

三、發明人：(共3人)

姓 名：(中文/英文)

1. 石川典夫/ISHIKAWA, NORIO
2. 木野村芳孝/KINOMURA, YOSHITAKA
3. 泥谷秀樹/HIJIYA, HIDEKI

國 籍：(中文/英文)

1. 日本 / JAPAN
2. 日本 / JAPAN
3. 日本 / JAPAN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

日本；2003 年 12 月 4 日；2003-406394

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

三、發明人：(共3人)

姓 名：(中文/英文)

1. 石川典夫/ISHIKAWA, NORIO
2. 木野村芳孝/KINOMURA, YOSHITAKA
3. 泥谷秀樹/HIJIYA, HIDEKI

國 籍：(中文/英文)

1. 日本 / JAPAN
2. 日本 / JAPAN
3. 日本 / JAPAN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

日本；2003年12月4日；2003-406394

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種洗淨液，特別是有關於一種用以去除在低分子型有機 EL 元件製造之真空蒸鍍步驟所發生附著於罩幕上之有機 EL 物質之洗淨液，以及洗淨方法。

【先前技術】

平板顯示器因為可以作為將來的顯示裝置而受到注目，其中具備有液晶顯示裝置、有機 EL 元件之顯示裝置較為優良。液晶顯示裝置一方面具有較低的耗電力，相反地為了得到較亮的畫面而必須具有外部照明(背光源)，相對地，具備有機 EL 元件之顯示裝置，因為有機 EL 元件係自己發光型元件，而不需要如液晶顯示裝置之背光源，具有可以節省電力之特徵，而且同時具有高亮度、廣視野角。

有機 EL 元件依照其有機材料的種類不同，而有低分子型有機 EL 元件及高分子型有機 EL 元件等二種型式，元件之製造步驟不同。前者係藉由蒸鍍法成膜，後者係溶解在溶劑中藉由旋轉塗布法、噴墨法來成膜。

低分子型有機 EL 元件，係例如使用罩幕依(1)陽極、(2)正電洞注入層、(3)正電洞輸送層、(4)發光層、(5)電子輸送層、(6)陰極之順序，在玻璃基板上藉由真空蒸鍍形成層狀的構造物。

罩幕一般係使用藉由蝕刻等將 0.1mm 程度厚度之 SUS

等金屬，加工製造而成的金屬罩幕，然而，為了得到可以進行更高精密度加工之罩幕，有提案揭示藉由各向異性蝕刻將面方位為(100)、(110)之單結晶矽加工來製造罩幕(專利文獻 1~3)。

低分子型有機 EL 元件構造之一個例子，如專利文件 4 所揭示(1)陽極為例如氧化銦錫(ITO)、(2)正電洞注入層為銅(II)酞青(CuPc)之單一層、(3)正電洞輸送層為 N,N'-二(萘-1-基)-N,N'-二苯基-聯苯胺(NPB)之單一層、(4)發光層為在三(8-喹啉酸鹽)鋁(Alq3)添加 2% 香豆素-6 之層、(5)電子輸送層為 Alq3 之單一層、(6)陰極為由 Mg/In 合金之層所構成之多層構造。

在上述之例子中，正電洞注入層係使用 CuPc，但是亦有未特別設有正電洞注入層之情況。正電洞輸送層通常係使用 NPB。

發光層係以鉗合結構金屬配位體、縮合多環芳香族化合物為主，摻雜各種摻雜物而得到。藍色之發光可以使用屬於縮合多環芳香族化合物之 2-三級-丁基-9,10-二(萘-2-基)蒽(TBADN)等，紅色、綠色之發光可以使用屬於鉗合金屬配位體之 Alq3、雙(苯並喹啉鹽)鉍配位體(BeBq2)等。

