



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 04 711 T2** 2006.05.18

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 435 021 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 04 711.0**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US02/33399**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 784 166.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 03/032088**

(86) PCT-Anmeldetag: **09.10.2002**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **17.04.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **07.07.2004**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **15.06.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **18.05.2006**

(51) Int Cl.⁸: **G03F 7/004** (2006.01)

G03F 7/033 (2006.01)

G03F 7/038 (2006.01)

H01J 9/02 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

328734 P **12.10.2001** **US**

(73) Patentinhaber:

**E.I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, Del.,
US**

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR**

(72) Erfinder:

**SUESS, R., Terry, Raleigh, US; SMITH, David,
Jerome, Cary, US; YANG, Haixin, Chapel Hill, US**

(54) Bezeichnung: **WÄSSRIG ENTWICKELBARE, LICHTEMPFINDLICHE DICKSCHICHTBILDAUFZEICHNUNGSZUSAMMENSETZUNGEN ZUR HERSTELLUNG VON SCHWARZEN ELEKTRODEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung**TECHNISCHES GEBIET DER ERFINDUNG**

[0001] Die Erfindung betrifft eine lichtoptisch bebildungsfähige Dickschichtzusammensetzung zur Verwendung bei Photostrukturierungsverfahren und insbesondere eine Zusammensetzung mit Verwendung von RuO_2 und/oder polynären bzw. Mehrstoffoxiden auf Rutheniumbasis und photochemisch vernetzbaren Polymeren, die bei der Herstellung von lichtoptisch bebildungsfähigen schwarzen Elektroden in Plasmabildschirmen eingesetzt werden.

TECHNISCHER HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Da die Tendenz in der Industrie dahin geht, kleinere und billigere elektronische Bauelemente zu produzieren und hinsichtlich der Leistung eine höhere Auflösung bereitzustellen, ist es notwendig geworden, neue lichtoptisch bebildungsfähige Materialien für die Herstellung derartiger Elemente zu entwickeln. Photostrukturierungstechnologien bieten gleichmäßig feinere Linien- und Raumauflösung als herkömmliche Siebdruckverfahren. Ein Photostrukturierungsverfahren, wie z. B. das Drucksystem FODEL® von DuPont, nutzt ein lichtoptisch bebildungsfähiges organisches Medium, wie in den Patentschriften US-A-4912019; US-A-4925771 und US-A-5049480 zu finden, wodurch das Substrat zunächst vollständig mit der lichtoptisch bebildungsfähigen Dickschichtzusammensetzung bedeckt (bedruckt, besprüht, beschichtet oder laminiert) und getrocknet wird. Durch Belichten der lichtoptisch bebildungsfähigen Dickschichtzusammensetzung mit aktinischer Strahlung durch eine Photomaske, die eine Struktur trägt, wird ein Bild der Struktur erzeugt. Das belichtete Substrat wird dann entwickelt. Der unbelichtete Teil der Struktur wird abgewaschen und lässt die lichtoptisch bebilderte Dickschichtzusammensetzung auf dem Substrat zurück, das dann gebrannt wird, um organische Materialien zu entfernen und anorganische Materialien zu sintern. Ein derartiges Photostrukturierungsverfahren weist in Abhängigkeit von der Glätte des Substrats, der Korngrößenverteilung der anorganischen Teilchen, den Belichtungs- und Entwicklungsvariablen eine Linienauflösung von etwa 30 μm auf. Es ist nachgewiesen worden, dass ein solches Verfahren bei der Herstellung von Plasmabildschirmen einsetzbar ist.

[0003] Auflösung und Helligkeit der Bilder bei dem AC-Plasmabildschirmgerät (PDP-Gerät) sind von der Elektrodenbreite, dem Rastermaß des Verbindungsleiters und der Transparenz der dielektrischen Schicht abhängig. Es ist schwierig, für die Ausbildung der Elektroden und Verbindungsleiterstrukturen eine hohe Linien- und Raumauflösung zu erhalten, wenn diese Materialien nach herkömmlichen Strukturierungsverfahren eingebracht werden, wie z. B. durch Siebdruck, Sputtern oder chemische Ätzverfahren. Außerdem ist es zur Verbesserung des Anzeigekontrasts wesentlich, die Reflexion von äußerem Licht an den auf dem Frontglassubstrat angeordneten Elektroden und Leitern zu vermindern. Diese Reflexionsminderung lässt sich am leichtesten bewerkstelligen, indem die Elektroden und Leiter, durch die Frontplatte des Bildschirms gesehen, geschwärzt werden.

[0004] Die vorliegende Erfindung zielt auf eine schwarze Elektrodenzusammensetzung, die photochemisch vernetzbare Polymere zur Verwendung in einem Plasmabildschirmgerät (PDP) enthält, das unter Verwendung von lichtoptisch bebildungsfähigen Dickschicht-Leiterzusammensetzungen zur Verwendung bei Photostrukturierungsverfahren hergestellt wird, wobei sich die schwarze Elektrode zwischen dem Substrat und einer Leiterelektrodenanordnung befindet, wie in US-A-5851732 und US-A-6075319 beschrieben.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0005] Die Erfindung betrifft eine lichtoptisch bebildungsfähige Zusammensetzung, die aufweist:

(I) feinverteilte Teilchen aus anorganischem Material, die aufweisen:

(a) leitfähige Teilchen, die unter RuO_2 , polynären Oxiden auf Rutheniumbasis oder deren Gemischen ausgewählt sind;

(b) ein anorganisches Bindemittel mit einer Glasübergangstemperatur im Bereich von 325 bis 600°C, einer spezifischen Oberfläche von nicht mehr als 10 m^2/g und mindestens 85 Gew.-% der Teilchen mit einer Größe im Bereich von 0,1 – 10 μm ; dispergiert in:

(II) einem organischen Medium; das aufweist:

(a) ein wässrig entwickelbares, photochemisch vernetzbares Polymer, das ein Copolymer, Mischpolymerisat oder ein Gemisch davon ist, wobei jedes Copolymer oder Mischpolymerisat aufweist: (1) ein nichtsaures Comonomer mit einem C_{1-10} -Alkylacrylat, C_{1-10} -Alkylmethacrylat, Styrolen, substituierten Styrolen oder einer Kombination daraus, und (2) ein saures Comonomer mit einer ethylenisch ungesättigten carboxysäurehaltigen Komponente, wobei 2–20% der carboxysäurehaltigen Komponente mit einem reaktiven Molekül zur Re-

aktion gebracht wird, das eine erste und eine zweite funktionelle Einheit aufweist, wobei die erste funktionelle Einheit eine Vinylgruppe ist und die zweite funktionelle Einheit in der Lage ist, durch Reaktion mit der Carbonsäurekomponente eine chemische Bindung zu bilden und das Copolymer, Mischpolymerisat oder ein Gemisch daraus mit einem Säuregehalt von mindestens 10 Gew.-% des Gesamtgewichts des Polymers; einer Glasübergangstemperatur im Bereich von 50–150°C und einem massegemittelten Molekulargewicht im Bereich von 2000–250000 zu bilden;

(b) ein Photoinitiationssystem; und

(c) ein organisches Lösungsmittel.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG

[0006] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung nutzt photochemisch vernetzbare Polymere in Verbindung mit anorganischen Materialien, wie z. B. elektrisch leitenden Teilchen und Glasfritte, die in einem organischen Medium dispergiert sind. Die Hauptbestandteile der lichtoptisch bebildungsfähigen schwarzen Elektrodenzusammensetzung werden nachstehend diskutiert.

