

(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2010-150611

(P2010-150611A)

(43) 公開日 平成22年7月8日(2010.7.8)

(51) Int.Cl.			F I	テーマコード (参考)		
C23C	14/34	(2006.01)	C23C 14/34	A	4G030	
C04B	35/00	(2006.01)	C04B 35/00	J	4K029	
C04B	35/64	(2006.01)	C04B 35/64	F		

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2008-331177 (P2008-331177)	(71) 出願人	000003300 東ソー株式会社 山口県周南市開成町4560番地
(22) 出願日	平成20年12月25日(2008.12.25)	(72) 発明者	山内 正一 神奈川県綾瀬市早川2743番地1 東ソ ー株式会社東京研究センター内
		(72) 発明者	渋谷見 哲夫 神奈川県綾瀬市早川2743番地1 東ソ ー株式会社東京研究センター内
		Fターム(参考)	4G030 AA34 AA39 BA02 BA15 CA01 CA04 CA08 GA11 GA23 GA25 GA27 4K029 BA45 CA06 DC05 DC09 DC34 DC39

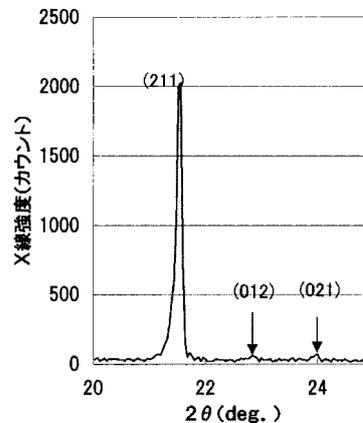
(54) 【発明の名称】 透明導電膜用焼結体及びスパッタリングターゲット並びにその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 アーキング発生頻度を低減するスパッタリングターゲット及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明では、インジウム、スズ及び酸素を含んでなり、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相を有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $SnO_2 / (In_2O_3 + SnO_2)$ で10重量%以上15重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比をそれぞれ3.0%以下とし、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $SnO_2 / (In_2O_3 + SnO_2)$ で15重量%より大きく20重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比がそれぞれ9.0%以下とすることで、放電中のアーキングの発生率が低減する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

インジウム、スズ及び酸素を含んでなる、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相とを有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で 10 重量%以上 15 重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の (012) 面又は (021) 面と In_2O_3 相の (211) 面との回折ピーク強度の比がそれぞれ 3.0% 以下であることを特徴とする透明導電膜用焼結体。

【請求項 2】

インジウム、スズ及び酸素を含んでなる、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相とを有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で 15 重量%より大きく 20 重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の (012) 面又は (021) 面と In_2O_3 相の (211) 面との回折ピーク強度の比がそれぞれ 9.0% 以下であることを特徴とする透明導電膜用焼結体。

10

【請求項 3】

焼結体の平均の結晶粒径が $4\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の透明導電膜用焼結体。

【請求項 4】

相対密度が 99% 以上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透明導電膜用焼結体。

20

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の透明導電膜用焼結体をターゲット材として用いることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項 6】

インジウム化合物の粉末とスズ化合物の粉末とを混合する工程と、当該混合粉末を成形して成形体を製造する工程と、当該成形体を $20 \sim 600$ / 時間以上の昇温速度で $1550 \sim 1650$ まで加熱した後、 1550 から 1300 まで 250 / 時間以上で冷却する工程と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透明導電膜用焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、透明導電膜の製造に使用される透明導電膜用焼結体及びスパッタリングターゲット並びにその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ITO (Indium Tin Oxide) 薄膜は高導電性、高透過率といった特徴を有し、更に微細加工も容易に行えることから、フラットパネルディスプレイ用表示電極、太陽電池用窓材、帯電防止膜等の広範囲な分野に渡って用いられている。