發光層使用 TBADN 時，可使用通常電子輸體(例如 Alq3)，但是若發光層係 Alq3 等鉗合結構金屬配位體時，可以省略電子輸送層(專利文獻 5)。

該等層之圖案形成，必須將罩幕接近基板，藉由罩幕使用真空蒸鍍來形成陰極、正電洞注入層、正電洞輸送

層、發光層、電子輸送層、陽極，特別是製造用於 RGB 層的微細圖案之蒸鍍用罩幕並不容易，而且非常貴。但是，在低分子型有機 EL 元件之有機層的圖案形成，若使用同一罩幕進行數次蒸鍍時，有機材料會堆積在罩幕上而附著，所以無法將高精細罩幕之圖案正確地轉印至基板上。因此為了實現高精細的罩幕圖案，不得不將只使用數次之高價罩幕廢棄，從生產成本而言，這成為難以量產之一個原因。又，目前仍處於開發階段之有機 EL 領域，現階段尚未有藉由反覆使用罩幕來降低成本之嘗試及檢討。

[專利文獻 1]特開 2002-110345 號公報

[專利文獻 2]特開 2002-305079 號公報

[專利文獻 3]特開 2002-313564 號公報

[專利文獻 4]特開 2003-109757 號公報

[專利文獻 5]特開 2003-257664 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

依據前述現狀，本發明者等對製造低分子型有機 EL 元件時所使用之罩幕，基於儘量多次數反覆使用之新構想而著眼於開發一種效率高之罩幕用洗淨液。亦即，本發明所欲解決之課題，係基於全新的構想來提供一種洗淨液及洗淨方法，可以有效率去除在製造低分子型有機 EL 元件之真空蒸鍍步驟附著於罩幕上之各種有機材料。

本發明者等，為了解決上述課題，在不斷地專心研究當中，發現含有 1 種或是 2 種類以上的非質子性極性溶劑

之洗淨液，對於在製造低分子型有機 EL 元件之真空蒸鍍步驟附著於罩幕上之各種有機材料，具有優良的洗淨力，更深入研究之結果，完成了本發明。

[解決課題所用之手段]

亦即本發明係有關於一種在製造低分子型有機 EL 元件之真空蒸鍍步驟所使用罩幕之洗淨液，其特徵為，含有 1 種或是 2 種類以上的非質子性極性溶劑。

又，本發明係有關於一種前述洗淨液，其中低分子型 EL 元件構造係含有 N,N'-二(萘-1-基)-N,N'-二苯基-聯苯胺及銅(II)酞青及三(8-喹啉酸鹽)鋁。

而且，本發明係有關於一種前述洗淨液，其中非質子性極性溶劑係 N,N-二甲基甲醯胺、N-甲基-2-吡咯啉酮、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、1,4-二噁烷或是環己酮。

又，本發明係有關於一種前述洗淨液，其中非質子性極性溶劑係 N-甲基-2-吡咯啉酮或是環己酮。

而且，本發明係有關於一種前述洗淨液，其中洗淨液中所含有的非質子性極性溶劑係 1 種類。

又，本發明係有關於一種在製造低分子型有機 EL 元件之真空蒸鍍步驟所使用罩幕之前述洗淨方法，其特徵為，使用前述洗淨液，藉由浸漬或噴射水流來洗淨。

而且，本發明係有關於一種前述洗淨方法，其中並用超音波洗淨。

又，本發明係有關於一種前述洗淨方法，係在室溫洗淨。

而且，本發明係有關於一種前述洗淨方法，其中罩幕洗淨後，使用氫氟醚洗濯。

[發明的效果]

本發明之洗淨液，因為可以利用 1 種類洗淨液來去除附著於各種罩幕表面上之 1 種類或是 2 種類以上之低分子型有機 EL 材料，所以使罩幕之再使用成為可能。藉此，在要求高精細罩幕圖案之該領域，可以大幅度地減少在製造罩幕及廢棄罩幕時之費用，帶來完全是預料外的實用效果。而且，因為本發明洗淨液，可以使用 1 種類之洗淨液來洗淨 1 種類或是 2 種類以上之低分子型有機 EL 材料，不須要不同種類洗淨液之洗淨槽，結果可以得到非常簡便且具效果之洗淨步驟。而且，當洗淨液含有 1 種類非質子性有機溶劑時，不必調整蒸餾所得到的溶劑組成，直接可以再使用作為本發明之洗淨液。

