

(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2010-251307

(P2010-251307A)

(43) 公開日 平成22年11月4日(2010.11.4)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 B 13/00 (2006.01)	HO 1 B 13/00 5 O 3 B	4 K O 2 9
HO 1 B 5/14 (2006.01)	HO 1 B 5/14 A	5 B O 8 7
C 2 3 C 14/34 (2006.01)	C 2 3 C 14/34 M	5 G 3 0 7
GO 6 F 3/041 (2006.01)	C 2 3 C 14/34 N	5 G 3 2 3
	GO 6 F 3/041 3 3 0 A	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2010-62418 (P2010-62418)
 (22) 出願日 平成22年3月18日 (2010. 3. 18)
 (31) 優先権主張番号 特願2009-70470 (P2009-70470)
 (32) 優先日 平成21年3月23日 (2009. 3. 23)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000000941
 株式会社カネカ
 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
 (72) 発明者 上田 拓明
 大阪府摂津市鳥飼西5-1-1 株式会社
 カネカ内
 (72) 発明者 近藤 晃三
 大阪府摂津市鳥飼西5-1-1 株式会社
 カネカ内
 (72) 発明者 山本 憲治
 大阪府摂津市鳥飼西5-1-1 株式会社
 カネカ内
 (72) 発明者 口山 崇
 大阪府摂津市鳥飼西5-1-1 株式会社
 カネカ内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明電極の製造方法

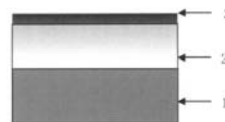
(57) 【要約】

【課題】

高透明のインジウム複合酸化物薄膜の導電性、耐久性、またはリアリティを向上させたタッチパネル用透明電極を提供することにある。

【解決手段】

透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極の製造方法であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜が10～40nmの膜厚であり、カーボン膜が0.5～5.0nmの膜厚であるように製膜され、上記カーボン膜が水素を50～100体積%含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ製膜後の透明電極が70℃以上170℃以下の温度で熱アニール処理して透明電極を製造することにより、課題を解決する。



【選択図】 図1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極の製造方法であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜が 10 ~ 40 nm の膜厚であり、カーボン膜が 0.5 ~ 5.0 nm の膜厚であるように製膜され、上記カーボン膜が水素を 50 ~ 100 体積% 含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ製膜後の透明電極が 70 以上 170 以下の温度で熱アニール処理されることを特徴とする透明電極の製造方法。

【請求項 2】

前記熱アニール処理が、透明電極の透過率が 90% 以上となるように行われることを特徴とする請求項 1 に記載の透明電極の製造方法。 10

【請求項 3】

リニアリティの最大値が 1.0% 以下であることを特徴とする請求項 1 または 2 のいずれかに記載の透明電極の製造方法。

【請求項 4】

前記透明導電膜が、酸素を 1 ~ 10 体積% 含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され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電極の製造方法。

【請求項 5】

透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜の膜厚が 10 ~ 40 nm であり、カーボン膜の膜厚が 0.5 ~ 5.0 nm であり、上記カーボン膜が水素を 50 ~ 100 体積% 含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ透明電極の透過率が 90% 以上であることを特徴とする透明電極。 20

【請求項 6】

前記透過率が 90% 以上である透明電極が、70 以上 170 以下の温度で熱アニール処理されたものであることを特徴とする請求項 5 に記載の透明電極。

【請求項 7】

リニアリティの最大値が 1.0% 以下であることを特徴とする請求項 5 または 6 のいずれかに記載の透明電極。

【請求項 8】

請求項 5 ~ 7 のいずれかに記載の透明電極を用いたことを特徴とするタッチパネル。 30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は主としてタッチパネル用透明電極の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

インジウム錫複合酸化物 (ITO) を初めとする金属原子を含有したインジウム複合酸化物は、近年急速に普及してきたタッチパネルやエレクトロルミネッセンスディスプレイ (以下「ELディスプレイ」ともいう) などの透明電極の部材である透明導電膜として広く用いられている。透明電極の主な要求特性に高い透明性、導電性、耐久性がある。透明導電膜の高透明化の手段としては、例えば高屈折層・低屈折層を組み合わせた積層構造により光学設計をし、光線透過率を向上させる方法や単純に透明導電膜を薄くする方法がある。また透明導電膜の耐久性を向上させる手段としては、透明導電膜にバリア膜を製膜する方法があり、特許文献 1 では酸化インジウムからなる透明導電膜上にカーボン膜を積層することで透明導電膜の発光時の劣化を抑制する EL 用透明電極が報告されている。 40

【0003】

また透明電極の中でも、タッチパネル用透明電極にとって必須な要求特性としてリニアリティがあり、リニアリティの値は低いほど好ましい。特許文献 2 には、摺動筆記試験後のリニアリティが 1.5% 以下であるタッチパネル用透明導電性フィルムについて開示さ 50