【0003】

このような透明導電膜の成膜方法として、大面積に均一な膜厚で成膜可能である点でスパッタリングターゲットを用いたスパッタリング法がよくされている。しかし、このスパッタリング法はスパッタリング中のアーキングにより、スパッタリング装置の稼働率の低下や、発生するパーティクルの影響による製品歩留まりの低下等の問題があった。

40

【0004】

アーキングの低減には、スパッタリングターゲットに用いる透明導電膜用焼結体の密度向上が有効であり、焼結密度が $90 \sim 100\%$ 、焼結粒径が $1 \sim 20\ \mu\text{m}$ の高密度透明導電膜用焼結体 (例えば、特許文献 1 参照) が提案されている。

【0005】

また、アーキングの原因となる透明導電膜用焼結体中の中間化合物相 (一般式 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ で表される酸化インジウムと酸化スズの複合酸化物相であり、スズが固溶した

50

酸化インジウム相とは異なる)を低減させる方法として、相対密度が90%以上で単相構造(SnO_2 相及び中間化合物相が光学顕微鏡の写真における面積比で10%以下)を有し、比抵抗を $1 \times 10^{-3} \cdot \text{cm}$ 以下としたITOスパッタリングターゲット(例えば、特許文献2)が開示されている。

【0006】

しかしながら、ITO薄膜に要求される性能は日々高まり、ターゲットのアーキング低減に対する更なる改善が求められている。

【0007】

【特許文献1】特開平05-311428号公報

【特許文献2】特開平07-166341号公報

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明の課題は、スパッタリング中のアーキングの発生を制御することができる透明導電膜用焼結体を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記課題を解決すべくITOスパッタリングターゲットのアーキング発生頻度の低減策について鋭意検討した結果、アーキングの発生頻度は中間化合物を高温構造にすることにより低減できることを見出した。

20

【0010】

本発明の態様は以下の通りである。

【0011】

(1)インジウム、スズ及び酸素を含んでなる、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相とを有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で10重量%以上15重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比がそれぞれ3.0%以下であることを特徴とする透明導電膜用焼結体。

【0012】

(2)インジウム、スズ及び酸素を含んでなる、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相とを有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で15重量%より大きく20重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比がそれぞれ9.0%以下であることを特徴とする透明導電膜用焼結体。

30

【0013】

(3)焼結体の平均の結晶粒径が $4 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする(1)又は(2)に記載の透明導電膜用焼結体。

【0014】

(4)相対密度が99%以上であることを特徴とする(1)~(3)のいずれかに記載の透明導電膜用焼結体。

40

【0015】

(5)(1)~(4)のいずれかに記載の透明導電膜用焼結体をターゲット材として用いることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【0016】

(6)インジウム化合物の粉末とスズ化合物の粉末とを混合する工程と、当該混合粉末を成形して成形体を製造する工程と、当該成形体を $20 \sim 600$ / 時間以上の昇温速度で $1550 \sim 1650$ まで加熱した後、 1550 から 1300 まで 250 / 時間以上で冷却する工程とを含むことを特徴とする(1)~(4)のいずれかに記載の透明導電膜用焼結体の製造方法。

【0017】

50

以下、本発明を詳細に説明する。

【0018】

本発明の透明導電膜用焼結体はインジウム、スズ及び酸素を含んでなり、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相とを有する焼結体である。 In_2O_3 相は立方晶系の結晶構造をとり、中間化合物相は組成式 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ で表されるインジウムとスズの複合酸化物である。

【0019】

中間化合物である $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ は $1550 \sim 1650$ の高温域で構造変化が起こり、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ の回折ピーク強度が低下し、電気抵抗も低下する。

【0020】

これは、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ が 1550 以上で相転移したためか、別の化合物に変化したものと推測されるが、その詳細構造は不明である。本発明においては、以下、透明導電膜用焼結体の中間化合物が 1550 以上の高温の状態に変化した相の構造を高温構造といい、組成変化を伴う構造変化も含むものとする。

