

嘉南藥理科技大學專題研究計畫成果

B-stage PDLC 膜微電腦顯示器

計畫類別：個別型計畫 整合型計畫

計畫編號：90-AC-01

執行期間：90年1月1日至90年12月31日

計畫主持人：蕭明達

共同主持人：

計畫參與人員：許美緣

執行單位：醫藥化學系

中華民國91年2月 日

一、中文摘要

本計劃主要在探討環氧樹脂系高分子分散液晶膜(PDLC)之電光性質及液晶微滴形態之影響,研究內容是以三種不同當量比之環氧樹脂與熱硬化劑的配法,藉由偏光顯微鏡(POM)觀察 PDLC 膜組成物中液晶相分離形態學,並討論液晶與樹脂基材之間的相容性,再以不同加工方式製成 PDLC 膜,測量其電光性質(V_{75} 、 T_{off} 、 T_{on})。結果發現在環氧樹脂與熱硬化劑當量比為 1:1.5 的樹脂配法,並以回火方式冷卻所製成的 PDLC 膜,可獲得較小的驅動電壓及較的對比度。

Abstract

In this study, the polarized microscope (POM) is used to understand the morphology of various PDLC films and the miscibility of liquid crystal and epoxy matrix having three different recipes between epoxy resins and curing agent. Measuring the electro-optical properties of PDLC films manufactured by using different procedures, we founded that PDLC films manufactured by quenching, method have more excellent threshold voltage and contrast ratio than others.

二、簡介

現階段液晶儼然成為各種攜帶型電子和資訊產品不可或缺的顯示媒體,而更隨著消費者及新興應用市場對顯示器產品性能提昇的需求越來越殷切,使得顯示元件有朝向輕、薄、短、小、耗電量低的趨勢發展。目前市面上的液晶顯示器以扭轉向列液晶型(Twisted Nematic, TN)或超扭轉向列液晶型(Super Twisted Nematic, STN)為主,其顯示原理是利用液晶分子的旋光特性,控制入射光的極化方向,使入射的光線能通過上下兩片偏光板而產生顯示的效果。然而此類必須加裝偏光板,做表面配向且封裝不易,因而有亮度灰暗、尺寸小、視角小及產品良率偏低的瓶頸,有待突破。高分子分散液晶膜(Polymer Dispersed Liquid Crystal; PDLC),能克服上述的缺陷,增加了這類顯示元件在市場上的競爭力,PDLC 膜的操作原理是利用外加電場改變膜中液晶分子的排列,使液晶與高分子基材的折射率吻合,形成光學等向性介質而達到顯示效果。

本實驗採用單樹脂系統,以熱可硬化的環氧樹脂(DER736)及熱硬化劑(An2143),加入促進劑(PMU)、液晶(E63)混合形成一均勻溶液,再以熱逐步硬化的聚合方式硬化,形成固態液晶膜。研究中,特別針對基材配法及加工方式不同之條件來製備 PDLC 膜,並探討其對電光性質的影響。

三、實驗

(一) 樹脂系統的配法

本實驗採用單樹脂系統,以熱可硬化的環氧樹脂(DER736)及熱硬化劑(An2143),分別依 1:1.5、1:1 及 1.5:1 三種當量比混合,再加入 4phr 的促進劑(PMU),形成一均勻溶液,作為 PDLC 膜中之高分子基材。

(二) 組成物之相容與型態學之觀察

液晶(E63)與環氧樹脂(DER736)或熱硬化劑(An2143)或促進劑(PMU)三或四成份依不同比例混合,其中液晶(E63)佔總重量的 30-70%。取適量混合溶液置於具有加熱平台的偏光顯微鏡下觀察。其過程為先將溫度升至液晶 Nematic 相消失,再以 2°C/min 的降溫速率冷卻測試樣品,於降溫的過程中觀察液晶的相分離行為,並記錄液晶與樹脂基材之間的相分離溫度。