れている。該文献において、摺動筆記試験前においては、リニアリティがさらに低いと考えられるが、透過率が低いため、現在のタッチパネル用透明電極として使用できない。ここでリニアリティとは、抵抗膜の均一性の指標であり、抵抗膜方式タッチパネルの位置検出の精度を決める要素である。液晶ディスプレイ用のITOからなる透明導電膜は10～20 / 程度の低い抵抗値が求められるため100～150nm程度の膜厚にする必要があるのに対し、タッチパネル用透明電極は100～800 / 程度の値が求められるため20～40nm程度の比較的薄い膜厚（すなわち薄膜）にする必要がある（非特許文献1）。しかしながらタッチパネル用透明電極は面内において均一な抵抗値が求められるのに対し、このような薄膜では、抵抗値の均一性の制御が困難であるため、リニアリティはタッチパネル用透明電極の技術的な障壁を高くしている要因の一つとなっている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開平9-156023号公報

【特許文献2】特開平11-110110号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】越石健司・黒沢理 編著 / 要点解説タッチパネル102～103、120ページ / 2009年11月 / 株式会社工業調査会

【発明の概要】

20

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献1には酸化インジウムを主とした透明導電膜上にカーボン膜を製膜した透明電極が記載されているが、当該カーボン膜は発光層と透明導電膜の接触による劣化を防ぐために形成されたものであり、実施例1、4、5、6のようにカーボン膜を厚く製膜する必要がある。そのため透過率が低いという問題がある。また実施例2、3のようにカーボン膜が薄くとも、着色するため、透過率が低い。この透明電極の透過率を高めようとするためには透明導電膜を薄くする必要があるが、薄くすればタッチパネル用透明電極にとって重要な要素である導電性、耐久性、またはリニアリティが悪化するという問題がある。

【0007】

30

上記のような理由から、特許文献1に記載の透明電極は、高い透明性を要求されるタッチパネル用透明電極には使用できなかった。そこで本発明では、透明性が高く、導電性、耐久性、またはリニアリティを向上させたタッチパネル用透明電極の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討した結果、水素を主とするガスでカーボン膜を製膜することにより、透明性が高く、導電性、耐久性、またはリニアリティを向上させたタッチパネル用透明電極を作製できることを見出し、本発明を完成させるに至った。すなわち本願発明は以下の構成を有するものである。

40

【0009】

(1) 透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極の製造方法であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜が10～40nmの膜厚であり、カーボン膜が0.5～5.0nmの膜厚であるように製膜され、上記カーボン膜が水素を50～100体積%含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ製膜後の透明電極が70以上170以下の温度で熱アニール処理されることを特徴とする透明電極の製造方法。

(2) 前記熱アニール処理が、透明電極の透過率が90%以上となるように行われることを特徴とする(1)に記載の透明電極の製造方法。

(3) リニアリティの最大値が1.0%以下であることを特徴とする(1)または(2)

50

)のいずれかに記載の透明電極の製造方法。

(4)前記透明導電膜が、酸素を1~10体積%含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜されることを特徴とする(1)~(3)のいずれかに記載の透明電極の製造方法。

(5)透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜の膜厚が10~40nmであり、カーボン膜の膜厚が0.5~5.0nmであり、上記カーボン膜が水素を50~100体積%含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ透明電極の透過率が90%以上であることを特徴とする透明電極。

(6)前記透過率が90%以上である透明電極が、70以上170以下の温度で熱アニール処理されたものであることを特徴とする(5)に記載の透明電極。

(7)リニアリティの最大値が1.0%以下であることを特徴とする(5)または(6)のいずれかに記載の透明電極。

(8)(5)~(7)のいずれかに記載の透明電極を用いたことを特徴とするタッチパネル。

【発明の効果】

【0010】

本発明により、高透明のインジウム複合酸化物薄膜の導電性、耐久性、またはリニアリティを向上させたタッチパネル用透明電極を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】タッチパネル用透明電極の断面図を示す。

【図2】タッチパネル用透明電極の断面図を示す。

【図3】タッチパネル用透明電極の二次イオン質量分析(SIMS)の結果を示す。

【図4】リニアリティ評価用サンプル作製方法及び評価方法を示す。

【図5】タッチパネル用透明電極のX線光電子分光分析(XPS)の結果を示す。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明は、「透明基板の少なくとも一方の面に、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜およびカーボン膜が積層された透明電極の製造方法であって、酸化インジウムを主成分とした透明導電膜が10~40nmの膜厚であり、カーボン膜が0.5~5.0nmの膜厚であるように製膜され、上記カーボン膜が水素を50~100体積%含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜され、かつ製膜後の透明電極が70以上170以下の温度で熱アニール処理されることを特徴とする透明電極の製造方法」に関する。

【0013】

以下において本発明の好ましい実施の形態について図面を参照しつつ説明する。なお本願の各図において厚さの寸法関係については図面の明瞭化と簡略化のため適宜変更されており、実際の寸法関係を表していない。また各図において同一の参照符号は同一部分または相当部分を表している。

【0014】

図1では透明基板1上に透明導電膜2、カーボン膜3をこの順に形成したタッチパネル用透明電極を示している。図2では透明基板1上に下地層4、透明導電膜2、カーボン膜3をこの順に形成したタッチパネル用透明電極を示している。