【0021】

走査型電子顕微鏡 (SEM) で高温構造となっている中間化合物を観察したところ、回折ピーク強度が減少した $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ 焼結体の組織でも、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ の組成の結晶相の割合はほとんど変わっていないことが見出された。

【0022】

本発明は、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で 10 重量%以上 15 重量%以下の場合に、透明導電膜用焼結体中の中間化合物相に帰属する (012) 面及び (021) 面と In_2O_3 相に帰属する (211) 面の回折ピーク強度の比がそれぞれ 3.0% 以下であることを特徴とする。回折ピーク強度の比が、この範囲だとスパッタリング中のアーキングを一層低減することが可能となる。

【0023】

一方、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で 15 重量%より大きく 20 重量%以下の場合には、透明導電膜用焼結体中の中間化合物相に帰属する (012) 面及び (021) 面と In_2O_3 相に帰属する (211) 面の回折ピーク強度の比がそれぞれ 9.0% 以下であればよい。 9.0% 以下とする理由は上記と同様である。

【0024】

なお、 In_2O_3 と $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ の主要な X 線回折ピークは重複してしまい、定量化が困難であるため、高温構造を維持していることを示す尺度として、X 線回折ピークが重複しない、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ の (012) 面と (021) 面と In_2O_3 の (211) 面との回折ピーク強度を比較した。回折ピーク強度の比が小さいほど、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ の高温構造が維持されていると考えられる。

【0025】

本発明の透明導電膜用焼結体の平均の結晶粒径は $4 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。平均の結晶粒径が $4 \mu\text{m}$ を超えるとアーキングが多く起きる場合があるからである。平均の結晶粒径が小さくなるほどアーキングの発生量が低減するため、より好ましくは $3 \mu\text{m}$ 以下であり、さらに好ましくは $2 \mu\text{m}$ 以下である。

【0026】

平均の結晶粒径は、得られた焼結体の組織を SEM により画像化し、その画像からコード法により各結晶粒径を求め、 300 個以上の測定点の平均から算出した。

【0027】

本発明の透明導電膜用焼結体の相対密度は 99% 以上が好ましく、 99.5% 以上がより好ましい。相対密度が 99% 未満であるとアーキングが多く起きる場合があるからである。

【0028】

本発明の透明導電膜用焼結体を板状、円状、円柱状等の所望の形状に研削加工した後、

10

20

30

40

50

必要に応じて無酸素銅等からなるバッキングプレート、バッキングチューブにインジウム半田等を用いて接合することにより、本発明の焼結体をターゲット材としたスパッタリングターゲットを得ることができる。

【0029】

また、本発明は付加機能を持たせることを目的として第3の元素を添加した透明導電膜用焼結体においても有効である。第3元素としては、例えば、Mg, Al, Si, Ti, Zn, Ga, Ge, Y, Zr, Nb, Hf, Ta等を例示することができる。これらの元素の添加量は、特に限定されるものではないが、全体の20重量%以下とすることが好ましい。

【0030】

次に本発明の透明導電膜用焼結体の製造方法について工程毎に説明する。

【0031】

(1) 原料混合工程

原料粉末は特に限定されるものではなく、例えば、インジウム又はスズの金属塩粉末、塩化物、硝酸塩、炭酸塩等を用いることも可能であるが、取り扱い性を考慮すると酸化物粉末が好ましい。

【0032】

各原料粉末の純度は、通常99%以上、好ましくは99.9%以上、より好ましくは99.99%以上である。純度が低いと、不純物物質により、本発明の透明導電膜用焼結体を用いたスパッタリングターゲットで形成された透明導電膜に影響が及ぼされることがあるからである。

【0033】

これらの原料の配合は、酸化物換算で $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で10~20重量%となるように原料を混合することが好ましい。

【0034】

これら各粉末の混合は、特に限定されるものではないが、ジルコニア、アルミナ、ナイロン樹脂等のボールやビーズを用いた乾式、湿式のメディア攪拌型ミルやメディアレスの容器回転式混合、機械攪拌式混合等の混合方法が例示される。具体的には、ボールミル、ビーズミル、アトライタ、振動ミル、遊星ミル、ジェットミル、V型混合機、パドル式混合機、二軸遊星攪拌式混合機等が挙げられる。

