

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 352**

51 Int. Cl.:
C23C 14/34 (2006.01)
C04B 35/453 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **02728142 .7**
96 Fecha de presentación: **24.05.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1408137**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2004**

54 Título: **Diana de pulverización catódica para la deposición de una película conductora transparente**

30 Prioridad:
17.07.2001 JP 2001216618

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.06.2012

73 Titular/es:
IDEMITSU KOSAN CO., LTD.
1-1, MARUNOUCHI 3-CHOME, CHIYODA-KU
TOKYO 100-8321, JP

72 Inventor/es:
INOUE, Kazuyoshi y
MATSUZAKI, Shigeo

74 Agente/Representante:
González Palmero, Fe

ES 2 383 352 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

Diana de pulverización catódica para la deposición de una película conductora transparente

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una diana de pulverización catódica que va a usarse para formar una película eléctricamente conductora transparente mediante un método de pulverización catódica.

10 Antecedentes de la técnica

Debido a los rendimientos de visualización excelentes y al consumo de energía bajo, las pantallas de cristal líquido de película delgada se han impuesto como dispositivos de visualización para ordenadores personales portátiles y televisión. Cualquier pantalla de cristal líquido tiene una estructura intercalada en la que se interpone un dispositivo de pantalla de cristal líquido entre películas eléctricamente conductoras transparentes.

Las películas eléctricamente conductoras transparentes para su uso en estos dispositivos de visualización se forman generalmente mediante un método de pulverización catódica usando una diana de cuerpo sinterizado. Como material para la diana, convencionalmente, se ha usado un óxido de indio-estaño (que va a abreviarse como "ITO" a continuación en el presente documento). Esto es debido a que una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana de ITO tiene transmitancia de luz alta y tiene además conductividad eléctrica excelente. Sin embargo, la película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana de ITO tiene el problema de que puesto que el ataque con ácido de la misma requiere un ácido fuerte tal como agua regia, ácido clorhídrico o ácido bromhídrico, también puede atacarse con ácido en última instancia un material de cableado en una pantalla de cristal líquido de película delgada.

Por tanto, para superar el problema anterior, los documentos JP-A-6-234565 y JP-A-6-318406 proponen un método en el que se forma una película a partir de una diana de pulverización catódica formada por un material que contiene óxido de zinc-óxido de indio. Cuando se usa una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana de pulverización catódica anterior formada por un material que contiene óxido de zinc-óxido de indio, puede usarse un ácido débil tal como ácido oxálico, de modo que ya no es probable que el material de cableado en una pantalla de cristal líquido de película delgada vaya a atacarse con ácido en última instancia. Puesto que, sin embargo, la diana de pulverización catódica anterior formada por un material que contiene óxido de zinc-óxido de indio tiene por sí misma resistividad de volumen alta, se produce el problema que la diana se rompe o produce descarga anómala durante la pulverización catódica.

Además, para disminuir la resistividad de volumen de la diana de pulverización catódica anterior formada por un material que contiene óxido de zinc-óxido-indio, el documento JP-A-9-71860 propone una diana de pulverización catódica formada añadiendo un óxido de un metal que tiene una valencia normal de 3 o más a un material que contiene óxido de zinc-óxido de indio. Sin embargo, existe el problema de que una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana anterior no tiene suficiente propiedad de ataque con ácido, aunque la resistividad de volumen de la diana puede disminuirse añadiendo un óxido de un metal que tiene una valencia normal de 3 o más.

Es un objeto de la presente invención proporcionar una diana de pulverización catódica que tiene una resistividad de volumen baja y permite la pulverización catódica estable, y una película eléctricamente conductora transparente que se forma a partir de la diana y es excelente con respecto a su capacidad de ataque con ácido.

Los presentes inventores han realizado estudios concienzudos, y como resultado, se ha encontrado que el objeto anterior puede lograrse mediante una diana de pulverización catódica que contiene un compuesto laminar hexagonal formado por óxido de indio y óxido de zinc y contiene además un óxido de un tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más. Basándose en el hallazgo anterior, se ha completado la presente invención.