I. ANORGANISCHE MATERIALIEN

A. ELEKTRISCH LEITENDE TEILCHEN

[0007] Die erfindungsgemäßen leitfähigen schwarzen Zusammensetzungen enthalten RuO_2 und/oder polynäre bzw. Mehrstoffoxide als leitfähige Komponente. Die leitfähigen Teilchen können wahlweise Edelmetalle enthalten, einschließlich Gold, Silber, Platin, Palladium, Kupfer oder Kombinationen davon. Mehrstoffoxide auf Rutheniumbasis sind ein Typ eines Pyrochloroxids, das eine Mehrkomponentenverbindung von Ru^{+4} , Ir^{+4} oder deren Gemisch (M'') ist, dargestellt durch die folgende allgemeine Formel:



M ist aus der Gruppe ausgewählt, die aus Yttrium, Thallium, Indium, Cadmium, Blei, Kupfer und Seltenerdmetallen besteht,

M' ist aus der Gruppe ausgewählt, die aus Platin, Titan, Chrom, Rhodium und Antimon besteht,

M'' ist Ruthenium, Iridium oder deren Gemisch,

x ist gleich 0–2, aber für einwertiges Kupfer ist $x \leq 1$,

y ist gleich 0–0,5, aber wenn M' Rhodium oder mehr als ein unter Platin, Titan, Chrom, Rhodium oder Antimon ausgewähltes Element ist, dann ist y gleich 0–1, und

z ist gleich 0–1, aber wenn M zweiwertiges Blei oder Cadmium ist, dann ist z mindestens gleich etwa $x/2$.

[0008] Eine ausführliche Beschreibung der Ruthenium-Pyrochloroxide ist in US-A-3583931 zu finden, die hier durch Verweis einbezogen wird.

[0009] Bevorzugte polynäre Rutheniumoxide sind Bismuthruthenat, $\text{Bi}_2\text{Ru}_2\text{O}_7$, Bleiruthenat, $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$, $\text{Pb}_{1,5}\text{Bi}_{0,5}\text{Ru}_2\text{O}_{6,75}$, $\text{PbBiRu}_2\text{O}_{6,75}$ und $\text{GdBiRu}_2\text{O}_6$. Diese Materialien können leicht in reiner Form gewonnen werden, sie werden durch Glasbindemittel nicht beeinträchtigt und sind auch bei Erhitzen auf etwa 1000°C in Luft beständig.

[0010] Die Rutheniumoxide oder Ruthenium-Pyrochloroxide werden in Anteilen von 4–50 Gew.-%, vorzugsweise von 6–30 Gew.-%, stärker bevorzugt von 5–15 Gew.-%, und am stärksten bevorzugt von 9–12 Gew.-% verwendet, bezogen auf das Gewicht der gesamten Zusammensetzung einschließlich des organischen Mediums.

[0011] Elektrisch leitende Metalle können wahlweise der schwarzen Zusammensetzung zugesetzt werden. Bei der praktischen Ausführung der Erfindung kann Metallpulver von praktisch jeder Form eingesetzt werden, einschließlich kugelförmiger Teilchen und Flocken (Stäbe, Kegel und Platten). Die bevorzugten Metallpulver sind Gold, Silber, Palladium, Platin, Kupfer oder Kombinationen davon. Vorzugsweise sind die Teilchen kugelförmig. Es hat sich gezeigt, dass die erfindungsgemäße Dispersion keinen wesentlichen Anteil an Feststoffen mit einer Teilchengröße von weniger als 0,1 μm enthalten darf. Wenn Teilchen dieser geringen Größe vorhanden sind, ist es schwierig, das vollständige Ausbrennen des organischen Mediums auf angemessene Weise zu erreichen, wenn die aus diesen Teilchen bestehenden Filme oder Schichten gebrannt werden, um das organische Medium zu entfernen und ein Sintern des anorganischen Bindemittels und der Metallfeststoffe zu bewirken. Wenn die Dispersionen zur Herstellung von Dickschichtpasten verwendet werden, die gewöhnlich

durch Siebdruck aufgebracht werden, darf die maximale Teilchengröße nicht größer als die Dicke des Siebs sein. Vorzugsweise liegen mindestens 80 Gew.-% der leitfähigen Feststoffe im Bereich von 0,5–10 µm.

[0012] Außerdem beträgt die spezifische Oberfläche der leitfähigen Teilchen vorzugsweise nicht mehr als 20 m²/g, vorzugsweise nicht mehr als 10 m²/g und stärker bevorzugt nicht mehr als 5 m²/g. Wenn Metallteilchen mit einer spezifischen Oberfläche von mehr als 20 m²/g eingesetzt werden, dann werden die Sinter Eigenschaften des anorganischen Begleitbindemittels beeinträchtigt. Ein ausreichendes Ausbrennen ist schwer erreichbar, und es können Blasen auftreten.

[0013] Oft wird Kupferoxid zugesetzt, um das Haftvermögen zu verbessern. Das Kupferoxid sollte in Form von feinverteilten Teilchen vorhanden sein, vorzugsweise in einem Größenbereich von etwa 0,1 bis 5 µm. Wenn das Kupferoxid als Cu₂O vorhanden ist, bildet es etwa 0,1 bis etwa 3 Gew.-% der Gesamtzusammensetzung, und vorzugsweise etwa 0,1 bis 1,0%. Ein Teil oder das gesamte Cu₂O kann durch Moläquivalente CuO ersetzt werden.

B. ANORGANISCHES BINDEMITTEL

[0014] Die hierin oben beschriebenen elektrisch leitenden Pulver sind in einem organischen Medium fein dispergiert und werden von anorganischen Bindemitteln und wahlweise von Metalloxiden, Keramiken und Füllstoffen begleitet, wie z. B. anderen Pulvern oder Feststoffen. Die Funktion eines anorganischen Bindemittels in einer Zusammensetzung besteht darin, die Teilchen nach dem Brennen aneinander und an das Substrat zu binden. Beispiele anorganischer Bindemittel sind unter anderem Glasbindemittel (Fritten), Metalloxide und Keramiken. In der Zusammensetzung verwendbare Glasbindemittel sind in der Technik üblich. Einige Beispiele sind unter anderem Borsilicat- und Aluminiumsilicatgläser. Weitere Beispiele sind Kombinationen von Oxiden, wie z. B.: B₂O₃, SiO₂, Al₂O₃, CdO, CaO, BaO, ZnO, Na₂O, Li₂O, PbO und ZrO, die allein oder in Kombination eingesetzt werden können, um Glasbindemittel zu bilden. Typische Metalloxide, die in Dickschichtzusammensetzungen verwendbar sind, sind in der Technik gebräuchlich und können z. B. ZnO, MgO, CoO, NiO, FeO, MnO und Gemische davon sein.

