

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3906946号

(P3906946)

(45) 発行日 平成19年4月18日(2007.4.18)

(24) 登録日 平成19年1月26日(2007.1.26)

(51) Int. Cl.	F I	
C O 3 C 14/00 (2006.01)	C O 3 C	14/00
C O 3 C 3/066 (2006.01)	C O 3 C	3/066
G O 9 F 9/313 (2006.01)	G O 9 F	9/313 Z
H O 1 J 9/20 (2006.01)	H O 1 J	9/20 A
H O 1 J 11/02 (2006.01)	H O 1 J	11/02 B
請求項の数 5 (全 9 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願平9-187321	(73) 特許権者	000232243
(22) 出願日	平成9年6月26日(1997.6.26)		日本電気硝子株式会社
(65) 公開番号	特開平11-11979		滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号
(43) 公開日	平成11年1月19日(1999.1.19)	(72) 発明者	渡辺 広光
審査請求日	平成14年10月1日(2002.10.1)		滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本
前置審査			電気硝子株式会社内
		(72) 発明者	應治 雅彦
			滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本
			電気硝子株式会社内
		(72) 発明者	波多野 和夫
			滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本
			電気硝子株式会社内
		審査官	長部 淳子
			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誘電体形成材料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

重量百分率でガラス粉末を60～80%、セラミック粉末を0～10%、熱可塑性樹脂を5～30%、可塑剤を0.1～10%含むガラスシートからなり、自己接着性を有することを特徴とするプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料。

【請求項2】

ガラス粉末が、重量百分率で、PbO 50～75%、B₂O₃ 2～30%、SiO₂ 2～35%、ZnO 0～20%の組成を有することを特徴とする請求項1のプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料。

【請求項3】

ガラス粉末が、重量百分率で、ZnO 25～45%、Bi₂O₃ 15～35%、B₂O₃ 10～30%、SiO₂ 0.5～8%、CaO+SrO+BaO 8～24%の組成を有することを特徴とする請求項1のプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料。

【請求項4】

可塑剤がブチルベンジルフタレート、ジオクチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジカプリルフタレートおよびジブチルフタレートからなる群より選ばれた1種または2種以上のフタル酸エステルであ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誘電体形成材料。

【請求項5】

シート厚が50～100μmであることを特徴とする請求項1～4のプラズマディスプレイ

10

20

レーパネル用誘電体形成材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、プラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

プラズマディスプレイパネルの前面ガラス板には、プラズマ放電用の電極が形成され、その上に放電維持のための誘電体層が形成される。誘電体層は高い耐電圧を有することが必要とされ、このために誘電体層には表面が平滑であること、膜厚が均一であること、泡が極めて少なく、また小さいこと等が求められている。

10

【0003】

従来、このような誘電体層は、鉛ガラス粉末を含むペーストをスクリーン印刷し、焼成することによって形成される。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら上記した従来の材料では、印刷後にスクリーンメッシュの跡が残って平滑な表面が得難い、膜厚が安定しない、泡が多数残存する等の問題を有している。また誘電体層として十分な膜厚（約30～40 μm）を得るためには3～5回程度印刷を繰り返さなければならず、印刷の度に行う乾燥工程での溶剤の揮発が作業環境の汚染を招き易い。

20

【0005】

本発明の目的は、作業性に優れ、作業環境の汚染を招き難く、しかも耐電圧の高い誘電体層を形成することが可能な誘電体形成材料を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上記目的を達成すべく、種々の実験を重ねた結果、ガラス粉末と熱可塑性樹脂と可塑剤を特定の範囲で混合してシート状に成形することにより、上記目的が達成できることを見だし、本発明として提案するものである。

【0007】

即ち、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料は、重量百分率で、ガラス粉末を60～80%、セラミック粉末を0～10%、熱可塑性樹脂を5～30%、可塑剤を0.1～10%含むガラスシートからなり、自己接着性を有することを特徴とする。

