺在缩合剂、碱和有机溶剂的存在下以0~150℃、优选以0~100℃反应30分钟~24小时、优选反应3~15小时来制造。

[0140] 缩合剂可以使用亚磷酸三苯酯、二环己基碳二亚胺、1-乙基-3-(3-二甲氨基丙基)碳二亚胺盐酸盐、N,N'-羰基二咪唑、二甲氧基-1,3,5-三吡嗪甲基吗啉鎓、0-(苯并三唑-1-基)-N,N,N',N'-四甲基脲四氟硼酸酯、0-(苯并三唑-1-基)-N,N,N',N'-四甲基脲六氟磷酸酯、(2,3-二氢-2-硫代-3-苯并噁唑基)膦酸二苯酯等。缩合剂的添加量相对于四羧酸二酯优选为2~3倍摩尔,更优选为2~2.5倍摩尔。

[0141] 碱可以使用吡啶、三乙胺等叔胺。从为容易去除的量且容易获得高分子量体的观点出发,碱的添加量相对于二胺成分优选为2~4倍摩尔。

[0142] 另外,在上述反应中,通过添加路易斯酸作为添加剂,反应会有效进行。作为路易斯酸,优选为氯化锂、溴化锂等卤化锂。路易斯酸的添加量相对于二胺成分优选为0~1.0倍摩尔,更优选为0~0.5倍摩尔。

[0143] 在上述3种聚酰胺酸酯的制造方法中,由于能够得到高分子量的聚酰胺酸酯,因此,特别优选为上述(1)或上述(2)的制法。

[0144] 上述那样操作而得到的聚酰胺酸酯的溶液通过一边充分搅拌一边注入至下述不良溶剂中,能够使聚合物析出。进行数次析出并用不良溶剂清洗后,进行常温干燥或加热干燥,从而能够得到经精制的聚酰胺酸酯的粉末。不良溶剂没有特别限定,可列举出水、甲醇、乙醇、己烷、丁基溶纤剂、丙酮、甲苯等。

[0145] <聚酰亚胺>

[0146] 本发明中使用的聚酰亚胺可以通过将前述聚酰胺酸酯或聚酰胺酸进行酰亚胺化而制造。由聚酰胺酸酯制造聚酰亚胺时,向前述聚酰胺酸酯溶液或使聚酰胺酸酯树脂粉末

溶于溶剂而得到的聚酰胺酸溶液中添加碱性催化剂的化学性酰亚胺化是简便的。化学性酰亚胺化在较低的温度下推进酰亚胺化反应,在酰亚胺化的过程中不容易发生聚合物的分子量降低,故而优选。

[0147] 化学性酰亚胺化可以通过将想要进行酰亚胺化的聚酰胺酸酯在溶剂中在碱性催化剂的存在下搅拌来进行。作为溶剂,可以使用前述聚合反应时使用的溶剂。作为碱性催化剂,可列举出吡啶、三乙胺、三甲胺、三丁胺、三辛胺等。其中,三乙胺具有足以使反应推进的碱性,故而优选。

[0148] 进行酰亚胺化反应时的温度为 $-20\sim 140^{\circ}\text{C}$ 、优选为 $0\sim 100^{\circ}\text{C}$,可以以反应时间为 $1\sim 100$ 小时、优选为 $1\sim 5$ 小时来进行。

[0149] 碱性催化剂的量为酰胺酸酯基的 $0.5\sim 30$ 摩尔倍、优选为 $2\sim 20$ 摩尔倍。

[0150] 所得聚合物的酰亚胺化率可通过调整催化剂量、温度、反应时间等来控制。

[0151] 酰亚胺化反应后的溶液中残留有所添加的催化剂等,因此优选的是,通过下述手段回收所得酰亚胺化聚合物,并用溶剂再次溶解,从而制成本发明的液晶取向剂。

[0152] 由聚酰胺酸制造聚酰亚胺时,向利用二胺成分与四羧酸二酐的反应得到的前述聚酰胺酸的溶液中添加催化剂的化学性酰亚胺化是简便的。化学性酰亚胺化在较低的温度下推进酰亚胺化反应、在酰亚胺化的过程中不容易发生聚合物的分子量降低,故而优选。

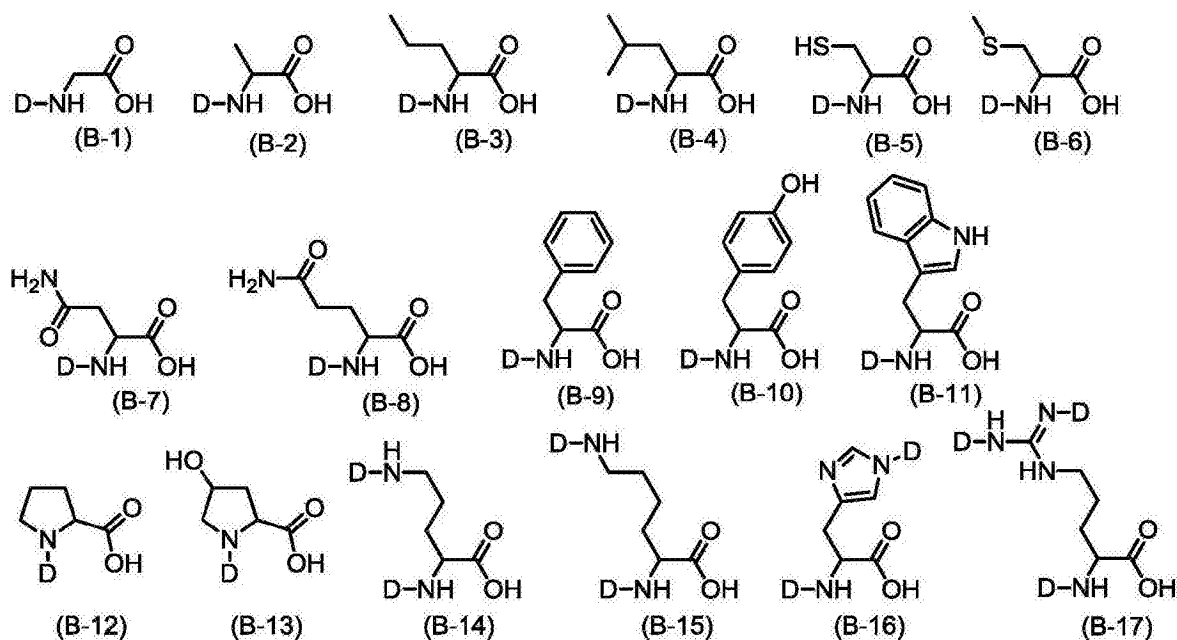
[0153] 化学性酰亚胺化可以通过将想要进行酰亚胺化的聚酰胺酸在溶剂中在碱性催化剂和酸酐的存在下搅拌来进行。作为溶剂,可以使用前述聚合反应时使用的溶剂。作为碱性催化剂,可列举出吡啶、三乙胺、三甲胺、三丁胺、三辛胺等。其中,吡啶具有适于使反应推进的碱性,故而优选。另外,作为酸酐,可列举出醋酸酐、苯偏三酸酐、苯均四酸酐等,其中,使用醋酸酐时,反应结束后容易精制,故而优选。

[0154] 进行酰亚胺化反应时的温度为 $-20\sim 140^{\circ}\text{C}$ 、优选为 $0\sim 100^{\circ}\text{C}$,可以以反应时间为 $1\sim 100$ 小时、优选为 $1\sim 5$ 小时来进行。

[0155] 碱性催化剂的量为酰胺酸基的 $0.5\sim 30$ 摩尔倍、优选为 $2\sim 20$ 摩尔倍,酸酐的量为酰胺酸基的 $1\sim 50$ 摩尔倍、优选为 $3\sim 30$ 摩尔倍。所得聚合物的酰亚胺化率可以通过调整催化剂量、温度、反应时间等来控制。

[0156] 需要说明的是,聚酰胺酸酯或聚酰胺酸的酰亚胺化反应中可以使用酰亚胺化促进剂。以下示出酰亚胺化促进剂的具体例,但不限于于它们。

[0157]



[0158] 上述式(B-1)~(B-17)中的D各自独立地为叔丁氧基羰基或9-芴基甲氧基羰基。式(B-14)~(B-17)中存在的多个D彼此可以相同或不同。通过加热而脱保护后的碱性变高,则聚酰胺酸酯和聚酰胺酸的酰亚胺化促进效果进一步提高。因而,从进一步提高热酰亚胺化促进效果的观点出发,优选为(B-14)~(B-17),其中,特别优选为(B-17)。

[0159] 聚酰胺酸酯或聚酰胺酸的酰亚胺化反应后的溶液中残留有所添加的催化剂等,因此优选的是,通过下述手段回收所得酰亚胺化聚合物,并用溶剂再次溶解,从而制成本发明的液晶取向剂。

[0160] 上述那样操作而得到的聚酰亚胺的溶液通过一边充分搅拌一边注入至下述不良溶剂中,能够使聚合物析出。进行数次析出,用不良溶剂清洗后,进行常温干燥或加热干燥,从而能够得到经精制的聚酰胺酸酯的粉末。

[0161] 不良溶剂没有特别限定,可列举出甲醇、丙酮、己烷、丁基溶纤剂、庚烷、甲乙酮、甲基异丁基酮、乙醇、甲苯、苯等。

[0162] <液晶取向剂>

[0163] 本发明所使用的液晶取向剂具有将作为前述(A)成分的选自由聚酰亚胺前体和该聚酰亚胺前体的酰亚胺化聚合物组成的组中的至少1种聚合物(以下记作特定结构的聚合物)和作为(B)成分的具有羟基烷基酰胺基的化合物溶解在溶剂中的溶液的形态。

[0164] 特定结构的聚合物的分子量以重均分子量计优选为2,000~500,000,更优选为5,000~300,000,进一步优选为10,000~100,000。另外,数均分子量优选为1,000~250,000,更优选为2,500~150,000,进一步优选为5,000~50,000。

[0165] 本发明的液晶取向剂中的聚合物的浓度可根据要形成的涂膜的厚度设定进行适当变更,从形成均匀且无缺陷的涂膜这一观点出发,优选为1质量%以上,从溶液的保存稳定性的观点出发,优选设为10质量%以下。特别优选为3~6.5质量%。

[0166] 本发明的液晶取向剂中含有的溶剂(也称为良溶剂)只要是均匀溶解特定结构的聚合物的溶剂就没有特别限定。

[0167] 例如可列举出N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮、二甲基亚砜、 γ -丁内酯、1,3-二甲基咪唑啉酮、甲乙酮、环己酮、环戊酮、或者4-羟基-4-甲基-2-戊酮等。

[0168] 其中,优选使用N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮或 γ -丁内酯。

[0169] 进而,本发明的聚合物在溶剂中的溶解性高时,优选使用前述式[D-1]~式[D-3]所示的溶剂。

[0170] 本发明的液晶取向剂中的良溶剂优选为液晶取向剂中包含的溶剂整体的20~99质量%。其中,优选为20~90质量%。更优选为30~80质量%。

[0171] 本发明的液晶取向剂中,在不损害本发明效果的范围,可以使用使涂布液晶取向剂时的液晶取向膜的涂膜性、表面平滑性提高的溶剂(也称为不良溶剂)。下述列举出不良溶剂的具体例,但不限于这些例子。

