

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年9月1日(01.09.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/136611 A1

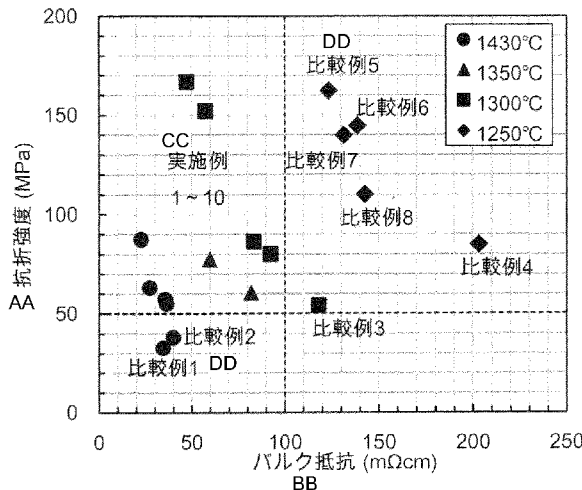
- (51) 国際特許分類:
C04B 35/00 (2006.01) C23C 14/34 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/054832
- (22) 国際出願日: 2016年2月19日(19.02.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-037734 2015年2月27日(27.02.2015) JP
- (71) 出願人: J X 金属株式会社(JX NIPPON MINING & METALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008164 東京都千代田区大手町一丁目1番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 山口 洋平(YAMAGUCHI Yohei); 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 栗原 敏也(KURIHARA Toshiya); 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 角田 浩二(KAKUTA Koji); 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 小越 勇, 外(OGOSHI Isamu et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門2丁目9番14号 発明会館5階 小越国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロパ (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: OXIDE SINTERED BODY AND SPUTTERING TARGET COMPRISING OXIDE SINTERED BODY

(54) 発明の名称: 酸化物焼結体及び該酸化物焼結体からなるスパッタリングターゲット



AA Flexural strength
 BB Bulk resistance
 CC Examples
 DD Comparative example

(57) Abstract: An IGZO sintered body that is an oxide sintered body that comprises indium (In), gallium (Ga), zinc (Zn), oxygen (O), and unavoidable impurities, the IGZO sintered body being characterized by having a flexural strength of 50 MPa or higher and by having a bulk resistance of 100 mΩcm or lower. The present invention addresses the problem of providing a sputtering target that can reduce target cracking and particle generation during film formation by DC sputtering and that can be used to form a favorable thin film.

(57) 要約: インジウム (In)、ガリウム (Ga)、亜鉛 (Zn)、酸素 (O) 及び不可避免的な不純物からなる酸化物焼結体であって、抗折強度が 50 MPa 以上、バルク抵抗が 100 mΩcm 以下、であることを特徴とする IGZO 焼結体。DC スパッタリングによる成膜時にターゲット割れやパーティクル発生を低減し、良好な薄膜を形成することができるスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。

WO 2016/136611 A1

明 細 書

発明の名称：

酸化物焼結体及び該酸化物焼結体からなるスパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、インジウム (In)、ガリウム (Ga)、亜鉛 (Zn)、酸素 (O)、及び不可避免的不純物からなる酸化物 (「IGZO」と一般的に称呼されている。必要に応じて、この「IGZO」を用いて説明する) に関し、特に、IGZO焼結体及び該酸化物焼結体からなるスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] 従来、FPD (フラットパネルディスプレイ) において、そのバックプレーンのTFT (薄膜トランジスタ) に、 α -Si (アモルファスシリコン) が用いられてきた。しかし、 α -Siでは十分な電子移動度が得られず、近年では、 α -Siよりも電子移動度が高いIn-Ga-Zn-O系酸化物 (IGZO) を用いたTFTの研究開発が行われている。そして、IGZO-TFTを用いた次世代高機能フラットパネルディスプレイが一部実用化され、注目を集めている。

[0003] IGZO膜は、主として、IGZO焼結体から作製されるターゲットをスパッタリングして成膜される。IGZO焼結体には、In:Ga:Zn=1:1:1 (原子数比) の(111)組成からなる焼結体を用いることができる。しかし、この(111)組成からなる焼結体は、結晶粒の成長が速いため、結晶粒径の調整が難しいという問題がある。結晶粒径が大きくなり過ぎると、結晶粒径でクラックが生じやすく、焼結体の強度が著しく低下することになる。

