

(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2006-111463

(P2006-111463A)

(43) 公開日 平成18年4月27日(2006.4.27)

(51) Int.C1.	F 1	テーマコード (参考)
C03C 8/24 (2006.01)	C03C 8/24	4 G 062
H01J 11/02 (2006.01)	H01J 11/02	D 5 C 04 O

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2004-297689 (P2004-297689)	(71) 出願人 000232243 日本電気硝子株式会社 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号
(22) 出願日	平成16年10月12日 (2004.10.12)	(72) 発明者 地村 悅貴 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 井関 淳一 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 菊谷 武民 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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 P D P 封着用粉末およびそれを用いてなる P D P 封着用ペースト

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、ガラス基板と整合する熱膨張係数を有するとともに、流動性に優れ気密封着することのできる P D P 封着用粉末およびそれを用いてなる P D P 封着用ペーストを提供するものである。

【解決手段】本発明の P D P 封着用粉末は、S n O - P₂O₅系ガラス粉末とフィラー粉末からなり、フィラー粉末として K Z r₂ (P O₄)₃を使用することを特徴とし、本発明の P D P 封着用ペーストは、S n O - P₂O₅系ガラス粉末とフィラー粉末からなり、フィラー粉末として K Z r₂ (P O₄)₃を使用してなる P D P 封着用粉末とビーグルとを混練してなることを特徴とする。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

$\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末とフィラー粉末からなり、フィラー粉末として $\text{KZr}_2(\text{PO}_4)_3$ を使用することを特徴とする PDP 封着用粉末。

【請求項 2】

体積%表示で、 $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末が 55 ~ 85%、 $\text{KZr}_2(\text{PO}_4)_3$ が 15 ~ 45% であることを特徴とする請求項 1 に記載の PDP 封着用粉末。

【請求項 3】

$\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末の平均粒径が 2 ~ 50 μm であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の PDP 封着用粉末。

10

【請求項 4】

フィラー粉末の平均粒径が 4 ~ 60 μm であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の PDP 封着用粉末。

【請求項 5】

$\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末の組成がモル%表示で、 SnO 35 ~ 60%、 P_2O_5 18 ~ 45%、 ZnO 0 ~ 20%、 B_2O_3 0 ~ 30%、 SiO_2 0 ~ 15%、 Al_2O_3 0 ~ 10%、 R_2O 0 ~ 10% (R は Li、Na、K および Cs) を含有することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の PDP 封着用粉末。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の PDP 封着用粉末とビーグルとを混練してなることを特徴とする PDP 封着用ペースト。

20

【請求項 7】

PDP 封着用粉末 100 質量部に対して、ビーグルを 20 ~ 80 質量部添加してなることを特徴とする請求項 6 に記載の PDP 封着用ペースト。

30

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、プラズマディスプレイ (PDP) の前面板と背面板または背面板と排気管を封着するために使用する粉末およびそれを用いてなる PDP 封着用ペーストに関するものである。

30

【背景技術】**【0002】**

近年、大型平面テレビや壁掛けテレビとして、液晶ディスプレイ (LCD)、PDP などのフラットパネルディスプレイ (FPD) の開発が急速に進められている。

【0003】

PDP は、前面板と背面板の間に微小なセルが縦横方向に規則正しく形成されており、前記セル内部で放電するとセル内部に封入された希ガスから紫外線が放射され、その紫外線を吸収した蛍光体が可視光線の蛍光を発することで文字や画像を表示するというものである。

40

【0004】

従って、PDP の製造工程において、パネル内部 (前面板と背面板の間) に所定量の希ガスを密封する工程が必須となる。

【0005】

ガスを密閉するために、前面板と背面板とは、低融点ガラス粉末とフィラー粉末の混合物 (封着用粉末) にビーグルを添加し、混練したペーストによって非表示部の全周にわたって気密封着する。

【0006】

また、パネル内部のガスを排気する、またはパネル内部に希ガスを注入するために、背面板の非表示部に直径数 mm の孔を設け、孔を覆うように排気管を配設し、背面板と排気管を低融点ガラス粉末とフィラー粉末の混合物 (封着用粉末) にビーグルを添加して混練

50

したペーストまたは、封着用粉末に樹脂を添加してリング状に成形したタブレットを用いて気密封着する。

【0007】

これまで、低融点ガラス粉末として鉛ガラスが使用されていたが、鉛の毒性に起因する環境上の問題から鉛を含有しない $SnO - P_2O_5$ 系の低融点ガラスが開発されている（例えば、特許文献 1、2 参照。）。