[0172] 例如可列举出乙醇、异丙醇、1-丁醇、2-丁醇、异丁醇、叔丁醇、1-戊醇、2-戊醇、3-戊醇、2-甲基-1-丁醇、异戊醇、叔戊醇、3-甲基-2-丁醇、新戊醇、1-己醇、2-甲基-1-戊醇、2-甲基-2-戊醇、2-乙基-1-丁醇、1-庚醇、2-庚醇、3-庚醇、1-辛醇、2-辛醇、2-乙基-1-己醇、环己醇、1-甲基环己醇、2-甲基环己醇、3-甲基环己醇、1,2-乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丁二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、2,3-丁二醇、1,5-戊二醇、2-甲基-2,4-戊二醇、2-乙基-1,3-己二醇、二丙基醚、二丁基醚、二己基醚、二噁烷、乙二醇二甲基醚、乙二醇二乙基醚、乙二醇二丁基醚、1,2-丁氧基乙烷、二乙二醇二甲基醚、二乙二醇二乙基醚、二乙二醇甲基乙基醚、二乙二醇二丁基醚、2-戊酮、3-戊酮、2-己酮、2-庚酮、4-庚酮、3-乙氧基丁基乙酸酯、1-甲基戊基乙酸酯、2-乙基丁基乙酸酯、2-乙基己基乙酸酯、乙二醇单乙酸酯、乙二醇二乙酸酯、碳酸亚丙酯、碳酸亚乙酯、2-(甲氧基甲氧基)乙醇、乙二醇单丁基醚、乙二醇单异戊基醚、乙二醇单己基醚、2-(己氧基)乙醇、糠醇、二乙二醇、丙二醇、丙二醇单丁基醚、1-(丁氧基乙氧基)丙醇、丙二醇单甲基醚乙酸酯、二丙二醇、二丙二醇单甲基醚、二丙二醇单乙基醚、二丙二醇二甲基醚、三丙二醇单甲基醚、乙二醇单甲基醚乙酸酯、乙二醇单乙基醚乙酸酯、乙二醇单丁基醚乙酸酯、乙二醇单乙酸酯、乙二醇二乙酸酯、二乙二醇单乙基醚乙酸酯、二乙二醇单丁基醚乙酸酯、2-(2-乙氧基乙氧基)乙基乙酸酯、二乙二醇乙酸酯、三乙二醇、三乙二醇单甲基醚、三乙二醇单乙基醚、乳酸甲酯、乳酸乙酯、醋酸甲酯、醋酸乙酯、醋酸正丁酯、醋酸丙二醇单乙基醚、丙酮酸甲酯、丙酮酸乙酯、3-甲氧基丙酸甲酯、3-乙氧基丙酸甲酯、3-甲氧基丙酸乙酯、3-乙氧基丙酸、3-甲氧基丙酸、3-甲氧基丙酸丙酯、3-甲氧基丙酸丁酯、乳酸甲酯、乳酸乙酯、乳酸正丙酯、乳酸正丁酯、乳酸异戊酯、前述式[D-1]~式[D-3]所示的溶剂等。

[0173] 其中,优选使用1-己醇、环己醇、1,2-乙二醇、1,2-丙二醇、丙二醇单丁基醚、乙二醇单丁基醚或二丙二醇二甲基醚。

[0174] 不良溶剂优选为液晶取向剂中包含的溶剂整体的1~80质量%,进一步优选为10~80质量%,更优选为20~70质量%。

[0175] 本发明的液晶取向剂除了添加上述物质之外,只要在不损害本发明效果的范围,还可以添加本发明所述聚合物以外的聚合物;用于变更液晶取向膜的介电常数、导电性等电特性的介电体或导电物质;用于提高液晶取向膜与基板的密合性的硅烷偶联剂;用于提高制成液晶取向膜时的膜硬度、致密度的交联性化合物;以及用于在烧成涂膜时通过加

热聚酰亚胺前体而高效地推进酰亚胺化的酰亚胺化促进剂等。

[0176] <液晶取向膜>

[0177] <液晶取向膜的制造方法>

[0178] 本发明的液晶取向膜是将上述液晶取向剂涂布于基板并干燥、烧成而得到的膜。作为要涂布本发明液晶取向剂的基板,只要是透明性高的基板就没有特别限定,可以使用玻璃基板、氮化硅基板、丙烯酸类基板、聚碳酸酯基板等塑料基板等。进而,从简化工艺的观点出发,优选使用形成有用于驱动液晶的ITO电极等的基板。另外,反射型的液晶表示元件中,若仅是单侧的基板,则可以使用硅晶片等不透明物质,此时的电极也可以使用铝等会反射光的材料。

[0179] 作为本发明的液晶取向剂的涂布方法,可列举出旋涂法、印刷法、喷墨法等。涂布本发明液晶取向剂后的干燥、烧成工序可以选择任意的温度和时间。通常,为了充分去除所含有的溶剂,以50~120℃、优选以60~100℃干燥1~10分钟、优选干燥2~5分钟,其后,以150~300℃、优选以200~240℃烧成5~120分钟、优选烧成10~30分钟。烧成后的涂膜厚度没有特别限定,过薄时,液晶表示元件的可靠性有时降低,因此为5~300nm、优选为10~200nm。

[0180] 作为对所得液晶取向膜进行取向处理的方法,可列举出刷磨法、光取向处理法等。

[0181] 刷磨处理可以利用现有的刷磨装置来进行。作为此时的刷磨布的材质,可列举出棉花、尼龙、人造丝等。作为刷磨处理的条件,通常使用旋转速度为300~2000rpm、送入速度为5~100mm/s、按压量为0.1~1.0mm的条件。其后,通过使用纯水、醇等进行超声波清洗,因刷磨而成的残渣被去除。

[0182] 作为光取向处理法的具体例,可列举出如下方法:对前述涂膜表面照射沿着一定方向偏振的放射线,根据情况,进一步以150~250℃的温度进行加热处理,从而赋予液晶取向能力。作为放射线,可以使用具有100~800nm的波长的紫外线和可见光线。其中,优选为具有100~400nm的波长的紫外线,特别优选为具有200~400nm的波长的紫外线。另外,为了改善液晶取向性,可以针对涂膜基板一边以50~250℃进行加热一边照射放射线。前述放射线的照射量优选为1~10,000mJ/cm²,特别优选为100~5,000mJ/cm²。如上操作而制作的液晶取向膜可以使液晶分子沿着一定的方向稳定取向。

[0183] 偏振紫外线的消光比越高,则能够赋予更高的各向异性,故而优选。具体而言,直线偏振紫外线的消光比优选为10:1以上,更优选为20:1以上。

[0184] 如上所述,照射了偏振放射线的膜可以接着用包含选自由水和有机溶剂组成的组中的至少1种的溶剂进行接触处理。

[0185] 作为接触处理中使用的溶剂,只要是溶解因光照射而生成的分解物的溶剂,就没有特别限定。作为具体例,可列举出水、甲醇、乙醇、2-丙醇、丙酮、甲乙酮、1-甲氧基-2-丙醇、1-甲氧基-2-丙醇乙酸酯、丁基溶纤剂、乳酸乙酯、乳酸甲酯、二丙酮醇、3-甲氧基丙酸甲酯、3-乙氧基丙酸乙酯、醋酸丙酯、醋酸丁酯、醋酸环己酯等。这些溶剂可以组合使用2种以上。

[0186] 从通用性、安全性的观点出发,更优选为选自由水、2-丙醇、1-甲氧基-2-丙醇和乳酸乙酯组成的组中的至少1种。特别优选为水、2-丙醇、或者水与2-丙醇的混合溶剂。

[0187] 本发明中,照射了偏振放射线的膜与包含溶剂的溶液的接触处理通过浸渍处理、

喷雾(喷涂)处理等的使膜与液优选充分接触的方法来进行。其中,优选为在包含溶剂的溶液中优选进行10秒~1小时、更优选进行1~30分钟的浸渍处理的方法。接触处理可以常温进行也可以加温进行,优选在10~80℃、更优选在20~50℃下实施。另外,根据需要可以实施超声波等的提高接触的手段。

[0188] 在接触处理之后,为了去除所使用溶液中的溶剂,可以利用水、甲醇、乙醇、2-丙醇、丙酮、甲乙酮等低沸点溶剂进行涮洗(润洗)、干燥中的任一者,或者进行这两者。

[0189] 进而,为了干燥溶剂和膜中的分子链的再取向,利用包含溶剂的溶液进行了接触处理的膜也可以以150℃以上进行加热。

[0190] 作为加热温度,优选为150~300℃。温度越高则分子链的再取向越得以促进,但温度过高时,有可能伴有分子链的分解。因此,作为加热温度,更优选为180~250℃,特别优选为200~230℃。

[0191] 加热时间过短时,有可能得不到分子链的再取向效果,加热时间过长时,分子链有可能分解,因此优选为10秒~30分钟,更优选为1~10分钟。

[0192] <液晶表示元件>

[0193] 本发明的液晶表示元件的特征在于,其具备通过前述液晶取向膜的制造方法而得到的液晶取向膜。

[0194] 关于本发明的液晶表示元件,利用前述液晶取向膜的制造方法由本发明的液晶取向剂获得带有液晶取向膜的基板后,利用公知方法制作液晶单元,使用其来制成液晶表示元件。

[0195] 作为液晶单元的制作方法的一例,以无源矩阵结构的液晶表示元件为例进行说明。另外,也可以是在构成图像表示的各像素部分设置有TFT(薄膜晶体管,Thin Film Transistor)等转换元件的有源矩阵结构的液晶表示元件。

[0196] 首先,准备透明的玻璃制基板,在一个基板上设置共用电极,在另一个基板上设置段电极。这些电极例如可以制成ITO电极,以能够表示期望图像的方式被图案化(Patterning)。接着,在各基板上以覆盖共用电极和段电极的方式设置绝缘膜。绝缘膜例如可以制成通过溶胶-凝胶法而形成的包含SiO₂-TiO₂的膜。

[0197] 接着,在各基板上形成本发明的液晶取向膜。接着,在一个基板上以彼此的取向膜面面对面的方式重叠另一个基板,周边用密封材料进行粘接。密封材料中,为了控制基板间隙,通常预先混入有间隔物。另外,未设置密封材料的面内部分优选也预先散布有用于控制基板间隙的间隔物。一部分密封材料预先设置能够从外部填充液晶的开口部。

[0198] 接着,通过密封材料设置的开口部,向2块基板与密封材料包围出的空间内注入液晶材料。其后,用粘接剂密封该开口部。注入可以使用真空注入法,也可以使用在大气中利用毛细管现象的方法。接着,进行偏振片的设置。具体而言,在2块基板的与液晶层相反一侧的表面粘贴一对偏振片。通过经由上述工序,能够得到本发明的液晶表示元件。

[0199] 本发明中,作为密封剂,例如可以使用具有环氧基、丙烯酰基、(甲基)丙烯酰基、羧基、烯丙基、乙酰基等反应性基团且通过紫外线照射、加热而固化的树脂。特别优选的是,使用具有环氧基和(甲基)丙烯酰基这两种反应性基团的固化树脂系。

[0200] 本发明的密封剂中,为了提高粘接性、耐湿性,可以配混无机填充剂。作为可使用的无机填充剂,没有特别限定,具体而言,可列举出球状二氧化硅、熔融二氧化硅、结晶二氧

化硅、氧化钛、钛黑、碳化硅、氮化硅、氮化硼、碳酸钙、碳酸镁、硫酸钡、硫酸钙、云母、滑石、粘土、氧化铝、氧化镁、氧化锆、氢氧化铝、硅酸钙、硅酸铝、硅酸锂铝、硅酸锆、钛酸钡、玻璃纤维、碳纤维、二硫化钼、石棉等。可优选列举出球状二氧化硅、熔融二氧化硅、结晶二氧化硅、氧化钛、钛黑、氮化硅、氮化硼、碳酸钙、硫酸钡、硫酸钙、云母、滑石、粘土、氧化铝、氢氧化铝、硅酸钙或硅酸铝。前述无机填充剂可以混合使用2种以上。