[0015] Die besonders bevorzugt eingesetzten Glasfritten sind die Borsilicatfritten, wie z. B. Bleiborsilicatfritte, Bismuth-, Cadmium-, Barium-, Calcium- oder andere Erdkaliborsilicatfritten. Die Herstellung derartiger Glasfritten ist bekannt und besteht z. B. aus dem Verschmelzen der Bestandteile des Glases in Form der Oxide der Bestandteile und dem Gießen dieser schmelzflüssigen Zusammensetzung in Wasser, um die Fritte zu bilden. Die Chargenbestandteile können natürlich irgendwelche Verbindungen sein, die unter den gewöhnlichen Bedingungen der Frittenproduktion die gewünschten Oxide liefern. Zum Beispiel erhält man Boroxid aus Borsäure, Siliciumdioxid wird aus Feuerstein erzeugt, Bariumoxid wird aus Bariumcarbonat erzeugt, usw. Das Glas wird vorzugsweise in einer Kugelmühle mit Wasser gemahlen, um die Teilchengröße der Fritte zu verringern und eine Fritte von im wesentlichen einheitlicher Größe zu erhalten. Dann lässt man es sich im Wasser absetzen, um Feingut abzutrennen, und die überstehende Flüssigkeit, die das Feingut enthält, wird entfernt. Es können auch andere Gruppierungsverfahren angewandt werden.

[0016] Die Gläser werden durch herkömmliche Glasherstellungsverfahren hergestellt, durch Vermischen der gewünschten Komponenten in den gewünschten Anteilen und Erhitzen des Gemischs, um eine Schmelze zu bilden. Wie dem Fachmann bekannt, erfolgt das Erhitzen auf eine Höchsttemperatur und über eine Zeit, die so gewählt sind, dass die Schmelze völlig flüssig und homogen wird. Die gewünschte Glasübergangstemperatur liegt im Bereich von 325 bis 600°C.

[0017] Vorzugsweise haben mindestens 85% der anorganischen Bindemittelteilchen eine Korngröße von 0,1–10 µm. Der Grund dafür ist, dass kleinere Teilchen mit großer spezifischer Oberfläche dazu neigen, die organischen Materialien zu adsorbieren und auf diese Weise eine saubere Zersetzung zu behindern. Andererseits zeigen Teilchen mit größerer Korngröße eine Tendenz zu schlechteren Sinter Eigenschaften. Vorzugsweise liegt das Gewichtsverhältnis des anorganischen Bindemittels zu dem gesamten Feststoffanteil im Bereich von 0,1 bis 0,75, und stärker bevorzugt im Bereich von 0,2 bis 0,5.

II. ORGANISCHES MEDIUM

[0018] Der Hauptzweck des organischen Mediums ist, als Vehikel für die Dispersion der feinverteilten Feststoffe der Zusammensetzung in einer solchen Form zu dienen, dass es ohne weiteres auf eine Keramik oder ein anderes Substrat aufgebracht werden kann. Daher muss das organische Medium erstens ein Medium sein, in dem die Feststoffe mit einem hinreichenden Stabilitätsgrad dispergierbar sind. Zweitens müssen die Fließ-

eigenschaften des organischen Mediums so beschaffen sein, dass sie der Dispersion gute Auftrageigenschaften verleihen. Nachstehend werden die Hauptbestandteile des Mediums beschrieben:

A. PHOTOCHEMISCH VERNETZBARES ORGANISCHES POLYMER

[0019] Das Polymerbindemittel ist wichtig für die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen. Sie sind wässrig entwickelbar und ergeben ein hohes Auflösungsvermögen.

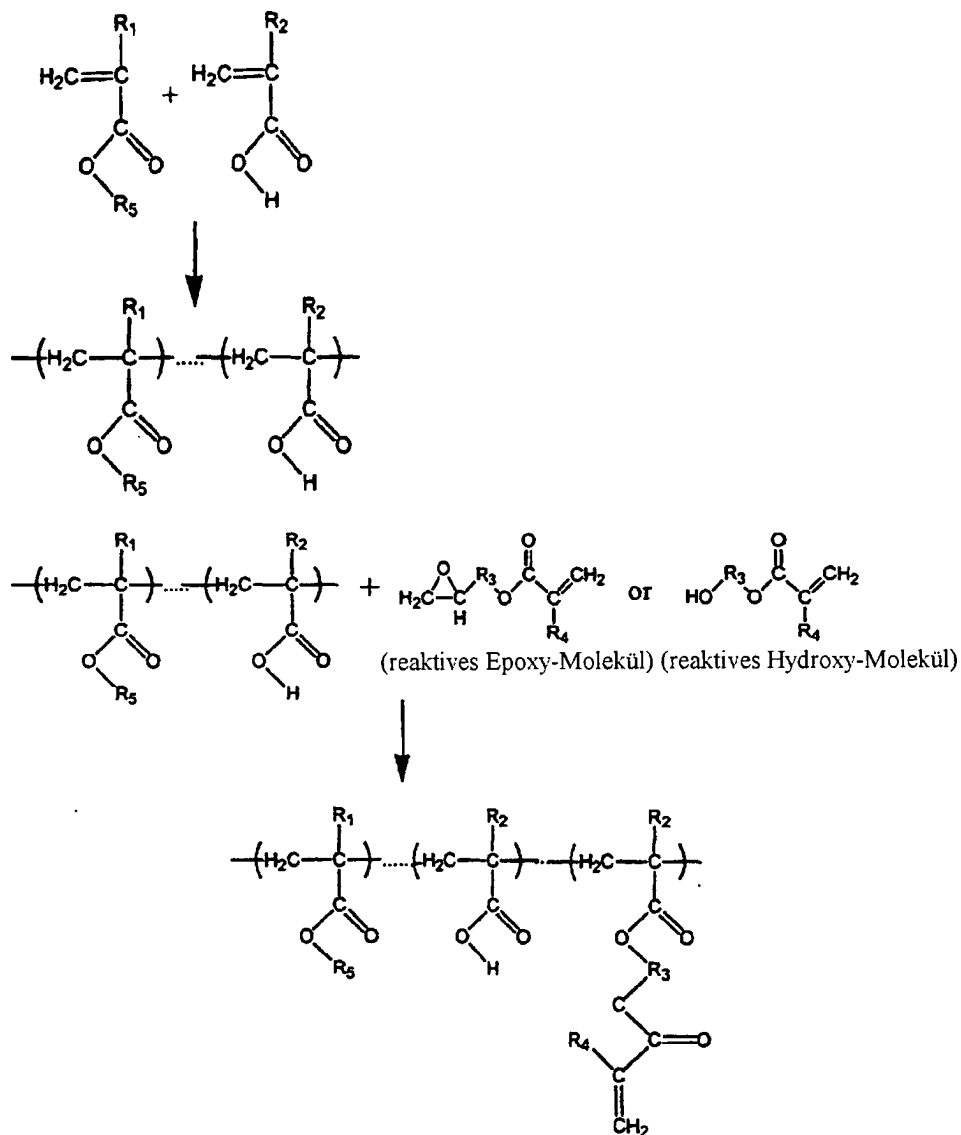
[0020] Es handelt sich um photochemisch vernetzbare Polymerbindemittel. Sie bestehen aus einem Copolymer, Mischpolymerisat oder Gemischen daraus, wobei jedes Copolymer oder Mischpolymerisat aufweist: (1) ein nichtsaures Comonomer, das ein C₁₋₁₀-Alkylacrylat, ein C₁₋₁₀-Alkylmethacrylat, Styrole, substituierte Styrole oder Kombinationen daraus aufweist, und (2) ein saures Comonomer mit einer ethylenisch ungesättigten, carbonsäurehaltigen Komponente, wobei 2–20% der carbonsäurehaltigen Komponenten mit einem reaktiven Molekül zur Reaktion gebracht wird, das eine erste und eine zweite funktionelle Einheit aufweist, wobei die erste funktionelle Einheit eine Vinylgruppe ist und die zweite funktionelle Einheit in der Lage ist, durch Reaktion mit der Carbonsäurekomponente eine chemische Bindung zu bilden. Beispiele der Vinylgruppe schließen ein, sind aber nicht beschränkt auf Methacrylat- und Acrylat-Gruppen. Beispiele der zweiten funktionellen Einheit schließen ein, sind aber nicht beschränkt auf Epoxide, Alkohole und Amine. Das entstehende Copolymer, Mischpolymerisat oder Gemisch daraus hat einen Säuregehalt von mindestens 10 Gew.-% des gesamten Polymergewichts, eine Glasübergangstemperatur von 50–150°C und ein massegemitteltes Molekulargewicht im Bereich von 2000-250000 und allen darin enthaltenen Bereichen.