【特許文献 1】特開 2001-19472 号公報

【特許文献 2】特開 2002-293573 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0008】

従来より、PDP 用のガラス基板としては、ソーダ石灰ガラス（熱膨張係数： $80 \sim 90 \times 10^{-7} / ^\circC$ ）や PDP 用のガラス基板として開発された高歪点ガラス（熱膨張係数： $80 \sim 85 \times 10^{-7} / ^\circC$ ）が使用されている。PDP を作製するためには、ガラス基板同士を封着する等の熱処理工程が必要であるが、熱処理工程の前後における加熱や冷却によって基板に熱衝撃が加わりやすい。そこで、熱衝撃を軽減するために、熱膨張係数が $60 \sim 80 \times 10^{-7} / ^\circC$ のガラス基板が開発されている。

【0009】

$SnO - P_2O_5$ 系の低融点ガラスの熱膨張係数は、 $100 \times 10^{-7} / ^\circC$ 程度と大きいため、熱膨張係数の小さいフィラー粉末を混合して従来のガラス基板の熱膨張係数に対応するように封着材料を調整していた。封着材料とガラス基板の熱膨張係数の差が大きいと封着部分においてクラックが発生する場合がある。

20

【0010】

しかし、熱膨張係数の小さいガラス基板に対応するために、フィラー粉末の含有量を高めると、封着材料の流動性が低下して気密封着することが困難であった。

【0011】

本発明の目的は、ガラス基板と整合する熱膨張係数を有するとともに、流動性に優れ気密封着することのできる PDP 封着用粉末およびそれを用いてなる PDP 封着用ペーストを提供するものである。

30

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者等は、封着材料の流動性の低下する原因が、封着時に $SnO - P_2O_5$ 系の低融点ガラス粉末がフィラー粉末と反応して、失透が発生しやすいためであることを見いだした。

【0013】

また、 $KZr_2(PO_4)_3$ をフィラー粉末として使用するとガラス粉末との間の反応を抑制でき、封着に充分な流動性を確保できることを見いだし、本発明として提案するものである。

【0014】

本発明の PDP 封着用粉末は、 $SnO - P_2O_5$ 系ガラス粉末とフィラー粉末からなり、フィラー粉末として $KZr_2(PO_4)_3$ を使用することを特徴とする。

【0015】

また、本発明の PDP 封着用ペーストは、 $SnO - P_2O_5$ 系ガラス粉末とフィラー粉末からなり、フィラー粉末として $KZr_2(PO_4)_3$ を使用してなる PDP 封着用粉末とビーグルとを混練してなることを特徴とする。

【発明の効果】

【0016】

本発明の PDP 封着用粉末は、ペーストまたはタブレットの形態で封着材料として使用されるが、 $SnO - P_2O_5$ 系ガラス粉末とフィラー粉末との間で反応しにくいため、封着するために充分な流動性を得ることができる。そのため、気密封着できる。

50

【0017】

また、本発明のPDP封着用粉末は、熱膨張係数 $60 \sim 80 \times 10^{-7}$ /のガラス基板を封着しても、封着部にクラックが発生しない。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

本発明のPDP封着用粉末は、熱膨張係数が $50 \sim 75 \times 10^{-7}$ /であると、熱膨張係数 $60 \sim 80 \times 10^{-7}$ /のガラス基板を封着しても、封着部にクラックが発生しないとともに、ガラス基板に反りが発生しにくいため好ましい。好ましい熱膨張係数は、 $50 \sim 72 \times 10^{-7}$ /であり、さらに好ましくは、 $55 \sim 70 \times 10^{-7}$ /である。

【0019】

本発明のPDP封着用粉末は、体積%表示で、 $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末が $55 \sim 85\%$ 、 $\text{KZr}_2(\text{PO}_4)_3$ (以下、KZPと称す)が $15 \sim 45\%$ であると、封着に充分な流動性を得ることが出来るとともに上記の熱膨張係数となるため好ましい。

【0020】

なお、フィラー粉末のうち、KZP以外のフィラー粉末をPDP封着用粉末の15体積%まで添加することができる。KZP以外のフィラー粉末としては、コーディエライト、二酸化スズ、-ヨークリプタイト、ムライト、シリカ、-石英固溶体、チタン酸アルミニウム、ジルコン、ウイレマイト、五酸化ニオブなどが使用可能であり、単独または混合して使用される。

