(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2005-179178
(P2005-179178A)
(43)公開日　平成17年7月7日(2005.7.7)

(51)Int.Cl.[7]	FI			テーマコード（参考）
C03C 8/24	C03C	8/24		2H025
C03C 8/04	C03C	8/04		4G062
G03F 7/004	G03F	7/004	501	5C027
H01J 9/02	G03F	7/004	512	5C040
H01J 11/02	H01J	9/02	F	

審査請求 未請求　請求項の数 15　ＯＬ　（全 18 頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2004-341851 (P2004-341851)
(22)出願日　平成16年11月26日 (2004.11.26)
(31)優先権主張番号　特願2003-397054 (P2003-397054)
(32)優先日　平成15年11月27日 (2003.11.27)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(71)出願人　000003159
東レ株式会社
東京都中央区日本橋室町２丁目２番１号
(72)発明者　草野　一孝
滋賀県大津市園山１丁目１番１号　東レ株式会社滋賀事業場内
(72)発明者　岩男　雅美
滋賀県大津市園山１丁目１番１号　東レ株式会社滋賀事業場内
(72)発明者　井戸　英夫
滋賀県大津市園山１丁目１番１号　東レ株式会社滋賀事業場内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】無機粉末含有ペーストおよびそれを用いたディスプレイパネル用部材の製造方法

(57)【要約】
【課題】低温、短時間で焼成可能な無機粉末含有ペーストを提供する。
【解決手段】有機成分が少なくとも数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含む無機粉末含有ペーストを用いる。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
少なくとも無機粉末と有機成分を含む無機粉末含有ペーストであって、有機成分が少なくとも（Ａ）数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含むことを特徴とする無機粉末含有ペースト。
【請求項２】
アルキレンオキサイド誘導体が下記一般式（Ｉ）で表されることを特徴とする請求項１に記載の無機粉末含有ペースト。

$$R^2O-(R^1O)_n-R^3 \qquad (I)$$

（式中、R^1は、炭素数２以上のアルキレン基であり、R^2、R^3は、水素原子、アルキル基、グリセリル基、アリル基、アルキレングリコール基、ポリアルキレングリコール基から選ばれたものであり、同じであっても異なってもよい。ｎは、２以上である）
【請求項３】
有機成分が（Ｂ）アクリル樹脂を含むことを特徴とする請求項１または２に記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項４】
アクリル樹脂が水酸基および／またはカルボキシル基を含有することを特徴とする請求項３に記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項５】
有機成分が（Ｃ）水溶性セルロース樹脂を含むことを特徴とする請求項１～４のいずれかに記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項６】
数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体、アクリル樹脂および水溶性セルロース樹脂の総和１００重量％に対し、それぞれが以下の範囲内にあることを特徴とする請求項５に記載の無機粉末含有ペースト。

数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体	３０～７０重量％
アクリル樹脂	２０～７０重量％
水溶性セルロース樹脂	０～３０重量％

【請求項７】
有機成分が（Ｄ）不飽和二重結合を有する化合物を含むことを特徴とする請求項１～６のいずれかに記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項８】
無機粉末がガラス粉末であることを特徴とする請求項１～７のいずれかに記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項９】
ガラス粉末がガラス転移温度３５０～５００℃、熱軟化温度４００～５５０℃であることを特徴とする請求項８に記載の無機粉末含有ペースト。
【請求項１０】
請求項１～９に記載の無機粉末含有ペーストが支持フィルム上に塗布された感光性フィルム。
【請求項１１】
無機粉末含有ペーストを基板上に塗布して乾燥する工程を含むディスプレイパネル用部材の製造方法であって、無機粉末含有ペーストに請求項１～９のいずれかに記載の無機粉末含有ペーストを用いることを特徴とするディスプレイパネル用部材の製造方法。
【請求項１２】
フィルムを基板上に転写する工程を含むディスプレイパネル用部材の製造方法であって、請求項１０に記載の感光性フィルムを用いることを特徴とするディスプレイパネル用部材の製造方法。
【請求項１３】
請求項１１または１２に記載の製造方法により作製されたディスプレイパネル用部材。

【請求項１４】
ディスプレイパネル用部材がプラズマディスプレイパネル用前面板であることを特徴とする請求項１３に記載のディスプレイパネル用部材。
【請求項１５】
請求項１４のディスプレイパネル用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイパネル。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は無機粉末含有ペーストおよびそれを用いたプラズマディスプレイ、プラズマアドレス液晶ディスプレイなどのディスプレイパネル用部材の製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
プラズマディスプレイパネル（以下ＰＤＰと称する）は、液晶パネルに比べて高速の表示が可能であり、また大型化が容易であることからＯＡ機器および広報表示装置などの分野に浸透している。さらに、高品位テレビジョンの分野などでの進展が非常に期待されている。このような用途拡大に伴って、微細で多数の表示セルを有するカラーＰＤＰが注目されている。
【０００３】
ＰＤＰは、前面ガラス基板と背面ガラス基板との間に備えられた放電空間内で電極間にプラズマ放電を生じさせ、上記放電空間内に封入されているガスから発生した紫外線を放電空間内の蛍光体に当てることにより表示を行うものである。この場合、放電の広がりを一定領域に抑え、表示を規定のセル内で行わせると同時に、均一な放電空間を確保するために、およそ幅２０～８０μｍ、高さ２０～２００μｍの形状をもつ隔壁が設けられている。
【０００４】
この隔壁の形成方法として、高精細パターンと精度良くパターン加工ができる点からガラス粉末と感光性有機成分からなる感光性ガラスペーストをフォトリソグラフィー技術で形成する方法が提案されている。
【０００５】
かかる感光性ガラスペーストとしては、例えば、メチルメタクリレートと（メタ）アクリル酸との共重合物にグリシジルメタクリレートを不可させたポリマー、光反応性化合物、光重合開始剤などの感光性有機成分とガラスフリットからなる感光性ガラスペーストが知られている（例えば、特許文献１参照）。
【０００６】
しかしながら、このような感光性ガラスペーストは、感光性有機成分の熱分解性が悪いために焼成温度を高く、焼成時間を長くする必要がある。ＰＤＰの製造コストでは、材料や装置のコスト以外に焼成によるエネルギーコスト、プロセスタイムが大きく加わっている。そのため、焼成温度が高く、焼成時間が長くなるとＰＤＰの製造コストが大きくなる問題があった。
【０００７】
さらに、感光性有機成分が焼成温度でも分解せずに残った場合、焼成後の隔壁に気泡が発生し、欠けが生じやすくなったり、着色が生じる問題やパネル点灯中に隔壁から出ガスが生じ、異常放電が発生するなどの問題が生じ、高品質のプラズマディスプレイが製造できないという問題があった。
【０００８】
これらの問題を解決するために低温分解性のポリマーを使用することが提案されている（例えば、特許文献２参照）が、これでもパネル点灯中に隔壁から出ガスがあり、異常放電が発生するなどの問題が生じ、高品質のプラズマディスプレイが製造できないという問題があった。