【0015】

本発明に係る透明基板1としては、少なくとも可視光領域で無色透明であり透明導電膜2を形成可能なものであれば硬質または軟質な材料に限定されずに使用することができる。硬質な材料としては、例えばソーダガラスやホウ珪酸ガラスなどのガラス基板やセラミックや硬質プラスチックなどが挙げられる。軟質な材料としては、例えばポリエチレンテレフタレート(PET)やポリブチレンテレフタレート(PBT)やポリエチレンナフタレート(PEN)などのポリエステル樹脂やシクロオレフィン系樹脂、ポリカーボネート

10

20

30

40

50

樹脂、ポリイミド樹脂、セルロース系樹脂などが挙げられるが、中でもポリエチレンテレフタレートやシクロオレフィン系樹脂などが好ましく用いられる。

【0016】

透明基板1の厚みは特に限定されないが、0.05~4mmの厚みが好ましく、0.05~0.3mmがより好ましい。上記範囲内であれば透明基板1の耐久性を十分に得ることができ、適度な柔軟性を有するため生産性の良いロールトゥロール方式で製膜することができる。またタッチパネル用透明電極の耐久性を高めるなどの目的で透明基板1の両面或いは片面にはアクリル樹脂、シリコン樹脂などを用いたハードコート処理を施しても良い。

【0017】

上記透明基板1には、透明基板1と透明導電膜2の付着性を向上させる目的で表面処理を施すことができる。表面処理の手段はいくつかあるが、例えば、基板表面に電気的極性を持たせ、付着力を高める方法などがある。具体的にはコロナ放電、プラズマ法などが挙げられる。また付着力を向上させる目的で金属層や金属酸化物層を設けることもでき、例えば図2のように一般式 SiO_x ($x=1.5\sim 2.0$)で示される酸化ケイ素を主成分とする下地層4などを用いることもできる。下地層4の膜厚は、10~100nmが好ましい。中でも耐久性や透明性の観点から20~80nmが好ましい。下地層4の波長550nmにおける屈折率は1.40~1.60が好ましく、1.45~1.55がさらに好ましい。上記範囲とすることで耐久性及び透明性が向上する。

【0018】

下地層の製膜方法としては、均一な薄膜が形成される方法であれば特に限定されない。例えば、スパッタリングや蒸着などのPVD法や、各種CVD法などのドライコーティングなどの他に、下地層4の原料を含む溶液をスピンコート法やロールコート法、スプレー塗布やディッピング塗布などにより塗布した後に加熱処理などで下地層4を形成するウェットコーティングなどが挙げられる。下地層4の形成にはスパッタリング法などを用いることができる。ターゲットとしては金属や金属酸化物、金属炭化物を用いることができる。製膜時における印加電力は特に限定されないが0.2~5.0W/cm²が好ましい。上記範囲とすることで透明な酸化ケイ素薄膜が得られる。

【0019】

本発明に係る透明導電膜2としては、酸化インジウムを主成分としたものを用いる。上記透明導電膜2としては酸化インジウム以外にも他の成分を含むことができ、他の成分としては具体的には錫、亜鉛、チタン、モリブデン、タングステン、セリウム、ジルコニウムなどを挙げることができる。中でも透過率などの観点から錫が好ましい。

【0020】

上記他の成分は、酸化インジウムを合わせた重さに対し、0~15重量%、さらには3~13重量%、特には5~10重量%の含有量であるインジウム複合酸化物であることが好ましい。上記他の成分は、含有量が多ければキャリア濃度が増大するため導電性を向上させることができ、上記範囲内であればその効果を十分に得ることができる。

【0021】

上記透明導電膜2の膜厚は、10~40nmであることを特徴とする。中でも12~35nmが好ましく、14~30nmがさらに好ましい。上記範囲にすることでタッチパネル用透明電極に適した高い透過率などを得ることが出来る。

【0022】

透明導電膜2の形成方法としては、均一な薄膜が形成される方法であれば特に限定されない。例えば、スパッタリングや蒸着などのPVD法や、各種CVD法などのドライコーティングなどの他に、透明導電膜の原料を含む溶液をスピンコート法やロールコート法、スプレー塗布やディッピング塗布などにより塗布した後に加熱処理などで透明導電膜を形成する方法が挙げられるが、ナノメートルレベルの薄膜を形成しやすいという観点からドライコーティングが好ましい。

【0023】

10

20

30

40

50

ドライコーティングで透明導電膜 2 を形成する場合、透明基板 1 の温度は特に限定されないが、透明基板 1 としてフィルムなどの軟質な材料を用いる場合、10 ~ 170 が好ましい。上記範囲内の温度で製膜することで、フィルムの応力などを制御できると考えられる。