【0021】

本発明のPDP封着用粉末は、 $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末の平均粒径が $2 \sim 50 \mu\text{m}$ であると、低温でガラスが融解しやすいため好ましい。

【0022】

また、本発明のPDP封着用粉末は、フィラー粉末の平均粒径が $4 \sim 60 \mu\text{m}$ であるとガラスの流動性が阻害されにくいため好ましい。フィラー粉末の平均粒径が $4 \mu\text{m}$ よりも小さいと、フィラー粉末の表面積が増大するため封着時にガラスと反応しやすい傾向がある。そのため、封着材料の流動性が低下しやすく、気密封着しにくくなる。一方、 $60 \mu\text{m}$ よりも大きいと、封着材料の封着後の機械的強度が低くなりやすい傾向があり、封止部分でリークする可能性がある。

【0023】

また、本発明のPDP封着用粉末は、 $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系ガラス粉末の組成がモル%表示で、 $\text{SnO} 35 \sim 60\%$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5 18 \sim 45\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3 0 \sim 30\%$ 、 $\text{ZnO} 0 \sim 20\%$ 、 $\text{SiO}_2 0 \sim 15\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3 0 \sim 10\%$ 、 $\text{R}_2\text{O} 0 \sim 10\%$ (RはLi、Na、KおよびCs)を含有すると好ましい。

【0024】

上記組成範囲に限定した理由を以下に示す。

【0025】

SnO は、ガラスの融点を低くする成分である。 SnO が 35% より少ないとガラスの粘性が高くなつて封止温度が高くなりやすく、 60% を超えるとガラス化しにくくなる。なお、 SnO が多いと封止時に失透しやすくなるので、 55% 以下であることが好ましい。また、 40% 以上であれば、流動性に優れ、高い気密性が得られるため好ましい。

【0026】

P_2O_5 は、ガラス形成酸化物である。 P_2O_5 が 18% よりも少ないと、ガラスの安定性が充分に得られにくい。 $18 \sim 45\%$ の範囲では、ガラスに充分な安定性が得られるが、 45% を超えると耐湿性が悪くなりやすい。また、 P_2O_5 が 20% 以上であれば、ガラスがより安定化するが、 35% を超えると封止用ガラスの耐候性がやや悪くなる傾向が現れるので、 $20 \sim 35\%$ であることがさらに好ましい。

【0027】

ZnO は、中間酸化物である。 ZnO は必須成分ではないが、ガラスを安定化させる効果が大きいため、 4% 以上であることが望ましい。しかし、 ZnO が 20% を超えると封

10

20

30

40

50

止時にガラス表面に失透が発生しやすくなる。ZnOの含有量は5～15%であることが望ましい。

【0028】

SiO₂は、ガラス形成酸化物である。SiO₂は必須成分ではないが、失透を抑制する効果があるので含有させることが望ましい。なお、15%を超えると軟化温度が上昇し、封止温度が高くなりやすい。

【0029】

Al₂O₃は、中間酸化物である。Al₂O₃は必須成分ではないが、ガラスを安定化させる効果があり、また熱膨張係数を低下させる効果もあるので含有させることが望ましい。但し、10%を超えると軟化温度が上昇し、封止温度が高くなる傾向がある。なお、ガラスの安定性や熱膨張係数および流動性など考慮した場合、0.5～5%の範囲がより好ましい。

【0030】

R₂O (RはLi、Na、KおよびCs)は、必須成分ではないが、R₂O成分のうち、少なくとも1種類が組成中に加わることにより接着力が向上する傾向がある。しかし、含量で10%を超えると封止時に失透しやすくなる。また、R₂Oのなかでも、Li₂Oは、接着力を最も向上させやすい。

【0031】

上記した以外に、以下の成分を含有してもよい。

【0032】

B₂O₃は、ガラス形成酸化物である。B₂O₃は必須成分ではないが、ガラスを安定させる効果がある。但し、30%より多いとガラスの粘性が高くなりすぎ、封止時の流動性が著しく悪くなり、封止部の気密性が損なわれる傾向にある。B₂O₃の好適な範囲は0～25%である。なお、B₂O₃はガラスの粘性を高くする傾向が強いため、非常に高い流動性が要求され、軟化点を大幅に下げる必要がある場合は含有しないほうがよい。

【0033】

ランタノイド酸化物、例えばLa₂O₃、CeO₂は必須成分ではないが、ガラス成分中に含量で0.1%以上含有することで、ガラスの耐候性が向上しやすい。

【0034】

なお、ランタノイド酸化物に加えて、他の希土類、例えば、Y₂O₃を使用するとガラスの耐候性向上により効果的である。ランタノイド酸化物を除く希土類の添加量は0～5%であることが好ましい。