(三) PDLC 膜的製作

將配好的樹脂系統與液晶依 1:1 重量比加熱混合,形成一均勻溶液,將控制厚度的間隔膜置於 ITO 導電玻璃上,取適量的混合物於間隔膜中,並覆蓋上另一片 ITO 導電玻璃,以長尾夾夾緊,置於烘箱中行熱硬化反應。熱硬化反應的條件分別採用一段式(以 80°C 加熱 3 小時)及兩段式(以 70°C 加熱 80 分鐘後,再以 90°C 加熱 60 分鐘)加熱法,而膜的冷卻方式亦分別以室溫下與回火二種(回火是指加熱後,樣品置於烘箱中不取出,並立即將電源關掉。其目的主要為減少系統的應力,使液晶與高分子基材的相互作用力降低。)

(四) PDLC 膜中液晶微滴型態學之觀察

將 PDLC 膜表面的兩層導電玻璃以鑽石刀切出斷口面,再浸泡於液態氬中,待其與液態氬溫度相同時,才取出並敲斷,此為 PDLC 膜之橫截面。將上述物放入 Hexane 中,並加入磁石攪拌,使液晶能快速擴出來,再用真空烘箱將多餘的 Hexane 抽離,上述步驟重複操作兩次,再以掃描式電子顯微鏡(SEM)觀察高分子分散液晶膜之結構,以便了解液晶微滴在相分離時之型態學。

(五) PDLC 膜的電光性質測試

1、穿透率與電壓之測量

使用穿透式測量之光學裝置(紫外光可見光光度計),入射光訂為 546nm,並使其入射方向垂直於 PDLC 薄膜,而外加電壓以三用電表和可變電壓器來控制,每 2V 調一次至 40 或 100V 為止;穿透率可由儀器直接讀出。記錄在不同電壓及溫度下的穿透率。

2、驅動電壓及飽和電壓之測量

測得不同電壓的穿透率後,可利用圖一的方法求得驅動電壓(Threshold Voltage)及飽和電壓。另外,對比度(Contrast Ratio)定義如下:

$$\text{Contrast Ratio} = \frac{T_{\text{max}}}{T_{\text{off}}}$$

四、結果與討論

PDLC 膜組成物之相容性及型態學

(一) E63、DER736 及 An2143 三成份間之相容性

將 E63、DER736 及 An2143 混合均勻,其中 E63 的重量佔 30-70wt%,取適量置於偏光顯微鏡下,先升溫至液晶的 Nematic 消失,再以 2°C/min 的速率降溫,觀察液晶 Nematic 相再次出現的溫度並記錄之。圖 1 為 DER736 及 An2143 三成份間之相關,DER736 與 An2143 分別以 1.5:1、1:1 及 1:1.5 的當量比觀察所得到的結果。由圖 1 可知,隨著液晶含量的增加,液晶的相分離亦隨之上升,當 DER736 及 An2143 當量較大時,其相分離溫度皆比 1:1 時低。圖 2 為 E63、PMU、DER736 及 An2143 四成份間之相關,可知再加入第四成份並未影響系統,但依然可以看出隨著液晶的增加,其相容性均會降低。

(二) E63、PMU、DER736 及 An2143 四成份間之型態

DER736 與 An2143 分別以 1.5:1、1:1 及 1:1.5 的當量比混合,再加入液晶,液晶含量佔 30-70wt%之間,觀察方法同上節,其結果如圖 3 所示。混合物在室溫下為乳白色不均質溶液,未經熱處理時,所呈現的液晶微滴型態為規則而細小的顆粒,當溫度上升至 70°C 時,原來在室溫下出現的液晶微滴消失,從偏光照片中看不到任何結晶型態(圖 4),而非偏光照片中亦沒有不相容的界面存在,即表示 E63 與高分子基材互溶成 isotropic 相。隨著溫度持續下降,有愈來愈多的 E63 產生相分離,逐漸形成液晶微滴(圖 5),此時高分子基材仍具流動性,液晶微滴因而相互接觸凝集而成長,形成不規則且大小不一之液晶微滴。