55 Descripción de la invención

Por tanto, el objeto de la presente invención es tal como sigue.

(1) Una diana de pulverización catódica que contiene un compuesto laminar hexagonal formado por óxido de indio y óxido de zinc y representado por $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_m$ en la que m es un número entero de 2 a 7 y que contiene además del 0,02 al 0,2% atómico de un óxido de un tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más, en la que el óxido del tercer elemento es uno o más óxidos seleccionados del grupo que consiste en SnO_2 , CeO_2 , ZrO_2 , GeO_2 y RuO_2 .

(2) Una diana de pulverización catódica según lo anterior (1), en la que la razón atómica del átomo de indio con respecto al total de átomo de indio y átomo de zinc $[\text{In}/(\text{In} + \text{Zn})]$ es de desde 0,7 hasta 0,95.

(3) Una diana de pulverización catódica según lo anterior (1), en la que el tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más es cerio.

(4) Una diana de pulverización catódica según lo anterior (1), que tiene una densidad relativa de 0,95 o más.

(5) Uso de la diana de pulverización catódica según lo anterior (1) para formar una película eléctricamente conductora transparente mediante un método de pulverización catódica.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

La diana de pulverización catódica de la presente invención se define en la reivindicación 1. Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones 2 a 4. El uso de la diana según la reivindicación 1 se define en la reivindicación 5.

El compuesto laminar hexagonal formado por óxido de indio y óxido de zinc, contenido en la diana de pulverización catódica anterior, es un compuesto que presenta un patrón de difracción de rayos X asignado a un compuesto laminar hexagonal en una medición basada en un método de difracción de rayos X, y el compuesto laminar hexagonal contenido en la diana de pulverización catódica de la presente invención es un compuesto representado por $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_m$. En la fórmula anterior, m es un número entero de 2 a 7, preferiblemente de 3 a 5. Esto es debido a que un compuesto de la fórmula en la que m es 1 no tiene estructura laminar hexagonal, y debido a que un compuesto de la fórmula en la que m supera 7 tiene una resistividad de volumen alta aunque tiene una estructura laminar hexagonal. El compuesto laminar hexagonal anterior se forma sinterizando una mezcla de óxido de indio y óxido de zinc. En este caso, el óxido de indio y el óxido de zinc forman un compuesto laminar hexagonal en una razón de cantidad correspondiente a su razón estequiométrica. El óxido de indio o el óxido de zinc presente en una cantidad por encima de la razón estequiométrica está presente como material cristalino en el cuerpo sinterizado.

En lo que respecta a la razón de contenido de óxido de indio y óxido de zinc contenido en la diana de pulverización catódica, la razón atómica del átomo de indio con respecto al total del átomo de indio y el átomo de zinc, $[\text{In}/(\text{In} + \text{Zn})]$ es preferiblemente de 0,7 a 0,95. Cuando la razón atómica del átomo de indio es inferior a 0,7, puede aumentar la resistencia específica de una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de una diana de pulverización catódica de este tipo. Cuando la razón atómica del átomo de indio supera 0,95, puede cristalizarse una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana para disminuir la transmitancia de luz, o puede hacerse que aumente su resistencia específica. La razón atómica anterior del átomo de indio es más preferiblemente de 0,8 - 0,95, puesto que una diana de pulverización catódica de este tipo también tiene excelente durabilidad.

Además, el tercer elemento que tiene una valencia normal o 4 o más, contenido en la diana de pulverización catódica de la presente invención, es uno o más elementos seleccionados del grupo que consiste en zirconio, cerio, rutenio, germano y estaño. De ellos, se prefiere particularmente el cerio.

