 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2011-0014673 (43) 공개일자 2011년02월11일
<p>(51) Int. Cl. <i>G03F 7/027</i> (2006.01) <i>C08G 79/04</i> (2006.01) <i>C08L 85/02</i> (2006.01) <i>H01B 1/20</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2010-7029429</p> <p>(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년05월29일 심사청구일자 2010년12월28일</p> <p>(85) 번역문제출일자 2010년12월28일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2009/045590</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2009/146400 국제공개일자 2009년12월03일</p> <p>(30) 우선권주장 61/057,343 2008년05월30일 미국(US)</p>	<p>(71) 출원인 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니 미합중국 데라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시 마아캣트 스트리트 1007</p> <p>(72) 발명자 이토, 가즈시게 일본 가나가와현 요코하마 나라 아오바쿠 9-2 구로키, 마사카츠 일본 211-0041 가나가와현 가와사끼시 시모-오다 나까 나카하라쿠 1-5-27-405</p> <p>(74) 대리인 양영준, 양영환, 김영</p>

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 감광성 페이스트 및 소결 층

(57) 요약

유리 프리트; 유기 결합제; 적어도 일부분이 구조 내에 인 원자를 포함하는 중합성 단량체; 광중합 개시제; 및 유기 용매를 포함하는 감광성 페이스트가 개시된다.

특허청구의 범위

청구항 1

유리 프리트;
유기 결합제;
적어도 일부분이 구조 내에 인 원자를 포함하는 중합성 단량체;
광중합 개시제; 및
유기 용매를 포함하는 감광성 페이스트.

청구항 2

제1항에 있어서, 전도성 분말을 추가로 포함하는 감광성 페이스트.

청구항 3

제2항에 있어서, 감광성 페이스트의 총 중량을 기준으로, 전도성 분말의 함량은 50 내지 75 중량%이며, 유리 프리트의 함량은 0.5 내지 10 중량%이고, 유기 결합제의 함량은 5 내지 25 중량%이며, 중합성 단량체의 함량은 1 내지 15 중량%이고, 광중합 개시제의 함량은 3 내지 15 중량%이며, 유기 용매의 함량은 5 내지 15 중량%인 감광성 페이스트.

청구항 4

제1항에 있어서, 흑색 안료 및 선택적으로 전도성 분말을 추가로 포함하는 감광성 페이스트.

청구항 5

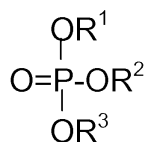
제4항에 있어서, 감광성 페이스트의 총량을 기준으로, 전도성 분말의 함량은 0 내지 1.5 중량%이며, 흑색 안료의 함량은 5 내지 20 중량%이고, 유리 프리트의 함량은 15 내지 40 중량%이며, 유기 결합제의 함량은 5 내지 20 중량%이고, 중합성 단량체의 함량은 3 내지 12 중량%이며, 광중합 개시제의 함량은 5 내지 15 중량%이고, 유기 용매의 함량은 10 내지 25 중량%인 감광성 페이스트.

청구항 6

제1항에 있어서, 감광성 페이스트는 절연 페이스트이며, 감광성 페이스트의 총량을 기준으로, 유리 프리트의 함량은 20 내지 80 중량%이고, 유기 결합제의 함량은 5 내지 20 중량%이며, 중합성 단량체의 함량은 3 내지 12 중량%이고, 광중합 개시제의 함량은 0.1 내지 10 중량%이며, 유기 용매의 함량은 5 내지 20 중량%인 감광성 페이스트.

청구항 7

제1항에 있어서, 중합성 단량체는 하기 화학식을 갖는 감광성 페이스트:



(여기서, $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$, $-\text{R}^3$ 은 독립적으로 $-\text{H}$, 알킬, 아릴 또는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 갖는 가교결합 기이며, $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$ 및 $-\text{R}^3$ 중 적어도 하나는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 가짐).

청구항 8

제1항에 있어서, 중합성 단량체는 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필

포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시) 프로필 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트 및 트라이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 감광성 페이스트.

청구항 9

제1항에 있어서, 중합성 단량체의 총 중량을 기준으로 중합성 단량체의 1 내지 10 중량%는 구조 내에 인 원자를 포함하는 감광성 페이스트.

청구항 10

유리 프리트, 유기 결합제, 적어도 일부분이 구조 내에 인 원자를 포함하는 중합성 단량체, 광중합 개시제, 및 유기 용매를 포함하는 감광성 페이스트를 코팅하는 단계와;

코팅된 페이스트를 건조시키는 단계와;

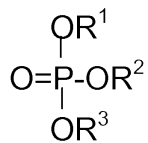
코팅된 페이스트를 노광하여 중합을 선택적으로 진행하는 단계와;

코팅된 페이스트를 현상하여 패턴을 형성하는 단계와;

생성된 패턴을 소성하는 단계를 포함하는, 전기 소자의 패턴을 제조하는 방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 중합성 단량체는 하기 화학식을 갖는, 전기 소자의 패턴을 제조하는 방법:



(여기서, $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$, $-\text{R}^3$ 은 독립적으로 $-\text{H}$, 알킬, 아릴 또는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 갖는 가교결합 기이며, $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$ 및 $-\text{R}^3$ 중 적어도 하나는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 가짐).

청구항 12

제10항에 있어서, 중합성 단량체는 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시) 프로필 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트 및 트라이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트로 이루어진 군으로부터 선택되는, 전기 소자의 패턴을 제조하는 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 감광성 페이스트, 그리고 더 구체적으로는 감광성 페이스트에 포함되는 단량체 성분의 개선에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 페이스트는 전극 또는 저항 패턴과 같은 전도성 패턴을 형성하기 위하여 널리 사용된다. 페이스트는 형성된 패턴에 기능을 부여하는 기능성 성분과, 탁월한 특성을 페이스트 그 자체에 부여하는 기타 성분을 포함한다. 예를 들어, 전극용 전도성 페이스트는 전도성 분말, 유리 프리트, 유기 결합제, 유기 용매, 및 첨가제, 예컨대 안정

제를 포함한다. 전도성 분말은 전도성을 형성된 전극에 부여한다. 유리 프린트는 전도성 분말을 소결된 전극 내에 유지하기 위한 결합제로서 작용한다. 유기 결합제는 페이스트 내에 분산된 각각의 성분을 유지하기 위한 결합제로서 작용한다.

[0003] 전기 재료의 개발에서, 미세 패턴에 대한 요구가 증가하고 있다. 감광성 페이스트는 이러한 요구를 충족시키도록 개발되었다. 감광성 페이스트는 페이스트의 성분으로서 광중합 개시제 및 단량체를 포함하며, 중합은 광이 조사되는 영역에서 진행된다(네거티브형 감광성 페이스트). 개발 공정을 따른 후에, 상기 영역은 패턴으로서 남아있게 된다. 스크린 인쇄와 비교할 때, 보다 미세한 패턴이 감광성 페이스트의 사용에 의해 형성될 수 있다.

[0004] 그러나, 언더컷(undercut)이 감광성 페이스트에 의한 패턴 형성에서 심각한 문제로 대두되고 있다. 언더컷은 패턴이 안쪽으로 부식되는 방식으로 현상하는 동안 바닥 부분에서 패턴의 폭이 좁아지게 됨을 의미한다. 대개 언더컷은 무기 안료를 포함하는 감광성 페이스트로부터 형성된 패턴에서 보이며, 그 이유는 조사된 광이 페이스트 층에서 강하게 흡수 또는 반사되기 때문이다. 패턴의 폭이 넓을 때, 언더컷의 영향은 상대적으로 적으며 무시가능하다. 그러나, 패턴의 폭이 좁을 때에는, 언더컷은 패턴의 특성에 영향을 주게 된다. 예를 들어, 언더컷의 양이 10 마이크로미터라면, 100 마이크로미터의 패턴 폭은 현상에 의해 90 마이크로미터로 감소된다. 동일한 전계 하에서, 30 마이크로미터의 패턴 폭은 20 마이크로미터로 감소된다. 패턴이 전도성 층인 경우, 패턴 폭의 그러한 엄청난 변화는 전도성 패턴과 인접 기관 사이의 보다 작은 접촉 면적을 의미하며, 이는 저항을 증가시키게 된다. 게다가, 언더컷에 의해 야기되는 패턴과 기관 사이의 감소된 접촉 면적은 보다 적은 부착성을 유발하며, 이는 전기 제품에 결함이 생기게 한다.