30

【0008】

以下、各構成成分について詳細に説明する。

【0009】

ガラス粉末は、高い耐電圧を有する誘電体層を形成するための基本材料であり、その混合割合は、60～80重量%、好ましくは65～77重量%である。ガラス粉末が60重量%より少なくなると樹脂や可塑剤が相対的に多くなるため、焼成時に発泡が生じ、高い耐電圧を有する誘電体層が得られなくなる。一方、80重量%より多くなると、樹脂や可塑剤が相対的に少なくなるため、ガラスシートとしての強度が弱くなり、作業性が悪くなる。ガラス粉末としては、重量百分率で、 PbO 50～75%（好ましくは55～70%）、 B_2O_3 2～30%（好ましくは5～25%）、 SiO_2 2～35%（好ましくは3～31%）、 ZnO 0～20%（好ましくは0～10%）の組成を有するガラスや、重量百分率で、 PbO 30～55%（好ましくは40～50%）、 B_2O_3 10～40%（好ましくは15～35%）、 SiO_2 1～15%（好ましくは2～10%）、 ZnO 0～30%（好ましくは10～30%）、 $BaO+CaO+Bi_2O_3$ 0～30%（好ましくは3～20%）の組成を有するガラスや、重量百分率で、 ZnO 25～45%（好ましくは30～40%）、 Bi_2O_3 15～35%（好ましくは20～30%）、 B_2O_3 10～30%（好ましくは17～25%）、 SiO_2 0.5～8%（好ましくは3～7%）、 $CaO+SrO+BaO$ 8～24%（好ましくは10～20%

40

50

）の組成を有するガラスが、500～600℃の焼成で良好な流動性を示し、また絶縁特性に優れるとともに安定であるために好適である。

【0010】

セラミック粉末は、誘電体形成材料の流動性、焼結性或いは熱膨張係数を調整するために添加する成分であり、必要に応じて10重量%まで、好ましくは5重量%まで添加可能である。セラミック粉末としては、アルミナ粉末、ジルコニア粉末、シリカ粉末、ジルコン粉末等が使用可能であり、これらを単独或いは混合して使用する。しかしながらセラミック粉末が10重量%より多くなると焼結が不十分となり、高い耐電圧を有する誘電体層が得られなくなる。

【0011】

熱可塑性樹脂は、ガラスシートに必要な強度と柔軟性、及び自己接着性を付与するための材料であり、その混合割合は5～30重量%、好ましくは10～25重量%である。熱可塑性樹脂としては、ポリブチルメタアクリレート樹脂、ポリビニルブチラル樹脂、ポリメチルメタアクリレート樹脂、ポリエチルメタアクリレート樹脂、エチルセルロース等が使用可能であり、これらを単独あるいは混合して使用する。熱可塑性樹脂が5重量%より少なくなると上記の効果が得られなくなり、30重量%より多くなるとシートの焼成時に発泡が生じ、高い耐電圧を有する誘電体層が得られなくなる。

【0012】

可塑剤は、ガラスシートに柔軟性を高めるとともに自己接着性を付与するために添加する成分であり、その混合割合は0.1～10重量%、好ましくは0.1～7重量%である。可塑剤としてはブチルベンジルフタレート、ジオクチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジカプリルフタレート、ジブチルフタレートが使用可能であり、これらを単独あるいは混合して使用する。しかしながら可塑剤が10重量%より多くなるとシートの強度が低下するとともに、表面がベタつき過ぎて作業性が低下する。

【0013】

また本発明の材料は、ガラスの軟化点より10℃高い温度で焼成したときに、形成されるガラス膜の表面粗さRaが0.2μm以下になることが好ましい。即ち、表面粗さRaが0.2μmより大きい場合は、高い耐電圧を有する誘電体層を形成することが難しくなるためである。

【0014】

次に、本発明の材料を作製する方法を説明する。

【0015】

まず、上記組成を有するように、ガラス粉末、熱可塑性樹脂及び可塑剤を混合する。また必要に応じてセラミック粉末を添加する。なおガラス粉末やセラミック粉末は、それぞれ最大粒径が5～30μm及び0.1～15μmのものを使用することが望ましい。次いでトルエン等の主溶媒や、イソプロピルアルコール等の補助溶剤を添加してスラリーとし、このスラリーをドクターブレード法によって、ポリエチレンテレフタレート（PET）等のフィルム上にシート成形する。このとき乾燥後のシート厚が約50～100μmとなるように成形することが好ましい。その後、乾燥させることによって溶媒や溶剤を除去し、ガラスシートの形態を有するプラズマディスプレイパネル用誘電体材料を得ることができる。

【0016】

次に本発明の材料の使用方法を説明する。

【0017】

まず、プラズマディスプレイパネルに用いられる前面ガラス板を用意する。前面ガラス板には、予め電極が形成されており、その上に本発明の材料を熱圧着によって接着する。熱圧着は、50～200℃で1～5kgf/cm²の条件で行うことが好ましい。その後、500～600℃で5～15分間焼成することにより、誘電体層を形成することができる。