[0021] Die Gegenwart der sauren Comonomer-Komponenten in der Zusammensetzung ist bei diesem Verfahren wichtig. Die saure funktionelle Gruppe bietet die Fähigkeit, in wässrigen Basen entwickelt zu werden, wie z. B. in wässrigen Lösungen von 0,4–2,0% Natriumcarbonat. Wenn saure Comonomere in Konzentrationen von weniger als 10% anwesend sind, wird die Zusammensetzung mit einer wässrigen Base nicht vollständig abgewaschen. Wenn die sauren Comonomere in Konzentrationen von mehr als 30% anwesend sind, ist die Zusammensetzung unter Entwicklungsbedingungen weniger beständig, und in den Bildabschnitten tritt eine teilweise Entwicklung auf. Geeignete saure Comonomere sind unter anderem ethylenisch ungesättigte Monocarbonsäuren, wie z. B. Acrylsäure, Methacrylsäure oder Crotonsäure, und ethylenisch ungesättigte Dicarbonsäuren, wie z. B. Fumarsäure, Itaconsäure, Citraconsäure, Vinylsuccinsäure und Maleinsäure sowie deren Hemiester, und in einigen Fällen ihre Anhydride und ihre Gemische. Da sie in sauerstoffarmen Atmosphären sauberer brennen, werden Methacryl-Polymere gegenüber Acryl-Polymeren bevorzugt.

[0022] Wenn die nichtsauren Comonomere Alkylacrylate oder Alkylmethacrylate sind, wie oben erwähnt, bilden diese nichtsauren Comonomere mindestens 50 Gew.-%, vorzugsweise 70–75 Gew.-% des Polymerbindemittels. Wenn die nichtsauren Comonomere Styrol oder substituierte Styrole sind, dann bilden diese nichtsauren Comonomere vorzugsweise 50 Gew.-% des Polymerbindemittels, und die anderen 50 Gew.-% sind ein saures Anhydrid, wie z. B. der Hemiester von Maleinsäureanhydrid. Ein vorteilhaftes substituiertes Styrol ist α -Methylstyrol.

[0023] Obwohl dies nicht bevorzugt wird, kann der nichtsaure Anteil des Polymerbindemittels bis zu etwa 50 Gew.-% andere nichtsaure Comonomere als Austauschstoffe für die Alkylacrylat-, Alkylmethacrylat-, Styrol- oder substituierten Styrolanteile des Polymers enthalten. Beispiele sind unter anderem Acrylnitril, Vinylacetat und Acrylamid. Da jedoch für diese Substanzen das vollständige Ausbrennen schwieriger ist, werden vorzugsweise weniger als etwa 25 Gew.-% derartiger Monomere im gesamten Polymerbindemittel eingesetzt. Die Verwendung einzelner Copolymere oder Copolymerkombinationen als Bindemittel wird anerkannt, solange diese Copolymere oder Kombinationen jeweils den verschiedenen oben angegebenen Standards genügen. Außer den obigen Copolymeren ist der Zusatz kleiner Anteile von anderen Polymerbindemitteln möglich. Als Beispiele dafür lassen sich anführen: Polyolefine, wie z. B. Polyethylen, Polypropylen, Polybutylen, Polyisobutylen, und Ethylen-Propylen-Copolymere, Polyvinylalkohol-Polymere (PVA), Polyvinylpyrrolidon-Polymere (PVP), Vinyl-Alkohol- und Vinyl-Pyrrolidon-Copolymere, sowie Polyether, die Polymere mit niedrigem Alkylenoxidgehalt sind, wie z. B. Polyethylenoxid.

[0024] Das saure Comonomer bildet das Polymer mit einem aktivierten Zentrum zum Einbau eines reaktiven Moleküls, wie z. B. von photochemisch vernetzbaren funktionellen Einheiten. Dies wird durch Verwendung von 2–20% der carbonsäurehaltigen Komponente bewerkstelligt, die mit einem reaktiven Molekül reagiert, das eine Vineleinheit enthält, wie in dem unten stehenden Schema dargestellt. Das fertige Polymer weist Grundeinheiten auf, wie dargestellt. Diese Polymere sind dem Fachmann bekannt.



[0025] Darin bedeuten:

R_1 , R_2 und R_4 eine Methylgruppe oder Wasserstoff oder ein Gemisch davon;

R_3 eine geradkettige, verzweigte oder Ringalkylgruppe, die aromatische Gruppen oder andere Atome enthalten kann, z. B. Sauerstoff; und

R_5 ein Alkyl (C_1 – C_{10}).

[0026] Die hierin beschriebenen Polymere können durch Fachleute auf dem Gebiet der Acrylat-Polymerisation nach üblicherweise angewandten Lösungspolymerisationsverfahren hergestellt werden. Typischerweise werden derartige saure Acrylat-Polymere erzeugt, indem α - oder β -ethylenisch ungesättigte Säuren (saure Comonomere) mit einem oder mehreren copolymerisierbaren Vinylmonomeren (nichtsaurer Comonomeren) in einem relativ niedrigsiedenden (75 – 150°C) organischen Lösungsmittel vermischt werden, um eine Lösung mit 10 – 60% Monomergemisch zu erhalten, die Monomere dann durch Zusatz eines Polymerisationskatalysators polymerisiert werden und das Gemisch unter Normaldruck auf die Rückflusstemperatur des Lösungsmittels erhitzt wird. Nachdem die Polymerisationsreaktion im wesentlichen abgeschlossen ist, wird die erzeugte saure Polymerlösung auf Raumtemperatur abgekühlt.

[0027] Der oben beschriebenen abgekühlten Polymerlösung werden ein reaktives Molekül, ein radikalischer Polymerisationsinhibitor und ein Katalysator zugesetzt. Die Lösung wird bis zum Abschluss der Reaktion gerührt. Wahlweise kann die Lösung erhitzt werden, um die Reaktion zu beschleunigen. Nachdem die Reaktion abgeschlossen ist und die reaktiven Moleküle chemisch an die Polymerhauptkette gebunden sind, wird die Polymerlösung auf Raumtemperatur abgekühlt, Proben werden entnommen, und Viskosität, Molekulargewicht und Säureäquivalente des Polymers werden gemessen.

[0028] Ferner liegt das massegemittelte Molekulargewicht des Polymerbindemittels im Bereich von

2000-250000 und in irgendwelchen darin enthaltenen Bereichen. Das Molekulargewicht des Polymerbindemittels ist von der Anwendung abhängig. Gewichte von weniger als 10000 sind im allgemeinen in Pastenzusammensetzungen verwendbar, und Gewichte über 10000 sind im allgemeinen in Bändern oder Folien verwendbar. Polymere mit einem Molekulargewicht von weniger als 10000 weisen im allgemeinen eine geringere Filmbildungsfähigkeit auf. Sie können in Bandformulierungen eingesetzt werden, müssen aber im allgemeinen mit anderen, kompatiblen Polymeren mit hohem Molekulargewicht vermischt werden, um einen Film oder ein Band zu bilden.