[0005] 그런데, 플라즈마 디스플레이 패널(plasma display panel, PDP)의 전방 패널은 전형적으로 2층 구조를 갖는 버스 전극을 가지며, 여기서 백색 전극 및 흑색 전극은 패널의 콘트라스트(contrast)의 개선을 위하여 층화된다. 전형적인 구조는, PDP의 시청자 측으로부터, 전방 유리 / 투명 전극 / 흑색 전극 / 백색 전극이다. 흑색 전극의 언더컷이 이 구조물에서 클 경우, 백색 전극의 일부분을 시청자가 볼 수 있으며, 이는 콘트라스트를 저하시킨다.

[0006] 감광성 페이스트에서 사용되는 통상적인 단량체로서, 에틸렌계 불포화 단량체, 예를 들어 헥사다이올 트라이아크릴레이트 및 에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트가 널리 사용된다(미국 특허 제6790596호, 미국 특허 제6749994호, 미국 특허 제6132937호, 미국 특허 제6197480호 참조). 현상 동안 언더컷이 덜한 감광성 페이스트를 제공할 필요가 있다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명은 감광성 페이스트의 단량체로서 인-함유 단량체를 사용함으로써 언더컷을 방지한다.

[0008] 구체적으로, 본 발명의 일 태양은 유리 프린트; 유기 결합제; 적어도 일부분이 구조 내에 인 원자를 포함하는 중합성 단량체; 광중합 개시제; 및 유기 용매를 포함하는 감광성 페이스트이다.

[0009] 본 발명의 다른 태양은 전기 소자의 패턴을 제조하는 방법이며, 이는 유리 프린트, 유기 결합제, 적어도 일부분이 구조 내에 인 원자를 포함하는 중합성 단량체, 광중합 개시제, 및 유기 용매를 포함하는 감광성 페이스트를 코팅하는 단계와; 코팅된 페이스트를 건조시키는 단계와; 코팅된 페이스트를 노광하여 중합을 선택적으로 진행하는 단계와; 코팅된 페이스트를 현상하여 패턴을 형성하는 단계와; 생성된 패턴을 소성하는 단계를 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0010] <도 1>

도 1은 AC 플라즈마 디스플레이 패널 장치를 개략적으로 도시하는 확대 사시도이다.

<도 2>

도 2는 투명 전극들을 갖는 유리 기관 상에 이중층 버스 전극들을 생성하기 위한 일련의 공정들을 도시하는데, 각각의 도면은 (A) 흑색 버스 전극을 형성하기 위한 페이스트가 도포되는 단계, (B) 백색 전극을 형성하기 위한 페이스트가 도포되는 단계, (C) 소정의 패턴이 노광되는 단계, (D) 현상 단계, 및 (E) 소결 단계를 도시한다.

<도 3>

도 3은 인 단량체의 함량과 언더컷의 양 사이의 관계를 도시하는 그래프이다.

<도 4>

도 4는 인-함유 단량체의 함량과 박리 결함(peel-off defect)의 양 사이의 관계를 도시하는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 발명은 개선된 감광성 페이스트에 관한 것이다. 본 발명의 감광성 페이스트는 전도성이거나 절연성일 수 있으며, 전도 및 절연의 목적으로 사용될 수 있다. 전도성 페이스트는 미세 전극 패턴, 미세 전도성 패턴 또는 기타 그러한 패턴 형성 용도를 형성하기 위하여 사용될 수 있다. 절연 페이스트를 사용하여 미세 저항 패턴, 미세 절연 패턴, 유전체 패턴 등을 형성한다.
- [0012] 감광성 페이스트의 성분은 페이스트의 응용에 따라 달라진다. 전극용 전도성 페이스트는 전형적으로 주 성분으로서 은 분말과 같은 전도성 성분을 포함한다. 이와는 대조적으로, 절연 페이스트는 전형적으로 주 성분으로서 유리 프리트를 포함한다. 각각의 응용에 있어서 성분들의 전형적인 함량이 이하에 예시되어 있다.
- [0013] 감광성 전도성 페이스트 중 각각의 성분의 바람직한 함량이 하기에 예시되어 있다. 각각의 성분을 하기 함량으로 포함하는 감광성 페이스트는 PDP와 같은 전기 소자에서 전극 패턴을 형성하는 데 사용될 수 있다.
- [0014] 전도성 분말의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 50 내지 75 중량%, 더 바람직하게는 60 내지 75 중량%이다. 유리 프리트의 함량은 감광성 페이스트의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 0.5 내지 10 중량%, 더 바람직하게는 0.5 내지 3 중량%이다. 유기 결합제의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 25 중량%, 더 바람직하게는 10 내지 15 중량%이다. 중합성 단량체의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 1 내지 15 중량%, 더 바람직하게는 2 내지 10 중량%이다. 중합 개시제의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 1 내지 15 중량%, 더 바람직하게는 2 내지 8 중량%이다. 유기 용매의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 15 중량%, 더 바람직하게는 7 내지 10 중량%이다.
- [0015] 보다 우수한 콘트라스트를 위해 형성되는 PDP 흑색 전극용 페이스트 중 각각의 성분의 바람직한 함량은 하기에 예시되어 있다.
- [0016] 흑색 안료의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 20 중량%, 더 바람직하게는 8 내지 15 중량%이다. 유리 프리트의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 15 내지 40 중량%, 더 바람직하게는 25 내지 35 중량%이다. 유기 결합제의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 20 중량%, 더 바람직하게는 10 내지 15 중량%이다. 중합성 단량체의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 3 내지 12 중량%, 더 바람직하게는 5 내지 10 중량%이다. 중합 개시제의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 1 내지 15 중량%, 더 바람직하게는 5 내지 10 중량%이다. 유기 용매의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 10 내지 25 중량%, 더 바람직하게는 15 내지 22 중량%이다.
- [0017] 흑색 버스 전극 중 전도성 분말의 함량은 흑색 안료의 전도도 및 목적에 따라 달라진다. 예를 들어, 산화루테튬 또는 루테튬 파이로클로르와 같이 어느 정도 전도성을 갖는 흑색 안료가 PDP의 흑색 버스 전극 형성에 사용될 경우, 첨가되는 전도성 분말의 함량은 0일 수 있다. 상기 배경이 주어진다면, 흑색 버스 전극용 페이스트에서의 바람직한 함량은 하기와 같다.
- [0018] 전도성 분말의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 0 내지 1.5 중량%, 더 바람직하게는 0.05 내지 0.5 중량%이다.
- [0019] 감광성 전도성 페이스트 중 각각의 성분의 바람직한 함량이 하기에 예시되어 있다. 각각의 성분을 하기 함량으로 포함하는 감광성 페이스트는 PDP와 같은 전기 소자에서 전극 패턴을 형성하는 데 사용될 수 있다.
- [0020] 유리 프리트의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 20 내지 80 중량%, 더 바람직하게는 40 내지 70 중량%이다. 유기 결합제의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 20 중량%, 더 바람직하게는 7 내지 15 중량%이다. 중합성 단량체의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 3 내지 12 중량%, 더 바람직하게는 5 내지 10 중량%이다. 중합 개시제의 함량은 감광성 페이스트의 총량

을 기준으로 바람직하게는 0.1 내지 10 중량%, 더 바람직하게는 0.2 내지 5 중량%이다. 유기 용매의 함량은 감광성 페이스트의 총량을 기준으로 바람직하게는 5 내지 20 중량%, 더 바람직하게는 7 내지 15 중량%이다.