【特許文献１】特開平１０－７２２４０号公報（第１～１２頁）　特開２００１－２７８６３８号公報（第１～１２頁）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００９】

そこで、本発明は、上記従来技術に鑑みて、低温、短時間で焼成可能な無機粉末含有ペーストを提供することを目的とする。

【００１０】

本発明の他の目的は、かかる無機粉末含有ペーストを用いた、低コストで高品質のプラズマディスプレイパネル用部材を製造する方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

すなわち本発明は少なくとも無機粉末と有機成分を含む無機粉末含有ペーストであって、有機成分が少なくとも（Ａ）数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含むことを特徴とする無機粉末含有ペーストである。

【００１２】

また本発明は無機粉末含有ペーストを基板上に塗布して乾燥する工程を含むディスプレイパネル用部材の製造方法であって、上記ペーストを用いることを特徴とするディスプレイパネル用部材の製造方法である。

【発明の効果】

【００１３】

本発明の無機粉末含有ペーストは、低温焼成が可能なため低コストでプラズマディスプレイを提供できる。また、本発明の無機粉末含有ペーストを用いたプラズマディスプレイは、出ガスが少なく、パネル点灯時に異常放電などが認められず、高品質のプラズマディスプレイを提供できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１４】

本発明におけるペーストは、無機粉末と有機成分から構成される。無機粉末の含有量は、３５～９５重量％、さらには、４０～９０重量％であることが焼成時の収縮率が小さく、焼成による形状変化が小さくなり好ましい。ペースト中の無機粉末としては、ガラス粉末、金属粉末、耐火物フィラーなどが挙げられる。

【００１５】

ガラス粉末は、５０～４００℃の熱膨張係数が50×10^{-7}～100×10^{-7}であることが好ましい。また、ガラス中に酸化珪素を３～６０重量％、酸化硼素を５～５０重量％の範囲で配合することによって、電気絶縁性、強度、熱膨張係数、絶縁層の緻密性などの隔壁として要求される電気、機械および熱的特性を向上することができる。本発明におけるガラス粉末としては、主として低融点ガラス粉末からなることが好ましい。低融点ガラス粉末のガラス転移温度は、３５０～５００℃、ガラス軟化点は、４００～５５０℃であることが好ましい。ガラス転移温度とガラス軟化点がこの範囲にあると、焼成時に基板の歪みが小さく、また、緻密な隔壁層が得られる。ガラス粉末の粒子径は、作製しようとする隔壁の線幅や高さを考慮して選ばれるが、体積基準分布の中心径が１～６μｍ、最大粒子サイズが３０μｍ以下、比表面積１．５～４cm^2／ｇであることが好ましい。

【００１６】

金属粉末としては、Ａｇ、Ａｕ、Ｐｄ、Ｎｉ、Ｃｕ、ＡｌおよびＰｔの群から選ばれる少なくとも１種を含むものが使用できる。これらは、単独、合金、混合粉末のいずれの状態であっても用いることができる。金属粉末の粒子径としては、体積基準分布の中心径が０．７～６μｍが好ましい。より好ましくは１．３～４μｍである。粒子径がこの範囲にあることで、緻密な微細パターンの形成が可能となる。

【００１７】

耐火物フィラーは、焼成時の形状を安定させるために好ましく添加される。耐火物フィ

ラーとしては、５００～６５０℃程度の焼成温度で軟化しないものが広く使用でき、高融点ガラスやアルミナ、マグネシア、カルシア、コーディエライト、シリカ、ムライト、ジルコン、ジルコニア等のセラミックス粉末が例示できる。ＰＤＰの外光反射を低減し、実用上のコントラストを上げるために隔壁を暗色にする場合には、耐火性の黒色顔料として、Ｃｏ－Ｃｒ－Ｆｅ、Ｃｏ－Ｍｎ－Ｆｅ、Ｃｏ－Ｆｅ－Ｍｎ－Ａｌ、Ｃｏ－Ｎｉ－Ｃｒ－Ｆｅ、Ｃｏ－Ｎｉ－Ｍｎ－Ｃｒ－Ｆｅ、Ｃｏ－Ｎｉ－Ａｌ－Ｃｒ－Ｆｅ、Ｃｏ－Ｍｎ－Ａｌ－Ｃｒ－Ｆｅ－Ｓｉ等の顔料を用いてもよい。一方、蛍光体の発光を有効にパネル前面に導く目的で隔壁を白くする場合には、耐火性の白色顔料としてチタニアなどを用いてもよい。

【００１８】

本発明における有機成分としては、バインダー樹脂、有機溶剤の他、可塑剤、酸化防止剤、消泡剤などの添加剤成分を挙げることができる。また、特に本発明のペーストを感光性ペーストとして用いる場合には、感光性ポリマー、感光性オリゴマー、感光性モノマーといった感光性成分や光重合開始剤、増感剤、紫外線吸収剤、重合禁止剤などの添加物成分を加えることができる。

【００１９】

本発明のペーストにおけるバインダー樹脂は、焼成時に酸化または／および分解または／および気化し、炭化物が無機物中に残存しないことが好ましく、エチルセルロース、メチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート等のセルロース系樹脂、または、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ノルマルブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、イソプロピル（メタ）アクリレート、２－エチルメチル（メタ）アクリレート等の重合体もしくは共重合体からなるアクリル樹脂、ポリ－α－メチルスルホン、ポリビニルアルコール、ポリブテン等が好ましく用いられる。本発明のペーストにおけるバインダー樹脂の含有量は、５～６５重量％、さらには、１０～６０重量％であることが好ましい。

【００２０】

本発明においては、焼成時に炭化物が無機物中に残存しない点からバインダー樹脂としては、アクリル樹脂であることが特に好ましい。さらに、本発明の無機粉末含有ペーストを感光性ペーストとして用いる場合、現像性を向上させるために、アクリル樹脂が水酸基および／またはカルボキシル基を含有することが好ましい。

【００２１】

水酸基を含有するアクリル樹脂としては、水酸基を有するモノマーを主要な共重合モノマーとし、さらに必要に応じてそれらと共重合可能な他のモノマーを重合して得られる共重合体などが挙げられる。水酸基を有するモノマーとしては、ヒドロキシメチル（メタ）アクリレート、２－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、２－ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、２－ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、３－ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、４－ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、グリセロール（メタ）アクリレート、ジペンタエリトリオールモノ（メタ）アクリレートなどが挙げられる。これら水酸基を有するモノマーと共重合可能なモノマーとしては、例えばメチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ｎ－プロピル（メタ）アクリレート、イソプロピル（メタ）アクリレート、ｎ－ブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、ｓｅｃ－ブチル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート、２－エチルヘキシル（メタ）アクリレート、ステアリル（メタ）アクリレートなどが挙げられる。