又，本發明之洗淨液，因為可以在室溫進行洗淨，特別是當罩幕材料係金屬材料，例如即使是 SUS、鎳(Ni)單體、鐵(Fe)等的與鎳之合金(例如 Fe-Ni 合金)等時，亦不會發生罩幕圖案伸縮或是變形，即使反覆使用時，亦可以將圖案正確地轉印在基板上。

而且，使用本發明之洗淨液來洗淨罩幕後，使用乾燥速度快的氫氟醚進行洗濯，因為本發明之洗淨液對氫氟醚具有良好的溶解性，所以可以容易地洗濯。

【實施方式】

本發明之洗淨液所使用之非質子性極性有機溶劑，例如，如 N-甲基-2-吡咯啉酮、N,N-二甲基甲醯胺等醯胺系溶劑、如環己酮、環戊酮等環狀酮、如 1,3-二噁烷、二乙二醇二甲醚、乙二醇二甲醚等醚系溶劑，此等之中，以 N-甲基-2-吡咯啉酮或是環己酮為特佳。

而且，該非質子性極性有機溶劑不只是可以使用此等之 1 種類，組合此等有機溶劑 2 種類以上而成之洗淨液亦可，因為具有優良的洗淨能力而較佳。

又，對已使用過之洗淨液進行蒸餾來再使用時，即使由複數有機溶劑所構成之洗淨液，亦可以藉由調整蒸餾回收液體之組成，而可以再使用。

而且，本發明之洗淨液，可以藉由浸漬或是對製造低分子型有機 EL 元件之真空蒸鍍步驟所使用罩幕噴射水流之方法，在室溫下進行洗淨。因為洗淨時不須在高溫度，可以防止罩幕在洗淨時發生變形。此處，室溫為 10~40℃，以 20~30℃ 為佳，以 25℃ 為更佳。

又，本發明之洗淨液，藉由在罩幕洗淨時並用超音波洗淨，可以提升溶解能力、可以縮短洗淨時間。

而且，本發明之洗淨液可以使用乾燥速度較快的各種洗濯液進行洗濯，例如，已知乾燥速度快的洗濯液中，以氫氟醚當作洗濯液為特佳。

以下，說明 EL 顯示裝置之製造方法。在玻璃基板形成 TFT 及透明電極，並將形成有正電洞輸送層之玻璃基板垂直朝下方，插入真空室內。在同一室中，在第 1 圖所示

狀態配置有具有開口之罩幕 20，該開口係預先配合發光層形狀。詳言之，該罩幕 20 係藉由配置在保持台 24 上之罩幕框 21 加以固定。

該步驟係分別進行對應彩色顯示裝置之各原色 R、G、B。亦即，為形成對應上述各原色 R、G、B 之發光層，形成有正電洞輸送層之基板 1 係依照順序插入各別的真空室。而且，此等各真空室具備有罩幕，上述罩幕 20 係在上述透明電極(陽極)當中，只有在對應規定原色發光所使用之透明電極(陽極)之部分有開口。亦即，各真空室內具備有對應 R、G、B 中之一顏色的罩幕。藉此，在各室能夠將對應各原色在發光層形成在各自規定位置。

在第 1 圖，從配置於保持台 24 之下方之蒸鍍源(來源)30 對發光層之材料加熱使其蒸發，通過上述罩幕之開口部將該材料蒸鍍於玻璃基板 1 之表面。

通過該罩幕 20 之發光層形成狀態，其模式性顯示如第 2 圖。如第 2 圖所示，各透明電極(陽極)當中，在各室內除了對應各原色之透明電極形成領域以外，被罩幕 20 所覆蓋。因此，對應該原色之 EL 材料(有機 EL 材料)，係在來源 30 內被加熱、氣化，通過罩幕 20 之開口部 20h 而蒸鍍形成於玻璃基板 1(正確為該正電洞輸送層)上。

又，罩幕材質可以舉出的有 SUS、Ni 單體、Fe 等的與 Ni 之合金(例如 Fe-Ni 合金)，或是矽等半導體等。

以下同時顯示本發明之實施例與比較例，來詳細說明本發明，但是本發明並不限定在此等實施例。又，該技術

領域以往並未存在有眾所周知之洗淨液，而且參考例所使用的有機溶媒，亦是作為有機 EL 材料洗淨用之新溶劑，此等係在其他領域，係作為去除有機化合物使用之一般溶劑，為了參考而進行實驗。