[0021] 본 발명에서 전도성 조성물의 구성성분들이 먼저 순서대로 기술될 것이다. 그러나, 본 페이스트는 페이스트의 사용법에 따라 하기 성분들 중 필요한 성분들을 필요량으로 포함한다. 본 발명의 페이스트는 하기 성분들 전부를 반드시 포함할 필요는 없다. 예를 들어, 전도성 분말은 절연 페이스트에 일반적으로 포함되는 것은 아니다.

[0022] (A) 전도성 분말

[0023] 전도성 금속 분말은 본 발명의 페이스트로부터 형성되는 패턴에 전도성을 제공한다. 그러한 전도성 금속은 금, 은, 백금, 팔라듐, 구리, 알루미늄, 니켈 또는 그 합금을 포함하지만, 이에 한정되지 않는다. 합금은 Ag-Pd 합금, Ag-Pt 합금, Ag-Pt-Pd 합금, Pt-Pd 합금을 포함하지만, 이에 한정되지 않는다. 비용 및 효과의 견지에서, 합금은 바람직하게는 Ag-Pd 합금, Ag-Pt-Pd 합금 또는 Pt-Pd 합금, 그리고 더 바람직하게는 Ag-Pd 합금이다. 코어-셸형 분말이 사용될 수 있다. 코어-셸형 분말의 예는 은 또는 금으로 코팅된 구리, 니켈, 알루미늄 및 텅스텐을 포함한다. 바람직한 금속 분말은 금, 은, 팔라듐, 백금, 구리 및 그 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 가장 바람직한 금속 분말은 은이다. 은은 통상적으로 입수가능하며 저렴하다. 은의 소결 온도는 금과 같은 다른 금속과 비교하여 상대적으로 낮다. 더욱이, 공기 조건과 같은 산소-함유 분위기 하에서 은 금속을 소결하는 것이 가능하다.

[0024] 구형 분말 및 플레이크(막대형, 원뿔형 및 판형)를 포함하는 실질적으로 임의의 형태의 금속 분말을 본 발명의 조성물에 사용할 수 있다. 바람직한 형태는 구형이며, 그 이유는 구형 분말이 다른 형태보다 상대적으로 더 우수한 충전 비 및 UV 투과성을 갖기 때문이다.

[0025] 전도성 분말은 평균 입자 직경(PSD D50)이 0.1 내지 10.0 마이크로미터 범위이다. 평균 입자 직경(PSD D50)이 10.0 마이크로미터 초과일 때, 패턴에서의 결함의 수가 증가하는 경향이 있다. 평균 입자 직경(PSD D50)이 0.1 마이크로미터 미만일 때, 페이스트의 분산 및 노광 민감성이 불량해지는 경향이 있다. 여기서, 평균 입자 직경(PSD D50)은 입자 크기 분포가 제공된 때 입자 개수의 적분값의 50%에 대응하는 입자 직경을 의미한다. 입자 크기 분포는 마이크로트랙(Microtrac)의 X100과 같은 구매가능한 측정 장치를 사용하여 측정될 수 있다.

[0026] 전도성 분말은 비표면적이 0.3 내지 2 m²/g 범위이다. 상기 범위 내에서, 버닝된(burned) 필름 패턴의 직선 경로(rectilinear path)가 탁월해지는 경향이 있으며 페이스트의 분산 및 노광 민감성도 탁월해지는 경향이 있다.

[0027] (B) 유리 분말(유리 프리트)

[0028] 유리 분말은 형성된 패턴에서 성분들의 결합체로서 작용한다. 본 발명에서 사용되는 유리 분말은 구체적으로 한정되지 않는다. 기관과의 부착을 보장하도록 충분히 낮은 연화점을 갖는 분말이 보통 사용된다.

[0029] 유리 분말의 연화점은 보통 325 내지 700℃, 바람직하게는 350 내지 650℃, 그리고 더 바람직하게는 375 내지 600℃이다. 325℃보다 낮은 온도에서 용융이 일어나면, 유기 물질이 감싸여지게 되는 경향이 있을 것이고, 유기 물질의 후속적인 열화는 페이스트에 기포(blister)가 생성되게 할 것이다. 한편, 700℃ 초과 연화점은 페이스트 부착을 약화시킬 것이며 유리 기관에 손상을 입힐 수 있다.

[0030] 유리 분말의 유형은 비스무트계 유리 분말, 붕산계 유리 분말, 인계 유리 분말, Zn-B계 유리 분말, 및 납계 유리 분말을 포함한다. 환경에 가해지는 부담을 고려하여, 무연(lead-free) 유리 분말의 사용이 바람직하다.

[0031] 유리 분말은 당업계에 잘 알려진 방법에 의해 제조될 수 있다. 예를 들어, 유리 성분은 산화물, 수산화물, 카르보네이트 등과 같은 원재료를 혼합하고 용융시키며 급냉에 의해 컬릿(cullet)으로 만든 다음 기계적 미분화(습식 또는 건식 밀링)에 의해 제조될 수 있다. 그 후에, 필요한 경우, 원하는 입자 크기로 분류가 수행된다.

[0032] 유리 분말의 비표면적은 10 m²/g 이하인 것이 바람직하다. 유리 분말의 90 중량% 이상은 0.4 내지 10 μm의 입자 직경을 갖는 것이 바람직하다.

[0033] (C) 유기 결합제

[0034] 전도성 분말, 유리 분말, 및 흑색 안료와 같은 구성성분들이 조성물에 분산되게 하도록 유기 결합제가 사용된다. 유기 결합제는 승온에서의 소결 공정에서 번 오프된다(burned off).

[0035] 본 발명의 조성물이 감광 조성물을 생성하는 데 사용될 때, 유기 결합제를 선택하는 데 있어서 수성 시스템에서의 현상을 고려하는 것이 바람직하다. 높은 분해능을 갖는 것이 선택되는 것이 바람직하다.