[0201] 实施例

[0202] 以下列举出实施例,进一步具体说明本发明。其中,本发明不受这些实施例的限定性解释。以下示出所用化合物的简称。

[0203] NMP:N-甲基-2-吡咯烷酮 GBL: γ -丁内酯

[0204] BCS:丁基溶纤剂 IPA:2-丙醇

[0205] NEP:N-乙基-2-吡咯烷酮 PB:丙二醇单丁基醚

[0206] DA-2:下述式(DA-2)所示的化合物

[0207] DA-3:下述式(DA-3)所示的化合物

[0208] DA-4:下述式(DA-4)所示的化合物

[0209] DA-5:对苯二胺

[0210] DA-6:3,5-二氨基苯甲酸

[0211] DA-7:4,4'-二氨基二苯基甲烷

[0212] DA-8:4,4'-二氨基二苯基胺

[0213] DA-9:1,3-双(4-氨基苯氧基)丙烷

[0214] DA-10:1,5-双(4-氨基苯氧基)戊烷

[0215] DA-11:下述式(DA-11)所示的化合物

[0216] DA-12:下述式(DA-12)所示的化合物

[0217] DA-13:4,4'-亚乙基二苯胺

[0218] DA-14:下述式(DA-14)所示的化合物

[0219] DA-15:下述式(DA-15)所示的化合物

[0220] DA-16:下述式(DA-16)所示的化合物

[0221] DA-17:下述式(DA-17)所示的化合物

[0222] DA-18:下述式(DA-18)所示的化合物

[0223] DA-19:下述式(DA-19)所示的化合物

[0224] DA-20:下述式(DA-20)所示的化合物

[0225] DA-21:下述式(DA-21)所示的化合物

[0226] DA-22:4-氨基苄基胺

[0227] DA-23:3-氨基苄基胺

[0228] DA-24:N,N-二烯丙基-2,4-二氨基苯胺

[0229] DC-1:1,3-二甲基-1,2,3,4-环丁烷四羧酸二酐

[0230] DC-2:1,2,3,4-环丁烷四羧酸二酐

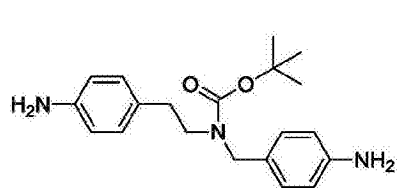
[0231] DC-3:3,3',4,4'-联苯四羧酸二酐

[0232] DC-4:1,2,3,4-丁烷四羧酸二酐

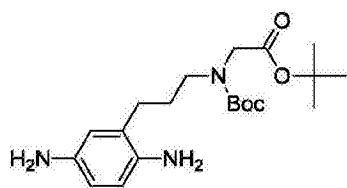
[0233] DC-5:双环[3.3.0]辛烷-2,4,6,8-四羧酸二酐

- [0234] DC-6: 3,4-二羧基-1,2,3,4-四氢-1-萘琥珀酸二酐
- [0235] DC-7: 苯均四酸酐
- [0236] DC-8: 下述式(DC-8)所示的化合物
- [0237] DE-1: 下述式(DE-1)所示的化合物
- [0238] 添加剂A: 下述式所示的化合物(Primid XL552(エムスケミー公司制))
- [0239] 添加剂B: 下述式所示的化合物(Primid SF4510(エムスケミー公司制))
- [0240] 添加剂C: 下述式所示的二季戊四醇六丙烯酸酯(DAICEL-ALLNEX LTD. 制)
- [0241] 添加剂D: 下述式所示的2,2'-双(4-羟基-3,5-二羟基甲基苯基)丙烷
- [0242] 需要说明的是,以下的化学式中,Me表示甲基、Bu表示正丁基、Boc表示叔丁氧基。

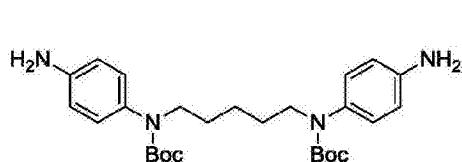
[0243]



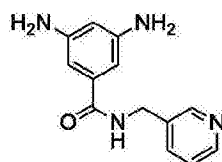
DA-11



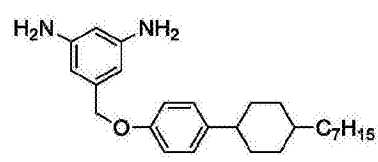
DA-12



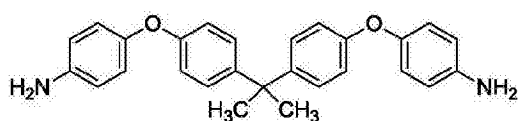
DA-14



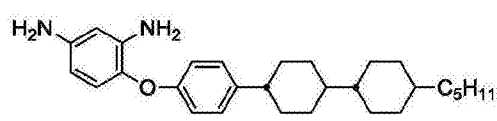
DA-15



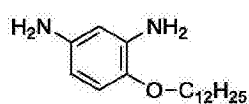
DA-16



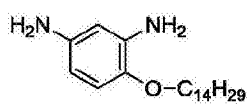
DA-17



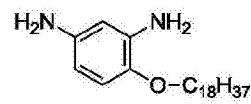
DA-18



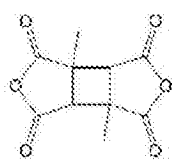
DA-19



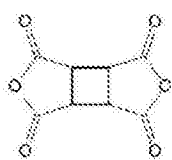
DA-20



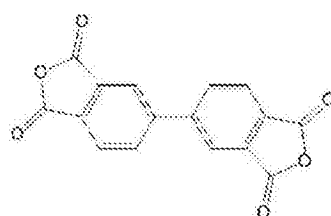
DA-21



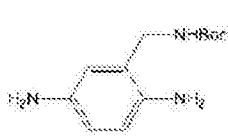
DC-1



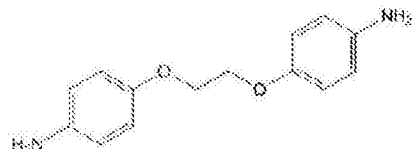
DC-2



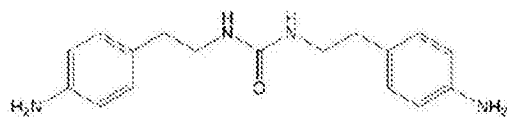
DC-3



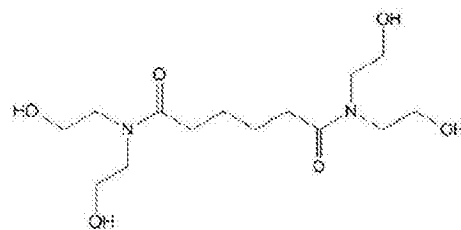
DA-2



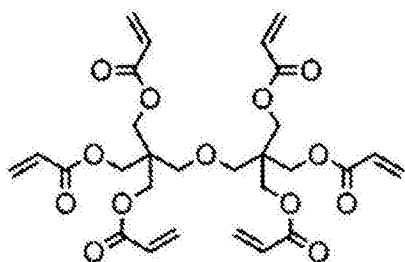
DA-3



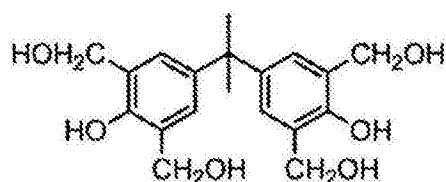
DA-4



添加剂A

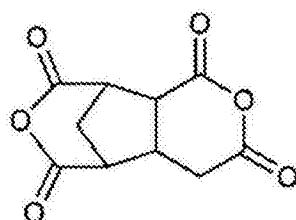


添加剂 C

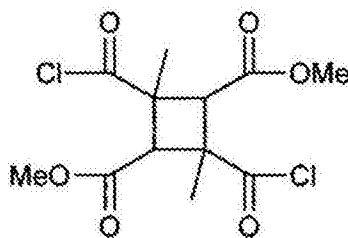


添加剂 D

[0244]



DC-8



DE-1

[0245] 各特性的测定方法如下所示。

[0246] [粘度]

[0247] 聚酰胺酸酯和聚酰胺酸溶液的粘度使用E型粘度计TVE-22H(东机产业株式会社制),在样品量为1.1mL(毫升)、锥形转子TE-1(1°34'、R24)、温度25℃下进行测定。

[0248] [分子量]

[0249] 聚酰胺酸酯和聚酰胺酸的分子量通过GPC(常温凝胶渗透色谱)装置进行测定,以聚乙二醇(聚环氧乙烷)换算值计,算出数均分子量(以下也称为Mn)和重均分子量(以下也称为Mw)。

[0250] GPC装置:Shodex公司制(GPC-101)

[0251] 柱:Shodex公司制(KD803与KD805串联)

[0252] 柱温:50℃

[0253] 洗脱液:N,N-二甲基甲酰胺(作为添加剂,溴化锂一水和物(LiBr·H₂O)为30mmol/L(升)、磷酸·无水结晶(正磷酸)为30mmol/L、四氢呋喃(THF)为10mL/L)

[0254] 流速:1.0mL/分钟

[0255] 标准曲线制作用标准样品:使用了东曹株式会社制造的TSK标准聚环氧乙烷(重均分子量(Mw)约900,000、150,000、100,000和30,000)和Polymer Laboratories Ltd.制造的聚乙二醇(峰顶分子量(Mp)约12,000、4,000和1,000)。为了避免峰的重叠,测定分别利用将900,000、100,000、12,000和1,000这4种混合而成的样品以及将150,000、30,000和4,000这3种混合而成的样品这两种样品来实施。

[0256] [酰亚胺化率的测定]

[0257] 聚酰亚胺的酰亚胺化率如下操作来测定。将聚酰亚胺粉末20mg投入至NMR样品管(NMR样品管规格,Φ5(草野科学株式会社制)),添加氘代二甲基亚砷(DMSO-d₆、0.05质量% TMS(四甲基硅烷)混合品)(0.53mL),用超声波使其完全溶解。将该溶液利用NMR测定机(JNW-ECA500)(JEOL DATUM公司制)测定500MHz的质子NMR。

[0258] 酰亚胺化率如下求出:将源自酰亚胺化前后不发生变化的结构的质子规定为基准

质子,使用该质子的峰积算值和 $9.5\sim 10.0\text{ppm}$ 附近出现的源自酰胺酸的NH基的质子的峰积算值,按照下式来求出。

[0259] 酰亚胺化率($\%$) $= (1 - \alpha \cdot x/y) \times 100$

[0260] 上述式中, x 为源自酰胺酸的NH基的质子的峰积算值、 y 为基准质子的峰积算值、 α 为基准质子的个数相对于聚酰胺酸(酰亚胺化率为 0%)时的酰胺酸的NH基质子1个的比例。

[0261] <合成例1>

[0262] 向附带搅拌装置和氮气导入管的 100mL 四口烧瓶中量取二胺DA-5 2.92g (27.0mmol)和二胺DA-2 0.71g (3.0mmol),添加NMP 81.76g ,一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液,一边添加羧酸二酐DC-1 6.46g (28.8mmol),进而,以固体成分浓度达到 10% 的方式添加NMP,在室温下搅拌4小时,从而得到聚酰胺酸溶液(PAA-1)。该聚酰胺酸溶液的温度 25°C 下的粘度为 $230\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=11,131$ 、 $M_w=30,009$ 。

[0263] <合成例2>

[0264] 向附带搅拌装置和氮气导入管的 100mL 四口烧瓶中量取二胺DA-5 2.27g (21.0mmol)和二胺DA-4 2.69g (9.0mmol),添加NMP 61.87g ,一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液,一边添加羧酸二酐DC-2 5.59g (28.5mmol),进而,以固体成分浓度达到 12% 的方式添加NMP,在室温下搅拌4小时,从而得到聚酰胺酸溶液(PAA-2)的溶液。该聚酰胺酸溶液的温度 25°C 下的粘度为 $410\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=9,042$ 、 $M_w=19,958$ 。