[0029] Der Anteil des Gesamtpolymers in der Zusammensetzung liegt im Bereich von 5–70 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Zusammensetzung, und in irgendwelchen darin enthaltenen Bereichen.

B. PHOTOHÄRTBARES MONOMER

[0030] Bei der Erfindung können herkömmliche photohärtbare Methacrylat-Monomere eingesetzt werden. In Abhängigkeit von der Anwendung ist es nicht immer notwendig, ein Monomer der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beizumengen. Monomerkomponenten sind in Anteilen von 1–20 Gew.-% vorhanden, bezogen auf das Gesamtgewicht der trockenen photopolymerisierbaren Schicht. Solche bevorzugten Monomere sind unter anderem t-Butylacrylat und -methacrylat, 1,5-Pentandiol-diacyrat und -dimethacrylat, N,N-Diethylaminoethylacrylat und -methacrylat, Ethylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, 1,4-Butandiol-diacyrat und -dimethacrylat, Diethylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, Hexamethylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, 1,3-Propandiol-diacyrat und -dimethacrylat, Decamethylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, 1,4-Cyclohexandiol-diacyrat und -dimethacrylat, 2,2-Dimethylolpropandiol-diacyrat und -dimethacrylat, Glycerindiol-diacyrat und -dimethacrylat, Tripropylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, Glycerintriacrylat und -trimethacrylat, Trimethylolpropantriacyrat und -trimethacrylat, Pentaerythritoltriacyrat und -dimethacrylat, polyoxyethyliertes Trimethylolpropantriacyrat und -dimethacrylat und ähnliche, in US-A-3380831 offenbarte Verbindungen, 2,2-Di-(p-hydroxyphenyl)propandiol-diacyrat, Pentaerythritoltetraacyrat und -tetramethacrylat, 2,2-Di-(p-hydroxyphenyl)propandimethacrylat, Triethylenglycoldiacyrat, Polyoxyethyl-2,2-di-(p-hydroxyphenyl)propandimethacrylat, Di-(3-methacryloxy-2-hydroxypropyl)ether von Bisphenol A, Di-(2-methacryloxyethyl)ether von Bisphenol A, Di-(3-acryloxy-2-hydroxypropyl)ether von Bisphenol A, Di-(2-acryloxyethyl)ether von Bisphenol A, Di-(3-methacryloxy-2-hydroxypropyl)ether von 1,4-Butandiol, Triethylenglycoldimethacrylat, Polyoxypropyltrimethylolpropantriacyrat, Butylenglycoldiacyrat und -dimethacrylat, 1,2,4-Butantrioltriacyrat und -dimethacrylat, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol-diacyrat und -dimethacrylat, 1-Phenylethylen-1,2-dimethylacrylat, Diallylfumarat, Styrol, 1,4-Benzendioldimethacrylat, 1,4-Diisopropenylbenzol und 1,3,5-Triisopropenylbenzol. Gleichfalls verwendbar sind ethylenisch ungesättigte Verbindungen mit einem massegemittelten Molekulargewicht von mindestens 300, z. B. Alkylen- oder ein Polyalkylenglycoldiacyrat, hergestellt aus einem Alkylenglycol mit 2 bis 15 Kohlenstoffatomen oder einem Polyalkylenetherglycol mit 1 bis 10 Etherbindungen, und die in US-A-2927022 offenbarten Verbindungen, z. B. diejenigen mit mehreren radikalisch polymerisierbaren Ethylenbindungen, besonders wenn diese als endständige Bindungen vorhanden sind. Besonders bevorzugte Monomere sind polyoxyethyliertes Trimethylolpropandiol-diacyrat, ethyliertes Pentaerythritoltriacyrat, Dipentaerythritolmonohydroxypentaacyrat und 1,10-Decandioldimethacrylat,

C. PHOTOINITIATIONSSYSTEM

[0031] Geeignete Photoinitiationssysteme sind diejenigen, die bei Bestrahlung mit aktinischem Licht bei Umgebungstemperatur freie Radikale erzeugen. Dazu gehören die substituierten oder nichtsubstituierten mehrkernigen Chinone, die Verbindungen mit zwei intracyclischen Kohlenstoffatomen in einem konjugierten carbocyclischen Ringsystem sind, z. B. 2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-(4-morpholinophenyl)-1-butanon, 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenon, 9,10-Anthrachinon, 2-Methylanthrachinon, 2-Ethylanthrachinon, 2-tert-Butylanthrachinon, Octamethylanthrachinon, 1,4-Naphthochinon, 9,10-Phenanthrenchinon, Benz(a)anthracen-7,12-dion, 2,3-Naphthacen-5,12-dion, 2-Methyl-1,4-naphthochinon, 1,4-Dimethylanthrachinon, 2,3-Dimethylanthrachinon, 2-Phenylanthrachinon, 2,3-Diphenylanthrachinon, Retenchinon, 7,8,9,10-Tetrahydronaphthacen-5,12-dion und 1,2,3,4-Tetrahydrobenz(a)anthracen-7,12-dion. Andere, gleichfalls verwendbare Photoinitiatoren, auch wenn einige bei Temperaturen von nur 85°C thermisch aktiv sein können, werden in US-A-2760863 beschrieben; dazu gehören benachbarte Ketaldonylalkohole, beispielsweise Benzoin-, Pivaloin-, Acyloinether, z. B. Benzoinmethyl- und -ethylether; α -kohlenwasserstoffsubstituierte aromatische Acyloine, einschließlich α -Methylbenzoin, α -Allylbenzoin und α -Phenylbenzoin, Thioxanthon und/oder Thioxanthon-Derivate und die entsprechenden Wasserstoffdonatoren. Als Initiatoren können in den US-Patentschriften US-A-2850445, 2875047, 3 97096, 3074974, 3097097 und 3145104 offenbarte photochemisch reduzierbare Farbstoffe und Reduktionsmittel verwendet werden, ebenso wie Farbstoffe der Phenazin-, Oxazin- und Chinon-Klassen, Michlers Keton, Benzophenon, 2,4,5-Triphenylimidazol-Dimere mit Wasserstoffdonatoren, ein-

schließlich Leukofarbstoffen und Gemischen davon, wie in den US-Patentschriften US-A-3427161, 3479185 und 3549367 beschrieben. Zusammen mit Photoinitiatoren und Photoinhibitoren sind auch Sensibilisatoren verwendbar, die in US-A-4162162 offenbart werden. Der Photoinitiator oder das Photoinitatorsystem ist in einem Anteil von 0,05 bis 10 Gew.-% vorhanden, bezogen auf das Gesamtgewicht einer trockenen photopolymerisierbaren Schicht.