【0035】

また、粉末の混合と同時に粉砕が行われるが、粉末の平均粒径が大きいと焼結後の密度が十分に上昇しない場合があるので、粉砕後の粉末粒径は微細であるほど好ましい。粉末の平均粒径は $1.0 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、更に好ましくは $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ である。こうすることにより、焼結粒径が小さく、焼結密度の高い焼結体を得ることが可能となる。湿式法のボールミルやビーズミル、アトライタ、振動ミル、遊星ミル、ジェットミル等を用いる場合には、粉砕後のスラリーを乾燥する必要がある。この乾燥方法は特に限定されるものではないが、例えば、濾過乾燥、流動層乾燥、噴霧乾燥等が例示できる。

【0036】

また、酸化物粉末以外の粉末を混合する場合は、混合後に500~1000 で仮焼を行い、仮焼粉末の粒径が大きくなった場合は粉砕することが好ましい。

【0037】

なお、成形処理に際しては、ポリビニルアルコール、アクリル系ポリマー、メチルセルロース、ワックス類、オレイン酸等の成形助剤を原料粉末に添加しても良い。

【0038】

(2) 成形工程

成形方法は、各原料粉末の混合粉末（仮焼した場合には仮焼した混合粉末）を目的とした形状に成形できる成形方法を適宜選択することが可能であり、特に限定されるものではない。プレス成形法、鑄込み成形法、射出成形法等が例示できる。

10

20

30

40

50

【0039】

成形圧力は成形体にクラック等の発生がなく、取り扱いが可能な成形体であれば特に限定されるものではないが、成形密度は可能な限り高めた方が好ましい。そのために冷間静水圧（CIP）成形等の方法を用いることも可能である。CIP圧力は十分な圧密効果を得るため1 ton/cm²以上、好ましくは2 ton/cm²以上、さらに好ましくは2~3 ton/cm²であることが望ましい。

【0040】

ここで始めの成形を鋳込法により行い、続いてCIPを行った場合には、CIP後の成形体中に残存する水分及びバインダー等の有機物を除去する目的で脱バインダー処理を施してもよい。また、始めの成形をプレス法により行った場合でも、原料混合工程でバインダーを添加したときは、同様の脱バインダー処理を行うこともできる。

10

【0041】

(3) 焼成工程

次に得られた成形体を焼結炉内に投入して焼結を行う。焼結方法としては、いかなる方法でも適用可能であるが、密度が高く、また、中間化合物の結晶粒径が小さな焼結体を得るためには電磁波加熱による焼結を行うことが好ましい。電磁波としてはマグネトロンまたはジャイロトロン等から発生する連続またはパルス状の2.45 GHz等のマイクロ波、28 GHz等のミリ波、またはサブミリ波が利用できる。電磁波の周波数の選択はITOの焼結挙動から適切なものを選択することができるが、発振器のコスト等の経済性を考慮すると2.45 GHzのマイクロ波が好ましい。

20

【0042】

使用される電磁波焼成炉としては、バッチ式、連続式、外部加熱式とのハイブリット式等の種々の焼成炉を使用することができる。

【0043】

マイクロ波による焼成の場合、得られた成形体はセッターの上に置かれ、断熱材で囲まれる。この際、断熱材の内部に等温熱障壁のための材料を設置することも可能である。セッターや等温熱障壁の材質は焼成温度にて耐熱性を有する材料を選択すればよく、アルミナ、ムライト、ジルコニア、SiC等が挙げられる。

