

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 518**

51 Int. Cl.:  
**C23C 14/34** (2006.01)  
**C23C 14/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09793942 .5**  
96 Fecha de presentación: **07.07.2009**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2294241**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.03.2011**

54 Título: **Un procedimiento para fabricar una diana de óxido mediante depósito por pulverización catódica que comprende una primera fase y una segunda fase**

30 Prioridad:  
**08.07.2008 EP 08159926**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**26.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**26.04.2012**

73 Titular/es:  
**Bekaert Advanced Coatings**  
**E-3 Laan 75-79**  
**9800 Deinze, BE**

72 Inventor/es:  
**DELRUE, Hilde;**  
**VAN HOLLSBEKE, Johnny;**  
**CARVALHO, Nuno, Jorge, Marcolino y**  
**DE BOSSCHER, Wilmert**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 379 518 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Un procedimiento para fabricar una diana de óxido mediante depósito por pulverización catódica que comprende una primera fase y una segunda fase.

### Campo técnico

5 La invención se refiere a un procedimiento de fabricación de una diana de óxido mediante depósito por pulverización catódica que comprende una primera fase que comprende un óxido de un primer metal y un segundo metal y una segunda fase que comprende un metal.

10 La invención se refiere además a una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica que comprende una primera fase que comprende un óxido de un primer metal y un segundo metal y una segunda fase que comprende un metal.

### Técnica antecedente

A lo largo de las últimas décadas, el depósito por pulverización catódica con magnetrón ha llegado a ser una técnica bien conocida para depositar revestimientos delgados tales como revestimientos metálicos o revestimientos cerámicos.

15 Típicamente, la técnica de depósito por pulverización catódica se usa para depositar revestimientos ópticos. Un grupo importante de revestimientos ópticos son los óxidos conductores transparentes tales como los óxidos de indio estaño (ITO) ya que combinan la conductividad eléctrica y la transparencia óptica. Las aplicaciones van desde pantallas planas de exposición, ventanas de vidrio de transparencia graduable, paneles inteligentes, lámparas electroluminiscentes a aplicaciones de protección EMI.

20 Los revestimientos ITO se pueden preparar mediante depósito por pulverización reactiva de dianas de aleación metálica de indio estaño o por pulverización no reactiva o pseudorreactiva de dianas de óxido cerámico.

Un inconveniente del depósito por pulverización reactiva de dianas de aleación metálica de indio estaño es que se requiere un sistema preciso de control del gas reactivo para que se pueda depositar la deseada estequiometría uniformemente sobre el sustrato y garantizar que el proceso sea estable a lo largo del tiempo (efecto de histéresis).

25 El documento US 2007/0141536 describe una diana metálica a usar en un procedimiento de depósito por pulverización reactiva. El efecto de histéresis se limita añadiendo una cantidad de óxido a la diana metálica.

Por otra parte, el depósito de una diana de óxido tiene el inconveniente de que se forman nódulos en una parte erosionada de la superficie de la diana de depósito por pulverización catódica. Se considera que estos nódulos son óxidos de bajo nivel de indio y/o estaño.

30 Durante el depósito aumenta el número y el tamaño de nódulos y estos se extienden gradualmente sobre las superficies diana. Dado que la conductividad de los nódulos es más baja, se pueden producir descargas anormales más bajas (formación de arco), lo que conduce a un proceso de depósito por pulverización inestable y a defectos en el revestimiento depositado.

35 La patente U.S. nº. 5.480.532 describe una diana de óxido producida por prensado isostático en caliente de óxido de indio-óxido de estaño.

### Presentación de la invención

Es un objetivo de la presente invención proporcionar un procedimiento de fabricación de dianas de óxido mediante depósito por pulverización catódica evitando los problemas de la técnica anterior.

40 Es otro objetivo de la presente invención proporcionar una diana obtenida mediante depósito por pulverización catódica que comprende una fase de óxido y una fase metálica.

Es otro objetivo de la presente invención proporcionar una diana mediante depósito pulverización catódica que tiene una conductividad eléctrica y térmica acrecentadas de manera que la diana depositada por pulverización catódica se pueda usar a altos niveles de potencia.