[0004] 特許文献1~6には、基本的に(111)組成からなるIGZO焼結体において、特有の焼結方法によって、その焼結体の抗折強度を高めることが記載されている。具体的にはマイクロ波加熱炉を用いたり、通常の一般的な抵

抗加熱ヒーターを用いた電気炉の場合は焼結時間を1～2時間と極端に短くしたり等により、結晶粒の成長を抑制して抗折強度を高めるものである。しかし、このマイクロ波加熱は、急速加熱や短時間焼結が可能であるが、局部加熱による加熱ムラが発生したり、また炉の大きさが限定されるために焼結体の寸法も制限されたり等の問題があり、大量生産には不向きである。また、電気炉で焼結時間を極端に短くした場合、結晶粒の成長は抑制できるが、焼結体の表層と内部とで組織が不均一となったり、焼結体に反りや歪みが発生しやすくなったり、著しい歩留まり低下を招く。

[0005] また、IGZO焼結体は、安定したDCスパッタリングを可能とするために、焼結体のバルク抵抗が十分に低いことが求められる。一般にバルク抵抗が高いとDCスパッタリングが困難となり、また、DCスパッタリングが可能であったとしても、実用的な成膜速度を得るためには大きな電力を投入する必要がある。さらに、バルク抵抗が高いと異常放電が発生する確率も高まり、パーティクルの発生による膜への悪影響やスパッタリングターゲットの割れや亀裂を招くという問題がある。なお、特許文献1～6には、その実施例にDCスパッタリングによる成膜を実施したとの記載はあるが、焼結体のバルク抵抗に関する具体的な記載はない。

先行技術文献

特許文献

- [0006] 特許文献1：特開2013-129545号公報
特許文献2：特開2014-40348号公報
特許文献3：特開2014-24738号公報
特許文献4：特開2014-114473号公報
特許文献5：特開2014-105383号公報
特許文献6：特開2014-125422号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は、抗折強度が高く、かつ、バルク抵抗の低い I G Z O 酸化物焼結体を提供することを課題とする。該焼結体からなるスパッタリングターゲットは、成膜時にターゲットの割れやパーティクルの発生を格段に抑制することができ、良好な薄膜を形成することが可能となる。

課題を解決するための手段

[0008] 上記の課題を解決するために、本発明者らは鋭意研究を行った結果、I G Z O 焼結体の組成と焼結条件とを適切に調整することにより、焼結体（スパッタリングターゲット）の抗折強度を高めることができるとともに、バルク抵抗を低くすることができ、その結果、良好な DC スパッタリングが可能となり、得られる薄膜の品質を向上することができるとの知見を得た。本発明者らは上記の知見に基づき、下記の発明を提供する。

1) インジウム (I n)、ガリウム (G a)、亜鉛 (Z n)、酸素 (O) 及び不可避免的不純物からなる酸化物焼結体であって、抗折強度が 5 0 M P a 以上、バルク抵抗が 1 0 0 m Ω c m 以下、であることを特徴とする I G Z O 焼結体。

2) I n、G a、Z n の原子数比が、以下の式を満たすことを特徴とする上記 1) 記載の I G Z O 焼結体。

$$0.314 \leq I n / (I n + G a + Z n) \leq 0.342$$

$$0.314 \leq G a / (I n + G a + Z n) \leq 0.342$$

$$0.325 \leq Z n / (I n + G a + Z n) \leq 0.364$$

3) 平均結晶粒径が 6 ~ 2 2 μ m であることを特徴とする上記 1) 又は 2) 記載の I G Z O 焼結体。

4) 焼結体密度が 6. 1 0 g / c m ³ 以上であることを特徴とする上記 1) ~ 3) のいずれかーに記載の I G Z O 焼結体。

5) 上記 1) ~ 4) のいずれかーに記載の I G Z O 焼結体からなる平板又は円筒形のスパッタリングターゲット。

発明の効果

[0009] 本発明は、インジウム (I n)、ガリウム (G a)、亜鉛 (Z n)、酸素 (

0)、及び不可避免的不純物からなるIGZO系の酸化物焼結体において、焼結体の組成と焼結条件を適切に調整することにより、高い抗折強度と低いバルク抵抗を両立することができ、これにより、パーティクルの発生が少なく、安定したDCスパッタリングが可能となるという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0010] [図1] IGZO焼結体の抗折強度とバルク抵抗の関係を示す図である。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明の酸化物焼結体は、インジウム(In)、ガリウム(Ga)、亜鉛(Zn)、酸素(O)及び不可避免的不純物からなり、抗折強度が50MPa以上であり、かつ、バルク抵抗が100mΩcm以下であることを特徴とする。抗折強度が50MPa未満であるとスパッタリング中にターゲットに割れが発生することがあり、また、バルク抵抗が100mΩcm超であると、DCスパッタリングが可能な場合であっても、長時間のスパッタ中には異常放電が発生することがあり、場合によってはDCでは放電が起らず、RFスパッタを用いざるを得ないことがある。

[0012] また、本発明において、酸化物焼結体のIn、Ga及びZnの原子数比は、以下の式を満たすことが好ましい。

$$0.314 \leq \text{In} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.342$$

$$0.314 \leq \text{Ga} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.342$$

$$0.325 \leq \text{Zn} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.364$$

IGZO焼結体において、(111)組成からZn-richの組成とすることにより高強度かつ安定したDCスパッタリングが可能なバルク抵抗を付与することができる。

なお、原料粉末の配合、混合、焼結等の際に、各成分量が変動することがあり、例えば、目標組成がIn:Ga:Zn=1:1:1の場合、In:Ga:Zn=1±0.02:1±0.02:1±0.02の変動が生じるので、事実上、Zn-richとならない場合があるが、そのこと自体が発明を否定する根拠とならない。

[0013] 本発明の酸化物焼結体は、平均結晶粒径が $6 \sim 22 \mu\text{m}$ であることが好ましい。平均粒径を上記数値範囲内とすることで機械的強度を高めることができる。平均粒径が $22 \mu\text{m}$ 超であると、機械的強度が低下して、スパッタリング時に過度な電力が投入された場合、スパッタリングターゲット（焼結体）と該ターゲットをボンディングしているバックングプレートの熱膨張差によって生じる応力により、焼結体に割れが発生する可能性がある。

[0014] 一方、平均粒径が $6 \mu\text{m}$ 未満であると、焼結が十分に進行していない可能性があり、このような不十分な焼結では、各原料間で十分な反応が行われずに、組成が不均一となったり、焼結体中にポアが多数発生したりする。そして、このような組成の不均一性やポアの存在は、焼結体の抗折強度を低下させ、また、抗折強度のばらつきを増加させる原因となる。さらに、ポアは、スパッタ時にアーキングの発生やパーティクルの発生を引き起こし、膜特性に悪影響を与える。

[0015] また、本発明の酸化物焼結体は、焼結体密度が 6.10 g/cm^3 以上であることが好ましい。本発明の酸化物焼結体をスパッタリングターゲットとして使用した場合、焼結体の高密度化は、スパッタ膜の均一性を高め、また、スパッタリングの際パーティクルの発生を著しく低減することができるという優れた効果を有する。

[0016] 本発明の酸化物焼結体の製造工程の代表例を示すと、次のようになる。

原料として、酸化インジウム (In_2O_3)、酸化ガリウム (Ga_2O_3)、及び酸化亜鉛 (ZnO) を用意する。不純物による電気特性への悪影響を避けるため、純度4N以上の原料を用いることが望ましい。各々の原料を所定の組成比となるように秤量する。なお、これらの原料には不可避免的に含有される不純物が含まれる。

[0017] 次に、酸化物焼結体が所定の組成比となるように、各原料を添加、混合する。このとき混合が不十分であると、ターゲット中の各成分が偏析して、スパッタリング中にアーキング等の異常放電の原因となったり、パーティクル発生の原因となったりするため、混合は十分に行うことが好ましい。さらに、

混合粉を微粉碎、造粒することにより、混合粉の成形性及び焼結性を向上させ、高密度の焼結体を得ることができる。混合、粉碎の手段としては、例えば、市販のミキサーやボールミル、ビーズミル等を使用することができ、造粒の手段としては、例えば市販のスプレードライヤーを用いることができる。

[0018] 次に、混合粉末を金型に充填し、面圧 $400\sim 1000\text{ kg f/cm}^2$ 、 $1\sim 3$ 分保持の条件で一軸プレスして、成型体を得る。面圧 400 kg f/cm^2 未満であると十分な密度の成型体を得ることができない。また、過度な面圧を加えても成型体の密度はある一定の値以上は向上しにくくなること、及び一軸プレスでは原理的に成型体内に密度分布が生じやすく、焼結時の変形や割れの原因となることから、 1000 kg f/cm^2 以上の面圧は生産上特に必要とされない。

[0019] 次に、この成型体をビニールで2重に真空パックし、圧力 $1500\sim 4000\text{ kg f/cm}^2$ 、 $1\sim 3$ 分保持の条件でCIP（冷間等方圧加圧法）を施す。圧力 1500 kg f/cm^2 未満であると、十分なCIPの効果を得ることができず、一方 4000 kg f/cm^2 以上の圧力を加えても、成型体の密度はある一定の値以上は向上しにくくなるため、 4000 kg f/cm^2 以上の面圧は生産上特に必要とされない。

[0020] 次に、成型体を温度 $1300\sim 1430^\circ\text{C}$ 、保持時間 $10\sim 24$ 時間、大気雰囲気又は酸素雰囲気で焼結を行い、焼結体を得る。焼結温度が 1300°C よりも低いと、焼結体から酸素が抜けにくくなり、酸素欠陥濃度が低下し、キャリア濃度が低下する（すなわち、バルク抵抗が増加する）ため、好ましくない。一方、焼結温度が 1430°C 以上であると焼結体中の結晶粒のサイズが大きくなり過ぎて、焼結体の機械的強度を低下させる恐れがある。また、保持時間が 10 時間未満であると十分な密度の焼結体を得ることができず、保持時間が 24 時間より長いと、生産コストの観点から好ましくない。

[0021] また成形・焼結工程においては、上述した方法以外にも、HP（ホットプレス）やHIP（熱間等方圧加圧法）を用いることができる。以上のようにし

て得られた焼結体は、研削、研磨などの機械加工によりターゲット形状とすることで、スパッタリングターゲットを作成することができる。なお、酸化物半導体膜の作製に際しては、上記のようにして得られたスパッタリングターゲットを、所定の条件でスパッタリングを実施して成膜し、必要に応じて、この膜を所定の温度でアニールすることで、酸化物半導体膜を得ることができる。

[0022] 本発明において、抗折強度はJIS R1601:2008に準拠して3点曲げ試験で測定する。具体的には、試料全長:40mm±0.1mm、幅:4mm±0.1mm、厚さ:3mm±0.1mm、支点間距離:30mm±0.1mm、クロスヘッドスピード:0.5mm/minとし、10個の試料についての平均値とする。

[0023] また、平均粒径は矩形平板ターゲットの中央付近及び四隅の場所から合計5箇所採取してサンプルとする。各サンプルについてターゲット断面の任意の表面について300倍のSEM像を撮影し、撮影した画像上に5本の直線を引いて、各直線が結晶粒子と交わる長さをコード長とし、これらコード長の平均値を求め、これに係数1.78を掛けた値を結晶粒径とする。

[0024] また、焼結体密度はアルキメデス法、バルク抵抗は四探針法により、それぞれ矩形平板ターゲットの中央付近及び四隅の場所から5箇所採取したサンプルの各箇所での測定結果を、測定箇所数で割って平均値として求める。

実施例

[0025] 以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

[0026] (実施例1)

In₂O₃粉、Ga₂O₃粉、ZnO粉を、焼結体の組成比がIn、Ga及びZnの原子比で1.00:1.00:1.01となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造

粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧400~1000 kg f / c m²で一軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、1500~4000 kg f / c m²でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度1430℃で20時間焼結した。

[0027] このようにして得られたIGZO焼結体の抗折強度は55 MP aであり、バルク抵抗は36.0 mΩ c mと、高強度かつ低抵抗のものが得られた。また、焼結体の平均粒径は20.8 μ mであり、焼結体密度は6.3 g / c m³と高密度のものが得られた。以上の結果を表1に示す。

[0028]

[表1]

	焼結温度		焼成時間		焼結体組成(原子比)				結晶粒径 (μm)	密度 (g/cm^3)	抗折強度 (MPa)	1/2 W 抵抗 ($\text{m}\Omega\text{cm}$)
	($^{\circ}\text{C}$)	(h)	In	Ga	Zn							
比較例 1	1430	20	1.00	1.00	1.00			35.9	6.33	33	35	
実施例 1	1430	20	1.00	1.00	1.01			20.8	6.32	55	36	
実施例 2	1430	20	1.00	1.00	1.02			18.3	6.33	57	36	
実施例 3	1430	20	1.00	1.00	1.05			14.0	6.26	63	27	
実施例 4	1430	20	1.00	1.00	1.10			9.9	6.33	87	23	
比較例 2	1430	5	1.00	1.00	1.02			5.5	6.01	38	40	
実施例 5	1350	10	1.00	1.00	1.00			14.4	6.34	60	82	
実施例 6	1350	10	1.00	1.00	1.02			10.7	6.34	77	60	
比較例 3	1300	20	1.00	1.00	1.00			18.4	6.34	54	118	
実施例 7	1300	20	1.00	1.00	1.01			11.1	6.34	80	92	
実施例 8	1300	20	1.00	1.00	1.02			10.9	6.35	86	83	
実施例 9	1300	20	1.00	1.00	1.05			8.5	6.35	152	58	
実施例 10	1300	20	1.00	1.00	1.10			6.2	6.32	167	47	
比較例 4	1250	20	1.00	1.00	1.00			11.6	6.32	85	203	
比較例 5	1250	20	1.00	1.00	1.01			8.5	6.32	162	123	
比較例 6	1250	20	1.00	1.00	1.02			7.6	6.30	144	139	
比較例 7	1250	20	1.00	1.00	1.05			5.9	6.20	140	131	
比較例 8	1250	20	1.00	1.00	1.10			5.3	6.09	110	143	

[0029] (実施例2～4、比較例1)

In_2O_3 粉、 Ga_2O_3 粉、 ZnO 粉を、焼結体の組成比が、表1に記載される In 、 Ga 及び Zn の原子比となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧 $400\sim 1000\text{ kgf/cm}^2$ で一軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、 $1500\sim 4000\text{ kgf/cm}^2$ でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度 1430°C で20時間焼結した。

実施例2～4の条件で得られたIGZO焼結体は、抗折強度がいずれも 50 MPa 以上であり、バルク抵抗が $100\text{ m}\Omega\text{ cm}$ 以下と、高強度かつ低抵抗のものが得られた。また、焼結体の平均粒径は $22\ \mu\text{m}$ 以下であり、焼結体密度は 6.10 g/cm^3 以上と高密度のものが得られた。一方、比較例1の条件で得られたIGZO焼結体は、バルク抵抗が低いものの、抗折強度が 33 MPa と低い値を示した。

[0030] (実施例5～6)

In_2O_3 粉、 Ga_2O_3 粉、 ZnO 粉を、焼結体の組成比が、表1に記載される In 、 Ga 及び Zn の原子比となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧 $400\sim 1000\text{ kgf/cm}^2$ で一軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、 $1500\sim 4000\text{ kgf/cm}^2$ でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度 1350°C で10時間焼結した。

実施例5～6の条件で得られたIGZO焼結体は、抗折強度がいずれも 50 MPa 以上であり、バルク抵抗が $100\text{ m}\Omega\text{ cm}$ 以下と、高強度かつ低抵抗のものが得られた。また、焼結体の平均粒径は $22\ \mu\text{m}$ 以下であり、焼結体密度は 6.10 g/cm^3 以上と高密度のものが得られた。

[0031] (実施例7～10、比較例3)

In_2O_3 粉、 Ga_2O_3 粉、 ZnO 粉を、焼結体の組成比が、表1に記載され

るIn、Ga及びZnの原子比となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧400~1000kgf/cm²で一軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、1500~4000kgf/cm²でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度1300℃で20時間焼結した。

実施例7~10の条件で得られたIGZO焼結体は、抗折強度がいずれも50MPa以上であり、バルク抵抗が100mΩcm以下と、高強度かつ低抵抗のものが得られた。また、焼結体の平均粒径は22μm以下であり、焼結体密度は6.10g/cm³以上と高密度のものが得られた。一方、比較例3の条件で得られたIGZO焼結体は、抗折強度が高いものの、バルク抵抗が100mΩcm超と高い値を示した。

[0032] (比較例4~8)

In₂O₃粉、Ga₂O₃粉、ZnO粉を、焼結体の組成比が、表1に記載されるIn、Ga及びZnの原子比となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧400~1000kgf/cm²で一軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、1500~4000kgf/cm²でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度1250℃で20時間焼結した。比較例4~8の条件で得られたIGZO焼結体は、いずれも抗折強度が高いものの、バルク抵抗が100mΩcm超と高い値を示した。また、比較例7、8の焼結体では、結晶粒径は小さいものの、焼結体中のポアが多く見られた。

[0033] (比較例2)

In₂O₃粉、Ga₂O₃粉、ZnO粉を、焼結体の組成比が、表1に記載されるIn、Ga及びZnの原子比となるように秤量した後、これらの粉末を湿式で混合・微粉碎し、その後、スプレードライヤーで乾燥・造粒して、混合粉末を得た。次に、この混合粉末を面圧400~1000kgf/cm²で一

軸プレスして成形体を得た。次に得られた成形体をビニールで2重に真空パックし、 $1500\sim 4000\text{ kg f/cm}^2$ でCIP成型した後、酸素雰囲気中、温度 1430°C で5時間焼結した。得られたIGZO焼結体は、結晶粒径が小さいものの、焼結体中のポアが多く、ターゲットとして用いた場合には、スパッタ時にアーキングやパーティクルの発生が懸念されるものであった。

[0034] 上記実施例及び比較例におけるIGZO焼結体について、その抗折強度とバルク抵抗の関係を図1に示す。焼結体組成と焼結温度を適切に調整することにより、図1に示されるような、抗折強度が 50 MPa 以上、かつ、バルク抵抗が $100\text{ m}\Omega\text{ cm}$ 以下の焼結体を作製することができた、

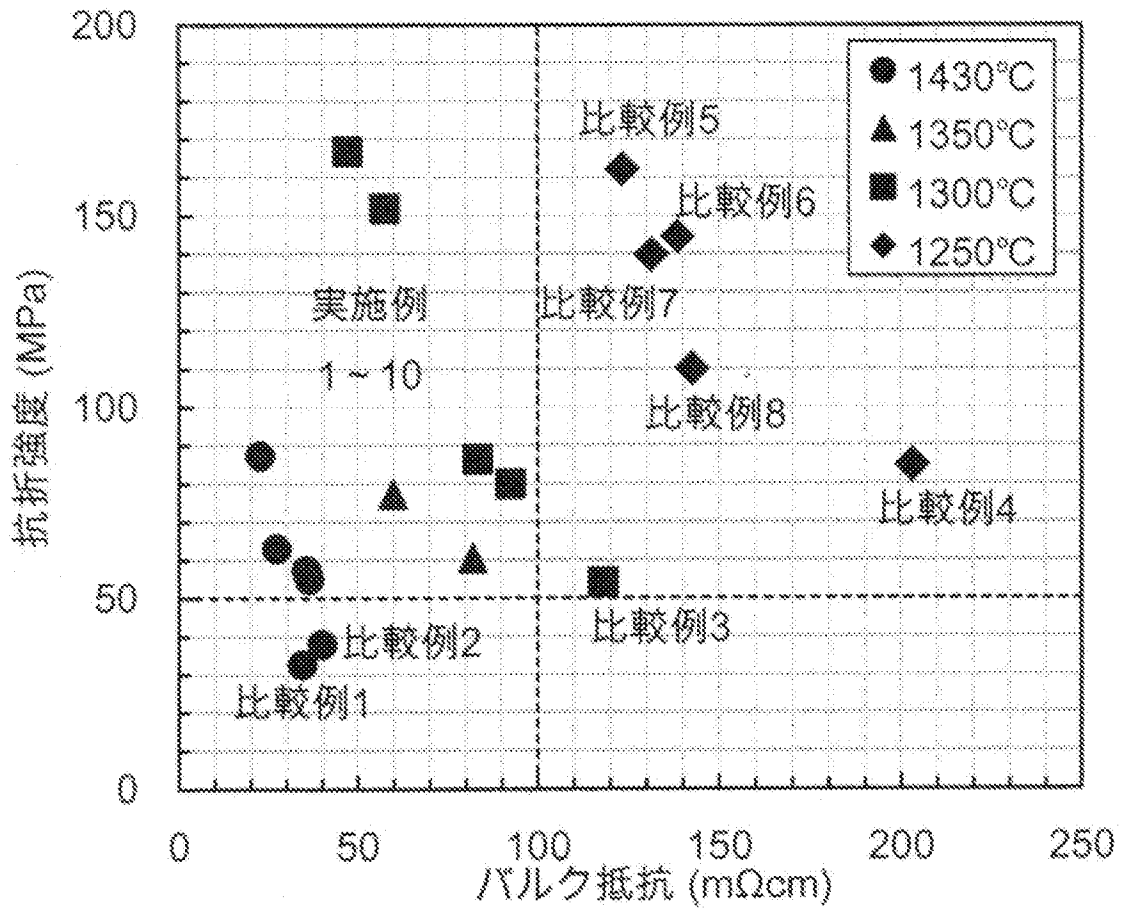
産業上の利用可能性

[0035] 本発明の酸化物焼結体は、高い抗折強度と低いバルク抵抗を両立した、スパッタリングターゲットとすることができ、このターゲットを使用してDCスパッタリングする場合はターゲットの割れがなく、パーティクルの発生も少ないので、高品質の薄膜を形成することができる。このようなスパッタリングターゲットを用いることで、酸化物半導体膜等を安定的に量産することができるという優れた効果を有する。本発明の酸化物半導体膜は、特にフラットパネルディスプレイやフレキシブルパネルディスプレイなどのバックプレーンにおけるTFETの活性層として特に有用である。

請求の範囲

- [請求項1] インジウム (In)、ガリウム (Ga)、亜鉛 (Zn)、酸素 (O) 及び不可避免的不純物からなる酸化物焼結体であって、抗折強度が50 MPa以上、バルク抵抗が100 mΩcm以下、であることを特徴とするIGZO焼結体。
- [請求項2] In、Ga、Znの原子数比が、以下の式を満たすことを特徴とする請求項1記載のIGZO焼結体。
- $$0.314 \leq \text{In} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.342$$
- $$0.314 \leq \text{Ga} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.342$$
- $$0.325 \leq \text{Zn} / (\text{In} + \text{Ga} + \text{Zn}) \leq 0.364$$
- [請求項3] 平均結晶粒径が6～22 μmであることを特徴とする請求項1又は2記載のIGZO焼結体。
- [請求項4] 焼結体密度が6.10 g/cm³以上であることを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載のIGZO焼結体。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか一項に記載のIGZO焼結体からなる平板又は円筒形のスパッタリングターゲット。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/054832

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C04B35/00(2006.01) i, C23C14/34(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B35/00, C23C14/34

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/148154 A1 (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 10 December 2009 (10.12.2009), claims 1 to 3, 13 to 17, 22; paragraphs [0011], [0012], [0014], [0022], [0023], [0039], [0051], [0063] to [0065], [0116] to [0119] & JP 2013-147423 A & US 2011/0168994 A1 claims 1 to 3, 13 to 17, 22; paragraphs [0039], [0405] & KR 10-2011-0020901 A & CN 102105619 A & TW 201011115 A	1-5