- [0036] 유기 결합체의 예는, (1) C₁ 내지 C₁₀ 알킬 아크릴레이트, C₁ 내지 C₁₀ 알킬 메타크릴레이트, 스티렌, 치환된 스티렌 또는 이들의 조합을 함유하는 비-산성 공단량체, 및 (2) 에틸렌계 불포화 카르복실산-함유 성분을 함유하는 산성 공단량체로부터 제조된 공중합체를 포함한다. 산성 공단량체가 페이스트에 존재할 때, 산성 작용기는 0.8% 탄산나트륨 수용액과 같은 수성 염기에서의 현상을 허용할 것이다. 산성 공단량체 함량은 중합체 중량을 기준으로 15 내지 30 중량%인 것이 바람직하다.
- [0037] 더 적은 양의 산성 공단량체는, 수성 염기 때문에 도포된 페이스트의 현상을 복잡하게 할 수 있는 반면, 너무 많은 산성 공단량체는 현상 조건 하에서 페이스트의 안정성을 감소시킴으로써 이미지가 형성될 영역에서 부분적인 현상만 초래할 수 있다.
- [0038] 적합한 산성 공단량체는, (1) 아크릴산, 메타크릴산, 또는 크로톤산과 같은 에틸렌계 불포화 모노카르복실산, (2) 푸마르산, 이타콘산, 시트라콘산, 비닐석신산, 및 말레산과 같은 에틸렌계 불포화 다이카르복실산, (3) (1)과 (2)의 헤미에스테르, 및 (4) (1)과 (2)의 무수물을 포함한다. 둘 이상의 종류의 산성 공단량체들이 동시에 사용될 수 있다. 저산소 분위기에서의 가연성을 고려하여, 메타크릴 중합체가 아크릴 중합체보다 더 바람직하다.
- [0039] 비-산성 공단량체가 전술된 알킬 아크릴레이트 또는 알킬 메타크릴레이트일 때, 비-산성 공단량체는 중합체 중량을 기준으로 70 내지 75 중량%인 것이 바람직하다. 비-산성 공단량체가 스티렌 또는 치환된 스티렌일 때, 비-산성 공단량체는 중합체 중량을 기준으로 약 50 중량%를 차지하는 것이 바람직하고, 나머지 50 중량%는 말레산 무수물의 헤미에스테르와 같은 산 무수물인 것이 바람직하다. α-메틸스티렌이 바람직한 치환된 스티렌이다.
- [0040] 유기 결합체는 중합체 분야에서 잘 알려진 기술을 사용하여 생성될 수 있다. 예를 들어, 산성 공단량체가 비교적 낮은 비등점(75 내지 150℃)을 갖는 유기 용매 중에서 하나 이상의 공중합성 비-산성 공단량체와 혼합되어 10 내지 60% 단량체 혼합물을 얻을 수 있다. 이어서, 생성된 단량체에 중합 촉매를 첨가함으로써 중합이 일어난다. 생성된 혼합물이 용매의 환류(reflux) 온도로 가열된다. 중합체 반응이 실질적으로 완료되면, 생성된 중합체 용액이 상온으로 냉각되어 샘플을 회수한다.
- [0041] 유기 결합체의 분자량은 구체적으로 한정되지 않지만, 바람직하게는 50,000 미만, 더 바람직하게는 25,000 미만, 더욱 더 바람직하게는 15,000 미만이다.
- [0042] 본 발명의 전도성 조성물이 스크린 인쇄에 의해 도포될 때, 유기 결합체의 Tg(유리 전이 온도)는 40℃ 초과인 것이 바람직하다. 그 온도보다 낮은 Tg를 갖는 결합체는 일반적으로 페이스트가 스크린 인쇄 후에 건조될 때 고도로 접착성인 페이스트가 얻어지게 한다. 더 낮은 유리 전이 온도는 스크린 인쇄 이외의 다른 수단에 의해 도포되는 재료에 대하여 사용될 수 있다.
- [0043] (D) 유기 용매
- [0044] 유기 용매를 사용하는 주요 목적은 조성물에 함유된 고형물의 분산물이 기판에 용이하게 도포되게 하는 것이다. 이와 같이, 유기 용매는 무엇보다도 고형물이 분산되게 하면서 적합한 안정성을 유지하는 것이 바람직하다. 두 번째로, 분산물에 유리한 도포 특성을 주기 위해 유기 용매의 유동학적 특성이 바람직하다.
- [0045] 유기 용매는 단일 성분이거나 또는 유기 용매들의 혼합물일 수 있다. 선택되는 유기 용매는 중합체 및 기타 유기 성분들이 완전히 용해될 수 있는 것이 바람직하다. 선택되는 유기 용매는 조성물 중의 다른 성분들에 대하여 비활성인 것이 바람직하다. 유기 용매는 충분히 높은 휘발성을 갖는 것이 바람직하며, 분위기 내에서 비교적 낮은 온도에서 도포될 때에도 분산물로부터 증발 제거될 수 있는 것이 바람직하다. 용매는 인쇄 공정 동안 보통 온도에서 스크린 상의 페이스트가 급속하게 건조될 정도로는 휘발성이지 않은 것이 바람직하다.
- [0046] 보통 압력에서의 유기 용매의 비등점은 300℃ 이하, 바람직하게는 250℃ 이하인 것이 바람직하다.
- [0047] 유기 용매의 구체적인 예에는, 지방족 알코올 및 이들 알코올들의 에스테르, 예를 들어 아세테이트 에스테르 또는 프로피오네이트 에스테르; 테르펜, 예를 들어 테레빈유(turpentine), α- 또는 β-테르펜올, 또는 이들의 혼합물; 에틸렌 글리콜 또는 에틸렌 글리콜의 에스테르, 예를 들어 에틸렌 글리콜 모노부틸 에테르 또는 부틸 셀로솔브 아세테이트; 부틸 카르비톨 또는 카르비톨의 에스테르, 예를 들어 부틸 카르비톨 아세테이트 및 카르비톨 아세테이트; 및 텍사놀 (2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 모노아이스부티레이트)가 포함된다.
- [0048] (E) 흑색 안료
- [0049] 형성된 패턴의 흑도를 보장하기 위하여 흑색 안료가 사용된다. 예를 들어, PDP 버스 전극의 흑색 층용 페이스

트는 디스플레이의 콘트라스트의 증가를 위하여 흑색 안료를 포함한다.

[0050] 본 발명의 흑색 안료는 구체적으로 한정되지 않는다. 예에는, Co_3O_4 , 크롬-구리-코발트 산화물, 크롬-구리-망간 산화물, 크롬-철-코발트 산화물, 루테튬 산화물, 루테튬 파이오클로르, 란탄 산화물(예를 들어, $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CoO}_3$), 망간 코발트 산화물, 및 바나듐 산화물(예를 들어, V_2O_3 , V_2O_4 , V_2O_5)이 포함된다. 환경에 가해지는 부담, 재료 비용, 흑도의 정도, 및 형성된 패턴의 전기적 특성을 고려하여, Co_3O_4 (사산화삼코발트)가 바람직하다. 둘 이상의 유형이 사용될 수 있다.

[0051] (F) 광중합 개시제

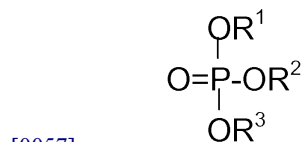
[0052] 바람직한 광개시제는 열적으로 불활성이지만 185°C 이하의 온도에서 화학선에 노출될 때 자유 라디칼을 생성할 것이다. 예에는 콘쥬게이트된 카르복실 시스템에서 2개의 분자내 고리를 갖는 화합물이 포함된다. 바람직한 광개시제의 보다 구체적인 예에는 EDAB(에틸 4-다이메틸 아미노벤조에이트), DETX(다이에틸티옥산톤), 2-메틸-[4-(메틸티오)-페닐]-2-모르폴리노-1-프로판올, 9,10-안트라퀴논, 2-메틸 안트라퀴논, 2-에틸 안트라퀴논, 2-t-부틸 안트라퀴논, 옥타메틸 안트라퀴논, 1,4-나프토크논, 9,10-페난트렌퀴논, 벤조[a]안트라센-7,12-다이온, 2,3-나프타센-5,12-다이온, 2-메틸-1,4-나프토크논, 1,4-다이메틸 안트라퀴논, 2,3-다이메틸 안트라퀴논, 2-페닐 안트라퀴논, 2,3-다이페닐 안트라퀴논, 레텐퀴논, 7,8,9,10-테트라하이드로나프타센-5,12-다이온, 및 1,2,3,4-테트라하이드로벤조[a]안트라센-7,12-다이온이 포함된다.

[0053] 사용될 수 있는 기타 화합물에는 미국 특허 제2,850,445호, 제2,875,047호, 제3,074,974호, 제3,097,097호, 제3,145,104호, 제3,427,161호, 제3,479,185호, 제3,549,367호, 및 제4,162,162호에서 주어진 것들이 포함된다.