45 De acuerdo con el primer aspecto de la presente invención se proporciona un procedimiento para la fabricación de una diana de óxido mediante pulverización catódica. El procedimiento comprende las etapas de:

- proporcionar un soporte de diana;
- aplicar una capa exterior de un material depositable por pulverización catódica sobre el mencionado soporte de diana por proyectar simultáneamente al menos un óxido y al menos un metal, capa exterior que comprende una

primera fase y una segunda fase, comprendiendo la mencionada primera fase un óxido de al menos un primer metal y un segundo metal; comprendiendo la mencionada segunda fase un metal en su fase metálica, por lo que el mencionado metal en su fase metálica forma volúmenes discretos situados en o entre el mencionado óxido de la mencionada primera fase.

5 En una realización preferente, la segunda fase está constituida por metal en su fase metálica.

La capa exterior comprende entre 0,1 y 20% en peso de metal en su fase metálica. Más preferiblemente, la capa exterior comprende entre 1 y 15% en peso de metal en su fase metálica o la capa exterior comprende entre 1 y 10% en peso en su fase de metal en su fase metálica.

10 Muy preferiblemente, la capa exterior comprende entre 0,1 y 5% en peso de metal en su fase metálica, por ejemplo, entre 2 y 5% en peso o entre 3 y 5% en peso, siendo el resto de la capa exterior el mencionado óxido.

En una realización preferente, el metal de la fase metálica está constituido por el primer metal del óxido de la primera fase. En una realización alternativa, el metal de la fase metálica está constituido por el segundo metal del óxido de la primera fase.

La primera fase de la capa exterior es una fase de óxido, mientras que la segunda fase es una fase metálica.

15 A los fines de esta invención, por "fase de óxido" se entiende cualquier fase que comprende un óxido.

Por "fase metálica" se entiende cualquier fase que es o contiene un metal.

Como se ha mencionado antes, el metal en su fase metálica forma volúmenes discretos situados en o entre volúmenes del óxido en su fase de óxido. Preferiblemente el metal en su fase metálica está totalmente rodeado por volúmenes de óxido.

20 Esto significa que en la capa exterior están presentes dos fases separadas aunque pueden estar presentes bordes de grano y/o capas de interdifusión entre las dos fases. Los bordes de grano son intercaras en las que se encuentran las dos fases. Las capas de interdifusión son capas en las que hay interdifusión de las dos fases. Sin embargo, la capa de interdifusión de acuerdo con la presente invención tiene un espesor que está limitado a unas pocas capas atómicas.

25 Se puede considerar como óxido cualquier óxido de un primer metal A y un segundo metal B. A los fines de esta invención como un óxido de un primer metal A y un segundo metal B se entiende cualquier mezcla de un óxido del primer metal con un óxido del segundo metal ( $A_xO_y$  y  $B_xO_y$ ) y cualquier óxido complejo de la fórmula general  $A_xB_yO_z$ , estequiométrico o no estequiométrico.

30 Por ejemplo, por óxido de indio estaño se entiende cualquier mezcla de óxido de indio ( $In_xO_y$ ) y óxido de estaño ( $Sn_xO_y$ ) tal como, por ejemplo,  $In_2O_3$  y  $SnO_2$  así como óxidos complejos de la fórmula  $In_xSn_yO_z$ , estequiométricos o no estequiométricos.

35 En principio cualquier metal se puede considerar como primer metal o segundo metal del óxido de la primera fase, esto es, la fase de óxido. Preferiblemente, el primer metal y el segundo metal se seleccionan entre el grupo constituido por elementos del grupo IIa del sistema periódico, los elementos del grupo IIb del sistema periódico, los elementos del grupo IIIa del sistema periódico, los elementos del grupo IVa del sistema periódico, titanio, niobio, tantalio, molibdeno y antimonio. Muy preferiblemente, el primer metal y/o el segundo comprende(n) magnesio, calcio, titanio, niobio, tantalio, molibdeno, zinc, cadmio, boro, aluminio, galio, indio, germanio, estaño o antimonio.

Preferiblemente el primer metal se selecciona entre el grupo constituido por magnesio, calcio, titanio, zinc, cadmio, galio, indio y estaño.

40 El segundo metal se selecciona preferiblemente entre el grupo constituido por magnesio, calcio, titanio, niobio, tantalio, molibdeno, zinc, cadmio, boro, aluminio, galio, indio, germanio, estaño y antimonio.