[0265] <合成例3>

[0266] 向附带搅拌装置和氮气导入管的 2000mL 四口烧瓶中量取二胺DA-3 110.47g (452mmol)、DA-2 18.94g (79.5mmol),添加NMP 1587g ,一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液,一边添加羧酸二酐DC-1 111.18g (496mmol),进而以固体成分浓度达到 12% 的方式添加NMP,在 40°C 下搅拌20小时,从而得到聚酰胺酸(PAA-3)的溶液。该聚酰胺酸溶液的温度 25°C 下的粘度为 $183\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=12356$ 、 $M_w=25544$ 。

[0267] <合成例4>

[0268] 向附带搅拌装置和氮气导入管的 3000mL 四口烧瓶中量取所得聚酰胺酸溶液(PAA-3) 950g ,添加NMP 678g ,搅拌30分钟。向所得聚酰胺酸溶液中添加醋酸酐 77.11g 、吡啶 19.92g ,以 60°C 加热3小时,进行化学酰亚胺化。将所得反应液一边搅拌一边投入至 6600mL 甲醇中,滤取所析出的沉淀物。接着,将沉淀物用 6600mL 甲醇清洗3次,用 2000mL 甲醇清洗2次。接着,将所得树脂粉末以 60°C 干燥12小时,从而得到聚酰亚胺树脂粉末。

[0269] 该聚酰亚胺树脂粉末的酰亚胺化率为 75% ,分子量为 $M_n=8156$ 、 $M_w=17408$ 。

[0270] 向放有搅拌子的 200mL 锥形瓶中量取所得聚酰亚胺树脂粉末 20.69g ,添加NMP 151.71g ,以 40°C 搅拌24小时而使其溶解,得到固体成分浓度为 12% 的聚酰亚胺溶液(PI-1)。

[0271] <合成例5>

[0272] 向附带搅拌装置和氮气导入管的 200mL 四口烧瓶中量取二胺DA-3 4.20g (17.19mmol)和二胺DA-4 7.70g (25.81mmol),添加NMP 158g ,一边输送氮气一边搅拌而使

其溶解。一边搅拌该二胺溶液，一边添加羧酸二酐DC-3 12.02g(40.85mmol)，进而，以固体成分浓度达到12质量%的方式添加NMP，在室温下搅拌24小时，从而得到聚酰胺酸(PAA-4)的溶液。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为390mPa·s。

[0273] 将合成例中使用的各成分的用量和所得聚酰亚胺系聚合物总结示于表1。

[0274] [表1]

[0275]

	聚酰亚胺系 聚合物	二胺成分		四羧酸成分
		二胺化合物	二胺化合物	羧酸二酐
合成例1	PAA-1	DA-5 2.92g(27.0mmol)	DA-2 0.71g(3.0mmol)	DC-1 6.46g(28.8mmol)
合成例2	PAA-2	DA-5 2.27g(21.0mmol)	DA-4 2.69g(9.0mmol)	DC-2 5.59g(28.5mmol)
合成例3	PAA-3	DA-3 110.47g(452mmol)	DA-2 18.94g(79.5mmol)	DC-1 111.18g(496mmol)
合成例4	PI-1	DA-3 110.47g(452mmol)	DA-2 18.94g(79.5mmol)	DC-1 111.18g(496mmol)
合成例5	PAA-4	DA-3 4.20g(17.2mmol)	DA-4 7.70g(25.8mmol)	DC-3 12.02g(40.9mmol)

[0276] [液晶取向剂的制备]

[0277] (实施例1)

[0278] 向放有搅拌子的20mL样品管中量取利用合成例1得到的聚酰胺酸溶液(PAA-1) 11.00g，添加NMP 5.00g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g，在室温下搅拌3小时，从而得到液晶取向剂A1。

[0279] 使用该液晶取向剂A1，按照下述所示的步骤进行密合性的评价用基板和液晶单元的制作。

[0280] [密合性的评价用基板的制作和评价]

[0281] <基板的制作>

[0282] 在30mm×40mm的ITO基板上，通过旋转涂布而涂布液晶取向剂A1。其后，在80℃的热板上干燥2分钟，接着，用230℃的热风循环式烘箱进行14分钟的烧成，从而形成膜厚为100nm的涂膜。隔着偏振片对该涂膜面照射500mJ/cm²的254nm紫外线，接着，用230℃的热风循环式烘箱进行14分钟的烧成，从而得到带液晶取向膜的基板。

[0283] 准备这样操作而得到的2块基板，在一个基板的液晶取向膜面上涂布4 μ m的珠间隔物后，滴加密封剂(协立化学株式会社制、XN-1500T)。接着，将另一个基板的液晶取向膜面作为内侧，以基板的重合宽度为1cm的方式进行粘贴。此时，以粘贴后的密封剂的直径为3mm的方式调整密封剂滴加量。将粘贴的2块基板用夹具固定后，以150℃使其热固化1小时，从而制作密合性评价用基板。

[0284] <密合性的评价>

[0285] 将基板用桌上形精密万能试验机(岛津制作所制、AGS-X 500N)固定上下基板的端

部后,从基板中央部的上部进行按压,测定剥离时的压力(N)。

[0286] [FFS驱动液晶单元的制作和液晶取向性的评价]

[0287] 首先准备带电极的基板。基板是尺寸为30mm×35mm且厚度为0.7mm的玻璃基板。在基板上形成构成对向电极且具备实心状图案的IZO电极来作为第1层。在第1层的对向电极上形成用CVD法成膜的SiN(氮化硅)膜来作为第2层。第2层的SiN膜的膜厚为500nm,其作为层间绝缘膜而发挥功能。在第2层的SiN膜上配置有对IZO膜进行图案化而形成的梳齿状像素电极来作为第3层,从而形成了第1像素和第2像素这两个像素。各像素的尺寸为纵10mm且横约5mm。此时,第1层的对向电极与第3层的像素电极通过第2层的SiN膜的作用而电绝缘。

[0288] 第3层的像素电极具有中央部分发生弯曲的“<”字形电极要素经多个排列而构成的梳齿状形状。各电极要素的宽度方向的宽度为3 μ m,电极要素间的间隔为6 μ m。形成各像素的像素电极由中央部分发生弯曲的“<”字形电极要素经多个排列而构成,因此各像素的形状不是长方形状,而是具备与电极要素同样地在中央部分发生弯曲的、类似于粗体的“<”字的形状。并且,各像素以其中央的弯曲部分为界被上下分割,具有弯曲部分的上侧的第1区域和下侧的第2区域。

[0289] 对比各像素的第1区域和第2区域时,构成它们的像素电极的电极要素的形成方向不同。即,将后述液晶取向膜的液晶取向方向作为基准时,在像素的第1区域中,以呈现+10°的角度的方式形成像素电极的电极要素,在像素的第2区域中,以呈现-10°的角度的方式形成像素电极的电极要素。即,各像素的第1区域与第2区域如下构成:通过在像素电极与对向电极之间施加电压而诱发的液晶的、基板面内的旋转动作(平面切换)的方向互为相反方向。

[0290] 接着,将液晶取向剂用1.0 μ m的过滤器过滤后,通过旋转涂布将液晶取向剂涂布在所准备的上述带电极的基板上。接着,在80℃的热板上干燥2分钟后,用230℃的热风循环式烘箱烧成14分钟,从而形成膜厚为100nm的涂膜。隔着偏振片以500mJ/cm²对该涂膜面照射254nm的紫外线,从而得到带液晶取向膜的基板。另外,作为对向基板,在未形成电极且具有4 μ m高的柱状间隔物的玻璃基板上也同样地形成涂膜,并实施取向处理。

[0291] 如上所述,以两片基板为一组,在基板上印刷密封剂,将另一个基板以液晶取向膜面对面、取向方向为0°的方式进行粘贴后,使密封剂固化而制作空单元。通过减压注入法向该空单元中注入液晶MLC-2041(MERCK CORPORATION制),密封注入口,从而得到FFS驱动液晶单元。

[0292] 用偏振光显微镜(尼康公司制、ECLIPSE E600WPOL)观察液晶单元的取向状态,将没有取向缺陷的样品记作“良好”、将具有取向缺陷的样品记作“不良”。

[0293] [液晶单元的交流驱动余像评价]

[0294] 使用上述制作的液晶单元,在60℃的恒温环境下以30Hz的频率施加120小时的±10V交流电压。其后,使液晶单元的像素电极与对向电极之间呈现短路状态,直接在室温下放置一天。

[0295] 放置后,将液晶单元设置在以偏振光轴垂直的方式配置的两片偏振片之间,在未施加电压的状态下点亮背光灯,调整液晶单元的配置角度以使透射光的亮度为最小。并且,将使液晶单元从第1像素的第2区域最暗的角度旋转至第1区域最暗的角度时的旋转角度作为角度 Δ 而算出。第2像素也同样操作,对比第2区域和第1区域,算出同样的角度 Δ 。并且,

将第1像素与第2像素的角度 Δ 值的平均值作为液晶单元的角度 Δ 而算出。交流驱动余像 Δ 不足0.1时记作良好,交流驱动余像 Δ 为0.1以上时记作不良。

[0296] <实施例2>

[0297] 向放有搅拌子的20mI样品管中量取利用合成例1得到的聚酰胺酸溶液(PAA-1) 2.20g、利用合成例2得到的聚酰胺酸溶液(PAA-2)7.33g,添加NMP 6.47g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A2。

[0298] 除了使用该液晶取向剂A2之外,通过与实施例1相同的方法进行密合性评价和交流驱动余像评价。

[0299] <实施例3>

[0300] 向放有搅拌子的20mI样品管中量取利用合成例4得到的聚酰亚胺溶液(PI-1) 4.58g、利用合成例5得到的聚酰胺酸溶液(PAA-4)4.58g,添加NMP6.83g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A3。

[0301] 使用该液晶取向剂A3,照射200mJ/cm²的254nm紫外线,在乳酸乙酯中浸渍3分钟,接着,在纯水中浸渍1分钟。其后,用230℃的热风循环式烘箱进行14分钟的烧成,得到带液晶取向膜的基板,除此之外,通过与实施例1相同的方法进行密合性评价和交流驱动余像评价。

[0302] <比较例1>

[0303] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例1相同的方法而得到液晶取向剂B1。除了使用该液晶取向剂B1之外,通过与实施例1相同的方法进行密合性评价和交流驱动余像评价。

[0304] <比较例2>

[0305] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例2相同的方法而得到液晶取向剂B2。除了使用该液晶取向剂B2之外,通过与实施例2相同的方法进行密合性评价和交流驱动余像评价。

[0306] <比较例3>

[0307] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例3相同的方法而得到液晶取向剂B3。除了使用该液晶取向剂B3之外,通过与实施例3相同的方法来进行密合性评价和交流驱动余像评价。

[0308] 表2中总结示出实施例1~3和比较例1~3中得到的液晶取向剂所包含的成分的组成等。表2中,聚酰亚胺系聚合物的(混合比率)表示各聚合物的混合比率(质量%)。溶剂的(比率)表示各有机溶剂相对于聚合物溶液整体的比率(质量%)。添加剂的(phr)表示添加剂相对于聚合物固体成分的含有比率(质量%)。另外,固体成分浓度的单位为质量%。

[0309] 表3中总结示出实施例1~3和比较例1~3中的FFS驱动液晶单元的制作条件。表3中,“-”表示未处理。

[0310] 表4中总结示出实施例1~3和比较例1~3中的各评价结果等。

[0311] [表2]