【0024】

本発明に係る透明導電膜 2 は酸素を 1 ~ 10 体積% 含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜されたものであることが好ましい。中でも酸素を 2 ~ 6 体積% 含むガスを用いることがより好ましい。上記範囲で酸素を供給することで、透明性、導電性を向上させることができ、また次に積層するカーボン膜の製膜時の水素プラズマによってインジウムイオンが過度に還元することを抑制し、高い透明性、導電性を得ることができる。上記透明導電膜 2 をスパッタリング法により製膜する場合に用いられるガスは、アルゴンのような不活性ガスを主成分とするものが好ましい。ここで、「不活性ガスを主成分とする」とは、使用するガスのうち、アルゴンなどの不活性ガスを 50% 以上でかつ最も多く含むことを意味する。使用するガスとしては上記アルゴンのような不活性ガス単独でも用いることができるが、2 種類以上の混合ガスを用いることもできる。中でもアルゴンと酸素の混合ガスがより好ましく用いられる。なお使用するガスとしてアルゴンと酸素の混合ガスを用いた場合、本発明の機能を損なわない限り、その他のガスを含有していても良い。

10

【0025】

本発明に係るカーボン膜 3 は、水素を 50 ~ 100 体積% 含むガスを用いたスパッタリング法によって製膜されたものであることを特徴とする。水素を 50 ~ 100 体積% 用いることで、高い透過率を得ることが出来る。

20

【0026】

上記ガスに含まれる水素の量は 80 ~ 100 体積% がより好ましく、さらに 90 ~ 100 体積% が好ましい。水素以外のガスとして二酸化炭素やヘリウム、アルゴンなどを 0 ~ 50 体積% 含むことができる。このとき、水素以外の他のガスは 1 種類のみでもよく、また 2 種類以上であっても良い。

【0027】

また上記カーボン膜 3 を形成する場合、ターゲットとしてカーボンを用いたスパッタリング法によって形成することが好ましい。

【0028】

上記カーボン膜 3 は、炭素原子の sp^2 平面構造 (グラファイト構造) と sp^3 四面体構造 (ダイヤモンド構造) が混在した結晶性または非晶質炭素が好ましい。上記ガスに含まれる水素の割合が大きい場合カーボン膜 3 の sp^3 四面体構造の割合が大きくなり、透過率が高くなるため好ましい。また水素ガスはスパッタ率が低い (すなわちターゲットであるカーボンをスパッタしにくい) ため、製膜時のガス中における水素ガスの割合が大きい場合は、過剰にカーボン膜 3 の膜厚を増大させないため好ましい。

30

【0029】

本発明におけるカーボン膜 3 は、膜厚が 0.5 ~ 5.0 nm であることを特徴とする。中でも 0.5 ~ 3.0 nm のものが透過率・導電性および耐久性の観点からより好ましい。

40

【0030】

このようにカーボン膜 3 が薄膜であるにもかかわらず耐久性向上の効果がある理由としては、透明導電層に炭素が拡散しているためなどと考えられる。ここで本発明におけるタッチパネル用透明電極において、カーボン膜形成後の二次イオン質量分析 (SIMS) を図 3 に示す。図 3 より炭素イオンがインジウムイオンと同時に検出されていることから炭素原子が透明導電膜中に存在していることがわかる。図 3 より、時間が経過するにつれて炭素イオン量が単調に減少していることから、炭素は、透明導電膜の表面側 (カーボン膜側) に多く存在し、透明基板側になるにつれて減少していると考えられる。上記結果より、スパッタ粒子由来の炭素原子が透明導電膜の格子間および粒界に拡散し、それが酸素や水の浸入を防ぐ障壁となって耐久性が向上すると考えられる。

50

【0031】

上記カーボン膜3を形成する際の印加電力は、 $0.02 \sim 1.5 \text{ W/cm}^2$ が好ましい。上記範囲内であれば、水素ガスを用いたプラズマによって透明導電膜中に存在するインジウムイオンが過度に還元されることなく、導電性、耐久性、またはリニアリティを向上させることができると考えられる。

【0032】

上記カーボン膜3の製膜時間は、製膜時における印加電力にもよるが $2 \sim 500$ 秒が好ましい。さらに $5 \sim 100$ 秒が、透過率、導電性、またはリニアリティ向上の観点から好ましい。さらに膜厚・生産性を考えると $10 \sim 20$ 秒がより好ましい。

【0033】

導電性が向上するのは、カーボン膜製膜時の水素プラズマによって透明導電膜2中の酸化インジウムの酸素欠損が増え、導電性を発現する電子キャリアが増大される、などの理由が考えられる。

【0034】

リニアリティが向上するのは、水素プラズマによって透明導電膜2を形成するITOの粒径がそろふこと、また透明導電膜2の表面が水素プラズマで微弱に還元されることにより酸素欠損の分布が均一化されるなどの理由が考えられる。

【0035】

ここでリニアリティとは、タッチパネル用透明電極の抵抗値の均一性を表す指標であり、最大誤差電圧 V_{max} を有効エリアの最外端電位差 $V_B - V_A$ で割った値である。具体的には以下のように求めることができる。

【0036】

図4に示すように、リニアリティの測定はタッチパネル用透明電極の透明導電膜上において対向する2辺に導電性ペースト等で電極を設け、両電極間に電圧を印加し、電極間の任意の点の出力電圧と理論電圧の差の絶対値 ($V_n = | \text{出力電圧} - \text{理論電圧} |$) で評価する。透明電極上の任意の点について、最も外側の測定点間((1)と(5)の間)の電位差を $V_B - V_A$ (最外端電位差ともいう) とし、この値から透明電極の抵抗値が完全に均一であると仮定する場合の理論電圧を求める。