45 Los óxidos preferidos de un primer metal y un segundo metal comprenden óxidos de indio estaño tales como  $In_4Sn_3O_{12}$ , óxidos de indio zinc, óxidos de cadmio estaño, óxidos de zinc estaño tales como  $ZnSnO_3$  y  $Zn_2SnO_4$ , óxidos de zinc indio tales como  $Zn_2In_2O_5$  y  $Zn_3In_2O_4$ , óxidos de zinc aluminio, óxidos de magnesio indio  $MgIn_2O_4$ , óxidos de galio indio tales como  $Galn_2O_3$  y  $(Galn)_2O_3$ .

50 El metal de la fase metálica preferiblemente se selecciona entre el grupo constituido por los elementos del grupo IIa del sistema periódico, los elementos del grupo IIb del sistema periódico, los elementos del grupo IIIa del sistema periódico, los elementos del grupo IVa del sistema periódico y titanio, niobio, tantalio, molibdeno y antimonio. Son elementos preferidos del grupo IIa, el grupo IIb, el grupo IIIa y el grupo IV del sistema periódico magnesio, calcio, zinc, cadmio, boro, aluminio, galio, indio, germanio y estaño.

Otro metal preferido de la fase metálica es niobio.

Son combinaciones preferidas de la primera fase (fase de óxido) y la segunda fase (fase metálica):

- óxido de indio estaño como fase de óxido e indio como fase metálica;
- óxido de indio estaño como fase de óxido y estaño como fase metálica;
- óxido de indio estaño como fase de óxido y zinc como fase metálica.

5 El soporte de diana de la diana de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención puede tener una forma cualquiera. Los soportes de diana preferidos son soportes de diana planos o soportes de diana tubulares.

10 Puede preferirse aplicar una capa de unión en el soporte de diana antes de la aplicación de la capa exterior de un material de depósito por pulverización catódica. Como capa de unión se puede considerar cualquier capa de unión conocida en la técnica. Las capas de unión preferidas comprenden un metal o una aleación metálica.

15 De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención se proporciona una diana de depósito por pulverización catódica. La diana de depósito por pulverización catódica comprende un soporte de diana y una capa exterior de un material depositable por pulverización catódica aplicada sobre el soporte de diana. La capa exterior comprende al menos una primera fase y una segunda fase. La primera fase comprende un óxido de al menos un primer metal y un segundo metal; la segunda fase comprende un metal en su fase metálica. El metal en su forma metálica está así formando volúmenes discretos situados en o entre el óxido de la mencionada primera fase.

La capa exterior comprende entre 0,1 y 20% en peso de metal en su fase metálica. Más preferiblemente, la capa exterior comprende entre 1 y 15% en peso de metal en su fase metálica, o la capa exterior comprende entre 1 y 10% en peso en su fase de metal en su fase metálica.

20 Muy preferiblemente, la capa exterior comprende entre 0,1 y 5% en peso de metal en su fase metálica, por ejemplo, entre 2 y 5% en peso o entre 3 y 5% en peso, siendo el resto de la capa exterior el mencionado óxido.

En una realización preferente, el metal de la fase metálica consiste en el primer metal del óxido de la fase de óxido o del segundo metal del óxido de la fase de óxido.

25 El soporte de diana de la diana de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención puede tener una forma cualquiera. Los soportes de diana preferidos son soportes de diana planos o soportes de diana tubulares.

Una ventaja de una diana de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención es que se evita la formación de nódulos en la diana durante la pulverización catódica.

30 Además, las dianas de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención tienen una conductividad eléctrica y térmica acrecentada de manera que estas dianas de depósito por pulverización catódica se pueden usar a altos niveles de potencia.

#### **Breve descripción de las figuras de los dibujos**

La invención se describirá seguidamente más detalladamente haciendo referencia a los dibujos que se acompañan, de los que:

35 la Figura 1 es una sección transversal de una primera realización de una diana de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención;

la Figura 2 es una sección transversal de una segunda realización de una diana de depósito por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención

#### **Modo de realización de la invención**

40 En cuanto a la Figura 1, se describe una sección transversal de una diana depositada por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención. La capa exterior 12 se aplica sobre un soporte de diana 14. La capa exterior comprende una primera fase 16 y una segunda fase 18. La primera fase 16 es una fase de óxido. La segunda fase 18 es una fase metálica.