【００２２】

カルボキシル基を含有するアクリル樹脂としては、上記モノマーと不飽和カルボン酸などの不飽和酸を共重合することによって得ることができる。不飽和カルボン酸の具体的な例として、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸、ビニル酢酸またはこれらの酸無水物などが挙げられる。得られるカルボキシル基を有す

る樹脂の酸価は５０～１８０、さらには７０～１４０の範囲であることが好ましい。

【００２３】

さらに、熱分解性と現像性を向上させるために水溶性のセルロース樹脂を無機粉末含有ペーストに含有させることも有効となる。水溶性のセルロース樹脂の具体例としては、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースなどが挙げられる。

【００２４】

本発明の無機粉末含有ペーストを感光性ペーストとして用いる場合、不飽和二重結合を有する化合物を含ませることが好ましい。バインダー樹脂に不飽和二重結合を有する化合物を含ませる場合は、炭素－炭素二重結合を有する化合物から選ばれた成分の重合または共重合により得られる。

【００２５】

また、感光性モノマーを無機粉末含有ペースト中に含ませることで、感度を向上できる。感光性モノマーとしては、活性な炭素－炭素不飽和二重結合を有する化合物を用いることができる。官能基として、ビニル基、アリル基、アクリレート基、メタクリレート基、アクリルアミド基を有する単官能および多官能化合物が応用できる。具体的には、２－（２－エトキシエトキシ）エチルアクリレート、２－ヒドロキシ－３－アクリロイルオキシプロピルメタクリレート、ペンタエリストールトリアクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、グリシジルメタクリレートなどが挙げられるが、熱分解性が良いものが特に好ましく、具体的には２－ヒドロキシエチルメタクリレート、ポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピルメタクリレート、ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール－ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ポリ（エチレングリコール－テトラメチレングリコール）モノ（メタ）アクリレート、ポリ（プロピレングリコール－テトラメチレングリコール）モノ（メタ）アクリレートなどのような水酸基末端ポリアルキレングリコールモノ（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、オクトキシポリエチレングリコール－ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ラウロキシポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ステアロキシポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ステアロキシポリエチレングリコール－ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレート、アリロキシポリエチレングリコール－ポリプロピレングリコールモノ（メタ）アクリレートなどのようなアルキル基末端ポリアルキレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリテトラメチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリ（エチレングリコール－テトラメチレングリコール）ジ（メタ）アクリレート、ポリ（プロピレングリコール－テトラメチレングリコール）ジ（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール－ポリプロピレングリコール－ポリエチレングリコール（メタ）アクリレートなどのポリアルキレングリコールジ（メタ）アクリレートなどが挙げらる。

【００２６】

本発明の無機粉末含有ペーストを感光性ペーストとして用いる場合、光重合開始剤を用いることも好ましい。光重合開始剤は、ラジカル種を発生するものから選ぶことができる。光重合開始剤の具体的な例としては、ベンゾフェノン、ｏ－ベンゾイル安息香酸メチル、４，４－ビス（ジメチルアミノ）ベンゾフェノン、４，４－ビス（ジエチルアミノ）ベンゾフェノン、４，４－ジクロロベンゾフェノン、４－ベンゾイル－４－メチルフェニルケトン、ジベンジルケトン、フルオレノン、２，３－ジエトキシアセトフェノン、２，２－ジメトキシ－２－フェニル－２－フェニルアセトフェノン、２－ヒドロキシ－２－メチルプロピオフェノン、ｐ－ｔ－ブチルジクロロアセトフェノン、チオキサントン、２－メチルチオキサントン、２－クロロチオキサントン、２－イソプロピルチオキサントン、ジ

エチルチオキサントン、ベンジル、ベンジルジメチルケタール、ベンジルメトキシエチルアセタール、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインブチルエーテル、アントラキノン、２－ｔ－ブチルアントラキノン、２－アミノアントラキノン、β－クロルアントラキノン、アントロン、ベンズアントロン、ジベンズスベロン、メチレンアントロン、４－アジドベンザルアセトフェノン、２，６－ビス（ｐ－アジドベンジリデン）シクロヘキサン、２，６－ビス（ｐ－アジドベンジリデン）－４－メチルシクロヘキサノン、２－フェニル－１，２－ブタジオン－２－（ｏ－メトキシカルボニル）オキシム、１－フェニルプロパンジオン－２－（ｏ－エトキシカルボニル）オキシム、１，３－ジフェニルプロパントリオン－２－（ｏ－エトキシカルボニル）オキシム、２－メチル－［４－（メチルチオ）フェニル］－２－モルフォリノ－１－プロパノン、ナフタレンスルフォニルクロライド、キノリンスルホニルクロライド、Ｎ－フェニルチオアクリドン、４，４－アゾビスイソブチロニトリル、ジフェニルジスルフィド、ベンズチアゾールジスルフィド、トリフェニルホスフィン、カンファーキノン、四臭素化炭素、トリブロモフェニルスルホン、過酸化ベンゾイルおよびエオシン、メチレンブルーなどの光還元性の色素とアスコルビン酸、トリエタノールアミンなどの還元剤の組み合わせなどが挙げられるが、熱分解性が良いものが特に好ましく、具体的にはベンジル、ベンジルジメチルケタール、ベンジルメトキシエチルアセタール、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインブチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテルなどが好ましい。

【００２７】

本発明では、これらを１種または２種以上使用することができる。光重合開始剤は、感光性成分に対し、０．０５～１０重量％の範囲で添加され、より好ましくは、０．１～１０重量％である。重合開始剤の量が少なすぎると、光感度が不良となり、光重合開始剤の量が多すぎる場合には、露光部の残存率が小さくなるおそれがある。

