

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4831452号  
(P4831452)

(45) 発行日 平成23年12月7日(2011.12.7)

(24) 登録日 平成23年9月30日(2011.9.30)

(51) Int.Cl.	F 1
C04B 35/053	(2006.01) C04B 35/04 A
C23C 14/24	(2006.01) C23C 14/24 E
H01J 11/02	(2006.01) H01J 11/02 B

請求項の数 2 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2004-81746 (P2004-81746)  
 (22) 出願日 平成16年3月19日 (2004.3.19)  
 (65) 公開番号 特開2005-263591 (P2005-263591A)  
 (43) 公開日 平成17年9月29日 (2005.9.29)  
 審査請求日 平成19年2月28日 (2007.2.28)

(73) 特許権者 302047798  
 テクノロジーシードインキュベーション株  
式会社  
 京都府京都市下京区松原通烏丸西入玉津島  
町316-2 川南ビル6F  
 (74) 代理人 110000051  
 特許業務法人共生国際特許事務所  
 (72) 発明者 井手 亜里  
 滋賀県大津市比叡平1丁目23-9  
 (72) 発明者 東條 賢  
 京都府京都市左京区下鴨西林町22 フォ  
レストミヤザキ403号  
 (72) 発明者 田中 義和  
 京都府宇治市大久保町大竹56-1 株式  
会社京都薄膜材料研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

蒸着によりプラズマディスプレイパネル保護膜を形成するために用いられる、酸化マグネシウム焼成体からなるプラズマディスプレイパネル用保護膜材料の製造方法であって、水酸化マグネシウムを加熱分解して作成した粉末酸化マグネシウムに、添加濃度が0.05mol%以上、1.00mol%以下の酸化錫を添加し、1350以上、1400未満で焼成して、酸化マグネシウム単結晶に対する相対密度が85%を下回らない酸化マグネシウム焼成体を製造することを特徴とするプラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法。

## 【請求項2】

水中で金属マグネシウムを水酸化させて得た水酸化マグネシウムを加熱分解して作成した粉末酸化マグネシウムと、0.05mol%以上、1.00mol%以下の酸化錫と、溶媒と、のスラリーに有機バインダを加えて湿式混合し、乾燥し、造粒し、加圧成型加工して製造した成型体を、大気中で1350以上、1400未満で焼成して酸化マグネシウム焼成体を製造することを特徴とする請求項1に記載のプラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、プラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法に係り、より詳細には、

酸化マグネシウム焼成体からなるプラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、プラズマディスプレイパネル（以下PDPと略す）は、自発光型薄型ディスプレイとして脚光を浴びている。PDPは2極真空管の一種である家庭用蛍光灯の原理に近い。透明電極を形成し近接した2枚のガラス板の間に、アルゴンやネオンなどの不活性ガスを封入し、プラズマ放電を起こしてガスを励起し蛍光体から可視光を発光させている。PDPはその構造上、他のディスプレイより大画面とすることが可能であり、応答速度が高く、視野角が広いなどの特徴を有する。

10

【0003】

PDPは、放電を起こす際の電圧のかけ方により分類するとAC型とDC型の2種類がある。どちらの種類も2枚のガラス板で放電空間を挟んだ構造になっているが、DC型は電極が放電空間に露出しており、AC型は電極が誘電体層で絶縁されている点が異なる。最近の製品の主流になりつつあるAC型は、開発初期は誘電体層が放電空間に露出していたため、イオン衝撃のスパッタリングにより誘電体層の表面が変化し、放電空間における放電開始電圧が上昇していた。この放電開始電圧の上昇を抑えるため、アルカリ金属或はアルカリ土類金属の酸化物、MgO等からなる保護膜を誘電体層表面に設けている。保護膜としてはMgOが最も優れており、これによりPDPを長寿命化することが可能になった。

20

【0004】

PDPの製造においては、MgO保護膜をいかに安定に形成するかが大きなポイントになっている。一般的にMgO保護膜は誘電体層の上にイオンビーム蒸着法或は電子ビーム蒸着法で成膜されている。これらの蒸着法では、主に単結晶MgOが蒸着材として使用されている。この単結晶MgOは、電融法でMgOを溶かしたのち冷却させ、単結晶部分を取り出し粉碎している。この電融法はMgOを高温にするために高いエネルギーを必要とする。また、この単結晶MgOは融点が高いため、単結晶MgOによる焼結体を形成するためには、単結晶MgOを高温で焼結させる必要がある。