[0312]

	液晶取向剂	聚酰亚胺系聚合物 (混合比率)		溶剂 (比率)	添加剂 (phr)	固体成分 浓度
实施例 1	液晶取向剂 A1	PAA-1 (100)	—	NMP (74.5), BCS (20)	添加剂 A (5%)	5.5
实施例 2	液晶取向剂 A2	PAA-1 (20)	PAA-2 (80)	NMP (74.5), BCS (20)	添加剂 A (5%)	5.5
实施例 3	液晶取向剂 A3	PI-1 (50)	PAA-4 (50)	NMP (74.5), BCS (20)	添加剂 A (5%)	5.5
比较例 1	液晶取向剂 B1	PAA-1 (100)	—	NMP (74.5), BCS (20)	—	5.5
比较例 2	液晶取向剂 B2	PAA-1 (20)	PAA-2 (80)	NMP (74.5), BCS (20)	—	5.5
比较例 3	液晶取向剂 B3	PI-1 (50)	PAA-4 (50)	NMP (74.5), BCS (20)	—	5.5

[0313] [表3]

	偏振紫外线 照射量	溶剂 接触处理	追加加热 处理
实施例 1	500mJ	—	230℃14 分钟
实施例 2	500mJ	—	230℃14 分钟
实施例 3	200mJ	乳酸乙酯	230℃14 分钟
比较例 1	500mJ	—	230℃14 分钟
比较例 2	500mJ	—	230℃14 分钟
比较例 3	200mJ	乳酸乙酯	230℃14 分钟

[0315] [表4]

[0316]

	混合比率 (质量%)		添加剂 (phr)	液晶 取向剂	密合 强度 [N]	液晶 取向性	交流驱动 余像
实施例 1	PAA-1 (100)	—	添加剂 A (5%)	A1	13	良好	良好
实施例 2	PAA-1 (20)	PAA-2 (80)	添加剂 A (5%)	A2	16	良好	良好
实施例 3	PAA-1 (50)	PAA-4 (50)	添加剂 A (5%)	A3	13	良好	良好
比较例 1	PAA-1 (100)	—	—	B1	9	良好	良好
比较例 2	PAA-1 (20)	PAA-2 (80)	—	B2	11	良好	良好
比较例 3	PAA-1 (50)	PAA-4 (50)	—	B3	8	良好	良好

[0317] <合成例6>

[0318] 向附带搅拌装置和氮气导入管的500mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 4.58g (42.4mmol)和二胺DA-12 1.79g(4.71mmol),添加NMP 84.7g、GBL 254g和作为碱的吡啶

8.40g(106mmol),一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。接着,一边搅拌该二胺溶液一边添加DE-1 14.4g(44.2mmol),以15℃反应一晚。搅拌一晚后,添加丙烯酰氯1.23g(13.6mmol),以15℃反应4小时。将所得聚酰胺酸酯的溶液一边搅拌一边投入至1477g的IPA,滤取所析出的白色沉淀,接着,将沉淀物用738g的IPA清洗5次并干燥,从而得到白色的聚酰胺酸酯树脂粉末17.3g。收率为96.9%。另外,该聚酰胺酸酯的分子量为 $M_n=14,288$ 、 $M_w=29,956$ 。

[0319] 将所得聚酰胺酸酯树脂粉末3.69g置于100mL锥形瓶,添加GBL 33.2g,在氮气气氛下以室温搅拌24小时而使其溶解,从而得到聚酰胺酸酯溶液(PAE-1)。

[0320] <合成例7>

[0321] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 2.50g(23.1mmol)、二胺DA-14 0.59g(1.22mmol),添加NMP 42.8g、GBL 129g和作为碱的吡啶4.34g(54.9mmol),一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。接着,一边搅拌该二胺溶液一边添加DE-1 7.44g(22.9mmol),以15℃反应一晚。搅拌一晚后,添加丙烯酰氯0.63g(7.01mmol),以15℃反应4小时。将所得聚酰胺酸酯的溶液一边搅拌一边投入至574g的IPA,滤取所析出的白色沉淀,接着,将沉淀物用382g的IPA清洗5次并干燥,从而得到白色的聚酰胺酸酯树脂粉末8.82g。收率为97.8%。另外,该聚酰胺酸酯的分子量为 $M_n=16,617$ 、 $M_w=37,387$ 。

[0322] 将所得聚酰胺酸酯树脂粉末0.80g置于20mL锥形瓶,添加GBL 7.20g,在氮气气氛下以室温搅拌24小时而使其溶解,从而得到聚酰胺酸酯溶液(PAE-2)。

[0323] <合成例8>

[0324] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 1.23g(11.3mmol)、二胺DA-13 0.80g(3.77mmol),添加NMP 27.0g、GBL 91.2g和作为碱的吡啶2.69g(34.0mmol),一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。接着,一边搅拌该二胺溶液一边添加DE-1 4.61g(14.2mmol),以15℃反应一晚。搅拌一晚后,添加丙烯酰氯0.39g(4.34mmol),以15℃反应4小时。将所得聚酰胺酸酯的溶液一边搅拌一边投入至384g的IPA,滤取所析出的白色沉淀,接着,将沉淀物用256g的IPA清洗5次并干燥,从而得到白色的聚酰胺酸酯树脂粉末5.11g。收率为89.6%。另外,该聚酰胺酸酯的分子量为 $M_n=14,806$ 、 $M_w=32,719$ 。

[0325] 将所得聚酰胺酸酯树脂粉末0.80g置于20mL锥形瓶,添加GBL 7.20g,在氮气气氛下以室温搅拌24小时而使其溶解,从而得到聚酰胺酸酯溶液(PAE-3)。

[0326] <合成例9>

[0327] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 2.80g(25.9mmol)、二胺DA-2 1.45g(6.47mmol),添加NMP 111g和作为碱的吡啶6.18g(78.1mmol),一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。接着,一边搅拌该二胺溶液一边添加DE-1 9.89g(30.4mmol),以15℃反应一晚。搅拌一晚后,添加丙烯酰氯0.38g(4.21mmol),以15℃反应4小时。将所得聚酰胺酸酯的溶液一边搅拌一边投入至1230g水中,滤取所析出的白色沉淀,接着,将沉淀物用1230g的IPA清洗5次并干燥,从而得到白色的聚酰胺酸酯树脂粉末10.2g。收率为83.0%。另外,该聚酰胺酸酯的分子量为 $M_n=20,786$ 、 $M_w=40,973$ 。

[0328] 将所得聚酰胺酸酯树脂粉末0.80g置于20mL锥形瓶,添加GBL 7.19g,在氮气气氛下以室温搅拌24小时而使其溶解,从而得到聚酰胺酸酯溶液(PAE-4)。

[0329] <合成例10>

[0330] 向附带搅拌装置和氮气导入管的1000mL四口烧瓶中量取二胺DA-314.4g

(58.8mmol)、二胺DA-12 2.48g(6.53mmol),添加NMP 622g和作为碱的吡啶11.6g(147mmol),一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。接着,一边搅拌该二胺溶液一边添加DE-1 20.0g(61.4mmol),以15℃反应一晚。搅拌一晚后,添加丙烯酰氯1.70g(18.8mmol),以15℃反应4小时。将所得聚酰胺酸酯的溶液一边搅拌一边投入至2691g的IPA,滤取所析出的白色沉淀,接着,将沉淀物用1345g的IPA清洗5次并干燥,从而得到白色的聚酰胺酸酯树脂粉末31.4g。收率为95.9%。另外,该聚酰胺酸酯的分子量为 $M_n=13,012$ 、 $M_w=25,594$ 。

[0331] 将所得聚酰胺酸酯树脂粉末3.70g置于100mL锥形瓶,添加NMP 33.3g,在氮气气氛下以室温搅拌24小时而使其溶解,从而得到聚酰胺酸酯溶液(PAE-5)。

[0332] <合成例11>

[0333] 向附带搅拌装置和氮气导入管的100mL四口烧瓶中量取二胺DA-6 0.91g(5.98mmol)、二胺DA-8 4.78g(23.9mmol),添加NMP 13.3g和GBL 6.66g,一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液一边添加羧酸二酐DC-4 4.76g(24.0mmol),添加GBL 9.99g,在室温下搅拌2小时。接着,添加GBL 20.0g并搅拌后,添加羧酸二酐DC-7 1.31g(6.00mmol),添加GBL 4.80g,在室温下搅拌24小时,从而得到聚酰胺酸溶液(PAA-5)。所得聚酰胺酸溶液的25℃下的粘度为4,147mPa·s。另外,聚酰胺酸的分子量为 $M_n=24,333$ 、 $M_w=60,010$ 。

[0334] <合成例12>

[0335] 向附带搅拌装置和氮气导入管的1000mL四口烧瓶中量取二胺DA-348.86g(200mmol)、二胺DA-11 18.47g(50.0mmol),添加NMP 770g,一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液一边添加羧酸二酐DC-151.11g(228mmol),进而以固体成分浓度达到12质量%的方式添加NMP,在40℃下搅拌20小时而得到聚酰胺酸溶液。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为193mPa·s。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=9890$ 、 $M_w=22458$ 。

[0336] 向附带搅拌装置和氮气导入管的3000mL四口烧瓶中量取所得聚酰胺酸溶液1200g,添加NMP 400g,一边流通氮气一边搅拌30分钟。向所得聚酰胺酸溶液中添加醋酸酐93.10g、吡啶24.05g,以55℃加热两个半小时,进行化学酰亚胺化。将所得反应液一边搅拌一边投入至6600mL甲醇,滤取所析出的沉淀物,接着,将沉淀物用6600mL甲醇清洗3次,用2000mL甲醇清洗2次。将所得树脂粉末以60℃干燥12小时,从而得到聚酰亚胺树脂粉末(2)。

[0337] 该聚酰亚胺树脂粉末的酰亚胺化率为70%、分子量为 $M_n=6737$ 、 $M_w=14181$ 。

[0338] 向放有搅拌子的200mL锥形瓶中称取聚酰亚胺树脂粉末(2)20.69g,添加NMP 151.71g,在氮气气氛下以40℃搅拌24小时而使其溶解,从而得到固体成分浓度为12质量%的聚酰亚胺溶液(PI-2)。

[0339] <合成例13>

[0340] 向附带搅拌装置和氮气导入管的50mL四口烧瓶中量取羧酸二酐DC-50.89g(3.56mmol)、二胺DA-16(2.50g、6.33mmol)、二胺DA-15 1.53g(6.32mmol)和二胺DA-5 0.59g(5.46mmol),在16.6g的NEP中混合,一边流通氮气一边以80℃反应5小时。其后,添加羧酸二酐DC-2 2.80g(14.3mmol)和NEP 8.31g,以40℃反应6小时,从而得到固体成分浓度为25质量%的聚酰胺酸。

[0341] 向所得聚酰胺酸溶液30.0g中添加NMP,以固体成分浓度达到6质量%的方式进行稀释后,添加作为酰亚胺化催化剂的醋酸酐4.40g和吡啶3.30g,以80℃反应3小时。将该反

应溶液投入至460mI甲醇中,滤取所得沉淀物。接着,将沉淀物用甲醇进行清洗,以100℃进行减压干燥而得到聚酰亚胺粉末(3)。该聚酰亚胺的酰亚胺化率为75%,数均分子量为16,800、重均分子量为44,300。

[0342] 接着,称量聚酰亚胺粉末(3)0.50g,添加NEP 11.3g,在氮气气氛下以70℃搅拌24小时而使其溶解。向该溶液中添加PB(7.52g),以40℃搅拌4小时,从而得到聚酰亚胺溶液(PI-3)。