【0035】

R'O (R'はMg、Ca、SrおよびBa)は、必須成分ではないが、ガラスを安定化させる成分として有用である。R'Oの含量が15%を超えると、失透しやすい傾向がある。そのため、R'Oの含有量は15%以下、さらに好ましくは10%以下であることが望ましい。

【0036】

また、例えば、Nb₂O₅、TiO₂、ZrO₂、CuO、MnO、In₂O₃等のガラスを安定化させる成分を含量で20%まで含有させることができる。なお、これら安定化成分の含有量が20%を超えると、ガラスが不安定になって製造しにくくなる。より安定なガラスを得るには15%以下であることが好ましい。

【0037】

Nb₂O₅、TiO₂、およびZrO₂の含有量は何れも0～15%、特に各々0～10%であることが好ましい。いずれかの成分の含有量が15%を超えるとガラスが不安定になりやすい。

【0038】

CuOおよびMnOの含有量は何れも0～10%、特に各々0～5%であることが好ましい。いずれかの成分の含有量が10%を超えるとガラスが不安定になりやすい。

【0039】

10

20

30

40

50

In_2O_3 は、高度な耐候性を得る目的で使用することができる。 In_2O_3 の含有量は0~5%であることが好ましい。

【0040】

PbO は、環境負荷物質であるため、実質的に含有しないことが好ましい。なお、本明細書において、ある物質を実質的に含有しないとは含有量が0.1%以下であることを指す。

【0041】

また、F、Cl等のハロゲンは、表示輝度を低下させるおそれがあるため、実質的に含有しないことが好ましい。

【0042】

以下に、PDP封着用ペーストの作製方法について説明する。

【0043】

まず、上記したような組成および平均粒径を有する SnO - P_2O_5 系のガラス粉末とフィラー粉末とを用意する。

【0044】

次に、体積%表示で、 SnO - P_2O_5 系のガラス粉末が55~85%、フィラー粉末が15~45%となるように混合し、封着用粉末を作製する。

【0045】

続いて、封着用粉末100質量部に対してビークルを20~80質量部添加し、均一に封着用粉末が分散するように攪拌した後、ロールミルを用いて粉末凝集物や気泡を除去してPDP封着用ペーストを作製する。

【0046】

PDP封着用ペーストの粘度は、200~1500ポイズが好ましい。200ポイズより小さくペーストを構成するガラス粉末やフィラー粉末が沈降しやすい傾向があり、1500ポイズより大きめとガラス基板に均一に塗布しにくい傾向がある。

【0047】

ビークルは、バインダー樹脂と溶媒を均一に混合したものである。

【0048】

バインダー樹脂はビークルの粘度を調整する成分であり、バインダー樹脂としては、ポリエチレングリコール誘導体(PED)、ニトロセルロース(NCE)、ポリメチルスチレン(PMS)、ポリエチレンカーボネート(PEC)等が使用可能である。

【0049】

溶媒は封着材料をペースト状に希釈する成分であり、溶媒としては、N,N'-ジメチルホルムアミド(DMF)、-ブチロラクトン(-BL)、テトラリン、ブチルカルビトールアセテート(BCA)、酢酸エチル、酢酸イソアミル(IAA)、ジメチルスルホキシド(DMSO)、プロピレンカーボネート(PCR)、2,4-ジエチル-1,5-ペンタンジオール、N-メチル-2-ピロリドン、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ベンジルアルコール、トルエン、3-メトキシ-3-メチルブタノール、水、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコールモノブチルエーテル等が使用可能である。なお、粘性の高い溶媒は、単独でビークルとして使用することも可能である。

【0050】

ビークルが20質量部よりも少ないと、ペースト状にならず、取り扱いにくくなる傾向がある。一方、80質量部よりも多いと、封着時にビークル成分は燃焼または揮発するため、封着部分に微小気泡を含有しやすく、封着部がリークしやすい傾向がある。

【0051】

次に、PDP封着用タブレットの作製方法について説明する。

【0052】

10

20

30

40

50

まず、上記したような組成および平均粒径を有する $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系のガラス粉末とフィラー粉末とを用意する。

【0053】

次に、体積%表示で、 $\text{SnO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系のガラス粉末が 60 ~ 80 %、フィラー粉末が 20 ~ 40 % となるように混合し、封着用粉末を作製する。