El contenido en un óxido del tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más en la diana de pulverización catódica es del 0,02 al 0,2% atómico. Al llevar el contenido en un óxido del tercer elemento al intervalo anterior, puede disminuir completamente la resistividad de volumen de la diana de pulverización catódica. Es decir, la resistividad de volumen puede disminuirse hasta 7 m Ω cm o menos, preferiblemente 5 m Ω cm o menos a la que no se produce descarga anómala o no se rompe la diana durante la formación de una película a partir de la diana. La diana anterior proporciona una película eléctricamente conductora transparente que puede atacarse fácilmente con un ácido débil tal como ácido oxálico. Cuando el contenido en el óxido anterior del tercer elemento es inferior al 0,01% atómico, la resistividad de volumen de la diana de pulverización catódica no puede controlarse, de modo que es un valor completamente bajo. Cuando el contenido en el óxido anterior del tercer elemento supera el 1% atómico, puede ser difícil atacar una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la diana, con un ácido débil tal como ácido oxálico. El contenido en el óxido del tercer elemento es del 0,02 al 0,2% atómico, preferiblemente del 0,03 al 0,1% atómico.

La diana de pulverización catódica anterior tiene una densidad relativa del 95% o más, preferiblemente del 96% o más. Una diana de este tipo tiene resistencia mecánica alta y conductividad eléctrica excelente, de modo que la diana puede tener estabilidad mejorada durante la pulverización catódica, fijándose la diana a un aparato de pulverización catódica con magnetrón de RF o un aparato de pulverización catódica con magnetrón de CC. La densidad relativa anterior se refiere a un porcentaje de una densidad realmente medida de una diana de pulverización catódica basada en una densidad teórica calculada a partir de las densidades inherentes con respecto al óxido de indio y óxido de zinc y su razón de composición.

En lo que respecta al método de producción de la diana de pulverización catódica anterior, la diana de pulverización catódica puede producirse mediante las etapas de mezclar óxido de indio, óxido de zinc y un óxido del tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más como materiales de partida, conformar una mezcla de los materiales de partida en un cuerpo conformado, sinterizar el cuerpo conformado y recocer un cuerpo sinterizado.

El óxido de indio, el óxido de zinc y el óxido del tercer elemento se seleccionan de manera deseada de materiales de partida que tiene alta pureza, y los materiales de partida tienen una pureza de al menos el 99%. La pureza de los mismos es preferiblemente de al menos el 99,9%, más preferiblemente de al menos el 99,99%. El motivo para ello es que cuando se usan materiales de partida que tienen alta pureza, se obtiene un cuerpo sinterizado que tiene un sistema denso, y una diana de pulverización catódica formada por el cuerpo sinterizado llega a tener una resistividad de volumen baja. Además, los óxidos metálicos como materiales de partida anteriores tienen de manera adecuada un diámetro de partícula promedio de 0,01 a 10 μm , preferiblemente de 0,05 a 5 μm , más preferiblemente de 0,1 a 5 μm . Cuando el diámetro de partícula promedio de estos óxidos metálicos es inferior a 0,01 μm , es probable que los óxidos metálicos se agreguen. Cuando supera 10 μm , tienen una propiedad de mezclado insuficiente, y no puede obtenerse un cuerpo sinterizado que tiene un sistema denso. Estos óxidos metálicos como materiales de partida pueden mezclarse con un dispositivo de mezclado general tal como un molino de bolas, un molino de chorro o un molino de rodillos.

Aunque la mezcla así obtenida puede conformarse directamente en un cuerpo conformado, se prefiere llevar a cabo un tratamiento de cocción preliminar del mismo antes de la conformación. En lo que respecta a las condiciones del tratamiento de cocción preliminar, la temperatura de cocción preliminar es de 800 a 1.500°C, preferiblemente de 900 a 1.400°C, más preferiblemente de 1.000 a 1.300°C, y el periodo de tiempo de cocción es de 1 a 100 horas, preferiblemente de 2 a 50 horas, más preferiblemente de 3 a 30 horas. Cuando se somete el polvo de óxido metálico como materiales de partida a la cocción preliminar en las condiciones anteriores, se promueve la formación de un compuesto laminar hexagonal formada por óxido de indio y óxido de zinc. El tratamiento de cocción preliminar anterior puede llevarse a cabo una vez, o puede repetirse dos o más veces. Además, cuando se granula, el polvo de óxido metálico sometido al tratamiento de cocción preliminar anterior llega a mejorarse con respecto a la propiedad de fluidez y llenado en la etapa de conformación posterior. El tratamiento de granulación anterior puede llevarse a cabo con un secador por pulverización o similares. Preferiblemente, el tratamiento de granulación anterior se lleva a cabo mediante un método usando una disolución acuosa o disolución alcohólica del polvo de óxido metálico anterior y un aglutinante tal como poli(alcohol vinílico). El producto de granulación formado por el tratamiento de granulación anterior tiene un diámetro de partícula de 1 a 100 μm , preferiblemente de 5 a 100 μm , más preferiblemente de 10 a 100 μm .