(實施例)

低分子型有機 EL 材料洗淨試驗 1：洗淨性、洗濯性

如表 1 所示，調查對 5 種類低分子型有機 EL 材料之洗淨性(去除時間)及洗濯性。關於洗淨性，係藉由在室溫(25℃)使用洗淨液浸漬已蒸鍍有各材料之金屬片，又，洗濯性係使用住友 3M 之 NOBEK HEF7100(氫氟醚)來作為洗淨後之洗濯液，藉由「二槽處理」，亦即在室溫(25℃)，各浸漬於裝滿洗濯液之二個槽，分別各 1 分鐘來調查。其結果如表 2 所示。

又，關於洗淨性，調查在使用浸漬法洗淨之同時，並用超音波時。其結果與比較例同時如表 3 所示。

[表 1]

表 1：洗淨對象

略號	低分子型有機 EL 材料
A	NPB
B	CuPc
C	TBADN
D	Alq3
E	Alq3+TBADN

[表 2] 洗淨性、洗濯性

	洗淨液	洗淨性					洗濯性
		A	B	C	D	E	
比較例1	3-甲基-3-甲氧基-1-丁醇	x	x	○	○	○	○
比較例2	γ -丁內酯	◎	x	◎	◎	◎	○
比較例3	乳酸	x	x	◎	◎	◎	○
比較例4	二乙二醇單甲酯	x	x	◎	◎	◎	○
實施例1	N-甲基-2-吡咯啉酮	◎	◎	◎	◎	◎	○
實施例2	環己酮	◎	◎	◎	◎	◎	○
實施例3	N,N-二甲基甲醯胺	◎	○	◎	◎	◎	○
實施例4	乙二醇二甲酯	◎	○	◎	◎	○	○
實施例5	二乙二醇二甲酯	◎	○	◎	◎	○	○
實施例6	1,4-二噁烷	○	○	◎	○	○	○

洗淨性 ◎：1 分鐘以內可去除 ○：3 分鐘可去除 x：無法去除

洗濯性 ○：好 x：不充分

[表 3] 並用超音波時之洗淨性

	洗淨液	洗淨性				
		A	B	C	D	E
比較例1	3-甲基-3-甲氧基-1-丁醇	x	x	◎	◎	◎
比較例4	二乙二醇單甲酯	x	x	◎	◎	◎
實施例1	N-甲基-2-吡咯啉酮	◎	◎	◎	◎	◎
實施例2	環己酮	◎	◎	◎	◎	◎
實施例5	二乙二醇二甲酯	◎	◎	◎	◎	◎

如表 2、表 3 所示，比較例所舉出的溶劑，不論是使用浸漬之洗淨方法、或是並用超音波之洗淨方法，使用 1 種類的溶劑，在室溫(25℃)無法去除 A~E 之全部種類之低分子型有機 EL 材料。

相對地，實施例之溶劑，藉由 1 種類的有機溶劑，並使用浸漬之洗淨方法，在室溫(25℃)可以去除 A~E 之全部種類之低分子型有機 EL 材料。

又，藉由使用浸漬之洗淨方法並用超音波，可以更提高在室溫(25℃)之洗淨性。

【圖式簡單說明】

第 1 圖係顯示在真空室內，罩幕與玻璃基板之位置配合狀態之斜視圖。

第 2 圖係模式性顯示 EL 元件之蒸鍍形成狀態之側面圖。

【主要元件符號說明】

1	玻璃基板	1a	調準標記
11	透明電極	20	罩幕
20a	調準標記	20h	開口部
21	罩幕框	22	CCD 照相機
24	保持台	30	來源

五、中文發明摘要：

提供一種洗淨液及洗淨方法，可以使用 1 種類的洗淨液，洗淨附著在低分子型有機 EL 元件製造之真空蒸鍍步驟所使用罩幕上之各種有機材料。

一種洗淨液，係低分子型有機 EL 元件製造之真空蒸鍍步驟所使用罩幕之洗淨液，其特徵為，含有 1 種類或 2 種類以上非質子性極性溶劑。

六、英文發明摘要：

A clean solution for mask used in a vacuum vapor deposition step in the production of a low molecular weight organic EL device is provided, the cleaning solution including one type or two or more types of aprotic polar solvent. There is also provided a cleaning method for a mask used in a vacuum vapor deposition step in the production of a low molecular weight organic EL device, wherein cleaning is carried out by immersion or jet flow using the cleaning solution.