【0054】

続いて、封着用粉末 100 質量部に対して樹脂バインダー 0.1 ~ 2.5 質量部を添加して均一に攪拌し、顆粒状に造粒する。

【0055】

さらに、顆粒状の封着材料を金型に充填した後、プレス成形によってリング状に成形したタブレット前駆体を作製する。 10

【0056】

最後に、タブレット前駆体を 350 ~ 430 において 5 ~ 30 分間焼成して PDP 封着用タブレットを作製する。

【0057】

樹脂バインダーとしては、ポリエチレンカーボネート、ポリエチレングリコール誘導体、ポリメチルスチレン、ニトロセルロース等が使用可能である。特に、低温分解性の樹脂バインダーであるとガラスに有機成分が残存しにくく、ガラスに悪影響を与えにくいため好ましい。

【0058】

樹脂が 0.1 質量部よりも少ないと、タブレット前駆体を作製しても脆く崩れやすいため、取り扱いにくく好ましくない。一方、2.5 質量部よりも多いと、焼成の際に樹脂が炭化しやすく、気密封着を阻害する傾向があるため好ましくない。

【0059】

タブレット前駆体の焼成温度が 350 よりも低いと、PDP 封着用タブレットが脆く崩れやすいため、取り扱いにくく好ましくない。一方、430 よりも高いと、タブレット前駆体が軟化変形する場合があるため好ましくない。

【実施例】

【0060】

以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明する。

30

【0061】

表 1 は、ガラス試料を示し、表 2 は、封着用粉末を示す。また、表 3 は、ペースト試料を示す。

【0062】

【表1】

	a	b	c	d	e	f
SnO (mol%)	51.0	48.5	54.0	48.0	60.0	52.0
P_2O_5	22.0	31.5	30.0	32.0	34.5	28.0
ZnO	5.0	8.0	11.0	10.0	5.0	12.0
Al_2O_3	1.0	1.0	1.5	1.0	0.5	1.0
SiO_2	—	6.5	—	8.0	—	7.0
B_2O_3	21.0	—	—	—	—	—
Li_2O	—	—	1.5	—	—	—
Na_2O	—	2.0	—	1.0	—	—
La_2O_3	—	0.5	0.5	—	—	—
CeO_2	—	1.0	1.5	—	—	—
Gd_2O_3	—	1.0	—	—	—	—
溶融温度 (°C)	900	850	850	900	850	800
ガラス転移点 (°C)	320	270	265	275	255	270
軟化点 (°C)	430	375	370	385	355	370
熱膨張係数 ($\times 10^{-7}/\text{°C}$)	105	110	115	105	120	110
平均粒径 (μm)	5	7	9	15	20	10

【0063】

【表2】

		A	B	C	D	E	F
混合割合 (vol%)	ガラス	a (80)	b (75)	c (75)	d (63)	e (70)	f (70)
	フィラー	KZP (20)	KZP (25)	KZP (25)	KZP (37)	KZP (20)	KZP (15)
	フィラー	—	—	—	—	コーディ エライト (10)	β -ユ クリプタ イト (15)
焼成温度 (°C)		480	450	450	460	410	450
熱膨張係数 ($\times 10^{-7}/\text{°C}$)		72.9	65.5	66.9	55.0	65.0	70.0
流動径 (mm)		23.0	21.0	22.0	20.0	20.0	21.0

【0064】

10

20

30

40

【表3】

		1	2	3	4	5	6
(質量部)	封着用粉末	A(100)	B(100)	C(100)	D(100)	E(100)	F(100)
	ビーグル	(30)	(35)	(20)	(20)	(40)	(15)
	樹脂(wt%)	PEC (15%)	PEC (20%)	NCE (5%)	PEGD (3%)	PEGD (30%)	PMS (5%)
	溶媒(wt%)	PRC (85%)	DMF (80%)	IAA (85%)	蒸留水 (97%)	DMF (70%)	Toluene (95%)
レベリング性		○	○	○	○	○	○
焼成状態		○	○	○	○	○	○