D. LÖSUNGSMITTEL

[0032] Die Lösungsmittelkomponente des organischen Mediums, die ein Lösungsmittelgemisch sein kann, wird so gewählt, dass man darin eine vollständige Lösung des Polymers und anderer organischer Bestandteile erzielt. Das Lösungsmittel sollte gegenüber den anderen Bestandteilen der Zusammensetzung inert (reaktionsunfähig) sein. Für siebdruckfähige und lichtoptisch bebildungsfähige Pasten sollte(n) das (die) Lösungsmittel eine ausreichend hohe Flüchtigkeit aufweisen, um eine Verdunstung des Lösungsmittels aus der Dispersion durch relativ niedrige Wärmeeinwirkung bei Atmosphärendruck zu ermöglichen, jedoch sollte das Lösungsmittel nicht so flüchtig sein, dass die Paste während des Druckprozesses bei normalen Raumtemperaturen auf dem Sieb schnell trocknet. Die bevorzugten Lösungsmittel zur Verwendung in den Pastenzusammensetzungen sollten bei Atmosphärendruck Siedepunkte von weniger als 300°C und vorzugsweise von weniger als 250°C aufweisen. Solche Lösungsmittel sind unter anderem aliphatische Alkohole, Ester dieser Alkohole, z. B. Acetate und Propionate; Terpene, wie z. B. Kiefernöl und α - oder β -Terpineol, oder Gemische davon; Ethylenglycol und Ester davon, wie z. B. Ethylenglycolmonobutylether und Butylcellosolveacetat, Carbitolester, wie z. B. Butylcarbitol, Butylcarbitolacetat und Carbitolacetat, und andere geeignete Lösungsmittel, wie z. B. Texanol® (2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiolmonoisobutyrate). Für das Gießen von Bändern haben das (die) Lösungsmittel niedrigere Siedepunkte als Lösungsmittel, die für siebdruckfähige Pasten eingesetzt werden. Solche Lösungsmittel sind unter anderem Ethylacetat, Methanol, Isopropanol, Aceton, Xylol, Ethanol, Methylethylketon und Toluol.

E. ANDERE ZUSATZSTOFFE

[0033] Häufig enthält das organische Medium auch einen oder mehrere Weichmacher. Diese Weichmacher tragen dazu bei, eine gute Laminierung auf Substraten sicherzustellen und die Entwickelbarkeit unbelichteter Flächen der Zusammensetzung zu verbessern. Die Wahl der Weichmacher wird hauptsächlich durch das Polymer bestimmt, das modifiziert werden muss. Zu den Weichmachern, die in verschiedenen Bindemittelsystemen eingesetzt worden sind, gehören Diethylphthalat, Dibutylphthalat, Butylbenzylphthalat, Dibenzylphthalat, Alkylphosphate, Polyalkylenglycole, Glycerol, Poly(ethylenoxide), hydroxyethyliertes Alkylphenol, Tricresylphosphat, Triethylenglycoldiacetat und Polyester-Weichmacher. Weitere, dem Fachmann bekannte Komponenten können in der Zusammensetzung vorhanden sein; dazu gehören Dispersionsmittel, Stabilisatoren, Trennmittel, Dispersionsmittel, Abziehmittel, Antischaummittel und Benetzungsmittel. Eine allgemeine Offenbarung geeigneter Materialien wird in US-A-5049480 dargestellt.

ALLGEMEINE HERSTELLUNG DER PASTE

[0034] Typischerweise werden Dickschichtzusammensetzungen so formuliert, dass sie eine pastenähnliche Konsistenz haben, und werden als "Pasten" bezeichnet. Im allgemeinen werden die Pasten unter gelbem Licht hergestellt, indem das organische Vehikel, Monomer(e) und andere organische Bestandteile in einem Mischbehälter miteinander vermischt werden. Dann werden die anorganischen Materialien dem Gemisch aus organischen Bestandteilen zugesetzt. Die gesamte Zusammensetzung wird dann vermischt, bis die anorganischen Pulver durch die organischen Materialien benetzt sind. Das Gemisch wird dann in einer Dreiwalzenmühle gemahlen. Die Viskosität der Paste an diesem Punkt könnte mit dem geeigneten Vehikel oder Lösungsmittel eingestellt werden, um eine für die Verarbeitung optimale Viskosität zu erzielen.

[0035] Beim Herstellungsprozess der Pastenzusammensetzungen und beim Herstellen von Teilen muss Sorgfalt geboten werden um Verunreinigung zu vermeiden, da eine solche Verunreinigung zu Defekten führen kann.

ALLGEMEINES BRENNPROFIL

[0036] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann unter Anwendung eines Brennprofils verarbeitet werden. Brennprofile sind dem Fachmann der Dickschichttechnologie durchaus bekannt. Das Entfernen des organischen Mediums und Sintern der anorganischen Materialien ist vom Brennprofil abhängig. Das Profil legt fest, ob das Medium aus dem fertigen Artikel weitgehend entfernt wird und ob die anorganischen Materialien

in dem fertigen Artikel weitgehend gesintert werden. Der Begriff "weitgehend", wie er hierin gebraucht wird, bedeutet das Entfernen von mindestens 95% des Mediums und das Sintern der anorganischen Materialien bis zu einem Punkt, wo ein zumindest hinreichender spezifischer Widerstand oder eine hinreichende Leitfähigkeit für die vorgesehene Verwendung oder Anwendung bereitgestellt werden.

ALLGEMEINE BANDHERSTELLUNG

[0037] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann in Form eines Bandes eingesetzt werden. Wenn die Zusammensetzung in Form eines Bandes verwendet wird, dann wird eine Gießmasse hergestellt und für das Bandgießen verwendet. "Gießmasse" ist ein allgemeiner Begriff, der für die Zusammensetzung bei der Bandherstellung benutzt wird, und ist ein geeignet dispergiertes Gemisch von anorganischen Pulvern, die in einem organischen Medium dispergiert sind. Eine gebräuchliche Art, eine gute Dispersion von anorganischen Pulvern in dem organischen Medium zu erzielen, ist die Anwendung eines herkömmlichen Mahlprozesses in einer Kugelmühle. Eine Kugelmühle besteht aus einem keramischen Mahlgefäß und Mahlmittel (kugelförmige oder zylindrische Pellets aus Aluminiumoxid oder Zirkoniumoxid). Das gesamte Gemisch wird in das Mahlgefäß eingebracht, und das Mahlmittel wird zugesetzt. Nach Verschließen des Gefäßes mit einem leckdichten Deckel wird es in eine Taumelbewegung versetzt, um bei einer Rollgeschwindigkeit, bei welcher der Mischwirkungsgrad optimiert wird, eine Mahlwirkung des Mahlmittels innerhalb des Gefäßes zu erzeugen. Die Rolldauer ist die Zeit, die erforderlich ist, um gut dispergierte anorganische Teilchen zu erzielen und die Leistungsdaten zu erfüllen. Die Gießmasse kann durch ein Rakel- oder Stabaufragverfahren auf das Substrat aufgetragen und anschließend bei Umgebungstemperatur oder Hitzeeinwirkung getrocknet werden. Die Beschichtungsdicke nach dem Trocknen kann je nach der Anwendung im Bereich von wenigen Mikrometern bis zu einigen -zig Mikrometern liegen.

[0038] Das Band kann mit einem Deckblatt laminiert werden, bevor es zu einer breiten Vorratsrolle aufgewickelt wird. Als Deckblatt können silikonbeschichtete Terephthalat PET-Folie, Polypropylen oder Polyethylen verwendet werden. Das Deckblatt wird entfernt, bevor das Band auf das endgültige Substrat auflaminiert wird.