[0343] <合成例14>

[0344] 向附带搅拌装置和氮气导入管的50mL四口烧瓶中量取羧酸二酐DC-52.55g(10.2mmol)、二胺DA-17 1.27g(3.09mmol)和二胺DA-6 2.67g(17.5mmol),在17.0g的NEP中混合,一边流通氮气一边以80℃反应5小时。其后,添加羧酸二酐DC-2 2.00g(10.2mmol)和NEP 8.50g,以40℃反应6小时,从而得到固体成分浓度为25质量%的聚酰胺酸。

[0345] 向所得聚酰胺酸溶液30.0g中添加NMP,以固体成分浓度达到6质量%的方式进行稀释后,添加作为酰亚胺化催化剂的醋酸酐4.40g和吡啶3.30g,以80℃反应3小时。将该反应溶液投入至460mI甲醇中,滤取所得沉淀物。接着,将沉淀物用甲醇进行清洗,以100℃进行减压干燥而得到聚酰亚胺粉末(4)。该聚酰亚胺的酰亚胺化率为76%,数均分子量为18,500、重均分子量为46,500。

[0346] 接着,称量聚酰亚胺粉末(4)0.80g,添加NEP 7.52g,在氮气气氛下以70℃搅拌24小时,从而得到聚酰亚胺溶液(PI-4)。

[0347] <合成例15>

[0348] 向附带搅拌装置和氮气导入管的50mL四口烧瓶中量取羧酸二酐DC-54.21g(16.8mmol)、二胺DA-18 2.95g(6.82mmol)和二胺DA-6 2.42g(15.9mmol),在21.4g的NMP中混合,一边流通氮气一边以80℃反应5小时后,添加羧酸二酐DC-2 1.10g(5.61mmol)和NMP 10.7g,以40℃反应6小时,从而得到固体成分浓度为25质量%的聚酰胺酸。

[0349] 向所得聚酰胺酸溶液30.0g中添加NMP,以固体成分浓度达到6质量%的方式进行稀释后,添加作为酰亚胺化催化剂的醋酸酐4.40g和吡啶3.30g,以80℃反应3.5小时。将该反应溶液投入至460mI甲醇中,滤取所得沉淀物。接着,将沉淀物用甲醇进行清洗,以100℃进行减压干燥而得到聚酰亚胺粉末(5)。该聚酰亚胺的酰亚胺化率为80%,数均分子量为17,600、重均分子量为43,500。

[0350] 接着,称量聚酰亚胺粉末(5)2.50g,添加NMP 18.3g,在氮气气氛下以70℃搅拌24小时而使其溶解,从而得到固体成分浓度为12质量%的聚酰亚胺溶液(PI-5)。

[0351] <合成例16>

[0352] 向附带搅拌装置和氮气导入管的100mL四口烧瓶中量取二胺DA-213.77g(10.00mmol),添加NMP 50.0g,确认全部溶解后,将羧酸二酐DC-6 9.01g(30.00mmol)以固体的形式缓慢添加,一边流通氮气一边以40℃反应3小时。

[0353] 另外,向具备机械搅拌器的300mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 9.73g(90.00mmol),添加NMP 111.1g和预先制备的反应溶液,确认全部溶解后,以固体的形式缓慢添加羧酸二酐DC-6 20.27g(67.50mmol),用NMP 10.00g清洗烧瓶壁,以40℃反应6小时,从而得到聚酰胺酸溶液。该聚酰胺酸的分子量为数均分子量为10,200、重均分子量为23,600。

[0354] 接着,向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取上述得到的聚酰胺

酸溶液40.00g,添加NMP 74.3g,添加醋酸酐19.02g(186.29mmol)、吡啶8.84g(111.71mmol),在室温下搅拌30分钟后,以40℃反应2.5小时。反应结束后,将反应溶液恢复至室温,缓慢地注入冷却至约10℃的甲醇500mL中,使固体析出,从而滤取沉淀物。接着,将沉淀物用200mL的甲醇进行2次再浆化清洗,使其以100℃进行真空干燥,从而得到聚酰亚胺粉末(6)。

[0355] 向具备搅拌子的100mL带侧臂的茄型烧瓶中量取通过上述操作而得到的聚酰亚胺粉末(6)4.0g,添加GBL 62.67g,在氮气气氛下以50℃搅拌而使其溶解,从而得到固体成分浓度为6.0质量%的聚酰亚胺溶液(PI-6)。

[0356] <合成例17>

[0357] 向附带搅拌装置和氮气导入管的500mL四口烧瓶中量取羧酸二酐DC-219.86g(0.101mol)、羧酸二酐DC-7 9.81g(0.045mol)、二胺DA-22 5.50g(0.045mol)、二胺DA-24 12.20g(0.060mol)和二胺DA-19 13.16g(0.045mol),在室温下在NMP 242.1g中一边流通氮气一边反应18小时,从而得到固体成分浓度为20质量%的聚酰胺酸溶液。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为597mPa·s。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=14224$ 、 $M_w=36140$ 。

[0358] 接着,向上述得到的聚酰胺酸溶液140.0g中添加NMP 210.0g进行稀释,制备固体成分浓度为8.0质量%的聚酰胺酸溶液,添加醋酸酐21.08g和吡啶8.99g,以50℃反应2小时而进行化学酰亚胺化。将所得聚酰亚胺溶液冷却至室温左右后,投入至甲醇1330g中,滤取沉淀物。接着,将沉淀物用甲醇清洗2次后,以100℃进行减压干燥,从而得到聚酰亚胺粉末(7)。该聚酰亚胺的数均分子量为10920、重均分子量为31108。另外,酰亚胺化率为85%。

[0359] 向具备搅拌子的100mL带侧臂的茄型烧瓶中量取通过上述操作而得到的聚酰亚胺粉末(7)11.0g,添加GBL 80.7g,在氮气气氛下以50℃搅拌20小时而使其溶解,从而得到固体成分浓度为12.0质量%的聚酰亚胺溶液(PI-7)。

[0360] <合成例18>

[0361] 向附带搅拌装置和氮气导入管的100mL四口烧瓶中量取羧酸二酐DC-2 18.53g(0.095mol)、羧酸二酐DC-7 8.83g(0.041mol)、二胺DA-23 6.60g(0.054mol)、二胺DA-24 8.23g(0.041mol)、二胺DA-20 12.98g(0.041mol),在室温下在NMP 239.1g中一边流通氮气一边反应22小时,从而得到聚酰胺酸(PAA-2)的浓度为20wt%的溶液。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为693mPa·s。另外,该聚酰胺酸的分子量为 $M_n=20366$ 、 $M_w=54052$ 。

[0362] 接着,在附带搅拌装置和氮气导入管的500mL四口烧瓶中,在通过上述得到的聚酰胺酸溶液160.0g中添加NMP 240.0g并稀释,制备固体成分浓度为8.0质量%的聚酰胺酸溶液,添加醋酸酐22.26g和吡啶9.49g,以50℃反应2小时而进行酰亚胺化。将所得聚酰亚胺溶液冷却至室温左右后,投入至甲醇1511g中,滤取沉淀物。接着,将沉淀物用甲醇清洗2次后,以100℃进行减压干燥,从而得到聚酰亚胺粉末(8)。该聚酰亚胺的数均分子量为13306、重均分子量为35615。另外,酰亚胺化率为85%。

[0363] 向具备搅拌子的100mL带侧臂的茄型烧瓶中量取通过上述操作而得到的聚酰亚胺粉末(8)11.0g,添加GBL 80.7g,在氮气气氛下以50℃搅拌20小时而使其溶解,从而得到固体成分浓度为12.0质量%的聚酰亚胺溶液(PI-8)。

[0364] <合成例19>

[0365] 向附带搅拌装置和氮气导入管的100mL四口烧瓶中量取二胺DA-213.77g

(10.00mmol), 添加NMP 50.0g, 确认全部溶解后, 以固体的形式缓慢添加羧酸二酐DC-8 6.73g(30.00mmol), 在氮气气氛下以40℃反应3小时。

[0366] 另外, 向具备机械搅拌器的300mL四口烧瓶中量取二胺DA-5 9.73g(90.00mmol), 添加NMP 111.1g和预先制备的反应溶液, 确认全部溶解后, 以固体的形式缓慢添加羧酸二酐DC-8 15.13g(67.50mmol), 用NMP 10.00g清洗烧瓶壁, 在氮气气氛下以40℃反应6小时, 从而得到聚酰胺酸溶液。该聚酰胺酸的分子量为数均分子量为9,000、重均分子量为21,600。

[0367] 接着, 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取上述得到的聚酰胺酸溶液38.00g, 添加NMP 70.3g, 添加醋酸酐19.02g(186.29mmol)、吡啶8.84g(111.71mmol), 在室温下搅拌30分钟后, 以40℃反应2.5小时。反应结束后, 将反应溶液恢复至室温, 缓慢地注入冷却至约10℃的甲醇500mL中, 使固体析出, 从而滤取沉淀物。接着, 将沉淀物用200mL的甲醇进行2次再浆化清洗, 使其以100℃进行真空干燥, 从而得到聚酰亚胺粉末(9)。

[0368] 向具备搅拌子的100mL带侧臂的茄型烧瓶中量取通过上述操作而得到的聚酰亚胺粉末(9)4.0g, 添加GBL 62.67g, 在氮气气氛下以50℃搅拌而使其溶解, 从而得到固体成分浓度为6.0质量%的聚酰亚胺溶液(PI-9)。

[0369] <合成例20>

[0370] 向附带搅拌装置和氮气导入管的2000mL四口烧瓶中量取DA-8 63.76g(320mmol)、DA-6 12.17g(79.99mmol), 添加NMP 1094g, 一边输送氮气一边搅拌而使其溶解。一边搅拌该二胺溶液, 一边添加DC-3 112.59g(383mmol), 进而以固体成分浓度达到12质量%的方式添加NMP, 在室温下搅拌24小时, 从而得到聚酰胺酸(PAA-6)的溶液。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为384mPa·s。

[0371] <合成例21>

[0372] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-10 5.00g(17.46mmol), 添加NMP 48.17g而使其溶解, 在冰浴下冷却至10℃以下, 一点点地添加羧酸二酐DC-7 3.50g(16.06mmol), 恢复至室温而反应至粘度达到稳定为止, 从而得到固体成分浓度为15质量%的聚酰胺酸溶液(PAA-7)。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为420mPa·s, 数均分子量12,500、重均分子量为33800。

[0373] <合成例22>

[0374] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-7 1.98g(10.00mmol)、二胺DA-8 8.40g(40.00mmol), 添加NMP 152.10g而使其溶解, 冷却至约10℃, 一点点地添加羧酸二酐DC-2 7.35g(38.00mmol), 接着, 一点点地添加羧酸二酐DC-6 3.00g(10.00mmol), 恢复至室温而反应至粘度达到稳定为止, 从而得到固体成分浓度为12质量%的聚酰胺酸溶液(PAA-8)。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为180mPa·s。

[0375] <合成例23>

[0376] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-9 4.51g(17.46mmol), 添加NMP 45.39g而使其溶解, 在冰浴下冷却至10℃以下, 一点点地添加羧酸二酐DC-7 3.50g(16.06mmol), 恢复至室温而反应至粘度达到稳定为止, 从而得到固体成分浓度为15质量%的聚酰胺酸溶液(PAA-9)。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为