[0054] (G) 광중합성 단량체

[0055] 본 발명은 구조 내에 인 원자를 포함하는 단량체를 포함한다. 그러한 단량체는 현상 공정 동안 당해 양의 언더컷을 방지할 수 있다. 언더컷의 방지는 다양한 이익들을 형성된 패턴에 가져온다. 상기 이익들 중 하나는 저항의 감소에 의해 야기되는 전자 소자의 낮은 소비 전력이다. 다른 이익으로는 감소된 결함률이 있는데, 이는 패턴 칩에 관련된다.

[0056] 인-함유 단량체는 바람직하게는 하기 구조를 갖는다:



[0058] $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$, $-\text{R}^3$ 은 독립적으로 -H, 알킬, 아릴 또는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 갖는 가교결합 기이며, $-\text{R}^1$, $-\text{R}^2$ 및 $-\text{R}^3$ 중 적어도 하나는 에틸렌계 불포화 이중 결합을 갖는다. 더 구체적으로는, 가교결합 기는 하기 화학식 $-(\text{R}^4)_x-\text{C}(=\text{O})-\text{C}(-\text{R}^5)=\text{CH}_2$ 로 나타내어진다. $-\text{R}^4$ -는 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ 또는 $-\text{C}_6\text{H}_5\text{O}-$ 이며, 여기서 x는 1 내지 9의 정수이고, $-\text{R}^5$ 는 -H 또는 $-\text{CH}_3$ 이다.

[0059] 인-함유 단량체는 바람직하게는 중합 동안 링커로서 작용할 수 있는 2개 또는 3개의 기를 갖는다. 언더컷 방지의 견지에서, 인-함유 단량체는 바람직하게는 중합 동안 링커로서 작용할 수 있는 3개의 기를 갖는다. 더 구체적으로는, 상기 구조식에서 R^1 , R^2 및 R^3 전부가 수소이며, R^1 , R^2 및 R^3 전부가 에틸렌계 불포화 이중 결합을 갖는다.

[0060] 인-함유 단량체는 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트, 모노-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 다이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 옥시 프로필 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 트라이-2-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 에틸) 포스페이트, 모노-(메트)아크릴로일 폴리(옥시) 프로필 포스페이트, 다이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트, 트라이-(메트)아크릴로일 폴리(옥시 프로필) 포스페이트를 포함하지만, 이에 한정되지 않는다. 2가지 이상의 인-함유 단량체가 조합되어 사용될 수 있다.

- [0061] 본 발명의 페이스트는 인-함유 단량체에 더하여 다른 중합성 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 에틸렌계 불포화 단량체가 페이스트에 포함될 수 있다.
- [0062] 기타 중합성 단량체가 특별히 한정되는 것은 아니다. 예에는, 적어도 하나의 중합성 에틸렌 기를 갖는 에틸렌계 불포화 화합물이 포함된다.
- [0063] 단독으로 또는 다른 단량체와 조합되어 사용될 수 있는 바람직한 기타 단량체는 t-부틸 (메트)아크릴레이트, 1,5-펜탄다이올 다이(메트)아크릴레이트, N,N-다이메틸아미노에틸 (메트)아크릴레이트, 에틸렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 1,4-부탄다이올 다이(메트)아크릴레이트, 다이에틸렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 헥사메틸렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 1,3-프로판다이올 다이(메트)아크릴레이트, 데카메틸렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 1,4-사이클로헥산다이올 다이(메트)아크릴레이트, 2,2-다이메틸올 프로판 다이(메트)아크릴레이트, 글리세롤 다이(메트)아크릴레이트, 트라이프로필렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 글리세롤 트라이(메트)아크릴레이트, 트라이메틸올 프로판 트라이(메트)아크릴레이트, 미국 특허 제3,380,381호에 주어진 화합물, 미국 특허 제5,032,490호에 개시된 화합물, 2,2-다이(p-하이드록시페닐)-프로판 다이(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨 테트라(메트)아크릴레이트, 트라이에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 폴리옥시에틸-1,2-다이-(p-하이드록시에틸)프로판 다이메타크릴레이트, 비스페놀 A 다이-[3-(메트)아크릴옥시-2-하이드록시프로필]에테르, 비스페놀 A 다이-[2-(메트)아크릴옥시에틸]에테르, 1,4-부탄다이올 다이-(3-메타크릴옥시-2-하이드록시프로필)에테르, 트라이에틸렌 글리콜 다이메타크릴레이트, 폴리옥시프로필 트라이메틸올 프로판 트라이아크릴레이트, 트라이메틸올 프로판 에톡시 트라이아크릴레이트, 부틸렌 글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 1,2,4-부탄다이올 트라이(메트)아크릴레이트, 2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 다이(메트)아크릴레이트, 1-페닐에틸렌-1,2-다이메타크릴레이트, 다이알릴 푸마레이트, 스티렌, 1,4-벤젠다이올 다이메타크릴레이트, 1,4-다이아이소프로페닐 벤젠, 1,3,5-트라이아이소프로페닐 벤젠, 모노하이드록시폴리카프로락톤 모노아크릴레이트, 폴리에틸렌 글리콜 다이아크릴레이트, 및 폴리에틸렌 글리콜 다이메타크릴레이트를 포함한다. 여기에서, "(메트)아크릴레이트"는 아크릴레이트와 메타크릴레이트 둘 모두를 나타내는 약어이다. 상기 단량체는 폴리옥시에틸화 또는 에틸화와 같은 개질을 겪을 수 있다.
- [0064] 대안적으로, 상기 단량체의 올리고머가 사용될 수 있다. 본 명세서에서 "단량체"는 중합성 성분을 설명하기 위하여 사용된다. 그러나, 그러한 올리고머가 본 발명의 페이스트에서 사용되는 경우, 단량체와 관련된 본 명세서에서의 설명은 올리고머에 적용될 수 있다.
- [0065] 인-함유 단량체 및 기타 단량체가 조합되어 사용되는 경우, 인-함유 단량체의 함량은 중합성 단량체의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 1 중량% 초과, 더 바람직하게는 1.5 중량% 초과, 더욱 더 바람직하게는 3 중량% 초과, 더욱 더 바람직하게는 5 중량% 초과, 그리고 가장 바람직하게는 6 중량% 초과이다. 인-함유 단량체의 함량이 클수록 언더컷의 양은 더 적어진다.
- [0066] 이와는 대조적으로, 페이스트가 너무 많은 부피의 인-함유 단량체를 포함할 때, 형성된 패턴은 현상 조건에 따라 인접 기관으로부터 제거될 수도 있다. 매우 가혹한 조건이 현상을 위하여 수정되는 경우, 인-함유 단량체의 함량을 조정하는 것이 바람직하다. 구체적으로, 인-함유 단량체의 함량은 중합성 단량체의 총 중량을 기준으로 바람직하게는 20 중량% 미만, 더 바람직하게는 15 중량% 미만, 더욱 더 바람직하게는 10 중량% 미만, 더욱 더 바람직하게는 8 중량% 미만, 그리고 가장 바람직하게는 8 중량% 미만이다.
- [0067] (H) 추가 성분들
- [0068] 페이스트는 또한 분산제, 안정제, 가소제, 박리제, 소포제, 및 습윤제와 같은 잘 알려져 있는 추가 성분들을 포함할 수 있다.
- [0069] 본 발명의 제2 태양은 전기 소자의 패턴을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명의 범주는 PDP에 한정되지 않지만, 제2 태양은 도면들을 참조로 하여 더욱 상세하게 상술될 것인데, 이는 일례로서 AC PDP 제조 공정을 이용한다.
- [0070] 감광성 페이스트를 사용하여 패턴을 형성하는 방법은 최종 제품과는 관계없이 기본적으로 유사하다. 즉, 상기 방법은 페이스트의 코팅, 건조, 노광, 현상 및 소성을 포함한다. 최적화된 조건은 응용마다 다르지만, 기본적인 절차는 유사하며 각각의 응용에서 바람직한 조건은 잘 알려져 있다. 하기 설명에서, PDP 버스 전극의 제조 방법을 설명 목적으로 이용하지만, 통상적인 지식에 기초하여 페이스트의 유형에 따라 제조 조건을 최적화하는 것은 매우 명백하다.