【0018】

【作用】

本発明のプラズマディスプレイ用誘電体形成材料は、シート成形に使用されるスラリーが、スクリーン印刷で使用されるペーストに比べてかなり低粘度であるため、成形時における泡の巻き込みが少なく、表面が平滑で均一な膜厚を有するガラス膜を得ることができる。

【0019】

【実施例】

以下、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料を実施例に基づいて詳細に説明する。

【0020】

表1は本実施例で使用するガラス粉末（試料A～D）を示している。

【0021】

【表1】

(重量%)

試料No.	A	B	C	D
PbO	65.0	70.0	45.0	—
B ₂ O ₃	10.0	15.0	20.0	20.0
SiO ₂	25.0	10.0	5.0	5.0
ZnO	—	5.0	20.0	35.0
BaO	—	—	10.0	—
CaO	—	—	—	15.0
Bi ₂ O ₃	—	—	—	25.0
軟化点 (°C)	560	480	520	570

【0022】

各ガラス粉末は以下のようにして作製した。まず表に示す酸化物組成となるようにガラス原料を調合し、均一に混合した後、白金ルツボに入れ、1250℃で2時間熔融し、均一なガラスとした。これらをアルミナボールミルで粉碎し、目開き53μmの網フルイで分級した。このようにしてガラス粉末を得た。

【0023】

表2～4は、本発明の実施例（試料No. 1～14）及び従来例（試料No. 15）を示している。

【0024】

【表2】

10

20

30

(重量%)

試料No.	1	2	3	4	5
ガラス粉末	A 75	A 75	A 75	A 75	A 74
セラミック粉末	—	アルミナ 3	シリカ 5	ジルコニア 3	ジルコン 4
熱可塑性樹脂	ポリブチル メタクリレート 21	ポリメチル メタクリレート 19	ポリビニル ブチラル 17	ポリイソブチル メタクリレート 19	ポリブチル メタクリレート 19
可 塑 剤	ジブチル フタレート 4	ジイソブチル フタレート 3	ブチルベン ジルフタレート 3	ジブチル フタレート 3	ジブチル フタレート 3
形 態	シート	シート	シート	シート	シート
焼成温度(℃)	570	570	570	570	570
表面粗さRa (μm)	0.05	0.1	0.15	0.1	0.1
膜厚のパラッキ(%)	±3	±3	±2	±1	±3
泡の直径 (μm)	15	10	15	15	10
自 己 接 着 性	○	○	○	○	○

10

20

【0025】

【表3】

(重量%)

試料No.	6	7	8	9	10
ガラス粉末	B 77	B 74	B 74	B 74	C 65
セラミック粉末	—	アルミナ 3	シリカ 3	ジルコニア 3	ジルコン 5
熱可塑性樹脂	ポリメチル メタクリレート 20	ポリブチル メタクリレート 20	ポリエチル メタクリレート 20	ポリブチル メタクリレート 20	ポリビニル ブチラール 25
可 塑 剤	ジイソオクチル フタレート 3	ジオクチル フタレート 3	ジブチル フタレート 3	ジオクチル フタレート 3	ジオクチル フタレート 5
形 態	シート	シート	シート	シート	シート
焼成温度 (°C)	490	490	490	490	530
表面粗さRa (μm)	0.07	0.1	0.1	0.1	0.1
膜厚のバラツキ(%)	±3	±3	±2	±3	±1
泡の直径 (μm)	15	10	15	15	10
自 己 接 着 性	○	○	○	○	○

【0026】

【表4】

10

20

30

(重量%)

試料No.	1 1	1 2	1 3	1 4	1 5
ガラス粉末	C 7 6	D 7 4	D 7 4	D 7 7	A 7 0
セラミック粉末	—	—	ジルコン 3	—	—
熱可塑性樹脂	ポリメチル メタアクリレート 2 0	ポリエチル メタアクリレート 2 3	ポリブチル メタアクリレート 2 0	ポリブチル メタアクリレート 1 7	エチルセルロース 5
可 塑 剤	ジノキシル フタレート 4	ジイソノキシル フタレート 3	ジブチル フタレート 3	ジノキシル フタレート 6	—
有 機 溶 媒	—	—	—	—	ターピネオール 2 5
形 態	シート	シート	シート	シート	ペースト
焼成温度(℃)	5 3 0	5 8 0	5 8 0	5 8 0	5 7 0
表面粗さRa (μm)	0. 0 5	0. 1	0. 1	0. 0 5	0. 5
膜厚のバラツキ(%)	± 1	± 3	± 2	± 3	± 1 0
泡の直径 (μm)	1 5	1 5	1 0	1 5	2 5
自 己 接 着 性	○	○	○	○	—