TESTVERFAHREN

KLÄRZEIT

[0039] Die Klärzeit (TTC) ist als die Zeit definiert, in der eine auf ein Substrat aufgetragene oder aufgedruckte, lichtoptisch bebildungsfähige Paste durch Entwicklung unter Verwendung einer durchlaufenden Sprühentwicklungsmaschine, die 0,5 Gew.-% Natriumcarbonat in Wasser enthält, bei ~30°C mit einem Sprühdruk von 69–138 kPa (10–20 psi) vollständig entfernt wird. Die Klärzeit (TTC) wird an einem Prüfling bestimmt, nachdem die Paste aufgedruckt und getrocknet worden ist, aber vor der Belichtung mit UV-Licht.

LINIENAUFÖSUNG

[0040] Bebilderte Proben werden mit einem Zoom-Mikroskop bei einer Mindestvergrößerung von 20x mit 10x-Okularen geprüft. Die feinste Gruppe von Linien, die vollständig intakt sind und keine Kurzschlüsse (Verbindungen zwischen den Linien) oder Unterbrechungen (vollständige Unterbrechungen in einer Linie) aufweisen, ist die angegebene Linienauflösung für diese Probe.

DICKE DER TROCKENEN PROBE

[0041] Gedruckte Proben werden 20 Minuten bei 80°C getrocknet. Getrocknete Teile werden mit einem Spatel eingeritzt. Die Dicke wird an vier verschiedenen Stellen mit einem Kontaktprofilmesser gemessen, wie z. B. einem Tencor Alpha Step 2000.

DICKE DER GEBRANNTEN PROBE

[0042] Gedruckte und getrocknete Proben werden unter Anwendung eines 3-Stunden-Erhitzungsprofils mit 10 min Höchsttemperatur bei 520°C gebrannt. Die Dicke wird an vier verschiedenen Stellen mit einem Kontaktprofilmesser gemessen.

FARBMESSUNG

[0043] Die Farbe wird visuell beobachtet. Die Farbe wird an der unbedruckten Glasseite der Probe beobachtet.

tet.

BEISPIELE

HERSTELLUNG VON ZUSAMMENSETZUNGEN

A. HERSTELLUNG DES ORGANISCHEN VEHIKELS

[0044] Lösungsmittel und Acrylpolymer wurden vermischt und unter Rühren auf 80°C erwärmt. Erwärmung und Rühren wurden fortgesetzt, bis sich das gesamte Bindemittelpolymer aufgelöst hatte. Die übrigen organischen Bestandteile wurden zugesetzt, und das Gemisch wurde bei 80°C gerührt, bis sich alle Feststoffe aufgelöst hatten. Dann ließ man die Lösung abkühlen.

B. HERSTELLUNG DER GLASFRTTE

[0045] Die Glasfritte wurde im verfügbaren Zustand eingesetzt oder nötigenfalls durch Vermahlen mit Wasser in einer Sweco-Mühle mit Aluminiumoxid-Zylindern von 1,27 cm (0,5 Zoll) Durchmesser und 1,27 cm (0,5 Zoll) Länge hergestellt. Das Glasfrittengemisch wurde dann entweder gefriergetrocknet oder heißluftgetrocknet. Das Heißlufttrocknen erfolgte normalerweise bei einer Temperatur von 150°C.

C. DRUCKBEDINGUNGEN

[0046] Die Paste wurde durch Siebdruck auf Glassubstrate aufgebracht, wobei die unten beschriebenen Siebe verwendet wurden. Die Teile wurden etwa 20 Minuten bei ~80°C in einem Ofen mit Luftatmosphäre getrocknet.

[0047] Die Teile wurden als zweischichtige Struktur getestet. Die als Beispiel verwendete schwarze Paste wurde durch Siebdruck unter Verwendung eines Polyestersiebs von 355 mesh auf das Glassubstrat aufgebracht. Die Teile wurden dann etwa 20 Minuten bei ~80°C in einem Ofen mit Luftatmosphäre getrocknet. Als nächstes wurden die Teile durch Siebdruck unter Verwendung eines Maschensiebs aus 325er Edelstahl mit lichtoptisch bebildungsfähiger Fodel® DC206-Ag-Leiterpaste von DuPont überdruckt. Die Teile wurden wieder etwa 20 Minuten bei ~80°C in einem Ofen mit Luftatmosphäre getrocknet. Die Dicke der getrockneten Beschichtung für die zweischichtige Struktur wurde mit 11–12 µm gemessen.

D. VERFAHRENSBEDINGUNGEN

[0048] Die Teile wurden durch ein Photomaske unter Verwendung einer kollimierten UV-Lichtquelle belichtet. Das verwendete Energieniveau war 600 mJ/cm². Die belichteten Teile wurden unter Verwendung einer durchlaufenden Sprühentwicklungsmaschine entwickelt, die 0,5 Gew.-% Natriumcarbonat in Wasser als Entwicklerlösung enthielt. Die Temperatur der Entwicklerlösung wurde auf ~30°C gehalten, und die Entwicklerlösung wurde mit einem Druck von 69–138 kPa (10–20 psi) gesprüht. Die entwickelten Teile wurden durch Abblasen des überschüssigen Wassers mit einem Druckluftstrom getrocknet. Die getrockneten Teile wurden dann unter Anwendung eines 3-Stunden-Profils mit 10 min Höchsttemperatur von 520°C in einer Luftatmosphäre gebrannt.

ERLÄUTERUNG DER TABELLEN

[0049] In Tabelle 1 sind Formulierungen für die Beispiele 1–3 angegeben.

[0050] Tabelle 2 zeigt die Testergebnisse für die Formulierungen in Tabelle 1.

[0051] Beispiel 1 ist eine Zusammensetzung ohne das UV-bildungsfähige Polymer, wobei abgebildete Linien bei der Entwicklung abgewaschen werden. Die Beispiele 2 und 3 enthalten UV-bildungsfähige Polymere mit hoher Linien- und Raumauflösung, die während des Entwicklungsprozesses beibehalten wird.

[0052] Alle in Tabelle 1 angegebenen Werte sind Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamt-Zusammensetzung.

TABELLE 1

Beispiele	1	2	3
Formel			
Medium I	43,23		
Medium II		43,23	
Medium III			43,23
Glasfritte 1	9,61	9,61	9,61
Monomer I	2,11	2,11	2,11
Oligomer	8,45	8,45	8,45
Malonsäure	0,86	0,86	0,86
Texanol	6,72	6,72	6,72
BHT	0,19	0,19	0,19
Glasfritte 2 & Pyrochlor	28,82	28,82	28,82

TABELLE 2

Beispiel	1	2	3
Linien- und Raumauflösung (μm)	abgewaschen	40	30
Dicke der trockenen Probe (μm)	11,3	11,5	11,2
Klärzeit (Sekunden)	6,5	6,5	6,2
Belichtungsenergie (mJ/cm^2)	600	600	600
Dicke der gebrannten Probe	abgewaschen	3,8	3,2
Farbe	abgewaschen	schwarz	schwarz