七、指定代表圖：

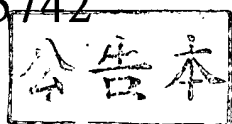
(一)、本案指定代表圖為：

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

1	玻璃基板	1a	調準標記
11	透明電極	20	單幕
20a	調準標記	21	單幕框
22	CCD照相機	24	保持台

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無



發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：93135493

※申請日期：2004 年 11 月 18 日

※IPC 分類：

C11D1/00 (2006.01)

H01L21/461 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

在低分子型有機 EL 元件製造之真空蒸鍍步驟所使用罩幕之洗淨液及
洗淨方法

CLEANING SOLUTION AND CLEANING METHOD FOR MASK
USED IN VACUUM VAPOR DEPOSITION STEP IN PRODUCTION OF
LOW MOLECULAR WEIGHT ORGANIC EL DEVICE

二、申請人：(共 2 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

1. 日商・關東化學股份有限公司 / Kanto Kagaku Kabushiki Kaisha
2. 日商・三洋電機股份有限公司 / Sanyo Electric Co., Ltd.

代表人：(中文/英文)

1. 野澤俊太郎 / NOZAWA, SHUNTARO
2. 桑野幸德 / KUWANO, YUKINORI

住居所或營業所地址：(中文/英文)

1. 日本國東京都中央區日本橋本町 3 丁目 2 番 8 號
2-8, Nihonbashihoncho 3-chome, Chuo-ku, Tokyo, Japan
2. 日本國大阪府守口市京阪本通 2 丁目 5 番 5 號
5-5, Keihanondori 2-chome, Moriguchi-shi, Osaka, Japan

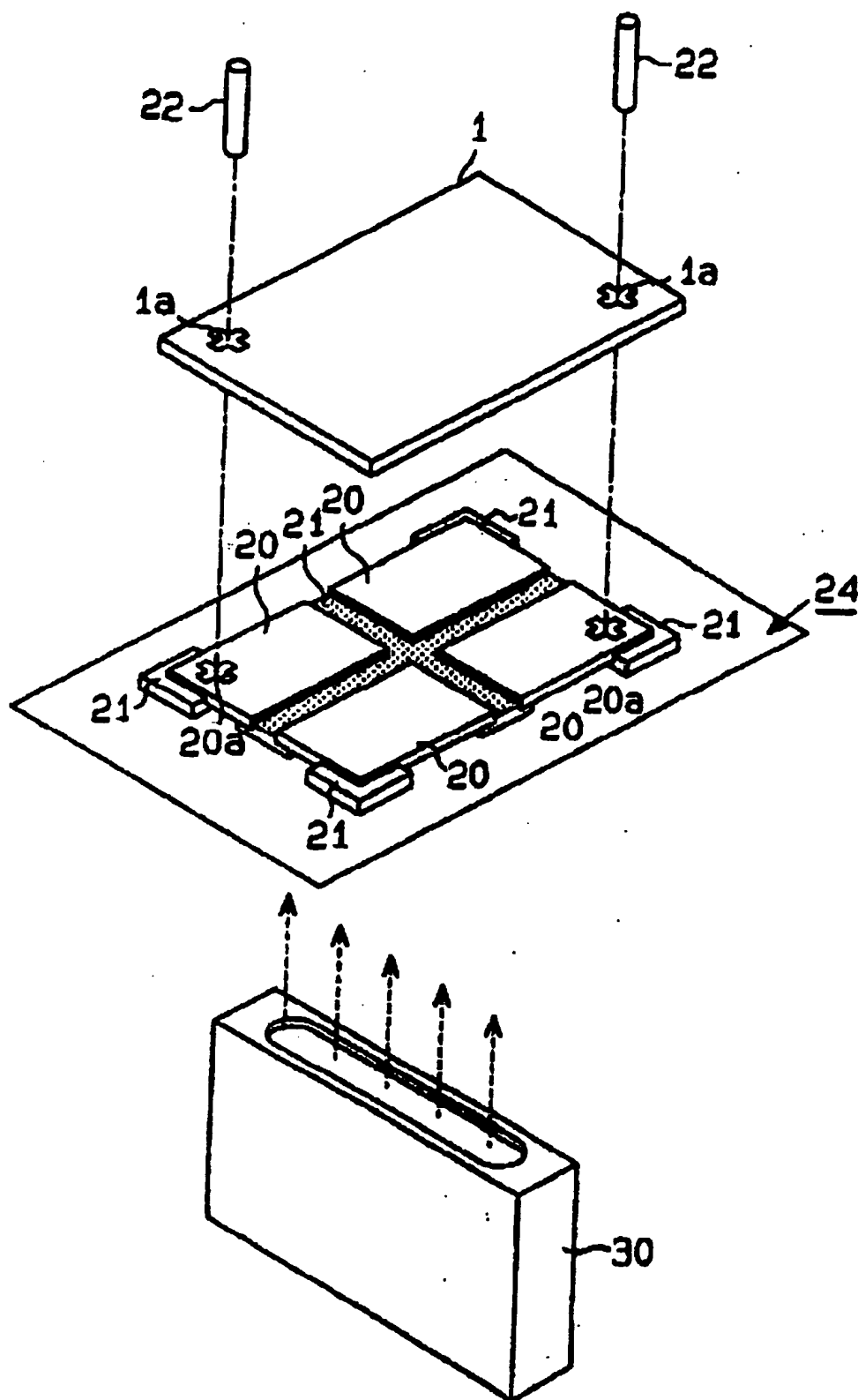
國籍：(中文/英文)