45 La primera fase 16 comprende un óxido de al menos un primer metal y un segundo metal como, por ejemplo, óxido de indio estaño. En una realización preferente, la fase de óxido comprende volúmenes de óxido que tienen una estructura del tipo de una sapicadura.

La segunda fase 18 comprende un metal. El metal de la segunda fase 18 preferiblemente es el primer metal del óxido de la primera fase 16 o el segundo metal del óxido de la primera fase 16. Alternativamente, el metal de la

segunda fase 18 comprende un metal que no es el primer metal o el segundo metal de la primera fase.

En una realización preferente, la capa exterior del material depositable por pulverización catódica comprende óxido de indio estaño como primera fase (fase de óxido) y estaño como segunda fase (fase metálica).

El metal de la segunda fase 18 forma volúmenes discretos situados entre volúmenes del óxido de la primera fase 16.

- 5 La Figura 2 muestra una sección transversal de una realización alternativa de una diana depositada por pulverización catódica de acuerdo con la presente invención. Sobre un soporte de diana 24 se ha aplicado una capa exterior 22, La capa exterior comprende una primera fase 26 y una segunda fase 28. La primera fase 26 es una fase de óxido. La segunda fase 28 es una fase metálica.

El metal en su fase metálica 28 forma volúmenes discretos situados en el óxido de la fase de óxido 26.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para fabricar una diana de óxido mediante depósito por pulverización catódica, procedimiento que comprende las etapas de
  - proporcionar un soporte de diana;
  - 5 - aplicar una capa exterior de un material depositable por pulverización catódica sobre el mencionado soporte de diana por proyectar simultáneamente al menos un óxido y al menos un metal, capa exterior que comprende una primera fase y una segunda fase, comprendiendo la mencionada primera fase un óxido de al menos un primer metal y un segundo metal; comprendiendo la mencionada segunda fase un metal en su fase metálica, por lo que el mencionado metal en su fase metálica forma volúmenes discretos situados en o entre el mencionado óxido de la mencionada primera fase, comprendiendo la mencionada capa exterior entre 0,1 y 20% en peso de metal en su fase metálica.
- 10 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, por el que la mencionada capa exterior comprende entre 0,1 y 5% en peso de metal en su fase metálica, siendo el resto de la mencionada capa exterior óxido.
- 15 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, por el que el mencionado metal de la mencionada segunda fase consiste en el mencionado primer metal del mencionado óxido o en el mencionado segundo metal del mencionado óxido.
- 20 4. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado primer metal del mencionado óxido y/o el mencionado segundo metal del mencionado óxido se selecciona(n) entre el grupo constituido por los elementos del grupo IIa del sistema periódico, los elementos del grupo IIb del sistema periódico, los elementos del grupo IIIa del sistema periódico, los elementos del grupo IVa del sistema periódico, titanio, niobio, tantalio, molibdeno y antimonio.
- 25 5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado primer metal del mencionado óxido se selecciona entre el grupo constituido por magnesio, calcio, titanio, zinc, cadmio, galio, indio y estaño.
- 30 6. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado segundo metal del mencionado óxido se selecciona entre el grupo constituido por magnesio, calcio, titanio, niobio, tantalio, molibdeno, zinc, cadmio, boro, aluminio, galio, indio, germanio, estaño y antimonio.
- 35 7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado óxido se selecciona entre el grupo constituido por óxidos de indio estaño, óxidos de indio zinc, óxidos de cadmio estaño, óxidos de zinc estaño, óxidos de zinc indio, óxidos de zinc aluminio, óxidos de magnesio indio y óxidos de galio indio.
- 40 8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado metal de la mencionada fase metálica se selecciona entre el grupo constituido por el grupo constituido por los elementos del grupo IIa del sistema periódico, los elementos del grupo IIb del sistema periódico, los elementos del grupo IIIa del sistema periódico, los elementos del grupo IVa del sistema periódico, titanio, niobio, tantalio, molibdeno y antimonio.
- 45 9. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, por el que el mencionado soporte de diana comprende un soporte de diana plano o tubular.
- 50 10. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, procedimiento que además comprende la etapa de aplicar una capa de unión sobre el mencionado soporte de diana antes de la aplicación de la mencionada capa exterior de un material depositable por pulverización catódica.
- 55 11. Una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica que comprende un soporte de diana y una capa exterior de un material depositable por pulverización catódica, obtenible proyectando simultáneamente al menos un óxido y al menos un metal, capa exterior mencionada que comprende una primera fase y una segunda fase, comprendiendo la mencionada primera fase un óxido de al menos un primer metal y un segundo metal; comprendiendo la mencionada segunda fase un metal en su fase metálica, por lo que el mencionado metal en su fase metálica forma volúmenes discretos situados en o entre el mencionado óxido de la mencionada primera fase, comprendiendo la mencionada capa exterior entre 0,1 y 20% en peso de metal en su fase metálica.
- 60 12. Una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica de acuerdo con la reivindicación 11, en la que la mencionada capa exterior comprende entre 0,1 y 5% en peso de metal en su fase metálica, siendo el resto de la mencionada capa exterior óxido.
- 65 13. Una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica de acuerdo con la reivindicación 11 o