390mPa·s,数均分子量11,200、重均分子量为31800。

[0377] <合成例24>

[0378] 向附带搅拌装置和氮气导入管的200mL四口烧瓶中量取二胺DA-7 1.98g(10.00mmol)、二胺DA-8 8.40g(40.00mmol),添加NMP 144.25g而使其溶解,冷却至约10℃,以固体的形式一点点地添加羧酸二酐DC-2 9.29g(47.50mmol),恢复至室温后,反应至粘度达到稳定为止,从而得到固体成分浓度为12质量%的聚酰胺酸溶液(PAA-10)。该聚酰胺酸溶液的温度25℃下的粘度为250mPa·s。

[0379] <合成例25>

[0380] 向附带搅拌装置和氮气导入管的500mL四口烧瓶中量取二胺DA-7 29.73g(150.00mmol),添加NMP 169.8g、GBL 169.8g,确认全部溶解后,在氮气气氛下以固体的形式、约10℃缓慢添加羧酸二酐DC-2 13.83g(70.50mmol),搅拌30分钟,其后,以固体的形式添加羧酸二酐DC-7 16.36g(50.00mmol),恢复至室温并反应6小时,从而得到固体成分浓度为15质量%的聚酰胺酸溶液。数均分子量为9,400、重均分子量为11,500。

[0381] 向具备搅拌子的1L的锥形瓶中量取通过上述操作而得到的聚酰胺酸溶液350g,添加GBL 393.75g、BCS 131.25g并搅拌3小时,从而得到固体成分浓度为6.0质量%的聚酰胺酸溶液(PAA-11)。

[0382] <实施例4>

[0383] 量取合成例4中得到的聚酰亚胺溶液(PI-1)4.58g、合成例20中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-6)4.58g,添加NMP 6.83g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A4。

[0384] <实施例5>

[0385] 量取合成例4中得到的聚酰亚胺溶液(PI-1)3.67g、合成例20中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-6)5.50g,添加NMP 6.83g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A5。

[0386] <实施例6>

[0387] 量取合成例12中得到的聚酰亚胺溶液(PI-2)4.59g、合成例20中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-6)4.57g,添加NMP 6.85g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A6。

[0388] <实施例7>

[0389] 量取合成例4中得到的聚酰亚胺溶液(PI-1)9.17g,添加NMP 6.83g、BCS4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A7。

[0390] <实施例8>

[0391] 量取合成例12中得到的聚酰亚胺溶液(PI-1)8.85g,添加NMP 7.15g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A7。

[0392] <实施例9>

[0393] 除了添加添加剂B来代替添加剂A之外,通过与实施例4相同的方法得到液晶取向液晶取向剂A9。

[0394] <实施例10>

[0395] 除了添加添加剂B来代替添加剂A之外,通过与实施例5相同的方法得到液晶取向液晶取向剂A10。

[0396] <实施例11>

[0397] 除了添加添加剂B来代替添加剂A之外,通过与实施例6相同的方法得到液晶取向液晶取向剂A11。

[0398] <实施例12>

[0399] 除了添加添加剂B来代替添加剂A之外,通过与实施例7相同的方法得到液晶取向液晶取向剂A12。

[0400] <实施例13>

[0401] 除了添加添加剂B来代替添加剂A之外,通过与实施例8相同的方法得到液晶取向液晶取向剂A13。

[0402] <实施例14>

[0403] 量取合成例6中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-1)4.40g、合成例11中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-5)5.50g,添加NMP 0.52g、GBL 5.58g、BCS 4.01g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A14。

[0404] <实施例15>

[0405] 量取合成例7中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-2)4.41g、合成例11中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-5)5.49g,添加NMP 0.50g、GBL 5.60g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A15。

[0406] <实施例16>

[0407] 量取合成例8中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-3)4.42g、合成例11中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-5)5.49g,添加NMP 0.50g、GBL 5.60g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A16。

[0408] <实施例17>

[0409] 量取合成例9中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-4)4.42g、合成例11中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-5)5.50g,添加NMP 0.50g、GBL 5.60g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A17。

[0410] <实施例18>

[0411] 量取合成例10中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-5)4.42g、合成例11中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-5)5.49g,添加NMP 0.50g、GBL 5.60g、BCS 4.00g、作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g和添加剂A 0.06g,在室温下搅拌

3小时,从而得到液晶取向剂A16。

[0412] <实施例19>

[0413] 量取合成例6中得到的聚酰胺酸酯溶液(PAE-1)11.0g,添加GBL 4.99g、BCS 4.02g和作为酰亚胺化促进剂的N- α -(9-苄基甲氧基羰基)-N- τ -叔丁氧基羰基-L-组氨酸0.15g、添加剂A 0.06g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A19。

[0414] <比较例4>

[0415] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例4相同的方法得到液晶取向剂B4。

[0416] <比较例5>

[0417] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例5相同的方法得到液晶取向剂B5。

[0418] <比较例6>

[0419] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例6相同的方法得到液晶取向剂B6。

[0420] <比较例7>

[0421] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例7相同的方法得到液晶取向剂B7。

[0422] <比较例8>

[0423] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例8相同的方法得到液晶取向剂B8。

[0424] <比较例9>

[0425] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例9相同的方法得到液晶取向剂B9。

[0426] <比较例10>

[0427] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例10相同的方法得到液晶取向剂B10。

[0428] <比较例11>

[0429] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例11相同的方法得到液晶取向剂B11。

[0430] <比较例12>

[0431] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例12相同的方法得到液晶取向剂B12。

[0432] <比较例13>

[0433] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例13相同的方法得到液晶取向剂B13。

[0434] <比较例14>

[0435] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例14相同的方法得到液晶取向剂B14。

[0436] <比较例15>

[0437] 除了添加添加剂C来代替添加剂A之外,通过与实施例5相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B15。

[0438] <比较例16>

[0439] 除了添加添加剂C来代替添加剂A之外,通过与实施例6相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B16。

[0440] <比较例17>

[0441] 除了添加添加剂D来代替添加剂A之外,通过与实施例5相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B17。

[0442] <比较例18>

[0443] 除了添加添加剂D来代替添加剂A之外,通过与实施例6相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B18。

[0444] 使用上述实施例4~13和比较例4~8、15~18中分别得到的液晶取向剂,将通过与实施例3相同的方法所得的密合性评价的结果和进行液晶单元的液晶取向性的评价、交流驱动余像评价的结果总结示于表5-1和表5-2。

[0445] 同样地,使用上述实施例14~19、和比较例9~14中分别得到的液晶取向剂,将针对通过与实施例1相同的方法得到的液晶单元进行的密合性评价和交流驱动余像评价的结果总结示于表5-1和表5-2。

[0446] [表5-1]

[0447]

	混合比率 (质量%)		添加剂 (phr)	液晶 取向剂	密合 强度[N]	液晶 取向性	交流驱动 余像
实施例 4	PI-1 (50)	PAA-6 (50)	添加剂 A (5%)	A4	20	良好	良好
实施例 5	PI-1 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 A (5%)	A5	24	良好	良好
实施例 6	PI-2 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 A (5%)	A6	28	良好	良好
实施例 7	PI-1 (100)	—	添加剂 A (5%)	A7	15	良好	良好
实施例 8	PI-2 (100)	—	添加剂 A (5%)	A8	20	良好	良好
实施例 9	PI-1 (50)	PAA-6 (50)	添加剂 B (5%)	A9	15	良好	良好
实施例 10	PI-1 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 B (5%)	A10	20	良好	良好
实施例 11	PI-2 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 B (5%)	A11	24	良好	良好
实施例 12	PI-1 (100)	—	添加剂 B (5%)	A12	12	良好	良好
实施例 13	PI-2 (100)	—	添加剂 B (5%)	A13	15	良好	良好
实施例 14	PAE-1 (40)	PAA-5 (60)	添加剂 A (5%)	A14	18	良好	良好
实施例 15	PAE-2 (40)	PAA-5 (60)	添加剂 A (5%)	A15	17	良好	良好
实施例 16	PAE-3 (40)	PAA-5 (60)	添加剂 A (5%)	A16	15	良好	良好
实施例 17	PAE-4 (40)	PAA-5 (60)	添加剂 A (5%)	A17	20	良好	良好
实施例 18	PAE-5 (40)	PAA-5 (60)	添加剂 A (5%)	A18	18	良好	良好
实施例 19	PAE-1 (100)	—	添加剂 A (5%)	A19	12	良好	良好

[0448] [表5-2]

[0449]

	混合比率 (质量%)		添加剂 (phr)	液晶 取向剂	密合 强度 [N]	液晶 取向性	交流驱动 余像
比较例 4	PI-1 (50)	PAA-6 (50)	—	B4	8	良好	良好
比较例 5	PI-1 (40)	PAA-6 (60)	—	B5	10	良好	良好
比较例 6	PI-2 (40)	PAA-6 (60)	—	B6	12	良好	良好
比较例 7	PI-1 (100)	—	—	B7	5	良好	良好
比较例 8	PI-2 (100)	—	—	B8	8	良好	良好
比较例 9	PAE-1 (40)	PAA-5 (60)	—	B9	11	良好	良好
比较例 10	PAE-2 (40)	PAA-5 (60)	—	B10	10	良好	良好
比较例 11	PAE-3 (40)	PAA-5 (60)	—	B11	9	良好	良好
比较例 12	PAE-4 (40)	PAA-5 (60)	—	B12	12	良好	良好
比较例 13	PAE-5 (40)	PAA-5 (60)	—	B13	11	良好	良好
比较例 14	PAE-1 (100)	—	—	B14	5	良好	良好
比较例 15	PI-1 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 C (5%)	B15	18	不良	不良
比较例 16	PI-2 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 C (5%)	B16	21	不良	不良
比较例 17	PI-1 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 D (5%)	B17	23	不良	不良
比较例 18	PI-2 (40)	PAA-6 (60)	添加剂 D (5%)	B18	28	不良	不良

[0450] <实施例20>

[0451] 量取合成例21中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-7)8.0g、合成例22中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-8)40.0g,添加NMP 31.7g和BCS 20.0g、以及添加剂A 0.30g,以40℃搅拌4小时,从而得到液晶取向剂A20。

[0452] <密合性的测定>

[0453] 用1.0μm的过滤器对所得液晶取向剂A20进行过滤后,旋涂在附带透明电极的玻璃基板上,在80℃的热板上使其干燥5分钟后,以230℃烧成20分钟,从而得到膜厚为100nm的聚酰亚胺膜。利用与实施例1相同的步骤,制作密合性评价用的样品基板,用桌上形精密万能试验机(岛津制作所制、AGS-X500N)固定上下基板的端部后,从基板中央部的上部进行按压,测定剥离时的压力(N)。

[0454] <液晶表示元件的制作>

[0455] 准备与实施例1中使用的基板相同的基板,接着,在50℃的热板上干燥5分钟后,以230℃烧成20分钟而制成膜厚为60nm的涂膜,在各基板上得到聚酰亚胺膜。将该聚酰亚胺膜上沿着规定的刷磨方向用人造丝布进行刷磨(辊直径为120mm、转速为500rpm、移动速度为30mm/秒、按压量为0.3mm)后,在纯水中进行1分钟的超声波照射,以80℃干燥10分钟。

[0456] 其后,使用上述带液晶取向膜的2种基板,以各自的刷磨方向呈现逆平行的方式进

行组合,密封周围但留下液晶注入口,制作单元间隙为 $3.8\mu\text{m}$ 的空单元。在常温下向该空单元中真空注入液晶(MLC-2041、MERCK CORPORATION制)后,密封注入口而制成逆平行取向的液晶单元。所得液晶单元构成FFS模式液晶表示元件。其后,将所得液晶单元以 120°C 加热1小时并放置一晚后,用于各评价。

[0457] <液晶取向性的评价>

[0458] 通过与上述实施例1相同的方法进行液晶单元的取向状态评价。

[0459] <液晶单元的交流驱动余像>

[0460] 通过与实施例1相同的方法,算出第1像素与第2像素的角度 Δ 值的平均值来作为液晶单元的角度 Δ 。交流驱动余像 Δ 不足0.2时记作良好,交流驱动余像 Δ 为0.2以上时记作不良。