PDLC 膜之電光性質

(一) 當量比對 PDLC 膜之電光性質之影響

以三種不同當量比製備的 PDLC 膜,做電光性質測試,結果如圖 6 所示,由圖中可發現當環氧樹脂或硬化劑過量時,其驅動電壓與對比度均有下降的趨勢,而穿透率(T_{off} 、 T_{on})均有升高的趨勢,其原因可能為當環氧樹脂或硬化劑過量,行硬化反應後可能殘留較多未反應的環氧基或胺基單體,而這些單體使進入液晶微滴中,因而降低液晶微滴的純度,且由於上述二系統的硬化反應均未完全,造成硬化後的高分子基材結構較柔軟,進而促使電阻值降低,因而微滴中液晶分子較易感受電場,故其驅動電壓較低,相對的其穿透率(T_{off} 、 T_{on})亦因而升高。

(二) 加工方式不同對 PDLC 膜之電光性質之影響

本研究特別以一段式及兩段式加熱法進行熱硬化反應來

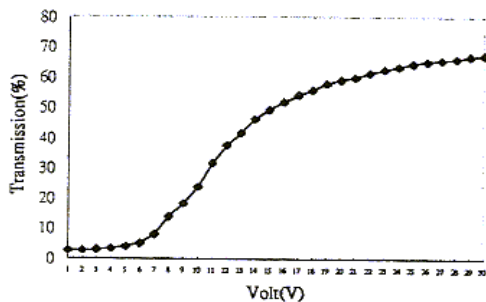
探討其對電光性質的變化，結果如圖 7，若以同種配方但不同加工方式比較(室溫下)，當環氧樹脂或硬化劑過量時，一段式加熱與兩段式加熱法所製備的 PDLC 膜，其驅動電壓並無影響，但對飽和電壓、穿透率則有不同的影響，以兩段式加熱法製備的 PDLC 膜，其飽和電壓、對比度皆有增加，穿透率(T_{OFF})則皆下降，其原因為以一段式加熱所受的能維持一定， ΔH

差異小，其硬化程度較均勻，故系統較穩定，反之以兩段式加熱，由於分兩以兩種溫度進行熱硬化，且第一次加熱後立即取出冷卻，造成受熱不均，其 ΔH 差異大，系統較不穩定，因此系統之電阻值變大，進而促使飽和電壓增加。反觀在 1:1 系統之驅動電壓，以兩段式加熱較以一段式加熱的高，其原因為除上述外，另一原因為第二次加熱採以較高的溫度，由於溫度提高，可加速其硬化反應，使反應更完全，造成樹脂基材更加堅硬，液晶微滴與高分子壁之間的作用力增大，促使 PDLC 膜之驅動電壓上升。

若以同種加工方式但冷卻方式不同來比較(圖 8 與圖 9)，可發現當環氧樹脂或硬化劑含量較大時，以回火方式冷卻形成的膜，其驅動電壓及對比度均有降低的趨勢，而穿透率(T_{OFF} 、 T_{ON})均有偏高的趨勢。以回火方式冷卻，可減少液晶微滴與高分子基材間的作用力，亦減少整個系統的應力，促使驅動電壓降低及穿透率升高。而在 1:1 的系統中，其穿透率的差異較微小，而驅動電壓則變化較大。以回火的方式冷卻，驅動電壓明顯比室溫下冷卻來的高，此因主要為硬化時間過長，形成不規則的液晶微滴形狀，而增加微滴中的液晶分子順應電場方向排列時的阻力，導致 PDLC 膜的驅動電壓上升。

