

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3781398号
(P3781398)

(45) 発行日 平成18年5月31日(2006.5.31)

(24) 登録日 平成18年3月17日(2006.3.17)

(51) Int. Cl.		F I	
C O 4 B 35/00	(2006.01)	C O 4 B 35/00	J
C 2 3 C 14/08	(2006.01)	C 2 3 C 14/08	D
C 2 3 C 14/24	(2006.01)	C 2 3 C 14/24	E

請求項の数 4 (全 7 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平10-317298 (22) 出願日 平成10年11月9日(1998.11.9) (65) 公開番号 特開2000-143334(P2000-143334A) (43) 公開日 平成12年5月23日(2000.5.23) 審査請求日 平成14年11月15日(2002.11.15)</p>	<p>(73) 特許権者 591111112 キヤノンオプトロン株式会社 茨城県結城市鹿窪1744-1 (73) 特許権者 000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 (74) 代理人 100069017 弁理士 渡辺 徳廣 (72) 発明者 杉原 正彦 茨城県取手市白山7丁目5番16号 株式 会社オプトロン内 審査官 大橋 賢一 (56) 参考文献 特開平09-209134(JP,A) 最終頁に続く</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 I . T . O 焼結体、その製造方法及び I . T . O 薄膜

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

主成分として酸化インジウム (In_2O_3)、酸化錫 (SnO_2) 及び酸化スカンジウム (Sc_2O_3) を含有してなり、前記酸化インジウム及び酸化スカンジウムと酸化錫の割合が重量比で ($In_2O_3 + Sc_2O_3$) : $SnO_2 = 99 \sim 93 : 1 \sim 7$ であり、かつ酸化スカンジウムの含有量が酸化インジウムとの重量比で $In_2O_3 : Sc_2O_3 = 99.8 \sim 60 : 0.2 \sim 40$ である事を特徴とする I . T . O 焼結体。

【請求項 2】

主成分として酸化インジウム (In_2O_3) 及び酸化錫 (SnO_2) 及び酸化スカンジウム (Sc_2O_3) を含有し、前記酸化インジウム及び酸化スカンジウムと酸化錫の割合が重量比で ($In_2O_3 + Sc_2O_3$) : $SnO_2 = 99 \sim 93 : 1 \sim 7$ であり、かつ酸化スカンジウムの含有量が酸化インジウムとの重量比で $In_2O_3 : Sc_2O_3 = 99.8 \sim 60 : 0.2 \sim 40$ である粉末を混合、成形し、加熱して焼結する事を特徴とする I . T . O 焼結体の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の I . T . O 焼結体を蒸着源として成膜してなることを特徴とする I . T . O 薄膜。

【請求項 4】

薄膜中の錫 (Sn) の含有量の相違にかかわらず同じ体積抵抗率が得られる請求項 3 記載の I . T . O 薄膜。

10

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は透明導電膜形成のための真空成膜用のI・T・O焼結体とその製造方法及びI・T・O薄膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

酸化インジウム(In_2O_3)及び酸化錫(SnO_2)からなるI・T・O焼結体は、真空成膜法の真空蒸着用ペレットまたはスパッタリング用ターゲットとして使用する事で、透明電極、帯電防止、電磁波遮断、面発熱体、熱線遮断、光電変換素子等の透明導電膜として幅広く用いられている。

10

【0003】

その中でも、LCD(液晶ディスプレイ)の大型化、高精細、高画質化により、透明電極として用いられるI・T・O膜への特性要求も厳しくなっている。特に低抵抗化は大きな課題である。

【0004】

真空成膜法にてI・T・O焼結体から良質の透明導電膜を得る方法として次の様な報告がなされている。

まず、特開平3-126655号公報には、凝集性のない平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以下の酸化インジウム-酸化錫粉末にバインダーを添加して混合成形した後、 1500 以上の酸素

20

雰囲気中で焼結する方法が開示されている。特開平3-150253号公報には、 $1200 \sim 1300$ の酸素雰囲気中で一旦焼結し、次いで $500 \sim 1300$ の減圧または不活性ガス雰囲気中で熱処理する方法が開示されている。