【００２８】

ペーストを基板に塗布する時の粘度を塗布方法に応じて調整するために有機溶剤が使用される。このとき使用される有機溶剤としては、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノ－２－エチルヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノ－２－エチルヘキシルエーテル、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールモノイソブチレート、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールジイソブチレート、２－エチル－１，３－ヘキサンジオール、テルピネオール、ベンジルアルコール、１－ブトキシ－２－プロパン、１，２－ジアセトキシプロパン、１－メトキシ－２－プロパノール、２－アセトキシ－１－エトキシプロパン、（１，２－メトキシプロポキシ）－２－プロパノール、（１，２－エトキシプロポキシ）－２－プロパノール、２－ヒドロキシ－４－メチル－２－ペンタノン、３－メトキシ－３－メチルブチルアセテート、２－メトキシエタノール、２－エトキシエタノール、２－（メトキシメトキシ）エタノール、２－イソプロポキシエタノール、２－ブトキシエタノール、２－（イソペンチルオキシ）エタノール、２－（ヘキシルオキシ）エタノール、２－フェノキシエタノール、２－（ベンジルオキシ）エタノール、ベンジルアルコール、フルフリルアルコール、テトラフルフリルアルコール、２，２’－ジヒドロキシジエチルエーテル、２－（２－メトキシエトキシ）エタノール、２－［２－（２－メトキシエトキシ）エトキシ］エタノール、２－メチル－１－ブタンノル、３－メチル－２－ブタノール、２－メチル－１－ペンタノール、４－メチル－２－ペンタノール、２－エチル－１－ブタノール、２－メトキシエチルアセテート、２－エトキシエチルアセテート、２－ブトキシエチルアセテート、２－フェノキシエチルアセテート、１，２－ジメトキシエタン、１，２－ジエトキシエタン、１，２－ジブトキシエタン、シクロヘキサンノン、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル、１－メチルペンチルアセテート、２－エチルブチルアセテート、２－エチルヘキシルアセテート、酢酸シクロヘキシル、酢酸ベンジル、ヘキサン、シクロヘキサン、メチルエチルケトン、２－ペンタノン、３－ペンタノン、２－ヘキサノン、メチルイソブチルケトン、２

－ヘプタノン、４－ヘプタノン、ジイソブチルケトンなどが挙げられる。本発明では有機溶剤をペースト中に２０～７０ｗｔ％の範囲で含まれるのが好ましく、より好ましくは３０～６５ｗｔ％の範囲である。有機溶剤が２０ｗｔ％未満ではペーストの粘度が高くなり、塗布が困難となる。また、有機溶剤が７０ｗｔ％を越えると分散粒子の沈降が速くなり、ペーストの組成を安定化することが困難となったり、乾燥に多大なエネルギーと時間を要する等の問題を生じる傾向がある。

【００２９】

本発明の有機成分は、焼成時に酸化または／および分解または／および気化し、炭化物が無機物中に残存しないことが好ましい。有機成分が焼成温度でも分解せずに残った場合、焼成後の無機物中に気泡が発生し、欠けが生じやすくなったり、着色が生じる問題やパネル点灯中に隔壁から出ガスがあり、ディスプレイパネルの異常放電が発生するなどの問題が生じる。また、透明性が要求されるディスプレイパネルの場合、気泡があると透明性が大きく低下する。

【００３０】

有機成分が、焼成時に酸化または／および分解または／および気化し、炭化物が無機物中に残存しない目安として、加熱しながら重量保持率を測定することが有効である。この場合、有機成分が３０℃から５００℃まで１０℃／分で昇温させたときの重量保持率が１重量％以下であることが好ましく、より好ましくは０．５重量％以下である。

【００３１】

重量保持率は、例えば、熱重量測定装置（“ＴＧＡ－５０”、島津製作所製）を用いて、空気雰囲気下（流量２０ｍｌ／分）、１０℃／分で３０℃から５００℃まで昇温したときの５００℃での重量を測定し、室温での重量との比を求めることで５００℃での重量保持率を算出することができる。５００℃での重量保持率が１重量％以下であることで、ペースト焼成後の焼成残渣を低減し、異常放電や輝度低下といったディスプレイの信頼性を低下させる問題を抑制することができる。

【００３２】

有機成分が３０℃から５００℃まで１０℃／分で昇温させたときの重量保持率が１重量％以下を達成するためには、有機成分中に数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含むことが好ましい。数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体のような酸素含有率の多い化合物を含ませることで有機成分が３０℃から５００℃まで１０℃／分で昇温させたときの重量保持率が１重量％以下を達成しやすくなる。数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体としては、下記一般式（Ｉ）で表されるものが好ましい。

【００３３】

$$R^2O-(R^1O)_n-R^3 \qquad (I)$$

式中、R^1は、炭素数２以上のアルキレン基である。R^2、R^3は、水素原子、アルキル基、グリセリル基、アリル基、アルキレングリコール基、ポリアルキレングリコール基から選ばれたものであり、同じであっても異なってもよい。ｎは、２以上であることが好ましい。

【００３４】

特に、一般式（Ｉ）において、R^1の炭素数が３以上であること、ｎが３以上であること、およびR^2、R^3がアルキレングリコール基、ポリアルキレングリコール基およびグリセリル基のいずれかであることで有機成分が３０℃から５００℃まで１０℃／分で昇温させたときの重量保持率が１重量％以下にする効果が大きくなる。

【００３５】

数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体の具体例として、例えば、ポリエチレングリコール、ポリエチレングリコールモノメチルエーテル、ポリエチレングリコールグリセリルエーテル、ポリエチレングリコールジメチルエーテル、ポリエチレングリコールブチルエーテル、ポリプロピレングリコール、ポリプロピレングリコールモノブチルエーテル、ポリグリセリン、ポリテトラメチレングリコール、ポリエチレングリ

コールアリルエーテル、メトキシポリエチレングリコールアリルエーテル、ポリプロピレングリコールアリルエーテル、ポリプロピレングリコールジアリルエーテルなどが挙げられる。好ましくは、ポリプロピレングリコールグリセリルエーテル、ポリグリセリンなどである。アルキレンオキサイド誘導体は、無機粉末含有ペースト中に５～６０重量％の範囲内であることが好ましく、より好ましくは、１０～５０重量％の範囲内である。５重量％未満の場合、効果が現れにくい場合があり、６０重量％を越えると乾燥に多大なエネルギーと時間を要する等の問題を生じる傾向がある。

【００３６】

また、本発明では数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体、アクリル樹脂および水溶性セルロース樹脂の総和１００重量％に対し、それぞれが以下の範囲内であることが、熱分解性と現像性を向上させ、高精度のパターン形成が可能になる点から好ましい。

【００３７】

数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体	３０～７０重量％
アクリル樹脂	２０～７０重量％
水溶性セルロース樹脂	０～３０重量％

さらに好ましくは、以下の範囲内である。

【００３８】

数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体	３５～６０重量％
アクリル樹脂	２５～５５重量％
水溶性セルロース樹脂	０～２５重量％

本発明の無機粉末含有ペーストは、各種成分を所定の組成となるように調合した後、プラネタリーミキサー等のミキサーによって予備分散した後、３本ローラーなどの分散機で分散・混練手段によって均質に作製する。作製後は、濾過を行い、異物を取り除くことが好ましい。

