

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-238533

(P2004-238533A)

(43) 公開日 平成16年8月26日(2004.8.26)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
CO9K 13/02	CO9K 13/02	2H088
GO2F 1/13	GO2F 1/13 101	2H090
GO2F 1/1337	GO2F 1/1337	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2003-29928 (P2003-29928)	(71) 出願人	000214250 ナガセケムテックス株式会社 大阪府大阪市西区新町1丁目1番17号
(22) 出願日	平成15年2月6日(2003.2.6)	(71) 出願人	000005049 シャープ株式会社 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号
		(74) 代理人	100104813 弁理士 古谷 信也
		(72) 発明者	安江 秀国 兵庫県龍野市龍野町中井236番地 ナガセケムテックス株式会社内
		(72) 発明者	堀内 良昭 兵庫県龍野市龍野町中井236番地 ナガセケムテックス株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリイミド膜用剥離剤組成物

(57) 【要約】

【課題】液晶基板を再生するためのポリイミド膜用剥離剤組成物及びその剥離剤組成物を使用した液晶基板を再生する方法を提供する。

【解決の手段】水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド及び水を含有してなるポリイミド膜用剥離剤組成物、並びに、液晶基板上のポリイミド配向膜を、上記ポリイミド膜用剥離剤組成物を用いて溶解する工程、及び、上記液晶基板から上記ポリイミド配向膜を剥離する工程を有する液晶基板の再生方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド及び水を含有してなるポリイミド膜用剥離剤組成物。

【請求項 2】

水酸化ナトリウムを 2 ~ 40 重量%、ジメチルスルフォキシドを 5 ~ 40 重量%、及び、水を 50 ~ 93 重量%含有する請求項 1 記載のポリイミド膜用剥離剤組成物。

【請求項 3】

液晶基板上のポリイミド配向膜を、請求項 1 又は 2 記載のポリイミド膜用剥離剤組成物を用いて溶解する工程、及び、
前記液晶基板から前記ポリイミド配向膜を剥離する工程
を有する液晶基板の再生方法。

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、液晶パネル基板の製造に用いられるポリイミド配向膜などのポリイミド膜用剥離剤組成物に関する。また、液晶基板上に形成された、形成不良などの理由によって不要となったポリイミド配向膜を溶解して、基板を再生する液晶基板の再生方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

ポリイミド膜用剥離剤組成物は、液晶基板の製造に用いられるポリイミド配向膜を剥離する際に用いられる。液晶基板の製造は、たとえば、以下のように行われる：まず、ガラス等の基板上に A1 等の金属膜を CVD やスパッタ等の方法で積層させる；その金属膜の上面にフォトレジストを膜付けし、その表面に露光、現像等の処理を行ってパターンを形成する；パターン形成されたフォトレジストをマスクとして金属膜をエッチングする；エッチング後、不要となったフォトレジストをフォトレジスト用剥離剤組成物を用いて剥離・除去する；これらの作業を繰り返した後、基板上にポリイミド配向膜を形成する。

20

【0003】

ところが、ポリイミド配向膜にムラ、キズなどで不良が発生すると、その基板は不良品となる。基板を再生するにはポリイミド配向膜を除去する必要があるが、一般にこれらのポリイミド配向膜は焼成を行っており、一度形成すると完全に除去するのは困難であった。ポリイミド配向膜の溶解技術に関しては、特許文献 1 には、脂肪族アルコール、脂肪族アミン、アルカリ金属及び水を主成分とする樹脂エッチング液が記載されている。また、特許文献 2 には、モノエタノールアミンまたはモノエタノールアミンを含む材料を用いて有機配向膜を除去する液晶表示素子の製造方法が記載されている。また、特許文献 3 には水酸化テトラメチルアンモニウム水溶液、アミン系溶剤、エーテル系溶剤及びノ又はケトン系溶剤を主成分とする、ポリイミド樹脂系配向膜用剥離剤が記載されている。しかし、これら技術では、ポリイミド配向膜の溶解性が不十分で、剥離に長時間を要し、実用的ではなかった。そのためポリイミド配向膜に不良が発生した場合、基板は廃棄されていた。そこで、ポリイミド配向膜に不良が発生した場合、基板を再生するために、ポリイミド配向膜を短時間で簡便に除去可能な剥離剤が望まれていた。また、実際の生産では、例えば、印刷法を用いたポリイミド配向膜形成においては、版を交換したとき、事前に何枚か基板にポリイミド配向膜を試し刷りして、十分な特性のものが得られてから、製品用のポリイミド配向膜の形成を開始する。すなわち、基板にポリイミド配向膜を形成して、テスト評価を行う。しかしながら、このようなテスト評価用においても、ポリイミド配向膜を形成した基板は再生されることなく廃棄されていたため、基板を再生できるように、ポリイミド配向膜を短時間で簡便に除去可能な剥離剤が望まれていた。