【0005】

特開平6-316760号公報においては、酸化錫-酸化インジウム粉末を大気中にて仮焼きし、仮焼き後の粉末を混合・造粒・成形し $900 \sim 1100$ の焼結温度で焼結とする方法が開示されている。

また、「機能材料」Vol.11, No.3(1991)の中で密度63%のI・T・OターゲットのI・T・O膜の比抵抗は、スパッタ・パワーにより膜中の SnO_2 量の差が大きく起因し、使用するスパッタ装置や条件に最適の SnO_2 量を考慮したターゲットを使用することは、非常に重要であることが記載されている。

30

【0006】

さらに、「ニューガラス」Vol.7, No.2(1992)でも、装置によって多少の違いがあるものの真空蒸着でのI・T・Oペレットの SnO_2 添加の最適量は5wt%前後の添加量に比抵抗は最も近い値を示すことが記載されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

前述したように、従来の真空成膜法にてI・T・O焼結体から良質の透明導電膜を得るには、真空成膜法の真空蒸着用I・T・Oペレットまたはスパッタリング用I・T・Oターゲットの密度及び厳密な SnO_2 含有量の最適化や真空蒸着装置条件の精密な管理を行わなければならない、再現よく安定した比抵抗を持つ透明導電I・T・O薄膜を得るのは困難である。

40

【0008】

本発明は、この様な従来技術の問題点を解決するためになされたものであり、焼結体中の SnO_2 のばらつき(I・T・O薄膜中の SnO_2 量の差)に影響されにくく、高透過率を持ち再現よく安定した比抵抗を持つI・T・O焼結体および透明導電I・T・O薄膜を提供することを目的とするものである。

【0009】

さらに、本発明は、高透過率を持つ透明導電I・T・O薄膜を提供出来る為、透明導電膜

50

としての透過率（80%以上）を失わない範囲で膜厚を増やす事ができ、膜全体の抵抗を低くできるI.T.O薄膜を提供することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明は、主成分として酸化インジウム（ In_2O_3 ）、酸化錫（ SnO_2 ）及び酸化スカンジウム（ Sc_2O_3 ）を含有してなり、前記酸化インジウム及び酸化スカンジウムと酸化錫の割合が重量比で $(\text{In}_2\text{O}_3 + \text{Sc}_2\text{O}_3) : \text{SnO}_2 = 99 \sim 93 : 1 \sim 7$ であり、かつ酸化スカンジウムの含有量が酸化インジウムとの重量比で $\text{In}_2\text{O}_3 : \text{Sc}_2\text{O}_3 = 99.8 \sim 60 : 0.2 \sim 40$ である事を特徴とするI.T.O焼結体に係るものである。

10

【0011】

また、本発明は、主成分として酸化インジウム（ In_2O_3 ）及び酸化錫（ SnO_2 ）及び酸化スカンジウム（ Sc_2O_3 ）を含有し、前記酸化インジウム及び酸化スカンジウムと酸化錫の割合が重量比で $(\text{In}_2\text{O}_3 + \text{Sc}_2\text{O}_3) : \text{SnO}_2 = 99 \sim 93 : 1 \sim 7$ であり、かつ酸化スカンジウムの含有量が酸化インジウムとの重量比で $\text{In}_2\text{O}_3 : \text{Sc}_2\text{O}_3 = 99.8 \sim 60 : 0.2 \sim 40$ である粉末を混合、成形し、加熱して焼結する事を特徴とするI.T.O焼結体の製造方法である。