【００３９】

次に、本発明のペーストの製造方法によって製造されたペーストをディスプレイパネル用部材へ適用する例について説明する。

【００４０】

まず、ガラス基板上にアドレス電極を形成する。ガラス基板としては、ソーダガラスの他にＰＤＰ用の耐熱ガラスである旭硝子社製の”ＰＤ２００”や日本電気硝子社製の”ＰＰ８”などを用いることができる。該ガラス基板上に銀やアルミニウム、クロム、ニッケルなどの金属によりアドレス電極を形成する。形成する方法としては、感光性ペースト法、パターン印刷法、エッチング法等が用いられる。

【００４１】

次に電極を形成した基板上にガラス粉末と有機バインダーを主成分とするガラスペーストを塗布した後に、通常４００～６００℃で焼成することにより誘電体層を形成する。

【００４２】

誘電体層を形成した基板上に隔壁を形成する。隔壁の形成方法としては、ガラスペーストをスクリーン印刷で印刷・乾燥し、この工程を多数回繰り返し、所定の高さにした後、焼成する方法、フォトリソ法で形成したサブトラティブマスク層を介してサンドブラストや液体ホーニングにより隔壁を形成する方法、有機成分に感光性成分含有させた感光性ガラスペーストを用いてフォトリソグラフィー技術により形成する方法等が用いられるが、高精細パターンと精度よくパターン加工ができる点から感光性ガラスペーストを用いられることが多い。また、ディスプレイの信頼性向上の点から本発明の（感光性）ガラスペーストを用いるのが好ましい。

【００４３】

このような感光性ガラスペーストを基板上に全面塗布、もしくは部分的に塗布する。塗布方法としては、バーコーター、ロールコーター、ダイコーター、ブレードコーターなどの常法を用いることができる。塗布した後、通風オーブン、ホットプレート、ＩＲ乾燥炉

など任意のものを用いて乾燥し、塗布膜を形成する。

【００４４】

また、感光性ガラスペーストで形成した感光性フィルムも使用することができる。感光性フィルムは、感光性ガラスペーストを支持フィルム上に塗布、乾燥して作製される。使用する支持フィルムとしては、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレン、ポリカーボネイトなどからなるものに転写が容易になるように離型処理したものなどが挙げられる。塗布は、アプリコーター、バーコーター、カーテンフローコーター、ロールコーター、ダイコーター、ブレードコーターなどを用いることができる。感光性フィルムは、感光性フィルムを使用しない時の感光性ガラスペーストを安定に保つためにシリコーンコーティングや焼き付けした保護フィルムを貼着して用いることが好ましい。

【００４５】

続いて、露光装置を用いて露光を行う。露光装置としては、プロキシミティ露光機などを用いることができる。また、大面積の露光を行う場合は、基板上に感光性ペーストを塗布した後に、搬送しながら露光を行うことによって、小さな露光面積の露光機で、大きな面積を露光することができる。

【００４６】

露光後、露光部分と非露光部分の現像液に対する溶解度差を利用して、現像を行うが、この場合、浸漬法やスプレー法、ブラシ法等を用いることができる。現像液には、感光性ペースト中の有機成分が溶解可能である有機溶媒、精製水、およびアルカリ水溶液等を用いることができる。アルカリ水溶液としては水酸化ナトリウムや炭酸ナトリウム、水酸化カルシウム水溶液などが使用できるが、有機アルカリ水溶液を用いた方が焼成時にアルカリ成分を除去しやすいので好ましい。

【００４７】

有機アルカリとしては、一般的なアミン化合物を用いることができる。具体的には、テトラメチルアンモニウムヒドロキサイド、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキサイド、モノエタノールアミン、ジエタノールアミンなどが挙げられる。アルカリ水溶液の濃度は通常０．０５～５重量％、より好ましくは０．１～１重量％である。アルカリ濃度が低すぎれば可溶部が除去されず、アルカリ濃度が高すぎれば、パターン部を剥離させ、また非可溶部を腐食させるおそれがあり良くない。また、現像時の現像温度は、２０～５０℃で行うことが工程管理上好ましい。

【００４８】

現像後に焼成炉にて焼成を行う。焼成雰囲気や温度は、ペーストや基板の種類によって異なるが、空気中、窒素、水素などの雰囲気中で焼成する。焼成炉としては、バッチ式の焼成炉やベルト式の連続型焼成炉等を用いることができる。焼成温度は４００～１０００℃で行う。

【００４９】

隔壁を形成した後に、ＲＧＢ各色に発光する蛍光体層を形成する。蛍光体粉末、有機バインダーおよび有機溶剤を主成分とする蛍光体ペーストを所定の隔壁間に形成することにより、蛍光体層を形成することができる。蛍光体を形成する方法としては、スクリーン印刷板を用いてパターン印刷するスクリーン印刷法、吐出ノズルの先端から蛍光体ペーストを吐出するディスペンサー法、感光性ペースト法等が用いられる。蛍光体層を形成した基板を必要に応じて、４００℃～６００℃で焼成することによりプラズマディスプレイの背面板を作製できる。

【００５０】

次にプラズマディスプレイの前面板の作製方法について説明する。ガラス基板としては、ソーダガラスの他にＰＤＰ用の耐熱ガラスである旭硝子社製の”ＰＤ２００”や日本電気硝子社製の”ＰＰ８”などを用いることができる。該ガラス基板上にＩＴＯなどを用いてスキャン電極を形成する。その上に感光性銀ペーストなどを用いてバス電極を形成する。コントラストを向上させるためにブラックストライプを用いることもできる。

【００５１】

電極を形成した基板上にガラス粉末と有機バインダーを主成分とするガラスペーストを塗布した後に、通常４００～６００℃で焼成することにより誘電体層を形成する。さらに、背面板の隔壁が格子状になっている場合には、誘電体層上に透明な隔壁層を形成することもできる。この場合、本発明の感光性ガラスペーストを用いるとディスプレイの信頼性を向上できる。

【００５２】

さらに、電子ビーム蒸着により保護膜として酸化マグネシウム層を形成して前面板を作製できる。

【００５３】

作製した背面板と前面板を封着後、前背面の基板間隔に形成された空間に、ヘリウム、ネオン、キセノンなどから構成される放電ガスを封入後、駆動用のドライバーＩＣを実装することによってプラズマディスプレイを作製できる。