1. 日本 / JAPAN
2. 日本 / JAPAN

十、申請專利範圍：

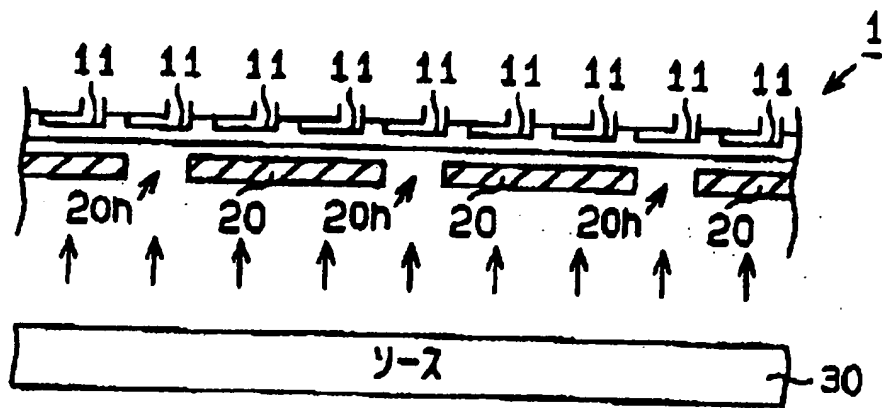
1. 一種在製造含有銅(II)酞青之低分子型有機 EL 元件時之真空蒸鍍步驟中所使用之罩幕的洗淨方法，其使用含有 1 種或 2 種以上選自於由 N,N-二甲基甲醯胺、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、1,4-二噁烷與環己酮所構成之群組中的非質子性極性溶劑之洗淨液，並藉由浸漬或噴射水流來洗淨附著於罩幕上之前述低分子型有機 EL 材料。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之洗淨方法，其中該洗淨液所含有的非質子性極性溶劑係 1 種類。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之洗淨方法，其中該洗淨液更含有 N-甲基-2-吡咯啉酮。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之洗淨方法，其中並用超音波洗淨。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之洗淨方法，其中係在介於 10°C 至 40°C 間的溫度進行洗淨。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述之洗淨方法，其中在洗淨罩幕後，使用氫氟醚洗濯。

94-30705A-001



第 1 圖

9437



第 2 圖