【0013】

さらに、本発明は、上記のI.T.O焼結体を蒸着源として成膜してなることを特徴とするI.T.O薄膜である。

20

薄膜中の錫（Sn）の含有量の相違にかかわらず同じ体積抵抗率が得られるのが好ましい。

【0014】

【発明の実施の形態】

上記目的を達成する為、本発明は、主成分として In_2O_3 及び SnO_2 からなるI.T.O粉末に Sc_2O_3 を添加する事を特徴とする。

【0015】

上記の In_2O_3 及び Sc_2O_3 と SnO_2 の割合が重量比で $(\text{In}_2\text{O}_3 + \text{Sc}_2\text{O}_3) : \text{SnO}_2 = 99 \sim 94 : 1 \sim 7$ 、さらに好ましくは $98 \sim 94 : 2 \sim 6$ であるのが望ましい。上記の In_2O_3 、 Sc_2O_3 および SnO_2 の割合とすることにより、真空成膜により、スプラッシュが全く発生せず透過率91%以上、体積抵抗率 $3.3 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ 以下を示す様に動作する。

30

【0016】

また、 Sc_2O_3 の含有量が In_2O_3 との重量比で $\text{In}_2\text{O}_3 : \text{Sc}_2\text{O}_3 = 99.8 \sim 60 : 0.2 \sim 40$ 、好ましくは $99.7 \sim 62 : 0.3 \sim 38$ であるのが望ましい。上記の In_2O_3 および Sc_2O_3 の割合とすることにより、真空成膜によりスプラッシュが全く発生せず透過率91%以上、体積抵抗率 $7 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ 以下を示す様に動作する。

【0017】

本発明のI.T.O焼結体の製造方法は、主成分として In_2O_3 、 SnO_2 及び Sc_2O_3 の粉末を混合、成形し、加熱して焼結することにより行なう。成形および加熱焼結の方法は、特に制限することなく、通常の方法で行なうことができ、例えば成形方法としては一軸加圧成形法が、加熱焼結方法としては大気中にて加熱、焼成する事が挙げられる。

40

【0018】

本発明のI.T.O薄膜は、上記のI.T.O焼結体を蒸着して成膜することにより得られる。成膜方法は、特に制限することなく、通常の方法で行なうことができる。

I.T.O焼結体を蒸着してなる薄膜は、薄膜の表面から基板との間にScが均一に分散し、同量含有する。

また、I.T.O焼結体を蒸着してなる薄膜は、薄膜中のSn含有量の相違にかかわらず

50

、同じ体積抵抗率が得られる。LCD用I.T.O薄膜の体積抵抗率は $1.0 \times 10^{-4} \sim 3.5 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ の範囲で同じ値が好ましい。

【0019】

【実施例】

以下に、実施例を用いて本発明を説明する。

【0020】

実施例1

In_2O_3 及び Sc_2O_3 と SnO_2 の割合が重量比で $(\text{In}_2\text{O}_3 + \text{Sc}_2\text{O}_3) : \text{SnO}_2 = 99 \sim 94 : 1 \sim 7$ (SnO_2 1~7%) となるようにする。好ましくは SnO_2 を 2~6% 加える。本実施例においては、 SnO_2 を 2% 加えた。

10

【0021】

次いで、 In_2O_3 と Sc_2O_3 (純度 99.9%、ICP発光分析による不純物分析結果 (ppm): Ca 25、Y 180、Dy 52、Ho 30、Er 30、Tm 15、Yb 90、Lu 25) の割合が重量比で $\text{In}_2\text{O}_3 : \text{Sc}_2\text{O}_3 = 99.5 : 0.5$ となるようにそれぞれ加える。この混合物をボールミルを使って十分に細かい粒状形状にしながら混ぜ合わせる。

【0022】

その後、プレス圧力 1300 kgf/cm^2 で大きさが $17 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ のペレット形状に成形する。プレス後大気中にて温度 1350 で加熱し、I.T.O焼結体を得る。

20

【0023】

通常真空蒸着装置の電子ビーム蒸発源部に、このI.T.O焼結体を設置し酸素ガス圧 $5 \times 10^{-4} \text{ torr}$ 、基板温度 300 の雰囲気中で成膜速度 $3.0 / \text{sec}$ で合成石英基板上に膜厚 1200 のI.T.O膜を作製した。得られたI.T.O膜の透過率は波長 550 nm で 95%、四端子法により測定した体積抵抗率は $3.2 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。