五、參考文獻

- [1] E. Shimada and T. uchida, Jap J. Appl. Phys., Vol.131, p352, (1992).
- [2] D. K. Yang, L. C. Chien and J. W. Doane, *IEEE*, p4952, 1991.
- [3] P. S. Drazic, *J. Appl. Phys.* Vol.60, No.6, p2142, 1986.
- [4] B.G.Wu, J.W.Doane, and J.L.West, *J. Appl. Phys.*, Vol.62, Iss 9, p3925, 1987.
- [5] N.A. Vaza and G.P. Montgomery, *J. Appl. Phys.* Vol.62, Iss 8, p3161, 1987.
- [6] G.P. Montgomery and N.A. Vaz, *Applied Optics*, Vol.26, No.4, p738, 1987.
- [7] K. Takizawa and Y. Namikawa, *Optical Eng.* Vol.32, p1781, 1993.
- [8] H.G. Craighead, J. Cheng, and S. Hackwood, *Appl. Phys. Lett* 40, p22, 1982.



圖一 驅動電壓與飽和電壓之量測

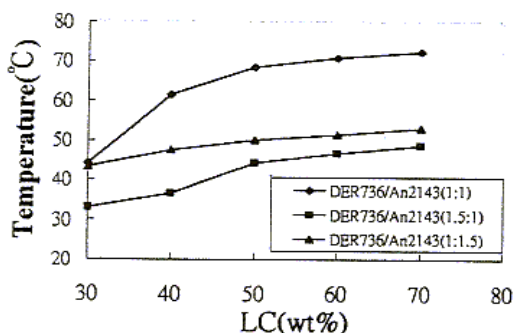


圖 1 DER736、An2143與E63三者混合之相圖

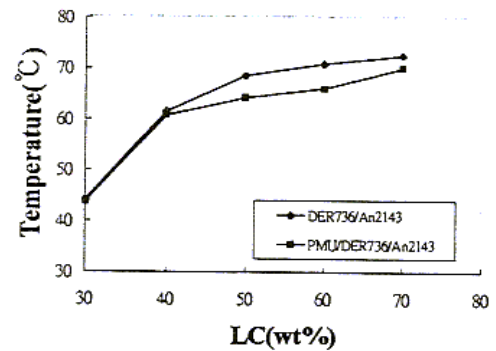
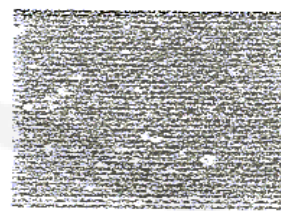
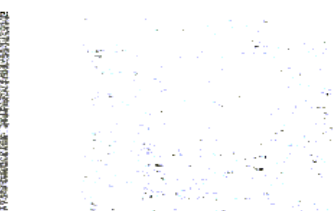


圖 2 E63與當量比 1:1 之 DER736 和 An2143 之相圖



室溫(偏光下)

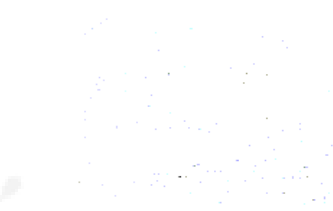


室溫(非偏光下)

圖 3 未加熱前室溫下基材與液晶間的偏光及非偏光的照片 (DER736, An2143 的當量比 1:1, E63 含量為 50wt%)



70.0°C(偏光下)

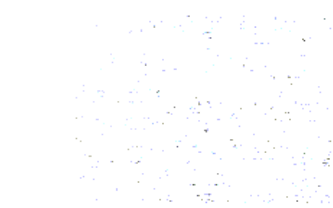


70.0°C(非偏光下)

圖 4 加熱時基材與液晶間的偏光及非偏光的照片 (DER736, An2143 的當量比 1:1, E63 含量為 50wt%)



32.4°C(偏光下)



32.4°C(非偏光下)

圖 5 降溫後液晶微滴重新析出的偏光及非偏光照片 (DER736, An2143 的當量比 1:1, E63 含量為 50wt%)