【実施例】

【００５４】

以下に、本発明を実施例により具体的に説明する。ただし、本発明はこれに限定されるものではない。

（出ガス量の測定方法）

耐圧性のチャンバー内に背面板もしくは前面板を入れ、Ｈｅガスを注入しながら温度を上げてＧＣ－ＭＳを測定し、発生するガスを調べた。

【００５５】

装置：島津製作所製　ＴＧ４０およびＱＰ５０５ＯＡ
測定モード：試料を装置にセット後、１５０℃で２時間の脱水処理後に測定
加熱条件：室温から２０℃／分で６００℃まで昇温し、６００℃で２５分キープ
試料重量：１００ｍｇ
ＭＳ感度：ＧＡＩＮ２．３
質量数範囲：ｍ／ｚ＝１０～３００
試料容器：白金製容器
雰囲気：ヘリウム流（３０ｍｌ／分）

（アクリル樹脂重合例１）

反応容器中に１－ブタノール１００重量部を仕込み、８０℃まで昇温した。これにイソブチルメタクリレート５０重量部、メタクリル酸３０重量部およびアゾイソブチロニトリル２．０重量部からなる混合物を８０℃下で３時間滴定した。滴定終了から１時間経過した後、さらにアゾイソブチロニトリル１．２重量部と１－ブタノール１０重量部を４回に分けて３０分おきに添加し、添加終了後更に１時間重合を継続し、１－ブタノール１０重量部およびメトキシフェノール１重量部を添加し、メタクリル酸グリシジル２０重量部を３時間滴下した。滴下終了後２時間反応を継続し、１－ブタノール１０重量部で希釈し、目的物を得た。

（アクリル樹脂重合例２）

反応容器中に２－エチルヘキシルメタクリレート４５重量部、シクロヘキシルメタクリレート５５重量部を仕込み、窒素ガスを導入しながら８０℃に加熱した。次いで、十分に窒素ガス置換したチオグリセロール７重量部を撹拌下の反応容器中に添加した。８０℃で２時間撹拌後、９５℃に昇温し、８時間撹拌した。さらにアゾイソブチロニトリル０．２重量部を添加後、３時間重合を行った。その後、反応物を室温まで冷却し、メトキシフェノール１重量部を添加して目的物を得た。

【００５６】

実施例１～５、比較例１
まず前面板を作製した。

【００５７】

旭硝子社製ガラス基板ＰＤ２００上に、ＩＴＯを用いて、ピッチ３７５μｍ、線幅１５０μｍのスキャン電極を形成した。また、その基板上に感光性銀ペースト（東レ社製）を

塗布した後に、フォトマスクを介したマスク露光、０．３％炭酸ナトリウム水溶液を用いた現像、５８０℃１５分間の焼成工程を経て、線幅５０μｍ、厚み３μｍのバス電極を形成した。

【００５８】

次に、酸化鉛を含有するガラスペースト（東レ社製）をスクリーン印刷により、表示部分のバス電極が覆われるように５０μｍの厚みで塗布した後に、５７０℃１５分間の焼成を行って透明誘電体層を形成した。さらに、以下の感光性ガラスペーストを用いて、格子状のパターンが形成された透明誘電体層を形成した。

【００５９】

感光性ペーストとしては、Bi_2O_3／SiO_2／B_2O_3／BaO／Al_2O_3／ZnO＝２６／１３／１８／１４／４／２１重量％からなるガラス粉末７５ｇ、反応例２から得られた樹脂８ｇ、ヒドロキシプロピルセルロース（ハーキュレス社製）５ｇ、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート（第一工業製薬社製）７ｇ、ベンジル０．２ｇ、ベンゾインイソプロピルエーテル０．２ｇ、１，６－ヘキサンジオール－ビス［（３，５－ジ－ｔ－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）プロピオネート］０．０１ｇ、有機染料（ソルベントブルー２５）０．００２ｇ、および３－メトキシ－３－メチルブタノール１０ｇ、表１に示したアルキレンオキサイド誘導体１５ｇを計量、撹拌後、３本ローラーで分散して得られたものを用いた。

【００６０】

【表１】

表1

	アルキレンオキサイド誘導体	数平均分子量
A	ポリエチレングリコールグリセリルエーテル	1,500
B	ポリグリセリン	550
C	ポリプロピレングリコールモノブチルエーテル	750
D	ポリプロピレングリコールアリルエーテル	1,500
E	ポリプロピレングリコール	4,000

【００６１】

この感光性ペーストをダイコーター（東レ社製）を用いて乾燥後厚み４０μｍになるように塗布した。塗布後、（株）デンコー社製の面状遠赤外線加熱方式の乾燥炉を用いて乾燥した。乾燥後、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍの格子状パターンを有するフォトマスクを用いて露光した。露光後、精製水をノズルから吹き付けて現像し、さらに、５６０℃で１５分間焼成することにより、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍ、高さ３０μｍの格子状の透明誘電体層を形成した。さらに、誘電体層を形成した基板上に電子ビーム蒸着により保護膜として、厚み０．５μｍの酸化マグネシウム層を形成して前面板を作製した。得られた前面板を上記出ガスの測定法に従って測定した結果を表２に示した。また、表３に用いた感光性ペースト中の数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体、アクリル樹脂、水溶性セルロース樹脂の総和１００重量％に対し、それぞれの重量％を示した。

【００６２】

【表２】

表2

	前面板			背面板			パネル点灯時の異常放電
	感光性樹脂	アルキレンオキサイド誘導体	発生ガス量（ppm）	感光性樹脂	アルキレンオキサイド誘導体	発生ガス量（ppm）	
実施例1	重合例2	表1(A)	45	重合例1	表1(A)	30	なし
実施例2	重合例2	表1(B)	70	重合例1	表1(B)	55	なし
実施例3	重合例2	表1(C)	55	重合例1	表1(C)	40	なし
実施例4	重合例2	表1(D)	80	重合例1	表1(D)	65	なし
実施例5	重合例2	表1(E)	65	重合例1	表1(E)	50	なし
実施例6	重合例2	表1(A)	48	重合例1	表1(A)	30	なし
実施例7	重合例2	表1(A)	42	重合例1	表1(A)	30	なし
実施例8	重合例2	表1(A)	38	重合例1	表1(A)	40	なし
実施例9	重合例2	表1(A)	72	重合例1	表1(A)	75	なし
実施例10	重合例2	表1(A)	67	重合例1	表1(A)	43	なし
実施例11	重合例2	表1(A)	41	重合例1	表1(A)	39	なし
比較例1	重合例2	なし	150	重合例1	なし	130	一部あり
比較例2	重合例2	表1(A)	135	重合例1	表1(A)	122	一部あり
比較例3	重合例2	表1(A)	135	重合例1	表1(A)	115	一部あり
比較例4	重合例2	表1(A)	—	重合例1	表1(A)	—	—