GLOSSAR DER MATERIALIEN

I. ANORGANISCHE MATERIALIEN

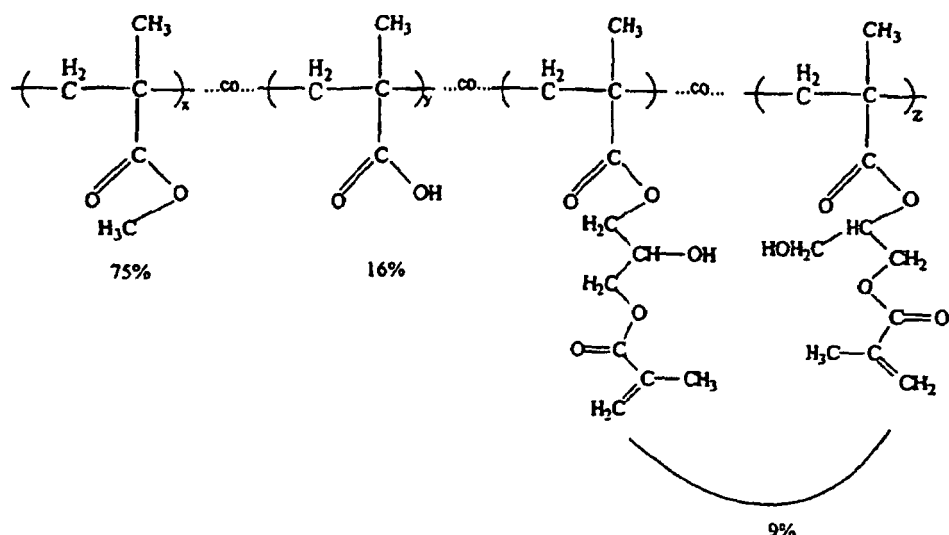
Fritte 1: Bismuth-Blei-Borsilicatglas; (Komponenten in Gew.-%), Bi_2O_3 (82), PbO (11), B_2O_3 (3,5), SiO_2 (3,5).
 Fritte 2: etwa 50 Gew.-% Glasfritte [(Komponenten in Gew.-%), SiO_2 (9,1), Al_2O_3 (1,4), PbO (77,0), B_2O_3 (12,5)]
 und ~50 Gew.-% Blei-Bismuth-Ruthenium-Pyrochlor ($\text{PbBiRu}_2\text{O}_{6,75}$).

II. POLYMERE

Polymer I: PVP/VA 5-630, ein Copolymer von 60 Gew.-% Vinylpyrrolidon und 40 Gew.-% Vinylacetat. K-Wert = 30 – 50, bezogen von ISP Technologies.

Polymer II: ein Copolymer von 75% Methylmethacrylat und 25% Methacrylsäure, massegemittelt Molekulargewicht $M_w = \sim 7000$, Säurezahl = 150, bezogen von B. F. Goodrich.

Polymer III: photochemisch vernetzbares Copolymer, das 75 Gew.-% Methylmethacrylat mit 16 Gew.-% Methacrylsäure und 9 Gew.-% Methacrylsäureester aufweist, das durch die Reaktion von Glycidylmethacrylat- und Methacrylsäureeinheiten an der Hauptkette des Ausgangspolymers gebildet wurde. Es hatte eine Glasübergangstemperatur von 102°C und ein massegemittelt Molekulargewicht von 6500. Die chemische Struktur des Polymers ist die folgende:



Polymer IV: Cyclomer-P(ACA) 2015TX, bezogen von Diacel Chemical Industries, Japan.

WEITER ORGANISCHE VERBINDUNGEN:

Monomer 1: SR-454 (Trimethylolpropanethoxytriacrylat), bezogen von Sartomer.

Oligomer: CN-138, ein niedrigviskoses Acryl oligomer, vermischt mit Methacrylsäureester, Acrylester und aromatischem Urethanacrylat. Bezogen von Sartomer.

Irgacure 651: 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenon, bezogen von Ciba Specialty Chemicals.

Irgacure 369: 2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-(4-morpholinophenyl)-1-butanon, bezogen von Ciba Specialty Chemicals.

BHT: 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol, bezogen von Aldrich Chemicals.

TAOBN: 1,4,4-Trimethyl-2,3-diazabicyclo-[3,2,2]-non-2-en-N,N'-dioxid.

Texanol: 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiolmonoisobutytrat, bezogen von Eastman Chemicals.

MEDNM-ZUSAMMENSETZUNGEN

Komponente	Medium Nr.		
	I	II	III
Texanol	65,4	65,4	65,4
Polymer I	1,53	1,53	1,53
Polymer II	36,4		
Polymer III	65,4		36,14
Polymer IV		36,14	
TAOBN	0,07	0,07	0,07
Irgacure 651	4,86	4,86	4,86
Irgacure 369	2,0	2,0	2,0

Patentansprüche

1. Lichtoptische Bildaufzeichnungszusammensetzung, die aufweist:

(I) feinverteilte Teilchen aus anorganischem Material, die aufweisen:

(d) leitfähige Teilchen, die unter RuO_2 , polynären Oxiden auf Rutheniumbasis oder deren Gemischen ausgewählt sind;

(e) ein anorganisches Bindemittel mit einer Glasübergangstemperatur im Bereich von 325 bis 600°C, einer spezifischen Oberfläche von nicht mehr als 10 m²/g und mindestens 85 Gew.-% der Teilchen mit einer Größe im Bereich von 0,1 – 10 µm; dispergiert in:

(II) einem organischen Medium; das aufweist:

(c) ein wässrig entwickelbares, photochemisch vernetzbares Polymer, das ein Copolymer, Mischpolymerisat

oder ein Gemisch davon ist, wobei jedes Copolymer oder Mischpolymerisat aufweist: (1) ein nichtsaures Comonomer mit einem C₁₋₁₀-Alkylacrylat, C₁₋₁₀-Alkylmethacrylat, Styrol, substituiertem Styrol oder einer Kombination daraus, und (2) ein saures Comonomer mit einer ethylenisch ungesättigten carbonsäurehaltigen Komponente, wobei 2–20% der carbonsäurehaltigen Komponente mit einem reaktiven Molekül zur Reaktion gebracht wird, das eine erste und eine zweite funktionelle Einheit aufweist, wobei die erste funktionelle Einheit eine Vinylgruppe ist und die zweite funktionelle Einheit in der Lage ist, durch Reaktion mit der Carbonsäurekomponente eine chemische Bindung zu bilden; das Copolymer, Mischpolymerisat oder ein Gemisch daraus mit einem Säuregehalt von mindestens 10 Gew.-% des Gesamtgewichts des Polymers; einer Glasübergangstemperatur im Bereich von 50–150°C und einem massegetragenen Molekulargewicht im Bereich von 2.000–250.000 zu bilden;

(d) ein Photoinitiationssystem; und

(f) ein organisches Lösungsmittel.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Vinylgruppe unter einer Methacrylatgruppe, einer Acrylatgruppe und einem Gemisch daraus ausgewählt ist.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die zweite funktionelle Einheit unter einem Epoxid, Alkohol, Amin und einem Gemisch daraus ausgewählt ist.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das anorganische Material ferner Au, Ag, Pd, Pt, Cu und ein Gemisch daraus aufweist.

5. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das organische Medium ferner ein photochemisch härtbares Monomer aufweist.

6. Zusammensetzung nach Anspruch 1, die in Form einer Paste vorliegt, die sich zum Siebdruck eignet.

7. Folie, die eine Schicht aus der Zusammensetzung nach Anspruch 1 aufweist, wobei die Zusammensetzung getrocknet worden ist, um das organische Lösungsmittel zu entfernen.

8. Gegenstand, der eine Schicht aus der Zusammensetzung nach Anspruch 1 aufweist, wobei die Zusammensetzung erhitzt worden ist, um das organische Medium weitgehend zu entfernen und das anorganische Material im wesentlichen zu sintern.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen