

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C04B 35/624

C04B 35/457 C23C 14/34

C23C 14/08

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00136711.0

[43] 公开日 2001 年 12 月 19 日

[11] 公开号 CN 1326909A

[22] 申请日 2000.12.28 [21] 申请号 00136711.0

[71] 申请人 蒋 政

地址 065201 北京市东燕郊隧道局二处防疫站

[72] 发明人 蒋 政 樊世清

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 高密度铟锡氧化物靶材及其制造方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用于制造透明导电薄膜的溅射用高密度氧化铟锡(ITO)靶材及其制造方法,其特征为:具有较高的密度,相对密度大于98%;成分均匀。其采用金属铟和金属锡为原料,用化学共沉淀法制造ITO粉,然后将ITO粉经热压成型,得到的压块经加工研磨后,制成ITO靶材。这种靶材可以用来制造透明导电薄膜。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

1. 一种用于磁控溅射镀膜的氧化铟锡靶材，其特征为：具有较高的密度，相对密度大于 98%；成分均匀。
2. 一种用于制造权利要求 1 所述氧化铟锡靶材的氧化铟锡粉末，其特征为：BET 比表面积在 25-40m²/g 之间，且成分均匀、分散性较好。
3. 一种权利 2 所涉及氧化铟锡粉末的制造工艺，主要步骤有：
 - 1) 将金属铟和金属锡用硫酸、硝酸、盐酸中的任一种溶解；
 - 2) 将溶液混合后，配制成[In³⁺]为 1-3M 的溶液；
 - 3) 向溶液中加入浓度为 5%的氨水直至溶液的 PH 值达到 7-7.5；
 - 4) 将生成的白色沉淀经洗涤、过滤后，在 80-120℃烘干；
 - 5) 最后再在 500-800℃焙烧，得到 ITO 粉。
4. 一种权利 1 所涉及氧化铟锡靶材的制造工艺，主要步骤有：
 - 1) 将 ITO 粉进行研磨；
 - 2) 将研磨后的 ITO 粉放入石墨模具中；
 - 3) 在真空或惰性气体环境中，800-960℃条件下，加压烧结 1-2 小时，压力为 15-30MPa；
 - 4) 经加工研磨后，得到氧化铟锡靶材。
5. 用于制造权利要求 1 中所述氧化铟锡靶材所用的石墨模具(权利要求 4 中述及)，其特征为：为防止 ITO 粉与石墨模具发生反应，应在石墨模具内表面喷涂一层金属镍和一层氧化铝，每层厚 300 μm。该涂层可以有效地阻挡 ITO 粉与石墨模具的反应。

本发明的优点和积极效果:

- 1) 所采用的工艺简单、过程容易控制、使用的设备投资较小、生产成本较低。
- 2) 所制造的 ITO 粉末, 粒度较细、成分均匀、分散性好, 非常适合用作制造 ITO 靶材的原料。
- 3) 所制造的 ITO 靶材, 密度较高, 在制造过程中未加如任何粘结剂和分散剂, 从而保证了靶材的纯度。

实施例:

实施例 1 将纯度为 99.99% 的金属铟和金属锡分别溶于 15% 的稀硝酸中, 将两种溶液按照氧化铟/氧化锡为 9/1 的比例混合。混合溶液加热至 85℃, 以 15ml/min 的速度加入 5% 的氨水, 当溶液的 PH 值达到 7.3 时, 停止加氨水。将生成的白色沉淀物洗涤、过滤后, 在 110℃ 条件下烘干 5 小时。最后, 将白色沉淀物在 650℃ 焙烧 2 小时, 得到黄色 ITO 粉末。经测定, 该粉末的 BET 比表面积为 33 m²/g。

实施例 2 将实施例 1 所得到的粉末放入聚氨脂球磨桶中, 进行 8 小时的滚动球磨, 研磨介质为表面覆盖聚氨脂的钢球。将研磨后的粉末 600 克装入石墨模具中, 石墨模具内表面喷涂一层金属镍和一层氧化铝, 每层厚 300 μm。然后在氩气环境下, 进行 900℃, 18MPa 的热压。冷却后将压块取出, 经加工研磨后, 得到一块直径 100mm, 厚 10mm 的靶材, 靶材表面颜色均匀, 无裂纹。采用阿基米德法测定靶材的密度为 7.05g/cm³, 相对密度为 98.6%。

实施例 3 将实施例 1 所得到的粉末放入聚氨脂球磨桶中, 进行 8 小时的滚动球磨, 研磨介质为表面覆盖聚氨脂的钢球。将研磨后的粉末 2000 克装入石墨模具中, 石墨模具内表面喷涂一层金属镍和一层氧化铝, 每层厚 300 μm。然后在氩气环境下, 进行 950℃, 17MPa 的热压。冷却后将压块取出, 经加工研磨后, 得到一块 200×200×6mm 的靶材, 靶材表面颜色均匀, 无裂纹。采用阿基米德法测定靶材的密度为 7.03g/cm³, 相对密度为 98.3%。