【００６３】

【表３】

表3

	前面板				背面板				パネル点灯時の異常放電
	アクリル樹脂	アルキレンオキサイド誘導体	水溶性セルロース樹脂	発生ガス量（ppm）	アクリル樹脂	アルキレンオキサイド誘導体	水溶性セルロース樹脂	発生ガス量（ppm）	
実施例1	29	54	18	45	60	40	0	45	なし
実施例2	29	54	18	70	60	40	0	70	なし
実施例3	29	54	18	55	60	40	0	55	なし
実施例4	29	54	18	80	60	40	0	80	なし
実施例5	29	54	18	65	60	40	0	65	なし
実施例6	29	54	18	48	60	40	0	48	なし
実施例7	29	54	18	42	60	40	0	42	なし
実施例8	28	65	7	38	40	60	0	40	なし
実施例9	40	35	25	72	65	35	0	75	なし
実施例10	38	54	8	67	35	60	5	43	なし
実施例11	23	54	23	41	25	60	15	39	なし
比較例1	77	0	23	150	60	40	0	130	一部あり
比較例2	65	20	15	135	80	20	0	122	一部あり
比較例3	65	20	15	135	60	20	20	115	一部あり
比較例4	15	80	5	—	20	80	0	—	—

【００６４】

次に、背面板を作製した。

【００６５】

ガラス基板ＰＤ２００上に感光性銀ペースト（東レ社製）用いてアドレス電極を作成した。感光性銀ペーストを塗布、乾燥、露光、現像、焼成工程を経て、線幅５０μｍ、厚み３μｍ、ピッチ２５０μｍのアドレス電極を形成した。ガラスペースト（東レ社製）をスクリーン印刷により、表示部分のバス電極が覆われるように５０μｍの厚みで塗布した後に、５７０℃１５分間の焼成を行って背面板誘電体層を形成した。

【００６６】

誘電体上に、格子状のパターンが形成された隔壁層を形成した。感光性ペーストは、Bi_2O_3／SiO_2／B_2O_3／ＢａＯ／Al_2O_3／ＺｎＯ＝２６／１３／１８／１４／４／２１重量％からなるガラス粉末７０ｇ、重合例１例から得られた樹脂３０ｇ、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート１５ｇ、ベンジル２ｇ、ベンゾインイソプロピルエーテル２ｇ、１，６－ヘキサンジオール－ビス［（３，５－ジ－ｔ－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）プロピオネート］０．０５ｇ、有機染料（ソルベントブルー２５）０．００２ｇ、および３－メトキシ－３－メチルブタノール２０ｇ、表１に示したアルキレンオキサイド誘導体２０ｇを計量、撹拌後、３本ローラーで分散して得られたものを用いた。

【００６７】

この感光性ペーストをダイコーター（東レ社製）を用いて乾燥後厚み１８０μｍになるように塗布した。乾燥は、（株）デンコー社製の面状遠赤外線加熱方式の乾燥炉で行った。乾燥後、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍの格子状パターンを有するフォトマスクを用いて露光した。露光後、０．５重量％のエタノールアミン水溶液中で現像し、さらに、５６０℃で１５分間焼成することにより、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍ、高さ１３０μｍの隔壁を形成した。

【００６８】

次に、隣り合う隔壁間に蛍光体を形成した。蛍光体層は、ポリエステル製スクリーンメッシュを用いて蛍光体ペースト（東レ社製）をパターン印刷して形成した。蛍光体は隔壁側面に焼成後厚み２５μｍ、誘電体上に焼成後厚み２５μｍになるように塗布した後に、５００℃で１０分間の焼成を行った。

【００６９】

かくしてＰＤＰ用部材として、背面板を作製した。得られた背面板を上記出ガスの測定法に従って測定した結果を表２に示した。

【００７０】

さらに、作製した前面基板と背面基板を封着ガラスを用いて封着して、Ｘｅ５％含有のＮｅガスを内部ガス圧６６５００Ｐａになるように封入した。さらに、駆動回路を実装してＰＤＰを作製した。ＰＤＰのスキャン電極に電圧を印加して発光させ、表示状態を観察した。

【００７１】

数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含むペーストを使用した実施例１～５では、作製した前面板、背面板の出ガス量（Ｈ２Ｏ、ＣＯ、有機ガスの総量）は３０～８０ｐｐｍであり、パネル点灯時の異常放電はなく、表示状態は良好であった。一方、数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体を含まないペーストを使用した比較例１では、作製した前面板、背面板の出ガス量（Ｈ２Ｏ、ＣＯ、有機ガスの総量）は１３０～１５０ｐｐｍであり、パネル点灯時の異常放電が一部に見られ、表示状態は不良であった。

【００７２】

実施例６

旭硝子社製ガラス基板ＰＤ２００上に、ＩＴＯを用いて、ピッチ３７５μｍ、線幅１５０μｍのスキャン電極を形成した。また、その基板上に感光性銀ペースト（東レ社製）を塗布した後に、フォトマスクを介したマスク露光、０．３％炭酸ナトリウム水溶液を用い

た現像、５８０℃１５分間の焼成工程を経て、線幅５０μｍ、厚み３μｍのバス電極を形成した。

【００７３】

次に、酸化鉛を含有するガラスペースト（東レ社製）をスクリーン印刷により、表示部分のバス電極が覆われるように５０μｍの厚みで塗布した後に、５７０℃１５分間の焼成を行って透明誘電体層を形成した。さらに、以下の感光性フィルムを用いて、格子状のパターンが形成された透明誘電体層を形成した。

【００７４】

Bi_2O_3／SiO_2／B_2O_3／BaO／Al_2O_3／ZnO＝２６／１３／１８／１４／４／２１重量％からなるガラス粉末７５ｇ、反応例２から得られた樹脂８ｇ、ヒドロキシプロピルセルロース（ハーキュレス社製）５ｇ、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート（第一工業製薬社製）７ｇ、ベンジル０．２ｇ、ベンゾインイソプロピルエーテル０．２ｇ、１，６－ヘキサンジオール－ビス［（３，５－ジ－ｔ－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）プロピオネート］０．０１ｇ、有機染料（ソルベントブルー２５）０．００２ｇ、および３－メトキシ－３－メチルブタノール１０ｇ、表１に示したアルキレンオキサイド誘導体１５ｇを計量、撹拌後、３本ローラーで分散して得られた感光性ペーストをポリエチレンテレフタレートからなる支持フィルムにリップコーターを用いて塗布し、塗膜を１０５℃で１０分間乾燥し、４０μｍ膜厚の感光性ペースト被膜を形成し、さらに２５μｍ厚みのポリエチレンフィルムを張り合わせて感光性フィルムを作製した。