【0005】

単結晶MgOの焼結体を作成するためには、高温に耐え得る炉の設備を必要とする問題や、焼結させるための膨大なエネルギーを必要とする問題があった。

30

【0006】

従来、単結晶MgOが持つ物性的な問題を解決する方法として、多結晶MgOを用いる方法を採用した特許がある（例えば特許文献1参照。）。この特許においては、単結晶MgOの採取方法によって製品の純度が極めて容易に変動してしまい、単結晶MgOの純度の安定性や信頼性を欠くという課題を解決するために、多結晶のMgOを用いるという手段を採用している。先ず、MgO粉末（純度99.98%、平均粒径0.2μm）に対してバインダとしてポリエチレングリコールを1.5重量%添加し、エタノールを分散媒とするスリラーを濃度53重量%（粘度100cps）に調製して、スリラーをボールミル（直径10mmの樹脂製ボール使用）にて24時間湿式混合した後、スプレードライヤにて造粒処理（乾燥塔温度100°C）して、平均粒径100μmの造粒粉末を得て、ゴム型に充填して1000Kg/cmでCIP成型し、外形及び高さが10mm、5mmの円柱状成型体を得て、大気中で1650°Cで焼結して作成している。これを表2に実施例1として示し、その他に、実施例として表2には焼結温度を様々に変化させた場合の各例を示している。

40

【0007】

【特許文献1】特許第3331584号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

50

上記特許文献 1 の発明においては、単結晶 MgO の物性的な問題を解決するために多結晶の MgO を用いるという手段を採用しているが、焼結体の焼結温度は 1650 °C 等であって焼結温度を低下させることを目的としていない。本発明の解決しようとする課題は、相対密度が 85 % を下回らない MgO 焼結体を低温で焼結することである。相対密度を 85 % を下回らないようにする理由は、一般的に焼結体を蒸着材に用いる場合ある一定以上の高密度化することにより、安定的に蒸着することが可能になるからである。

#### 【課題を解決するための手段】

##### 【0009】

前述の課題を解決するための本発明のプラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法は、蒸着により プラズマディスプレイパネル保護膜を形成するために用いられる、酸化マグネシウム焼成体からなる プラズマディスプレイパネル用保護膜材料製造方法であって、

水酸化マグネシウムを加熱分解して作成した粉末酸化マグネシウムに、添加濃度が 0.05 mol % 以上、1.00 mol % 以下の酸化錫を添加し、1350 以上、1400 未満で焼成して、酸化マグネシウム単結晶に対する相対密度が 85 % を下回らない酸化マグネシウム焼成体を製造することを特徴とする。

##### 【0013】

また本発明は、水中で金属マグネシウムを水酸化させて得た水酸化マグネシウムを加熱分解して作成した粉末酸化マグネシウムと、0.05 mol % 以上、1.00 mol % 以下の酸化錫と、溶媒と、のスラリーに有機バインダを加えて湿式混合し、乾燥し、造粒し、加圧成型加工して製造した成型体を、大気中で 1350 以上、1400 未満で焼成して酸化マグネシウム焼成体を製造することが好ましい。

#### 【発明の効果】

##### 【0014】

本発明によれば、蒸着レート及び 2 次電子放出係数に悪影響を及ぼさずに、従来高温 (1500 以上) での焼成を必要としていた MgO 焼成体を低温 (1350 以上、1400 未満) で焼成することを可能とした。よって、焼成炉の設備を容易なものとし、更に焼成に必要なエネルギーも少なくすることができた。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0015】

MgO 焼成体の焼成温度を低下させる方法として、原料の表面活性の高い原料を用いること、及び、不純物を添加することが有効である。本発明では、前者に対して Mg(OH)<sub>2</sub> を加熱分解して作成した微粉末 MgO を原料として用いる。また、後者に対して酸化錫、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> のいずれかを添加する。これらの不純物は、焼成体を PDP の保護膜形成の蒸着材に用いた場合、蒸着速度及び蒸着膜の 2 次電子放出係数に影響を及ぼさない物質として選ばれたものである。

##### 【0016】

図 1 は本発明に係るプラズマディスプレイパネル用保護膜材料の作成工程を示す流れ図である。

以下、図 1 の流れ図を参照して詳細に各工程を説明する。

本発明においては、酸化マグネシウムに添加物として酸化錫を混入する。その酸化錫の添加濃度は 0.05 mol % から 1.00 mol % の範囲内とする。

#### 【実施例】

##### 【0017】

金属マグネシウムを純水中で水酸化させて得た Mg(OH)<sub>2</sub> を加熱分解し、純度 99.9 % 以上の MgO 粉末を作成する (S101)。この MgO 粉末に 0.05 mol % から 1.00 mol % の酸化第二錫 (SnO<sub>2</sub>) を加える (S102)。