10

【0065】

表1に示すガラス試料は、以下のようにして作製した。

【0066】

まず、表中の組成となるようにガラス原料を調合して石英ルツボ内に投入し、前記石英ルツボに蓋をした状態で表中に記載の温度において2時間溶融した。

【0067】

続いて、溶融ガラスを平行に位置する2本の水冷ローラーの間を通して薄板状に成形し、ボールミルを用いて粉碎してガラス試料を作製した。

【0068】

ガラス転移点は、示差熱分析(DTA)により求めた。

【0069】

軟化点は、DTAの第二吸収ピーク裾の温度から求めた。

【0070】

熱膨張係数は、押棒式熱膨張測定装置により求めた。

【0071】

平均粒径は、レーザ回折式粒度分布測定装置(株式会社島津製作所製 S A L D 2 0 0 0)を用いて測定した。

【0072】

また、フィラー粉末としては、K Z Pを使用した。このK Z Pは、以下のようにして作製した。

【0073】

まず、原料としてリン酸ジルコニウム:ZrP₂O₇を1mol相当の265.2g、酸化ジルコニウム:ZrO₂を1mol相当の123.2g、リン酸カリウム:KPO₃を1mol相当の118.1gを混合し、結晶化助剤として酸化マグネシウムを総量の3wt%に相当する15.1g添加してアルミナボールミルで1時間混合した。

【0074】

次いで、この混合粉末をアルミナルツボ中、1400で15時間焼成を行い、K Z Pを合成した。

【0075】

冷却後、坩堝からK Z Pの焼結物を取り出し、アルミナボールミルにて粉碎、分級し、金属製の325メッシュの篩を通し、平均粒径が15μmのK Z Pからなるフィラー粉末を作製した。

【0076】

表2に示す封着用粉末は、表1で作製したガラス試料と、K Z Pを使用したフィラー粉末とを表中に示す割合で混合して作製した。

【0077】

20

30

40

50

流動性は、次のようにして評価した。

【0078】

まず、得られた封着用粉末の密度に相当する質量を金型に投入し、プレス成形することにより外径20mmの円柱形状のボタンを作製した。

【0079】

次に、ボタンを窓板ガラスの上に乗せ、空気中、表中に記載の焼成温度まで10 / 分の速度で昇温して10分間保持した後、ボタンの直径を測定した値を示した。

【0080】

表3に示すペースト試料は、以下のようにして作製した。

【0081】

まず、表中の混合割合となるように、ガラス試料、フィラー粉末からなる封着用粉末とビーグルとを混合、攪拌し、予備混練ペーストを作製した。なお、ビーグルは、表中記載の樹脂と溶媒を表中記載の割合で均一に混合したもの用いた。

【0082】

次に、ロールミルを用いて予備混練ペーストから凝集物や気泡が除去されたペースト試料を作製した。

【0083】

次に、得られた各ガラスペーストをソーダガラス板上にスクリーン印刷法で均一厚みに塗布した。

【0084】

最後に、溶媒を揮発させるために150で10分間乾燥を行ない、続いてガラスペーストを空気中で焼成温度まで昇温して10分間保持し、焼成を行なった。こうして作製した試料を用いて、ペーストのレベリング性と焼成状態を調べた。

【0085】

ペーストのレベリング性は、塗布後のペースト表面を観察し、平滑で光沢があれば「」、そうでないものを「×」とした。

【0086】

また、焼成状態は、平滑で光沢があるものを「」、そうでないものを「×」とした。

【0087】

表2から明らかなように、試料A～Fは、熱膨張係数が $55.0 \sim 72.9 \times 10^{-7}$ / 30であり、流動径が21～23mmと良好な流動性を示した。

【0088】

また、表3から明らかなように、試料1～6は、レベリング性、焼成状態ともに良好であった。

10

20

30

フロントページの続き

F ターム(参考) 4G062 AA08 AA09 BB01 BB09 CC10 DA01 DA02 DA03 DA04 DB01
DB02 DB03 DC01 DC02 DC03 DC04 DD04 DD05 DE01 DE02
DE03 DE04 DF01 EA01 EA02 EA03 EA10 EB01 EB02 EB03
EC01 EC02 EC03 ED01 EE01 EF01 EG01 FA01 FB01 FB02
FB03 FB04 FC01 FC02 FC03 FC04 FD01 FE05 FE06 FF01
FG01 FG02 FG03 FG04 FH01 FJ01 FJ02 FJ03 FK01 FK02
FL01 FL02 GA01 GA10 GB01 GC01 GD01 GE01 HH01 HH02
HH03 HH04 HH05 HH06 HH07 HH09 HH10 HH11 HH13 HH15
HH17 HH20 JJ01 JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01 KK02 KK03
KK04 KK05 KK06 KK07 KK08 KK10 MM08 MM25 NN40 PP09
PP11 PP14 PP16
5C040 HA02 KA09 KA10 KB03 KB09 KB11 KB28 MA09