【0037】

次に、透明電極上の任意の点((2)(3)(4))について、それぞれの点における出力電圧と理論電圧との差 V_n ($n = 2, 3, 4$) を求め、それらの最大値 V_{max} を最外端電位差 $V_B - V_A$ で割った値 $V_{max} / (V_B - V_A) \times 100$ (%) を求める。該測定を電極の各位置 ($Y_1 \sim Y_5$) で行い、それらの最大値がリニアリティである。リニアリティは小さいほど抵抗値の均一性が良好である。例えば、一般的に抵抗膜式タッチパネルではリニアリティは 1.5% 以下であることが好ましい。

【0038】

本発明における透明電極のリニアリティは、 1.0% 以下が好ましく、可能な限り低い方が好ましい。

【0039】

上記範囲となることにより、タッチパネルの位置検出の精度が高く、タッチパネル用透明電極として好ましく用いることができると考えられる。

【0040】

本発明におけるタッチパネル用透明電極は、上記カーボン膜3製膜後に 70 以上 170 以下の温度で熱アニール処理が行われる。一般的にはタッチパネル作製においてタッチパネル用透明電極に導電性ペーストを付着させるためには一定時間熱アニールする必要がある。アニール時間は導電性ペーストやアニール温度にもよるが $0.1 \sim 2.0$ 時間が好ましい。

【0041】

上記タッチパネル用透明電極は、上記 70 以上 170 以下の温度で熱アニール処理された後の透過率が 90% 以上になるように行われることが好ましい。透過率がこの範囲

10

20

30

40

50

にあることにより、例えば高い透過率を求められるタッチパネル用透明電極として好ましく用いることができる。

【0042】

本発明におけるタッチパネル用透明電極は、上記透明基板1の少なくとも一方の面に、上記透明導電膜2、上記カーボン膜3をこの順に形成したものであり、これらの膜は、透明基板1の片面に形成されていても両面に形成されていても良い。

【0043】

上記タッチパネル用透明電極は、本発明の機能を損なわない限り、各層の間に他の層を有していてもよく、例えば図2に示すように透明基板1と透明導電膜2の間に下地層4を有していてもよい。

【0044】

本発明においてタッチパネル用透明電極の表面抵抗の値は100～2000 / が好ましい。中でも、静電容量方式タッチパネルという観点では100～300 / が特に好ましく、抵抗膜方式タッチパネルという観点では特に300～800 / が好ましい。

【0045】

上記タッチパネル用透明電極は、温度85 の雰囲気下に1000時間放置した場合の耐熱性が、1.5倍以下であることが好ましい。より好ましくは1.3倍以下である。ここで、上記耐熱性とは、高温放置後の表面抵抗値を高温放置前の表面抵抗値で割った値をいう。

【0046】

上記タッチパネル用透明電極は、温度60、湿度90%の雰囲気下に1000時間放置した場合の湿熱耐久性が1.5であることが好ましい。より好ましくは1.3倍以下である。ここで上記湿熱耐久性とは、高温高湿放置後の表面抵抗値を高温高湿放置前の表面抵抗値で割った値をいう。

【0047】

上記耐熱性及び湿熱耐久性が上記範囲である場合、カーナビなどに求められる高耐久性のタッチパネル用透明電極としての使用も期待できる。

【実施例】

【0048】

以下に、実施例をもって本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお本発明において膜厚は分光エリプソメトリー測定（装置名VASE、J.A.ウーラムジャパン社製）を行い、cauchyモデルでフィッティングを行った。カーボン膜の膜厚は、0.76W/cm²のDC電力、巻取り速度0.1m/minで製膜したカーボン膜の膜厚を測定し、それを基準に計算した値を用いた。表面抵抗は低抵抗率計ロレスタGP（MCP-T710）（三菱化学社製）を用いて四探針圧接測定により測定した。透過率は濁度計（NDH-300A）（日本電色工業株式会社製）を用いてJISK7105に従い測定した。XPS測定は、Quantum2000（アルバック・ファイ製）を用いて行った。X線強度はAlK / 15kV・25Wで行った。ワイドスキャン時のパスエネルギーは187.85eV、ナロースキャン時のパスエネルギーは58.70eVで行った。

【0049】

リニアリティは最大誤差電圧 V_{max} を有効エリアの最外端電位差 $V_B - V_A$ で割った値であり、評価用サンプル作製方法及び評価方法を図4に示した。サンプルの作製方法を以下に述べる。測定には電圧を印加する電極が必要であるため、透明電極の透明導電膜の製膜面に50mmの間隔をあけて導電性ペーストAF4820（太陽インキ社製）を塗布し、次に120 で30分間熱をかけて熱硬化させ、電極を作製した。測定方法は電極間に5Vの電圧を印加しながら電極から垂直な方向（この場合、左側の電極から垂直な方向）に5mm, 15mm, 25mm, 35mm, 45mmの点（図4においてそれぞれ(1)～(5)の点）の電圧を測定し、その値から出力電圧と理論電圧のリニアリティ（ $V_{max} / ($