【００７５】

感光性フィルムのポリエチレンフィルムを剥がしながら、予め８０℃に加熱したスキャン電極、バス電極、透明誘電体層が形成された基板にホットローラーラミネーターにより１１０℃で感光性ペースト被膜を転写した。転写条件は、圧力３．２ｋｇ／cm^2、ラミネート速度０．８ｍ／分で行った。転写後、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍの格子状パターンを有するフォトマスクを用いて露光した。露光後、精製水をノズルから吹き付けて現像し、さらに、５６０℃で１５分間焼成することにより、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍ、高さ３０μｍの格子状の透明誘電体層を形成した。さらに、誘電体層を形成した基板上に電子ビーム蒸着により保護膜として、厚み０．５μｍの酸化マグネシウム層を形成して前面板を作製した。得られた前面板を上記出ガスの測定法に従って測定した結果を表２に示した。出ガス量は、実施例１～５と同程度で少ないものあった。

【００７６】

さらに、作製した前面基板と実施例１で作製した背面基板を封着ガラスを用いて封着して、Ｘｅ５％含有のＮｅガスを内部ガス圧６６５００Ｐａになるように封入した。さらに、駆動回路を実装してＰＤＰを作製した。ＰＤＰのスキャン電極に電圧を印加して発光させ、表示状態を観察したところ、パネル点灯時の異常放電はなく、表示状態は良好であった。

【００７７】

実施例７

旭硝子社製ガラス基板ＰＤ２００上に、ＩＴＯを用いて、ピッチ３７５μｍ、線幅１５０μｍのスキャン電極を形成した。また、その基板上に感光性銀ペースト（東レ社製）を塗布した後に、フォトマスクを介したマスク露光、０．３％炭酸ナトリウム水溶液を用いた現像、５８０℃１５分間の焼成工程を経て、線幅５０μｍ、厚み３μｍのバス電極を形成した。

【００７８】

次に、酸化鉛を含有するガラスペースト（東レ社製）をスクリーン印刷により、表示部分のバス電極が覆われるように５０μｍの厚みで塗布した後に、５７０℃１５分間の焼成を行って透明誘電体層を形成した。さらに、以下の感光性ガラスペーストを用いて、格子状のパターンが形成された透明誘電体層を形成した。

【００７９】

感光性ペーストとしては、Bi_2O_3／SiO_2／B_2O_3／BaO／Al_2O_3／Z

ｎＯ＝２６／１３／１８／１４／４／２１重量％からなるガラス粉末７５ｇ、反応例２から得られた樹脂１３ｇ、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート（第一工業製薬社製）７ｇ、ベンジル０．２ｇ、ベンゾインイソプロピルエーテル０．２ｇ、１，６－ヘキサンジオール－ビス［（３，５－ジ－ｔ－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）プロピオネート］０．０１ｇ、有機染料（ソルベントブルー２５）０．００２ｇ、および３－メトキシ－３－メチルブタノール１０ｇ、表１に示したアルキレンオキサイド誘導体１５ｇを計量、撹拌後、３本ローラーで分散して得られたものを用いた。

【００８０】

この感光性ペーストをダイコーター（東レ社製）を用いて乾燥後厚み４０μｍになるように塗布した。塗布後、（株）デンコー社製の面状遠赤外線加熱方式の乾燥炉を用いて乾燥した。乾燥後、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍの格子状パターンを有するフォトマスクを用いて露光した。露光後、精製水をノズルから吹き付けて現像したところ、未露光部に一部残渣が見られ、現像性はやや不良であった。さらに、５６０℃で１５分間焼成することにより、ピッチ２５０μｍ、線幅３０μｍ、高さ３０μｍの格子状の透明誘電体層を形成した。さらに、誘電体層を形成した基板上に電子ビーム蒸着により保護膜として、厚み０．５μｍの酸化マグネシウム層を形成して前面板を作製した。得られた前面板を上記出ガスの測定法に従って測定した結果を表２に示した。出ガス量は、実施例１～６と同程度で少ないものあった。

【００８１】

さらに、作製した前面基板と実施例１で作製した背面基板を封着ガラスを用いて封着して、Ｘｅ５％含有のＮｅガスを内部ガス圧６６５００Ｐａになるように封入した。さらに、駆動回路を実装してＰＤＰを作製した。ＰＤＰのスキャン電極に電圧を印加して発光させ、表示状態を観察したところ、パネル点灯時の異常放電はなく、表示状態は良好であった。

【００８２】

実施例８～１１、比較例２～４

感光性ペーストを表２，表３とした以外は、実施例１と同様に行った。実施例８～１１で用いた感光性ペーストは、数平均分子量が３００以上であるアルキレンオキサイド誘導体、アクリル樹脂、水溶性セルロース樹脂の総和１００重量％に対し、それぞれが３０～７０重量％の範囲内、２０～７０重量％の範囲内、０～３０重量％の範囲内としたものである。前面板、背面板共に出ガス量は、実施例１～６と同程度で少ないものあり、作製したＰＤＰのパネル点灯時の異常放電はなく、表示状態は良好であった。一方、比較例２～３で用いた感光性ペーストは上記の範囲内を外れるものである。作製した前面板、背面板の出ガス量（Ｈ２Ｏ、ＣＯ、有機ガスの総量）は１１５～１３５ｐｐｍであり、パネル点灯時の異常放電が一部に見られ、表示状態は不良であった。また、比較例４で用いた感光性ペーストは、パターン形成がでなかったため、前面板、背面板が作製できなかった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.[7]	FI	テーマコード（参考）
	Ｈ０１Ｊ 11/02 Ｂ	

Ｆターム(参考) 2H025 AA00 AA02 AA03 AA10 AB11 AB14 AB20 AC01 AD01 BC13
BC42 CA00 CB04 CB14 CB43 CB45 CC08 CC20 FA17 FA29
4G062 AA08 AA09 BB01 DA02 DA03 DA04 DA05 DA06 DB01 DB03
DC02 DC03 DC04 DC05 DD01 DE01 DE04 DF01 EA01 EA10
EB01 EC01 ED01 EE01 EG01 EG04 FA01 FA10 FB01 FC01
FD01 FE01 FF01 FG01 FH01 FJ01 FK01 FL01 GA01 GA04
GA10 GB01 GC01 GD01 GE01 HH01 HH03 HH05 HH07 HH09
HH11 HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01 JJ03 JJ05 JJ07 JJ10
KK01 KK03 KK05 KK07 KK10 MM12 MM25 MM27 NN32 NN40
PP01 PP02 PP03 PP04 PP05 PP06 PP09 PP11 PP12 PP13
PP15 PP16
5C027 AA09
5C040 GF18 GF19 JA02 JA09 JA11 JA15 JA19 KA07 KA14 KA16
KB28 KB29 MA23 MA26