【0024】

また、2次イオン質量分析(以下、SIMS分析と略す)にてI.T.O膜中のSn、Scの分散状態を測定したところ、 $^{120}\text{Sn}^+$ の強度は 2×10^3 (counts)、 $^{45}\text{Sc}^+$ の強度は 2×10^4 (counts) であり、膜中で均一に分散している事を確認した。

30

【0025】

実施例2

SnO_2 の成分が 6% である事以外は、実施例1と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長 550 nm での透過率は 96%、体積抵抗率は $3.0 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。SIMS分析によるI.T.O膜中のSn、Scの分散状態を測定したところ、 $^{120}\text{Sn}^+$ の強度は 4.5×10^3 (counts)、 $^{45}\text{Sc}^+$ の強度は 2×10^4 (counts) であり、膜中で均一に分散している事を確認した。

【0026】

さらにSIMS分析によるI.T.O膜中の $^{113}\text{In}^+$ の測定を行ったところ、実施例1及び2とも強度は 1.2×10^5 (counts) であった。

40

実施例1及び2からのSIMS分析によれば、I.T.O膜中にScが同量含有していればSnの含有量が3倍程度の差があっても、高透過率で同じ体積抵抗率を持つI.T.O薄膜が得られる事が解る。

【0027】

尚、 SnO_2 の成分が 1~7% の範囲であり、かつ Sc_2O_3 の含有量が In_2O_3 との重量比で 0.2~1.5% である場合、波長 550 nm での透過率は 91% 以上、体積抵抗率で $2.7 \sim 3.3 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ の範囲にあり、SIMS分析においては本実施例と同じ結果を得た。

50

【0028】

比較例1

SnO₂の成分が1%未満である0.5%である事以外は、実施例1と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は82%、体積抵抗率は $3.5 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。

【0029】

比較例2

SnO₂の成分が7%を越える10%である事以外は、実施例1と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は54%であった。

【0030】

実施例3

In₂O₃及びSc₂O₃とSnO₂の割合が重量比で(In₂O₃+Sc₂O₃):SnO₂=95:5となるようにする。ついでIn₂O₃とSc₂O₃の割合が重量比でIn₂O₃:Sc₂O₃=99.8~60.0:0.2~40(Sc₂O₃0.2~40%)となるようにそれぞれ加える。好ましくはSc₂O₃を0.3~38%加える。本実施例においては、Sc₂O₃を5%加えた。この混合物をボールミルを使って十分に細かい粒状形状にしながらか混ぜ合わせる。

【0031】

その後プレス圧力1300kgf/cm²で大きさが17角mm×20^tmmのペレット形状に成形する。プレス後大気中にて侃度1350で加熱し、I.T.O焼結体を得る。

【0032】

次に、実施例1と同様に蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は94%、体積抵抗率は $3.8 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。

【0033】

実施例4

Sc₂O₃の成分が35.0%である事以外は、実施例3と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は92%、体積抵抗率は $6.2 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。

【0034】

尚、Sc₂O₃の成分が0.2~40%の範囲である場合、得られた薄膜の波長550nmでの透過率は91%以上、体積抵抗率で $2.7 \sim 7.0 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ の範囲にある事を確認した。

【0035】

比較例3

Sc₂O₃が0.2%未満である0.1%である事以外は、実施例3と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は84%、体積抵抗率は $9.7 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ であった。

【0036】

比較例4

Sc₂O₃の成分が40%を越える50%である事以外は、実施例3と同様にI.T.O焼結体を作製し、蒸着を行った。

得られた薄膜の波長550nmでの透過率は94%、体積抵抗率は $7.8 \times 10^{-3} \cdot \text{m}$ であった。

【0037】

10

20

30

40

50

【発明の効果】

以上説明した様に、本発明によれば、I・T・O焼結体中の SnO_2 のばらつき（I・T・O薄膜中の SnO_2 量の差）に影響されにくく、高透過率を持ち再現よく安定した比抵抗を持つ透明導電I・T・O薄膜が作製でき、LCD等の大型化、高精細、高画質化に大いに役立つものである。

フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

C04B 35/00

C23C 14/00-14/58