- [0071] 도 1은 이층 구조를 갖는 버스 전극을 구비한 AC PDP 장치의 구조를 도시한다. 도 1에 도시된 바와 같이, AC PDP의 전방 패널은 하기의 구조적 요소: 유리 기판(5), 유리 기판(5) 상에 형성된 투명 전극(1), 투명 전극(1) 상에 형성된 흑색 버스 전극(10), 및 흑색 버스 전극(10) 상에 형성된 백색 전극(7)을 갖는다. 유전체 코팅층(투명 오버글레이즈 층)(transparent overglaze layer, TOG)(8) 및 MgO 코팅층(11)이 일반적으로 백색 전극(7) 상에 형성된다. 본 발명의 전도성 조성물은 흑색 버스 전극(10)을 생성하는 데 사용된다.
- [0072] AC PDP의 후방 패널은 하기의 구조적 요소: 유전체 기판(6), 이온화된 가스로 채워진 방전 공간(3), 투명 전극(1)에 평행한 제2 전극(어드레스 전극)(2), 및 방전 공간을 나누는 배리어 벽(4)을 갖는다. 투명 전극(1) 및 제2 전극(2)은 방전 공간(3)의 양측에서 서로 대면한다.
- [0073] 흑색 버스 전극(10) 및 백색 전극(7)은 하기의 방식으로 형성된다. 먼저, 노광을 통해 소정 패턴이 형성된다. 노광된 부분에서 중합 반응이 진행되어, 현상제에 대한 용해성을 변경시킬 것이다. 패턴은 염기 수용액에서 현상되고, 이어서 승온에서 유기 부분이 소결을 통하여 제거되는 반면 무기 물질은 소결된다. 흑색 버스 전극(10) 및 백색 전극(7)은 동일하거나 매우 상이한 이미지를 사용하여 패턴화된다. 마지막으로, 소결된 고 전도성의 흑색 버스 전극(10) 및 백색 전극(7)을 포함하는 전극 조립체가 얻어진다. 전극 조립체는 투명 전극(1)의 표면 상에서는 흑색으로 보이고, 전방 유리 기판 상에 배치될 때 외부 광의 반사가 억제된다. 도 1에는 도시되어 있지만, 후술되는 투명 전극(1)은 본 발명의 플라즈마 디스플레이 장치를 형성할 때 필요한 것은 아니다.
- [0074] PDP의 전방 패널 상에 버스 전극을 생성하는 방법은 아래에서 상세하게 기술된다.
- [0075] 도 2에 도시된 바와 같이, 본 발명의 버스 전극의 제1 실시 형태를 형성하는 방법은 일련의 공정들(도 2a 내지 도 2e)을 포함한다.
- [0076] 투명 전극(1)은 당업자에게 알려진 종래의 방법에 따라 SnO₂ 또는 ITO를 사용하여 유리 기판(5) 상에 형성된다. 투명 전극은 보통 SnO₂ 또는 ITO로 형성된다. 이들은 이온 스퍼터링, 이온 플레이팅, 화학 증착, 또는 전착 기술에 의해 형성될 수 있다. 이러한 투명 전극 구조 및 형성 방법은 AC PDP 기술 분야에서 잘 알려져 있다.
- [0077] 이어서, 본 발명의 흑색 버스 전극용 전도성 조성물이 전극 페이스트 층(10)을 도포하는 데 사용되고, 흑색 전극 페이스트 층(10)은 이어서 질소 또는 공기 중에서 건조된다(도 2a).
- [0078] 그리고 나서, 백색 전극을 형성하기 위한 감광성 후막 전도체 페이스트(7)가 흑색 전극 페이스트 층(10) 상에 도포된다. 백색 전극 페이스트 층(7)은 이어서 질소 또는 공기 중에서 건조된다(도 2b).
- [0079] 본 발명의 페이스트는 백색 전극용 페이스트로서 사용될 수 있다. 백색 전극 페이스트는 잘 알려져 있을 수 있거나, 구매가능한 감광성 후막 전도체 페이스트일 수 있다. 본 발명에 사용하기 위한 바람직한 페이스트는 은 입자, 유리 분말, 광개시제, 단량체, 유기 결합제, 및 유기 용매를 함유할 수 있다. 은 입자 형태는 랜덤이거나 얇은 플레이크일 수 있고, 바람직하게는 입자 직경이 0.3 내지 10 μm 이다. 유리 분말, 광개시제, 단량체, 유기 결합제, 및 유기 용매 성분은 흑색 버스 전극용 조성물에 사용된 것들과 동일한 재료의 것일 수 있다. 그러나, 조성물의 양은 상당히 상이할 것이다. 특히 전도성은 은 입자가 블렌딩되는 양은 페이스트의 총량을 기준으로 약 50 내지 90 중량%와 같이 백색 전극 페이스트에서 더 클 것이다.
- [0080] 흑색 전극 페이스트 층(10)과 백색 전극 페이스트 층(7)은 현상 후의 적절한 전극 패턴의 형성을 보장하는 조건 하에서 노광된다. 노광 동안에, 재료는 보통 흑색 버스 전극 및 백색 전극의 패턴에 대응하는 형태를 갖는 포토 툴(photo tool) 또는 타겟(target, 13)을 통하여 UV선에 노출된다(도 2c).
- [0081] 흑색 전극 페이스트 층(10) 및 백색 전극 페이스트 층(7)의 노광된 부분(10a, 7a)은 0.4 중량% 탄산나트륨 수용액 또는 다른 알칼리 수용액과 같은 염기 수용액에서 현상된다. 이 공정에서, 층(10, 7)의 노광되지 않은 부분(10b, 7b)은 제거된다. 노광된 부분(10a, 7a)은 그대로 남는다(도 2d). 그리고 나서, 현상 후의 패턴이 형성된다.
- [0082] 형성된 재료는 450 내지 650°C의 온도에서 소결된다(도 2e). 이 단계에서, 유리 분말은 용융되고 기판에 견고하게 부착되게 된다. 소결 온도는 기판 재료에 따라 선택된다. 본 발명에서는, 귀금속 함유 합금이 흑색 버스 전극의 전도성 성분으로서 사용되고, 소결은 약 600°C에서 행해질 수 있다. 전술된 바와 같이, 그 이유는 PDP 흑색 버스 전극에서의 수직 전도를 보장하기 위한 것이다. 승온에서의 소결은 더 많은 Ag 확산을 초래하는 경향이 있기 때문에 보다 낮은 온도에서의 소결이 또한 바람직하다.
- [0083] 도 2의 방법에 의해 생성된 전방 패널 유리 기판 조립체는 AC PDP에 사용될 수 있다. 도 1로 돌아가면, 예를

들어, 투명 전극(1), 흑색 버스 전극(10) 및 백색 전극(7)이 전방 패널 유리 기판(5) 상에 형성된 후에, 전방 유리 기판 조립체는 유전체 층(8)으로 그리고 나서 MgO 층(11)으로 코팅된다. 이어서, 전방 패널 유리 기판(5)은 후방 패널 유리 기판(6)과 조합된다.

[실시예]

본 발명은 실시예에 의해 이하에서 보다 상세하게 예시된다. 실시예들은 단지 예시적인 목적을 위한 것이며, 본 발명을 한정하고자 하는 것이 아니다.