[0461] <实施例21>

[0462] 称量合成例23中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-9)8.0g、合成例24中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-9)40.0g,添加NMP 31.7g和BCS 20.0g、以及添加剂A0.30g,以 40°C 搅拌4小时,从而得到液晶取向剂A21。

[0463] <比较例19>

[0464] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例20相同的方法得到液晶取向剂B19。

[0465] <比较例20>

[0466] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例21相同的方法得到液晶取向剂B20。

[0467] <比较例21>

[0468] 除了添加添加剂C来代替添加剂A之外,通过与实施例20相同的方法得到液晶取向剂B21。

[0469] <比较例22>

[0470] 除了添加添加剂C来代替添加剂A之外,通过与实施例21相同的方法得到液晶取向剂B22。

[0471] <比较例23>

[0472] 除了添加添加剂D来代替添加剂A之外,通过与实施例20相同的方法得到液晶取向剂B23。

[0473] <比较例24>

[0474] 除了添加添加剂D来代替添加剂A之外,通过与实施例21相同的方法得到液晶取向剂B24。

[0475] 使用上述实施例20、21和比较例20~24中分别得到的液晶取向剂,将通过与实施例20相同的方法所得的密合性评价的结果和进行液晶单元的液晶取向性的评价、交流驱动余像评价的结果总结示于表6。

[0476] [表6]

[0477]

	混合比率 (质量%)		添加剂 (phr)	液晶 取向剂	密合 强度[N]	液晶 取向性	交流驱动 余像
实施例20	PAA-7 (20)	PAA-8 (80)	添加剂A (5%)	A20	17	良好	良好
实施例21	PAA-9 (20)	PAA-10 (80)	添加剂A (5%)	A21	18	良好	良好
比较例19	PAA-7 (20)	PAA-8 (80)	—	B19	10	良好	良好
比较例20	PAA-9 (20)	PAA-10 (80)	—	B20	10	良好	良好
比较例21	PAA-7 (20)	PAA-8 (80)	添加剂C (5%)	B21	13	不良	不良
比较例22	PAA-9 (20)	PAA-10 (80)	添加剂C (5%)	B22	13	不良	不良
比较例23	PAA-7 (20)	PAA-8 (80)	添加剂D (5%)	B23	16	不良	不良
比较例24	PAA-9 (20)	PAA-10 (80)	添加剂D (5%)	B24	15	不良	不良

[0478] <实施例22>

[0479] 称量合成例13中得到的聚酰亚胺溶液(PI-3)11.8g、合成例14中得到的聚酰亚胺溶液(PI-4)8.3g,添加PB 12.5g和添加剂A 0.07g,以40℃搅拌4小时,从而得到液晶取向剂A22。

[0480] <密合性的测定>

[0481] 用1.0μm的过滤器对所得液晶取向剂A22进行过滤后,旋涂在附带透明电极的玻璃基板上,在热板上以100℃加热处理5分钟,用热循环型清洁烘箱以230℃加热处理30分钟,从而得到带膜厚为100nm的聚酰亚胺液晶取向膜的ITO基板。利用与实施例1相同的步骤,制作密合性评价用的样品基板,用桌上形精密万能试验机(岛津制作所制、AGS-X 500N)固定上下基板的端部后,从基板中央部的上部进行按压,测定剥离时的压力(N)。

[0482] <液晶取向性的评价>

[0483] 用1.0μm的过滤器对所得液晶取向剂A22进行过滤后,进行液晶单元的制作。将该溶液旋涂于经由纯水和IPA清洗的带100×100mmITO电极的基板(纵100mm×横100mm、厚度0.7mm)的ITO面,在热板上以100℃加热处理5分钟、用热循环型清洁烘箱以230℃加热处理30分钟,从而得到带膜厚为100nm的聚酰亚胺液晶取向膜的ITO基板。

[0484] 准备2块所得带液晶取向膜的ITO基板,以液晶取向膜面作为内侧夹持6μm的间隔物进行组合,用密封剂粘接周围来制作空单元。通过减压注入法向该空单元中注入MLC-6608(MERCK CORPORATION制),将注入口密封而得到液晶单元(垂直取向单元)。将所得液晶单元以120℃加热1小时,通过与上述实施例1相同的方法来进行该液晶单元的取向状态的评价。

[0485] <实施例23>

[0486] 称量合成例15中得到的聚酰亚胺溶液(PI-5)20.8g,添加NMP 1.3g、BCS19.6g和添加剂A0.13g,在室温下搅拌3小时,从而得到液晶取向剂A23。

[0487] <比较例25>

[0488] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例22相同的方法得到液晶取向液晶取向剂

B25。

[0489] <比较例26>

[0490] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例23相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B26。

[0491] 使用上述实施例22、23和比较例25、26中分别得到的液晶取向剂,将针对通过与实施例22相同的方法得到的试验基板进行的密合性的评价的结果以及针对液晶单元进行的液晶取向性的评价的结果总结示于表7。

[0492] <实施例24>

[0493] 称量合成例16中得到的聚酰亚胺溶液(PI-6)5.0g、合成例25中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-11)20.0g,添加添加剂A0.08g,在室温下搅拌24小时,从而得到液晶取向剂A24。

[0494] <密合性的测定>

[0495] 用1.0 μ m的过滤器对所得液晶取向剂A24进行过滤后,旋涂在带透明电极的玻璃基板上,在温度80℃的热板上干燥60秒后,使用220℃的IR(红外线)烘箱在氮气气氛下进行20分钟的烧成,得到带膜厚为100nm的聚酰亚胺液晶取向膜的ITO基板。通过与实施例1相同的步骤,制作密合性评价用的样品基板,用桌上形精密万能试验机(岛津制作所制、AGS-X 500N)固定上下基板的端部后,从基板中央部的上部进行按压,测定剥离时的压力(N)。

[0496] <液晶取向性的评价>

[0497] 用1.0 μ m的过滤器对所得液晶取向剂A24进行过滤后,进行液晶单元的制作。将该溶液旋涂于经由纯水和IPA清洗的带100 $\times$ 100mm ITO电极的基板(纵100mm $\times$ 横100mm、厚度0.7mm)的ITO面,在温度为80℃的热板上干燥60秒后,使用220℃的IR(红外线)烘箱在氮气气氛下进行20分钟的烧成,从而形成膜厚为100nm的涂膜。将该涂膜面用辊直径为120mm的刷磨装置且使用棉布(吉川株式会社制造的YA-25C),在辊转速为1000rpm、辊前进速度为50mm/秒、按压量为0.4mm的条件下进行刷磨,从而得到带液晶取向膜的基板。

[0498] 准备2块所得带液晶取向膜的ITO基板,将2块基板以液晶取向膜面相对且刷磨方向正交的方式夹持6 μ m的间隔物进行组合,用密封剂粘接周围来制作空单元。通过减压注入法向该空单元中注入MLC-2003(MERCK CORPORATION社制),将注入口密封而得到液晶单元(TN取向单元)。将所得液晶单元以120℃加热1小时,通过与上述实施例1相同的方法进行该液晶单元的取向状态的评价。

[0499] <实施例25>

[0500] 将合成例17中得到的聚酰亚胺溶液(PI-7)64.2g与合成例18中得到的聚酰亚胺溶液(PI-8)27.5g进行混合,进而向该溶液中添加GBL 23.8g、NMP41.8g、BCS 62.7g和添加剂A0.66g,以50℃搅拌20小时,从而得到液晶取向剂A25。

[0501] <实施例26>

[0502] 称量合成例19中得到的聚酰亚胺溶液(PI-9)5.0g、合成例25中得到的聚酰胺酸溶液(PAA-11)20.0g,添加添加剂A0.08g,在室温下搅拌24小时,从而得到液晶取向剂A26。

[0503] <比较例27>

[0504] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例24相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B27。

[0505] <比较例28>

[0506] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例25相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B28。

[0507] <比较例29>

[0508] 除了未添加添加剂A之外,通过与实施例26相同的方法得到液晶取向液晶取向剂B29。

[0509] 使用上述实施例24~26和比较例27~29中分别得到的液晶取向剂,将通过与实施例24相同的方法所得的密合性评价的结果和进行的液晶单元的液晶取向性的评价的结果总结示于表7。

[0510] [表7]

[0511]

	混合比率 (质量%)		添加剂 (phr)	液晶 取向剂	密合 强度[N]	液晶 取向性
实施例 2 2	PI-3 (60)	PI-4 (40)	添加剂 A (5%)	A 2 2	2 1	良好
实施例 2 3	PI-5 (100)	—	添加剂 A (5%)	A 2 3	1 3	良好
实施例 2 4	PI-6 (20)	PAA-11 (80)	添加剂 A (5%)	A 2 4	1 6	良好
实施例 2 5	PI-7 (70)	PI-8 (30)	添加剂 A (5%)	A 2 5	1 4	良好
实施例 2 6	PI-9 (20)	PAA-11 (80)	添加剂 A (5%)	A 2 6	1 7	良好
比较例 2 5	PI-3 (60)	PI-4 (40)	—	B 2 5	1 2	良好
比较例 2 6	PI-5 (100)	—	—	B 2 6	6	良好
比较例 2 7	PI-6 (20)	PAA-11 (80)	—	B 2 7	9	良好
比较例 2 8	PI-7 (70)	PI-8 (30)	—	B 2 8	7	良好
比较例 2 9	PI-9 (20)	PAA-11 (80)	—	B 2 9	9	良好

[0512] 产业上的可利用性

[0513] 由本发明的液晶取向剂得到的液晶取向膜满足其与密封剂、基板的粘接性(密合性),且表现出兼顾液晶取向性、电特性的特性。具备这种本发明的液晶取向膜的IPS和FFS驱动方式的液晶表示元件中,因产生的交流驱动而产生的余像、因直流电压而蓄积的残留电荷所导致的表示余像受到抑制,且具有高密封密合性。因此,能够用于要求高表示品质的广泛的液晶表示元件。

[0514] 需要说明的是,将2013年11月15日申请的日本专利申请2013-237319号的说明书、权利要求书和摘要的全部内容援引至此,作为本发明说明书的公开内容。

专利名称(译)	液晶取向剂和使用了其的液晶表示元件		
公开(公告)号	CN105723276A	公开(公告)日	2016-06-29
申请号	CN201480062648.X	申请日	2014-11-14
申请(专利权)人(译)	日产化学工业株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	日产化学工业株式会社		
[标]发明人	万代淳彦 野口勇步		
发明人	万代淳彦 野口勇步		
IPC分类号	G02F1/1337 C08L79/08		
CPC分类号	G02F1/133723 C08G73/1042 C08G73/105 C08G73/1078 C09D179/08		
代理人(译)	刘新宇		
优先权	2013237319 2013-11-15 JP		
其他公开文献	CN105723276B		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明提供能够提高密封剂与液晶取向膜的粘接性、抑制液晶表示元件的边框附近在高温高湿条件下发生表示不均的液晶取向剂。一种液晶取向剂，其含有(A)成分、(B)成分和有机溶剂。(A)成分：选自由具有式(1)所示结构单元的聚酰亚胺前体和该聚酰亚胺前体的酰亚胺化聚合物组成的组中的至少1种聚合物。(B)成分：具有羟基烷基酰胺基的化合物。(X1独立地为4价有机基团；Y1为2价有机基团；R1为氢原子或碳数1~5的烷基；A1、A2独立地为氢原子、碳数1~10的烷基、碳数2~10的烯基或碳数2~10的炔基，这些基团任选具有取代基。)