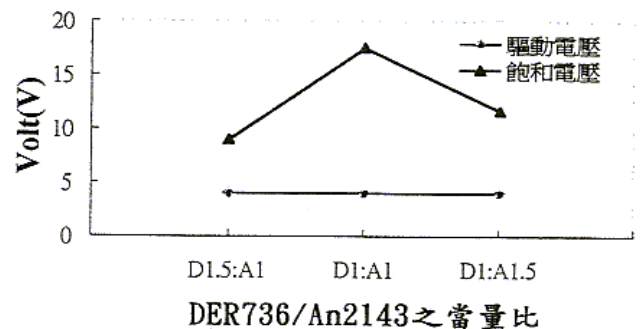


圖 6 以 80°C 加熱 3 小時，室溫下冷卻所製備的 PDLC 膜

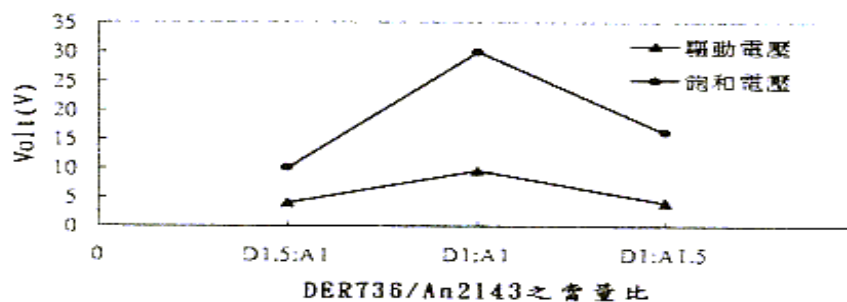


圖 7 以 70°C 加熱 80 分鐘後，再以 90°C 加熱 60 分鐘，室溫下冷卻所製備的 PDLC 膜

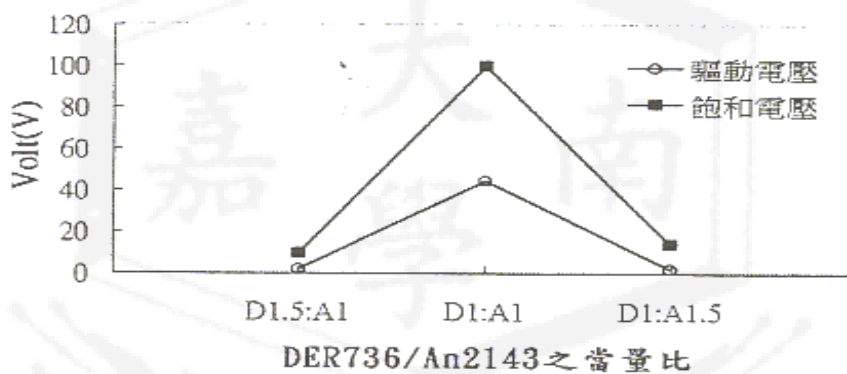


圖 8 以 80°C 加熱 3 小時，回火方式所製備的 PDLC 膜

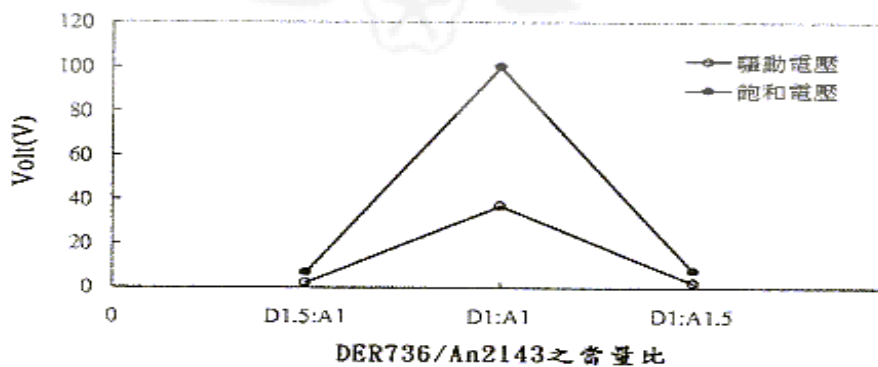


圖 9 以 70°C 加熱 80 分鐘後，再以 90°C 加熱 60 分鐘，回火方式所製備的 PDLC 膜