(A) 인-함유물의 영향에 대한 시험

1. 유기 성분들의 제조

유기 용매로서의 텍사놀 (2,2,4-트라이메틸-1,3-펜탄다이올 모노아이스부티레이트)과 유기 결합제로서의 6,000 내지 7,000의 분자량을 갖는 아크릴 중합체 결합제를 혼합하고, 혼합물을 교반하면서 100℃로 가열하였다. 유기 결합제 모두가 용해될 때까지 혼합물을 가열하고 교반하였다. 생성된 용액을 75℃로 냉각시켰다. 치바 스페셜티 케미칼스(Chiba Specialty Chemicals)제의 EDAB(에틸 4-다이메틸 아미노벤조에이트), DETX(다이에틸티 옥산톤), 및 MMPMP(2-메틸-[4-(메틸티오)-페닐]-2-모르포리노-1-프로판)를 광중합 개시제로서 첨가하고, TAOBN(1,4,4-트라이메틸-2,3-다이아자바이사이클로[3.2.2]-논-2-엔-N,N-다이옥사이드)을 안정제로서 첨가하였다. 모든 고형물이 용해될 때까지 혼합물을 75℃에서 교반하였다. 40 마이크로미터 필터를 통해 용액을 여과하고 냉각시켰다.

2. 흑색 전극 페이스트의 제조

아인산 단량체 트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트 또는 트라이-[아크릴로일 트라이(옥시 에틸)]포스페이트 및 라로머(Laromer)(등록상표) LR8967 (에폭시 함유 아크릴레이트 가교결합제) - 바스프(BASF)제 - 와, 0.17 중량%의 부티레이트화(butyrate) 하이드록시톨루엔 및 0.42 중량%의 말론산 - 안정제로서 - 을 황색광 하에서 혼합 탱크 내에서 45 중량%의 상기 유기 성분과 혼합하여 페이스트를 제조하였다. 이어서 12.67 중량%의 산화코발트(Co_3O_4) - 흑색 안료로서 -, 전도성 분말, 및 31.5 중량%의 유리 분말을 상기 유기 성분 혼합물에 첨가하였다. 0.1 중량%의 Ag-Pd 합금 (페로(Ferro)제의 K8015-15: 85% 은/15% 팔라듐 분말)을 전도성 분말로서 사용하였다. 라로머(등록상표) LR8967 및 아인산 단량체의 유형 및 양을 표 2 및 표 3에 예시된 바와 같이 변화시켰다. 포스포르-함유 단량체의 양 (중량%)은 첨가된 단량체들의 총량을 기준으로 하였다.

무기 재료의 입자가 유기 재료로 습윤될 때까지 전체 페이스트를 혼합하였다. 3롤 밀을 사용하여 혼합물을 분산시켰다. 생성된 페이스트를 20 μm 필터를 통해 여과하였다. 이 시점에서 페이스트의 점도를 텍사놀 (유기 용매)을 이용해 인체를 위한 이상적인 점도로 조정하였다.

페이스트 중 성분들의 양이 표 1에 예시되어 있다.

[표 1]

성분	화합물명	양
전도성 분말	Ag-Pd 합금	0.1 중량%
흑색 안료	Co_3O_4	12.67 중량%
유리 분말	Si-Bi	31.5 중량%
유기 결합제	아크릴 중합체 (Mw: 6,000-7,000)	15.00 중량%
P-함유 중합성 단량체	아인산 단량체	0 중량% 내지 12 중량%
기타 중합성 단량체	라로머(등록상표) LR8967	0.71 중량% 내지 12.71 중량%
광중합 개시제	EDAB DETX MMPMP	5.43 중량%
유기 용매	텍사놀	22.00 중량%
안정제	TAOBN BHT 말론산	0.59 중량%

3. 백색 전극 페이스트의 제조

소포제로서 비와이케이(BYK)제의 BYK085 0.12 중량%, 말론산 0.11 중량% 및 부티레이트화 하이드록시톨루엔 (2,6-다이-t-부틸-4-메틸페놀, BHT) 0.12 중량%와, TMPEOTA (트라이메틸올프로판 에톡시트라이아크릴레이트)로

이루어진 광경화성 단량체를 황색광 하에 혼합 탱크 내에서 상기 유기 성분 24.19 중량%와 혼합하여 페이스트를 제조하였다. 유기 성분의 혼합물에 무기 재료로서 Ag 분말의 구형 전도성 입자 70 중량%와 유리 프릿을 첨가하였다. 무기 재료의 입자가 유기 재료로 습윤될 때까지 전체 페이스트를 혼합하였다. 3롤 밀을 사용하여 혼합물을 분산시켰다. 생성된 페이스트를 30 μm 필터를 통해 여과하였다. 이 시점에서 페이스트의 점도를 상기 텍사놀 용매를 이용해 인쇄를 위한 이상적인 점도로 조정하였다.

[0097] 4. 전극의 제조

[0098] 페이스트의 제조 및 부품들의 제조 동안의 먼지에 의한 오염은 결함을 초래할 것이므로, 먼지 오염을 피하도록 예방조치를 취하였다.

[0099] 4-1: 흑색 버스 전극의 형성

[0100] 200 내지 400 메시 스크린을 사용한 스크린 인쇄에 의해 유리 기판에 흑색 전극 페이스트를 도포하였다. 원하는 막 두께가 얻어지는 것을 보장하기 위해 흑색 전극 페이스트의 적합한 점도 및 스크린을 선택하였다. 투명 전극(박막 ITO)이 상부에 형성된 유리 기판 상에 페이스트를 도포하였다. 그리고 나서, 페이스트를 고온 공기 순환로 내에서 20분 동안 100°C에서 건조시켜, 4.5 내지 5.0 μm 의 건조 막 두께를 갖는 흑색 버스 전극을 형성하였다.

[0101] 4-2: 백색 전극의 형성

[0102] 400 메시 스크린을 사용한 스크린 인쇄에 의해 백색 전극 페이스트를 도포하여 흑색 전극을 피복하였다. 이를 다시 20분 동안 100°C에서 건조시켰다. 건조된 이중층 구조물의 두께는 12.5 내지 15 μm 였다.

[0103] 4-3: UV선 패터닝 노광

[0104] 시준된 UV 방사선 공급원을 사용하여 포토 툴을 통해 이중층 구조물을 노광시켰다(조도: 18 내지 20 mW/cm²; 노광: 200 mJ/cm²).

[0105] 4-4: 현상

[0106] 노광된 샘플을 컨베이어 상에 배치한 다음, 현상제로서 0.4 중량% 탄산나트륨 수용액으로 채워진 스프레이 현상 장치에 배치하였다. 현상제를 30°C의 온도로 유지하고, 10 내지 137.9 kPa (1.45 내지 20 psi)로 분무하였다. 샘플은 12초 동안 현상하였다. 에어젯으로 여분의 물을 불어냄으로써 현상된 샘플을 건조시켰다.

[0107] 4-5: 소결

[0108] 1.5 시간 프로파일을 사용하여 공기 중에서 벨트 노(belt furnace) 내에서 소결에 의해 590°C의 피크 온도에 도달하였다(제1 소결).

[0109] 4-6: TOG 코팅

[0110] 이어서, 150 스테인레스강 메시 스크린을 사용하여 TOG 페이스트를 스크린 인쇄하였다. 이를 다시 20분 동안 100°C에서 건조시켰다. 2.0 시간 프로파일을 사용하여 공기 중에 벨트 노 내에서 580°C의 피크 온도에서 소결(제2 소결)을 행하였다.