12, en la que el mencionado metal de la mencionada segunda fase consiste en el mencionado primer metal del mencionado óxido o en el mencionado segundo metal del mencionado óxido.

5 14. Una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13 de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el mencionado primer metal del mencionado óxido y/o el mencionado segundo metal del mencionado óxido se selecciona(n) entre el grupo constituido por los elementos del grupo IIa del sistema periódico, los elementos del grupo IIb del sistema periódico, los elementos del grupo IIIa del sistema periódico, los elementos del grupo IVa del sistema periódico, titanio, niobio, tantalio, molibdeno y antimonio.

10 15. Una diana de óxido obtenida mediante depósito por pulverización catódica de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14, en la que el mencionado soporte de diana comprende un soporte de diana plano o tubular.

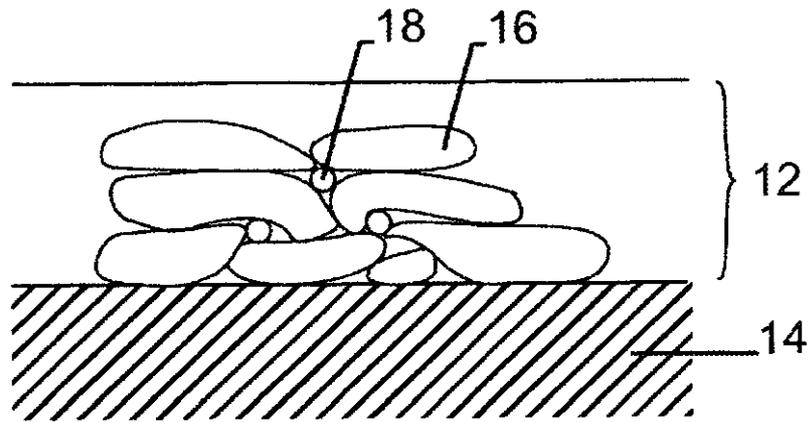


Fig. 1

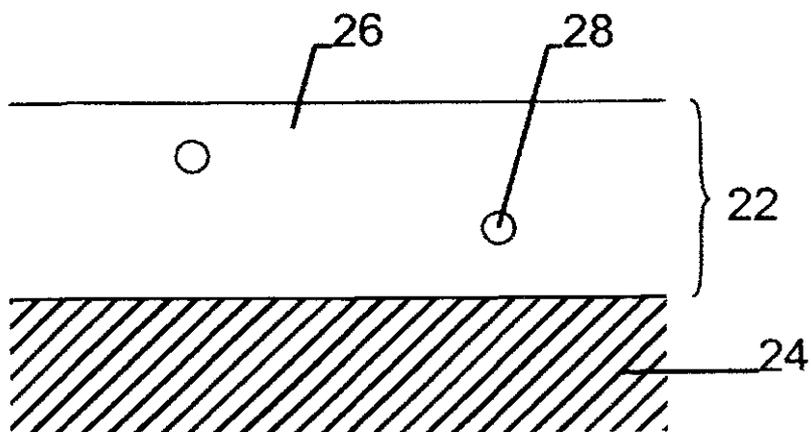


Fig. 2