その混合物に有機バインダを 2 % ~ 8 % 重量比で加える。前記混合物に溶媒を加えて酸化物量が 40 ~ 60 % 重量比となるようにして、これらを混合分散して MgO 平均粒径 0.2 ~ 0.3 ミクロンの粉末径となるようにスラリーを作成する (S103)。バインダ

10

20

30

40

50

にはポリエチレングリコール等を使用し、溶媒にはエタノール等を用いる。

【0018】

上記工程ではボールミルポットと直径10～30mmのボールを使用し、20時間程度混合する。

【0019】

混合後、噴霧乾燥するか、上面開放容器に上記スラリーを入れて乾燥させた後、粉碎分級し、40ミクロン～300ミクロンの造粒粉末を作成する(S104)。

【0020】

この造粒粉末を1軸プレス機で成型圧500～3000kg/cm<sup>2</sup>で成型し、直径6～7mm、厚み2～4mmの成型体を作成する(S105)。

10

【0021】

この成型体を大気圧で1350 の焼成温度で2時間焼成することにより、MgO複合材料としての焼成体を作成する(S106)。

【0022】

酸化錫の添加濃度と焼成する温度によって変化する焼成密度を表1に示す。この表1に示されるように、酸化錫の添加量を0.05mol%～1.00mol%とすることにより、焼成体(単結晶MgOの密度に対する比)を相対密度が85%を下回らないようにして、且つ、焼成温度を1350 以上、1450 未満とすることが可能であることが判る。酸化錫の添加量を1.00mol%以上としても、焼成温度の低下は得られない。

20

【0023】

【表1】

焼成温度 (°C)	MgO単体	酸化錫の添加濃度(mol%)	0.005	0.01	0.05	0.1	1	4
1300	55.09	55.38	54.03	55.79	55.18	74.02	84.07	86.04
1350	66.22	64.06	64.07	67.22	67.58	85.60	88.49	88.12
1400	84.39	83.64	85.65	85.24	86.42	87.98	89.37	89.62
1450	88.77	89.46	86.94	88.30	89.97	88.61	90.35	91.82
1500	90.20	90.94	91.36	91.52	91.45	90.13	90.48	90.98
1650						92.29	93.31	

酸化錫の添加濃度および焼成温度と焼成体の相対密度の関係

## 【0024】

焼成体の相対密度は蒸着レートと密接に関係しており、85%以下となると低下する。蒸着レートの観点からは90±3%が好ましい。

## 【0025】

添加物としてIn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加する場合の添加量は、いずれも0.05mol%~0.50mol%が好ましい。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0026】

本発明によるプラズマディスプレイパネル用保護膜材料は電子ビーム蒸着だけでなく、イオンビーム蒸着に適用することも可能である。

## 【0027】

また、酸化錫の代わりに、添加物としてIn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、もしくはEu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を採用することにより、酸化錫と同程度の結果を得ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

10

20

30

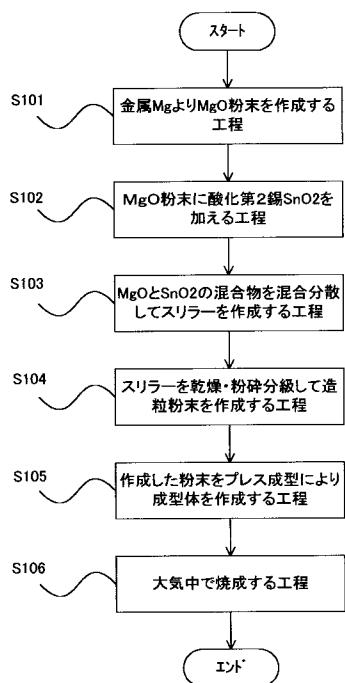
40

50

【 0 0 2 8 】

【図1】本発明に係るプラズマディスプレイパネル用保護膜材料の形成工程を示す流れ図である。

【図1】



---

フロントページの続き

審査官 武石 卓

(56)参考文献 特開2005-330574(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/00  
C04B 35/04  
C04B 35/053  
C23C 14/24  
H01J 11/02  
C A p l u s / R E G I S T R Y ( S T N )  
J S T P l u s / J S T 7 5 8 0 ( J D r e a m I I )