【0044】

被焼成物の昇温速度については特に限定されないが、中間化合物の結晶粒径を小さくするため、20~600 /時間、好ましくは100~600 /時間、より好ましくは200~600 /時間、さらに好ましくは300~600 /時間とする。水分やバインダーを含む成形体の場合、特に大型の成形体では水分やバインダー成分が揮発する際に、急激な体積膨張を伴うと成形体が割れることがあるため、水分やバインダー成分が揮発している温度領域、例えば100~400 の温度域においては昇温速度を20~100 /時間とすることが好ましい。

30

【0045】

加熱時の最高温度は、1550 ~ 1650 とする。この温度範囲で、中間化合物は高温構造へと変化するからである。

【0046】

焼成時の保持時間は特に限定しないが、10時間以内で十分である。また、降温速度は1550 から1300 までは250 /時間以上とし、好ましくは300 /時間以上である。この温度域を250 /時間以上で降温することで中間化合物の高温構造の維持率が高まるからである。それ以外の温度域では、降温速度の上限値については特に限定されず、焼結炉の容量、焼結体のサイズ及び形状、割れ易さなどを考慮して適宜決定することができる。

40

【0047】

焼結時の雰囲気としては酸素気流中とすることが好ましく、焼成時に炉内に酸素を導入する際の酸素流量(L/min)と成形体の仕込み量(kg)の比(仕込み量/酸素流量)を1.0以下とすることが望ましい。

50

【発明の効果】

【0048】

本発明では、インジウム、スズ及び酸素を含んでなり、少なくとも In_2O_3 相と中間化合物相を有する焼結体であって、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で10重量%以上15重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比をそれぞれ3.0%以下とし、スズの含有量が SnO_2 換算で、 $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$ で15重量%より大きく20重量%以下の場合、X線回折スペクトルにおける中間化合物相の(012)面又は(021)面と In_2O_3 相の(211)面との回折ピーク強度の比がそれぞれ9.0%以下とすることで、放電中のアーキングの発生率が低減する。また、本発明の透明導電膜用焼結体をターゲット材として用いることにより、成膜工程でのアーキングの発生を低減できる品質の優れたターゲット材を得ることができる。

10

【実施例】

【0049】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、本実施例における各測定は以下のように行った。

【0050】

(1) 焼結体の密度

アルキメデス法により測定した。なお、相対密度(D)とは、 In_2O_3 と SnO_2 の真密度の相加平均から求められる理論密度(d_{ITO})に対する相対値を示している。相加平均から求められる理論密度(d_{ITO})とは、ターゲット組成において、 In_2O_3 と SnO_2 粉末の混合量を a (g) と b (g) とした時、それぞれの真密度 $7.18 (\text{g}/\text{cm}^3)$ 、 $6.95 (\text{g}/\text{cm}^3)$ を用いて、 $d_{\text{ITO}} = (a + b) / ((a / 7.18) + (b / 6.95))$ により求められる。焼結体の測定密度を d_1 とすると、その相対密度 D は、 $D = d_1 / d_{\text{ITO}} \times 100 (\%)$ で求められる。

20

【0051】

(2) 平均の結晶粒径

SEM 写真からコード法により求めた。コード長は $30 \mu\text{m}$ で行い、測定した結晶粒子は300個以上とした。

30

(SEM測定条件)

加速電圧 : 20 kV

試料の前処理 : 観察面を鏡面研磨した後、40 の規定度12NのHCl水溶液で1分間エッチング処理を施した

SEM 写真の倍率 : 3500倍 ~ 5000倍

(3) 中間化合物面積比

SEM 写真から、写真全体における中間化合物面積の割合を求めた。

【0052】

(4) X線回折測定

$2\theta = 20 \sim 30^\circ$ の範囲のX線回折パターンを測定した。測定した回折ピーク強度から、中間化合物相の(012)面及び(021)面の回折ピーク強度と In_2O_3 相の(211)面の回折ピーク強度との強度比を計算した。

40

(X線回折試験の測定条件)

走査方法 : ステップスキャン法 (FT法)