【0027】

No. 1～14の各試料は以下のようにして作製した。

【0028】

まず、上記ガラス粉末に対し、平均粒径1 μm程度の各種セラミック粉末を、表に示す割合で混合した。さらに各種の熱可塑性樹脂及び可塑剤を表に示す割合で混合し、主溶媒としてトルエンを30重量%、補助溶剤としてイソプロピルアルコールを2重量%混合し、スラリーとした。次いでこのスラリーを、焼成後の膜厚が30 μmとなるように、ドクターブレード法によってPETフィルム上にシート成形し、乾燥させることによってトルエンとイソプロピルアルコールを除去し、85 μmの厚みを有するシート状の試料を得た。

【0029】

また従来例である試料No. 15は、上記したガラス粉末Aとエチルセルロースと有機溶剤（ターピネオール）を重量%で70%、5%、25%の割合で混練してペースト状にしたものを使用した。

【0030】

こうして得られた各試料について、焼成後のガラス膜の平均膜厚、表面粗さ、膜厚のバラツキ、残存する泡の大きさについて評価した。また試料No. 1～14は、さらに自己接着性について評価した。結果を表に示す。

【0031】

表から明らかなように、従来例である試料No. 15は、表面粗さRaが0.5 μm、膜厚のバラツキが±10%であり、直径25 μmの大きさの泡が残存していた。一方、実施

10

20

30

40

50

例である試料No. 1～14は、表面粗さRaが $0.15\mu\text{m}$ 以下、膜厚のバラツキが±3%以下であり、残存する泡の直径は $15\mu\text{m}$ 以下であった。また何れも自己接着性を有していた。

【0032】

これらの事実から、本発明の材料は、従来例に比べて耐電圧の高い誘電体層を形成できることがわかる。

【0033】

なお表面粗さは、まずガラス板の表面に各試料（No. 1～14）を 120°C 、 $2.5\text{kgf}/\text{cm}^2$ の条件で熱圧着し、各ガラスの軟化点より 10°C 高い温度で10分間焼成してガラス膜を形成した後、触針式表面粗さ計を用いて測定した。膜厚のバラツキは、焼成後のガラス膜の膜厚をデジタルマイクロメーターにて9点測定し、目標膜厚（ $30\mu\text{m}$ ）との膜厚差を評価した。残存する泡の直径は、顕微鏡観察により評価した。なお試料No. 15は、焼成後の膜厚が $30\mu\text{m}$ となるように、スクリーン印刷法を用い、ガラス板上に印刷、乾燥を4回繰り返した後、上記と同様の条件で焼成したものについて評価した。

10

【0034】

また自己接着性については次のようにして評価した。まず各試料をアルミナ基板に指圧（約 $1\text{kgf}/\text{cm}^2$ ）で貼り付けた後、試料を下にして室温で24時間放置した。次いで試料が落下しないか否かを目視で確認し、試料が落下しなかった場合は○、落下した場合は×として、表に示した。

【0035】

20

【発明の効果】

以上のように本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体形成材料は、スクリーン印刷法により塗布される従来の材料に比べて、焼成後のガラス膜の表面が平滑であり、均一な膜厚を有し、しかも残存する泡が少ないために、耐電圧の高い誘電体層を形成することができる。

【0036】

また本発明の材料は、熱圧着等によって基板上に貼り付けるだけでよく、従来の材料のように3～5回程度印刷、乾燥を繰り返す必要がないため、作業性を著しく向上させることができる。しかも溶媒等を揮発させる乾燥工程はガラスシートの製造時に1回行うだけでよく、従来の材料に比べて作業環境の汚染を招き難い。

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
H01J 17/16 (2006.01) H01J 17/16

(56)参考文献 特開平07-291656 (JP, A)
特開平09-102273 (JP, A)
特開平03-170346 (JP, A)
特開平08-119665 (JP, A)
特開平09-110534 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C03C 1/00-14/00
C03C 17/00-17/44
C03C 27/00-27/12
C04B 35/00-35/22