10

20

30

40

50

$V_A - V_B$)) を求めた。同じ測定を電極に平行な方向に 10 mm ずつ間隔をあけて合計 5 列 ($Y_1 \sim Y_5$) の測定を行い、それらの最大値を求めて V_{max} とした。

【0050】

耐熱性はタッチパネル用透明電極を温度 85 の雰囲気下に 1000 時間放置した後の表面抵抗値を高温放置前の表面抵抗値で割った値で評価した。また湿熱耐久性は温度 60、相対湿度 90% の雰囲気下に 1000 時間放置した後の表面抵抗値を高温高湿環境放置前の表面抵抗値で割った値で評価した。

【0051】

(実施例 1)

ロールトゥロール方式の巻取り式スパッタリング装置を用いて製造を行った。シクロオレフィンポリマー (COP ともいう) フィルム (商品名 ZEONOR (ZM16)、膜厚 100 μm 、日本ゼオン製) を透明基板として用い、下地層 4、透明導電膜 2、カーボン膜 3 を順次積層した。下地層 4 の製膜は酸化ケイ素 SiO_x ($x = 1.5$) をターゲットとして用い、基板温度を 25、酸素 / アルゴン (3 / 100 sccm) 混合ガス中、装置内圧力 0.15 Pa において 2.28 W/cm^2 の RF 電力を用い、単位巻取り速度あたりの膜厚 50.0 $\text{nm}/\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ でスパッタリングを行い、この工程を 2 回行うことで膜厚 50 nm の酸化ケイ素下地層を形成した。

10

【0052】

透明導電膜 2 の製膜は、インジウム錫複合酸化物 (錫含量 10 重量%) をターゲットとして用い、基板温度を 25、酸素 / アルゴン (8 / 160 sccm) 混合ガス中 (酸素 4.8 体積%)、装置内圧力 0.26 Pa において 1.52 W/cm^2 の DC 電力を用い、単位巻取り速度あたりの膜厚 17.7 $\text{nm}/\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ でスパッタリングを行い、インジウム錫透明導電膜を膜厚 23 nm 形成した。

20

【0053】

この後カーボン膜 3 の製膜はカーบอนをターゲットとして用い、基板温度を 25、水素ガス (20 sccm、水素 100 体積%) 中、装置内圧力 0.8 Pa において 0.76 W/cm^2 の DC 電力を用い、単位巻取り速度あたりの膜厚 0.7 $\text{nm}/\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ でスパッタリングを行い、カーボン膜を膜厚 1 nm 形成した。

150 で 60 分間熱アニールを行った後の表面抵抗は 450 Ω 、透過率は 91%、リニアリティは 0.8% であった。耐熱性は 1.3 倍であり、湿熱耐久性は 1.1 倍であった。

30

【0054】

(実施例 2)

透明導電膜 2 の膜厚を 30 nm 製膜したこと以外は実施例 1 と同様の実験を行った。150 で 60 分間熱アニールを行った後の表面抵抗は 200 Ω 、透過率は 90%、耐熱性は 1.2 倍であり、湿熱耐久性は 1.1 倍であった。

【0055】

(実施例 3)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素 / アルゴン (18 / 2 sccm) 混合ガス (水素 90 体積%) とした以外は実施例 1 と同様の実験を行った。150 で 60 分間熱アニールを行った後の表面抵抗は 450 Ω 、透過率は 91%、リニアリティは 0.8% であった。耐熱性は 1.3 倍であり、湿熱耐久性は 1.2 倍であった。

40

【0056】

(実施例 4)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素 / アルゴン (12 / 8 sccm) 混合ガス (水素 60 体積%) とした以外は実施例 1 と同様の実験を行った。150 で 60 分間熱アニールを行った後の表面抵抗は 490 Ω 、透過率は 91%、耐熱性は 1.3 倍であり、湿熱耐久性は 1.2 倍であった。

【0057】

(実施例 5)

50

透明導電膜製膜時の導入ガスを、酸素/アルゴン(4/160 sccm)混合ガス(酸素2.4体積%)とした以外は実施例1と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は280 / 、透過率は90%、リニアリティは0.8%であった。耐熱性は1.2倍であり、湿熱耐久性は1.1倍であった。アニール前に二次イオン質量分析(SIMS)を行った結果を図3に示し、X線光電子分光分析(XPS)を行った結果を図5に示した。

【0058】

図3の二次イオン質量分析結果より、炭素イオンは透明導電膜においても検出され、そのデプスプロファイルより、透明導電膜表面から透明基板に向かって単調に減少する傾向が確認できた。また図5に示したXPSナローズペクトルにおいてIn3d5スペクトルの結合エネルギーが444.3 eVであることからインジウムの価数が3価であることがわかった。このことからカーボン膜製膜時の水素プラズマによって殆ど還元されていないことが確認できた。