X線源 : CUK

パワー : 40 kV、40 mA

ステップ幅 : 0.02°

各ステップの測定時間 : 5秒

(5) 放電評価

$125 \text{ mm} \times 175 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ 厚さのターゲット用焼結体をインジウム半田を用いて

50

無酸素銅製のバックリングプレートにボンディングしてターゲットとした。このターゲットを以下のスパッタリング条件で連続放電させてアーキング発生量を調べた。

(スパッタリング条件)

装置 : DCマグネトロンスパッタ装置
 磁界強度 : 500 Gauss (ターゲット真上、水平成分)
 基板温度 : 25 (無加熱)
 到達真空度 : 3×10^{-4} Pa
 スパッタリングガス : Ar + 酸素
 スパッタリングガス圧 : 0.5 Pa
 DC電力 : 300 W
 ガス圧 : 7.0 Torr
 酸素ガス濃度 (O_2 / Ar) : 0.05 %
 放電時間 : 30 時間

10

ここで、酸素ガス濃度は、得られる薄膜の抵抗率が最も低下する値に設定した。

【0053】

(実施例1)

平均粒径 $0.8 \mu m$ の酸化インジウム粉末 90 重量部と平均粒径 $0.6 \mu m$ の酸化スズ粉末 10 重量部とをポリエチレン製のポットに入れ、乾式ボールミルにより 16 時間混合し、混合粉末を調製した。

【0054】

20

この混合粉末を所定の焼結体厚みが得られるように粉末量を調整して金型に入れ、 $300 kg/cm^2$ の圧力でプレスして成形体とした。この成形体を $3 ton/cm^2$ の圧力でCIPによる処理を行った。次にこの成形体をマイクロ波焼成炉 (周波数 = $2.45 GHz$) にアルミナ製のセッターの上に設置して、以下の条件で焼結した。

(焼結条件)

焼成温度 : 1600
 昇温速度 : 300 / 時間
 1550 での保持時間 : 1 時間、
 雰囲気 : 昇温時の室温から降温時の 100 まで純酸素ガス導入
 降温速度 : 300 / 時間 (1600 から 1300 まで)
 100 / 時間 (1300 から 100 まで)

30

得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $In_4Sn_3O_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 1 に示す。

【0055】

(実施例2)

焼成温度 = 1650 とし、昇温速度 = 400 / 時間とした以外は実施例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $In_4Sn_3O_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比を実施した。結果を表 1 に示す。

【0056】

(実施例3)

酸化インジウム粉末 85 重量部と酸化スズ粉末 15 重量部とし、昇温速度 = 200 / 時間とした以外は、実施例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $In_4Sn_3O_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 1 に示す。

40

【0057】

(実施例4)

酸化インジウム粉末 80 重量部と酸化スズ粉末 20 重量部とし、実施例 1 と同様の条件で焼成を行った得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $In_4Sn_3O_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 2 に示す。

【0058】

50

(比較例 1)

電気炉（発熱体 = モリブデンシリサイトヒーター）を使用し、室温から 1600 まで、昇温速度 = 50 / 時間、1600 での保持温度 = 2 時間、1600 から 1300 までの降温速度 = 100 / 時間とした以外は実施例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 1 に示す。

【0059】

(比較例 2)

1600 から 1300 までの降温速度 = 200 / 時間とした以外は実施例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、平均の結晶粒径、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 1 に示す。

10

【0060】

(比較例 3)

酸化インジウム粉末 85 重量部と酸化スズ粉末 15 重量部とし、1600 から 1300 までの降温速度 = 200 / 時間とした以外は比較例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、中間化合物の平均の結晶粒径、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 1 に示す。

【0061】

(比較例 4)

酸化インジウム粉末 80 重量部と酸化スズ粉末 20 重量部とし、1300 までの降温速度 = 200 / 時間とした以外は比較例 1 と同様にして焼成を行った。得られた焼結体の密度、中間化合物の平均の結晶粒径、 $\text{In}_4\text{Sn}_3\text{O}_{12}$ と In_2O_3 との回折ピーク強度比、放電評価を実施した。結果を表 2 に示す。