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 09 May 2016 (09.05.16)	Date of mailing of the international search report 17 May 2016 (17.05.16)
---	--

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/054832

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2008-163441 A (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 17 July 2008 (17.07.2008), claims 1, 3 to 5; paragraphs [0008], [0010], [0018] to [0022], [0053], [0054] & US 2010/0108502 A1 claims 1, 8 to 10; paragraphs [0235], [0236] & WO 2008/072486 A1 & EP 2096188 A1 & KR 10-2009-0091755 A & CN 101558184 A & TW 200833852 A	1, 3-5
A	JP 2015-24944 A (Tosoh Corp.), 05 February 2015 (05.02.2015), full specification & WO 2014/021334 A1 & TW 201410904 A	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C04B35/00(2006.01)i, C23C14/34(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C04B35/00, C23C14/34

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2009/148154 A1 (出光興産株式会社) 2009.12.10, 請求項1-3, 13-17, 22, [0011], [0012], [0014], [0022], [0023], [0039], [0051], [0063] - [0065], [0116] - [0119] & JP 2013-147423 A & US 2011/0168994 A1, 請求項1-3, 13-17, 22, [0039], [0405] & KR 10-2011-0020901 A & CN 102105619 A & TW 201011115 A	1-5
X	JP 2008-163441 A (出光興産株式会社) 2008.07.17, 請求項1, 3	1, 3-5

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 09.05.2016	国際調査報告の発送日 17.05.2016
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 末松 佳記 電話番号 03-3581-1101 内線 3465

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	<p>— 5, [0008], [0010], [0018] — [0022], [0053], [0054] & US 2010/0108502 A1, 請求項1, 8—10, [0235], [0236] & WO 2008/072486 A1 & EP 2096188 A1 & KR 10-2009-0091755 A & CN 101558184 A & TW 200833852 A</p> <p>JP 2015-24944 A (東ソー株式会社) 2015.02.05, 明細書全文 & WO 2014/021334 A1 & TW 201410904 A</p>	1-5