10

【0059】

(実施例6)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素/アルゴン(18/2 sccm)混合ガス(水素90体積%)とした以外は実施例5と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は290 / 、透過率は90%であった。耐熱性は1.2倍であり、湿熱耐久性は1.1倍であった。

【0060】

20

(実施例7)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素/アルゴン(12/8 sccm)混合ガス(水素60体積%)とした以外は実施例5と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は320 / 、透過率は90%、耐熱性は1.2倍であり、湿熱耐久性は1.1倍であった。

【0061】

(実施例8)

カーボン膜3の膜厚を4nm製膜したこと以外は実施例5と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は270 / 、透過率は90%、耐熱性は1.2倍であり、湿熱耐久性は1.1倍であった。

30

【0062】

(実施例9)

透明導電膜2の膜厚を17nm製膜したこと以外は実施例5と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は500 / 、透過率は92%、耐熱性は1.3倍であり、湿熱耐久性は1.2倍であった。

【0063】

(実施例10)

カーボン膜3の膜厚を4nm製膜したこと以外は実施例9と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は640 / 、透過率は92%、耐熱性は1.2倍であり、湿熱耐久性は1.1倍であった。

40

【0064】

(実施例11)

透明基板1をポリエチレンテレフタレート(PETともいう)としたこと以外は実施例1と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は450 / 、透過率は91%、耐熱性は1.3倍であり、湿熱耐久性は1.4倍であった。

【0065】

(比較例1)

カーボン膜3を製膜しなかったこと以外は実施例1と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は990 / 、透過率は91%、リニアリティは3.2%であった。耐熱性は3.3倍であり、湿熱耐久性は2.8倍であった。

50

【0066】

(比較例2)

カーボン膜を製膜しなかったこと以外は実施例4と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は380 / 、透過率は90%、リニアリティは1.5%であった。耐熱性は2.0倍であり、湿熱耐久性は1.9倍であった。

【0067】

(比較例3)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素/アルゴン(2/18 s c c m)混合ガス(水素10体積%)とした以外は実施例4と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は350 / 、透過率は89%、耐熱性は1.8倍であり、湿熱耐久性は1.7倍であった。

10

【0068】

(比較例4)

カーボン膜製膜時の導入ガスを、水素/アルゴン(8/12 s c c m)混合ガス(水素40体積%)とした以外は実施例5と同様の実験を行った。150 で60分間熱アニールを行った後の表面抵抗は330 / 、透過率は89%、耐熱性は1.4倍であり、湿熱耐久性は1.4倍であった。

【0069】

以上の実施例及び比較例の結果をまとめたものを表1に示した。

【0070】

カーボン膜の製膜条件の違いによるタッチパネル用透明電極の比較した結果を、以下に示す。表1より、カーボン膜を製膜しない比較例1に比べて、水素ガスを主として製膜した実施例1、実施例3では導電性、耐久性、リニアリティが向上した。また、カーボン膜を製膜しない比較例2に比べて、水素ガスを主として製膜した実施例5では導電性、耐久性、リニアリティが向上した。またアルゴンガスを主として製膜した比較例3、4と比べて、水素ガスを主として製膜した実施例5、6、7は透過率、導電性、耐久性が向上した。また、実施例8では、実施例5のカーボン膜よりも膜厚が厚いにもかかわらずアニール後の透過率の低下は見られなかった。

20

【0071】

以上の結果から、透明基板1上に酸化インジウムを主成分とした透明導電膜2を形成し、さらにその上に水素50~100体積%含むガスを用いたスパッタリング法によってカーボン膜3を形成することで、透過率を低下させず導電性、耐久性、またはリニアリティを向上させたタッチパネル用透明電極を作製できることがわかった。

30

【0072】

【表 1】

	透明基板1	透明導電膜2			カーボン膜3			製膜後の特性		アニール後の特性					
		膜厚 /nm	ガス流量 /sccm Ar	酸素含有率 /体積%	膜厚 /nm	ガス流量 /sccm H2	水素含有率 /体積%	透過率 /%T	透過率 /%T	表面抵抗 /Ω/□	リニアリティ (最大値) /%	耐熱性 /倍	湿熱 耐久性 /倍		
実施例1	COP	23	160	8	4.8	1	20	0	100	90	91	450	0.8	1.3	1.1
実施例2	COP	30	160	8	4.8	1	20	0	100	89	90	200		1.2	1.1
実施例3	COP	23	160	8	4.8	1	18	2	90	90	91	450	0.8	1.3	1.2
実施例4	COP	23	160	8	4.8	1	12	8	60	90	91	490		1.3	1.2
実施例5	COP	23	160	4	2.4	1	20	0	100	89	90	280	0.8	1.2	1.1
実施例6	COP	23	160	4	2.4	1	18	2	90	89	90	290		1.2	1.1
実施例7	COP	23	160	4	2.4	1	12	8	60	89	90	320		1.2	1.1
実施例8	COP	23	160	4	2.4	4	20	0	100	87	90	270		1.2	1.1
実施例9	COP	17	160	4	2.4	1	20	0	100	91	92	500		1.3	1.2
実施例10	COP	17	160	4	2.4	4	20	0	100	89	92	640		1.2	1.1
実施例11	PET	23	160	8	4.8	1	20	0	100	90	91	450		1.3	1.4
比較例1	COP	23	160	8	4.8	—	—	—	—	91	91	990	3.2	3.3	2.8
比較例2	COP	23	160	4	2.4	—	—	—	—	89	90	380	1.5	2.0	1.9
比較例3	COP	23	160	4	2.4	1	2	18	10	89	89	350		1.8	1.7
比較例4	COP	23	160	4	2.4	1	8	12	40	89	89	330		1.4	1.4