20

【0062】

【表 1】

	相対密度 (%)	平均の結晶粒径 (μm)	スズの含有量 (wt%) $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$	中間化合物面積比 (%)	X線回折強度比 (%)		アーキング回数 (回)
					(012)/(211)	(021)/(211)	
実施例1	99.7	1.9	10	10.4	2.1	1.9	209
実施例2	99.7	2.6	10	10.0	1.7	1.6	195
実施例3	99.9	1.6	15	27.0	2.8	2.7	321
比較例1	99.7	4.9	10	11.0	5.1	4.9	411
比較例2	99.7	2.5	10	11.1	4.2	4.1	337
比較例3	99.7	4.2	15	28.0	8.0	7.8	510

【表 2】

	相対密度 (%)	平均の結晶粒径 (μm)	スズの含有量 (wt%) $\text{SnO}_2 / (\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2)$	中間化合物面積比 (%)	X線回折強度比 (%)		アーキシング回数 (回)
					(012)/(211)	(021)/(211)	
実施例4	99.7	1.5	20	39.1	7.8	8.1	331
比較例4	99.8	4.1	20	40.2	14.0	16.0	560

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

50

【 0 0 6 4 】

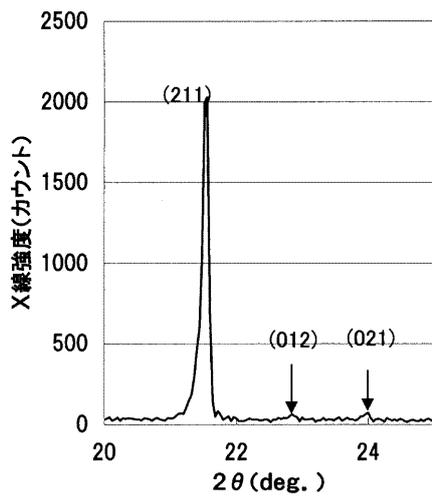
【 図 1 】 実施例 1 で得られた透明導電膜用焼結体の X 線回折結果である。

【 図 2 】 実施例 3 で得られた透明導電膜用焼結体の X 線回折結果である。

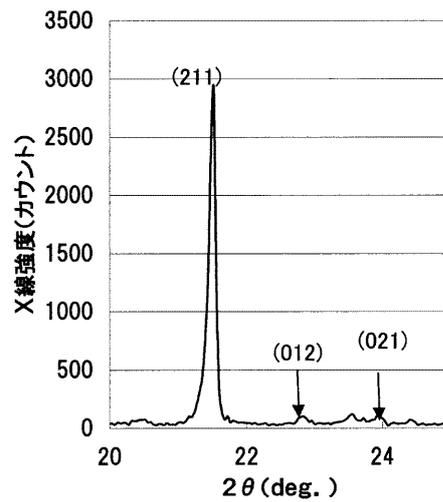
【 図 3 】 比較例 1 で得られた透明導電膜用焼結体の X 線回折結果である。

【 図 4 】 比較例 3 で得られた透明導電膜用焼結体の X 線回折結果である。

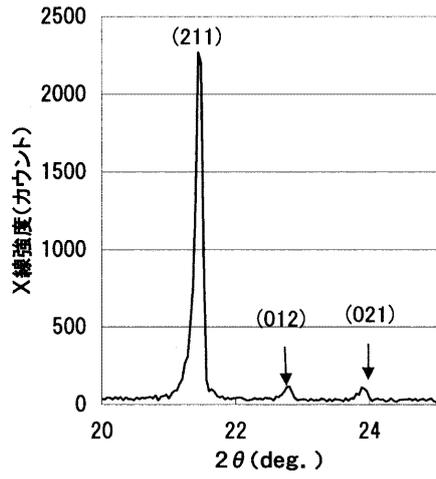
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】