[0111] 5. 평가

[0112] 5-1: 언더컷

[0113] 현상 후, 언더컷을 올림푸스(Olympus)제의 BX51을 사용함으로써 측정하였다. 언더컷이 넓을수록 감광성 페이스트의 성능은 열등해졌다. 특히, 언더컷이 넓을수록 결함이 많아졌다. 표 2 및 표 3과 도 3 및 도 4에 예시된 바와 같이, 아인산 단량체의 사용에 의해 매우 적은 언더컷이 성취될 수 있었다. 아인산 단량체에 의해 탁월한 언더컷이 생성되었으며, 부착 성능이 만족스럽게 되었다.

[0114] 5-2: 부착 성능

[0115] 현상 후, 유리 기판과 흑색 전극 사이의 부착 정도를 측정하였다. 기판과 흑색 전극 사이의 부착 정도를 측정하기 위하여 올림푸스의 BX51을 사용하여 박리 라인 수를 계수하여 측정하였다. 실제 조건보다 가혹한 조건을 사용하여 부착 성능을 평가하였다.

[0116] 박리 라인 수가 많을수록 부착 성능은 열등해졌다. 표 2 및 표 3과 도 3 및 도 4에 예시된 바와 같이, 아인산

단량체의 사용에 의해 매우 적은 박리 라인이 성취될 수 있었다. 아인산 단량체에 의해 유리 기관과 흑색 전극 사이에 탁월한 부착이 생성되었으며 부착 성능이 만족스럽게 되었다. 상기 실험으로부터 판단해 보면, 1.0 중량%로부터 10 중량%까지가 개선된 영역이다. 특히, 5 중량%에서는 박리 라인이 없다.

[표 2]

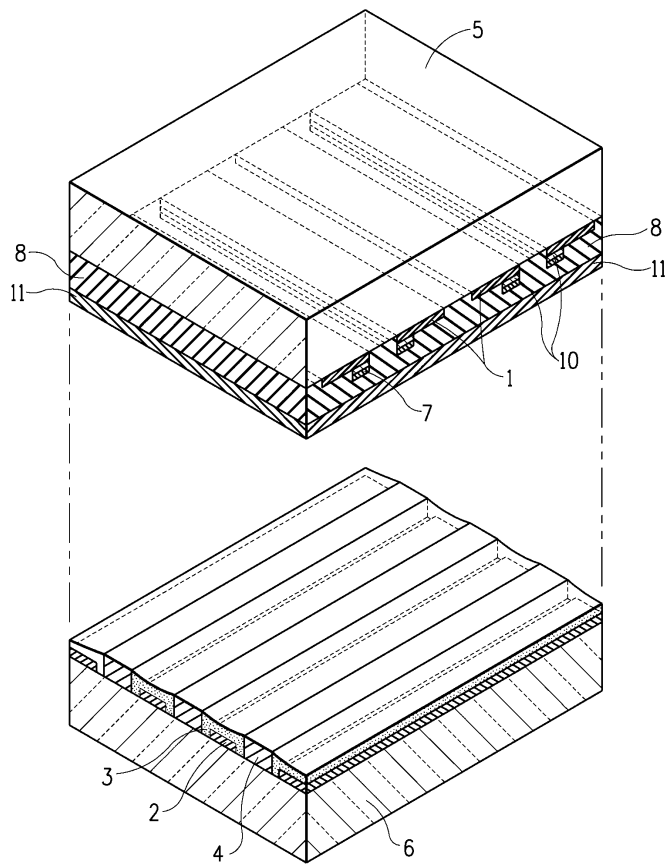
	비교예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7
인-함유 중합성 단량체	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트	트라이-2-아크릴로일 옥시 에틸 포스페이트
P-함유 중합성 단량체의 양 (중량%)	0	1	3	5	6	10	12
박리 라인의 수	10	8	2	0	2	6	12
언더컷 (마이크로미터)	20	18	5	3	0	0	0

[표 3]

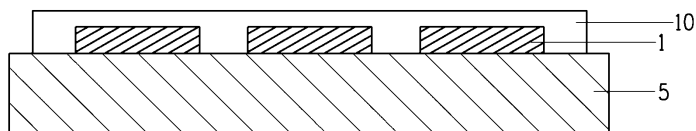
	비교예 8	실시예 9	실시예 10	실시예 11	실시예 12	실시예 13	실시예 14
인-함유 중합성 단량체	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트	트라이-아크릴로일 트라이(옥시 에틸) 포스페이트
P-함유 중합성 단량체의 양 (중량%)	0	1	3	5	6	10	12
박리 라인의 수	11	9	2	0	1	7	13
언더컷 (마이크로미터)	21	19	5	4	1	0	0

도면

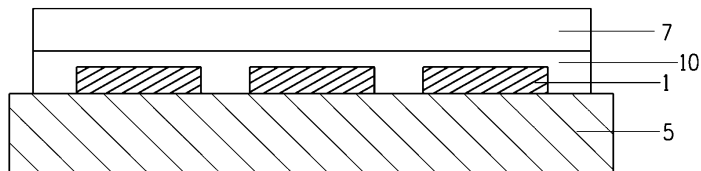
도면1



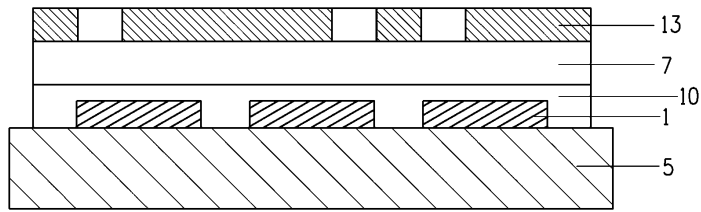
도면2a



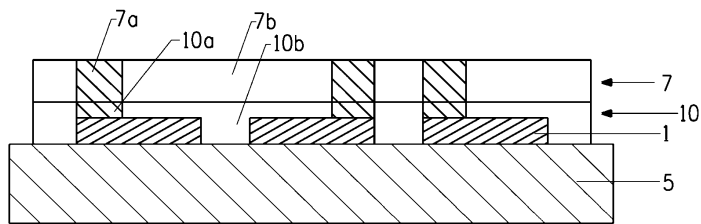
도면2b



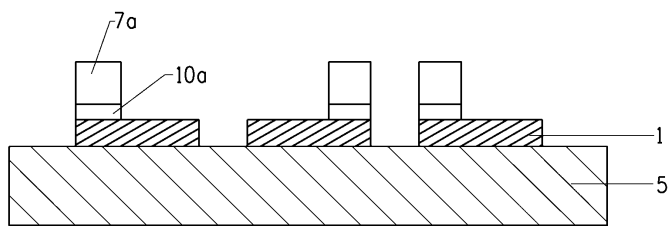
도면2c



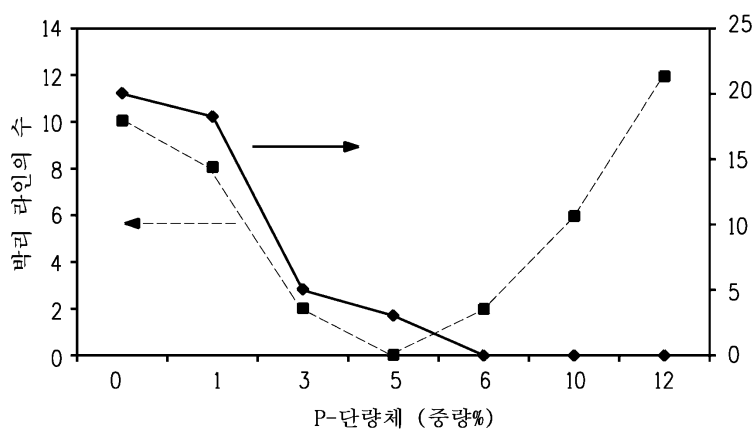
도면2d



도면2e



도면3



도면4