30

40

【0004】

【特許文献 1】

特開平 10 - 195214 号公報

50

【特許文献2】

特開平5 - 2167号公報

【特許文献3】

特開2000 - 129177号公報

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

上述の現状に鑑み、本発明の目的は、液晶基板などを再生するためのポリイミド膜用剥離剤組成物及びその剥離剤組成物を使用した液晶基板を再生する方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記問題点を解決すべく、種々の実験を重ねた結果、水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド及び水を含むポリイミド膜用剥離剤組成物が、ポリイミド膜を短時間で溶解することを発見した。

【0007】

本発明は上記の知見に基づいてなされたものである。すなわち、本発明は、水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド及び水を含むポリイミド膜用剥離剤組成物である。

【0008】

また、本発明は、液晶基板上のポリイミド配向膜を、上記ポリイミド膜用剥離剤組成物を用いて溶解する工程、及び、上記液晶基板から上記ポリイミド配向膜を剥離する工程を有する液晶基板の再生方法でもある。

以下、本発明を詳細に説明する。

【0009】

【発明の実施の形態】

本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物は水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド及び水を含む。

【0010】

本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物において、水酸化ナトリウムの含有量は好ましくは2～40重量%、より好ましくは5～30重量%である。水酸化ナトリウムの添加量が上記の範囲の場合は、十分なポリイミド膜の溶解性を得られる。一方、上記の範囲の上限を超える場合は剥離剤組成物の粘度が高くなり扱いにくくなると同時に、剥離剤組成物が2層に分離するおそれがあり好ましくない。

【0011】

本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物において、ジメチルスルフォキシドの含有量は好ましくは5～40重量%、より好ましくは10～30重量%である。ジメチルスルフォキシドの含有量が上記の範囲の場合は、十分なポリイミド膜の溶解性を得られる。一方、上記の範囲の上限を超える場合は他成分の含有量が減少するため、十分な樹脂溶解性を得られないのと同時に、剥離剤組成物が2層に分離するおそれがあり好ましくない。

【0012】

本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物において、使用する水の含有量は好ましくは50～93重量%、より好ましくは60～90重量%である。水の含有量が上記の範囲の下限未満の場合は、十分なポリイミド膜の溶解性を得られないのと同時に、剥離液組成物が2層に分離するおそれがあり好ましくない。一方、上記の範囲の上限を超える場合は他成分の含有量が減少するため、ポリイミド膜の溶解性が低下するおそれがあり好ましくない。

【0013】

上記成分に加えて、本発明のポリイミド膜剥離剤組成物には、本発明の効果を損なわない範囲で添加剤を加えることができる。添加剤としては、界面活性剤を挙げることができる。

【0014】

10

20

30

40

50

上記界面活性剤としては、例えば、高級アルコール類、ポリオキシアルキレングリコール類、アルキルアミン-エチレンオキシド付加物、アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩、シリコンオイル類、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩などが挙げられる。

【0015】

本発明の液晶基板の再生方法は、液晶基板上のポリイミド配向膜を、本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物を用いて溶解する工程、及び、上記液晶基板から上記ポリイミド配向膜を剥離する工程、を含む。以下、例示により、本発明の液晶基板の再生方法を説明する。まず、ポリイミド配向膜が形成された基板を用意する。上記ポリイミド配向膜の材料としては、例えば、ポリイミド樹脂、カップリング剤、エチレングリコールモノブチルエーテルおよびN-メチル-2-ピロリドン(NMP)を主成分とする配向膜材料等であってよいが、これらに限定されるものではない。次に、この基板のポリイミド配向膜を本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物を用いて溶解する。上記溶解は、液晶基板を本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物中に、例えば、室温～60℃、1～5分間浸漬して行うことができる。必要により組成物液を攪拌するか、又は、基板を振動してもよい。組成物液中に浸漬してポリイミド配向膜を溶解した後、好ましくは純水で、溶解したポリイミド配向膜を含む組成物液を洗浄除去し、ポリイミド配向膜を基板から剥離する。その後、エアーガン、好ましくは窒素ガスで、基板上の液体を吹き飛ばす。または、溶解したポリイミド配向膜を含む組成物液をエアーガン等で吹き飛ばしポリイミド配向膜を剥離除去してもよい。ポリイミド配向膜を剥離除去した基板にポリイミド配向膜を再度コーティングし、正常な基板が再生される。

10

20

【0016】

【実施例】

以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。例えば、本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物は、特にポリイミド配向膜の剥離に好適なものであるが、これに限定されるものではなく、配向膜以外のポリイミド膜にも適用可能なものである。

【0017】

実施例1～5、比較例1～4

ポリイミド樹脂、カップリング剤、エチレングリコールモノブチルエーテルおよびN-メチル-2-ピロリドン(NMP)を主成分とする配向膜材料をガラス基板上に塗布し、200℃で60分焼成し、ポリイミド膜厚を500～900オングストロームとした基板を剥離対象物とした。

30

この剥離対象物を表1に示す組成を有するポリイミド配向膜用剥離剤組成物中に50℃で3分間浸漬した後、純水で洗浄し、N₂ガスを用いたエアーガンで純水を吹き飛ばし、自然乾燥させた。処理後の剥離対象物を目視で観察し、以下のように評価した。結果を表1に示す。

○：剥離残りなし

△：わずかに剥離残渣が確認される

×：剥離残渣が多く確認される

40

【0018】

なお、表1において、組成物成分の略称は以下の通りである：

NaOH：水酸化ナトリウム

DMSO：ジメチルスルフォキシド

PW：純水

MEA：モノエタノールアミン

TMAH：水酸化テトラメチルアンモニウム

B DG：ジエチレングリコールモノブチルエーテル

E G：エチレングリコール

【0019】

50

【表 1】

	ポリイミド配向膜用剥離剤組成物(%)				剥離性
	成分 1	成分 2	成分 3	成分 4	(50°C/3min)
実施例1	NaOH 5	DMSO 10	PW 85	—	○
実施例2	NaOH 10	DMSO 10	PW 80	—	○
実施例3	NaOH 20	DMSO 10	PW 70	—	○
実施例4	NaOH 30	DMSO 5	PW 65	—	○
実施例5	NaOH 10	DMSO 30	PW 60	—	○
比較例1	MEA 100	—	—	—	×
比較例2	TMAH 5	MEA 30	BDG 55	PW 10	×
比較例3	KOH 33.5	エリジンアミン 11	EG 22	PW 33.5	△
比較例4	NaOH 20	PW 80	—	—	△

10

【0020】

表 1 の結果より、水酸化ナトリウム、ジメチルスルフォキシド、及び水を含有する剥離剤組成物はポリイミド膜を剥離できることがわかる（実施例 1～5）。一方、モノエタノールアミンからなる剥離剤組成物（比較例 1）、水酸化テトラエチルアンモニウム、アミン系溶剤、エーテル系溶剤、及び水を含有する剥離剤組成物（比較例 2）、水酸化アルカリ、脂肪族アミン及び脂肪族アルコールを含有する剥離剤組成物（比較例 3）、水酸化アルカリと水からなる剥離剤組成物（比較例 4）は剥離性が不十分であることがわかる。

20

【0021】

【発明の効果】

本発明のポリイミド膜用剥離剤組成物は、ポリイミド膜の剥離性に優れているので、不良のあるポリイミド配向膜やテスト評価用ポリイミド配向膜などを剥離することにより、液晶基板などの再生に用いることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 西嶋 佳孝

兵庫県龍野市龍野町中井2 3 6番地 ナガセケムテックス株式会社内

(72)発明者 井原 義之

大阪府大阪市阿倍野区长池町2 2番2 2号 シャープ株式会社内

Fターム(参考) 2H088 FA23 HA03 MA16 MA18

2H090 HB08Y