【符号の説明】

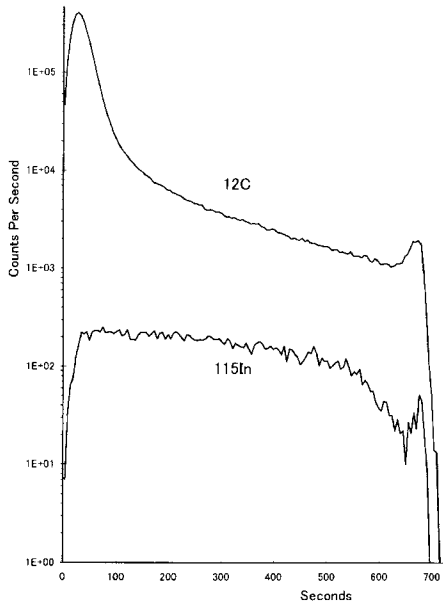
【0073】

- 1 透明基板
- 2 透明導電膜
- 3 カーボン膜
- 4 下地層

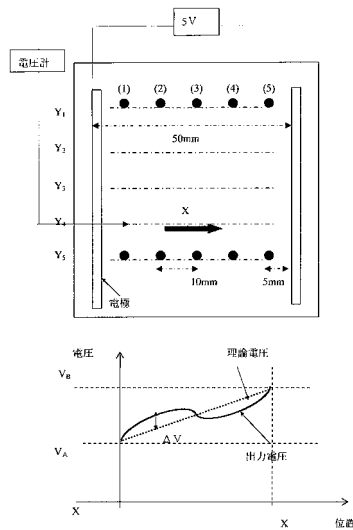
10

20

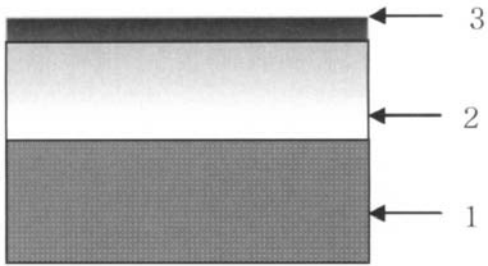
【図 3】



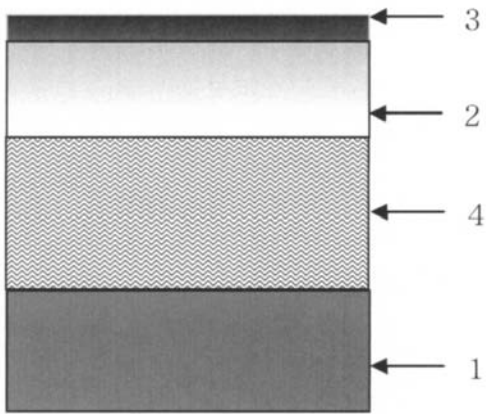
【図 4】



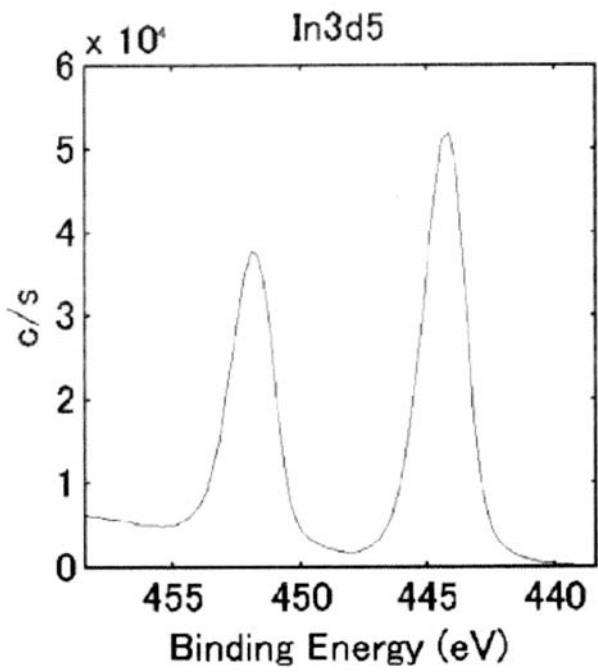
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 5 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 AA11 AA25 BA34 BA46 BA50 BB02 BC09 CA06 DA04 DB10
DC02 DC05 DC34 DC35 EA01 EA05 GA01
5B087 AA04 CC16
5G307 FA02 FB01 FB04 FC02 FC10
5G323 BA02 BA05 BB03 BB04 BB05