Entonces, en la etapa de conformación, se conforma el polvo o producto de granulación de los óxidos metálicos mediante un método tal como moldeo a presión, moldeo por colada, moldeo por inyección o similares. Para obtener un cuerpo sinterizado que tiene una densidad de sinterización alta como diana de pulverización catódica, la etapa de conformación anterior se lleva a cabo preferiblemente mediante un método en el que se realiza una conformación preliminar por moldeo a presión y luego se compacta adicionalmente un producto conformado preliminar a presión mediante un método de moldeo a presión por presión hidrostática en frío o similar. En la etapa de conformación anterior, pueden usarse diversos adyuvantes de conformación, y se prefiere usar poli(alcohol vinílico), metilcelulosa, policera o ácido oleico. La presión de conformación es de 1 MPa a 10 GPa, preferiblemente de 10 MPa a 10 GPa. Además, puede determinarse que el periodo de tiempo de conformación es de 10 minutos a 10 horas. El cuerpo conformado anterior preferiblemente tiene una forma que tiene dimensiones correspondientes a las dimensiones de una película eléctricamente conductora transparente que va a formarse mediante pulverización catódica para terminar fácilmente la diana de pulverización catódica ajustando la forma tras la sinterización.

En la etapa de sinterización, el cuerpo conformado así obtenido, el cuerpo conformado puede sinterizarse mediante un método de sinterización generalmente empleado tal como sinterización a presión atmosférica, sinterización a presión en caliente o sinterización a presión hidrostática en caliente. En lo que respecta a las condiciones para la sinterización anterior, la temperatura de sinterización es de 1.200 a 1.600°C, preferiblemente de 1,250 a 1.550°C, más preferiblemente de 1.300 a 1.500°C. Cuando la temperatura de sinterización anterior es inferior a 1.200°C, puede no formarse completamente un compuesto laminar hexagonal de óxido de indio y óxido de zinc en un cuerpo sinterizado obtenido. Además, cuando la temperatura de sinterización supera 1.600°C, la composición de los óxidos metálicos en un cuerpo sinterizado obtenido puede variar debido a la sublimación de óxido de indio y óxido de zinc, y el valor de m en la fórmula $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_m$ en el compuesto laminar hexagonal formado puede superar 7, de modo que un cuerpo sinterizado tiene una resistividad de volumen alta. Aunque difiere dependiendo de la temperatura de sinterización, el periodo de tiempo de sinterización es de 1 a 50 horas, preferiblemente de 2 a 30 horas, más preferiblemente de 3 a 20 horas. La atmósfera durante la sinterización anterior puede ser aire, un gas reductor tal como gas hidrógeno, gas metano o monóxido de carbono, o un gas inerte tal como gas argón o gas nitrógeno.

Entonces, en la etapa de recocido, se recuece el cuerpo sinterizado así obtenido en un horno de sinterización o un horno de reducción a presión en caliente a una temperatura de recocido de 200 a 1.000°C, preferiblemente de 300 a 1.000°C, más preferiblemente de 400 a 1.000°C, durante un periodo de tiempo de recocido de 1 a 50 horas, preferiblemente de 2 a 30 horas, más preferiblemente de 3 a 20 horas. Cuando se lleva a cabo el tratamiento de recocido en las condiciones anteriores, puede disminuirse la resistividad de volumen del cuerpo sinterizado. El tratamiento de recocido puede llevarse a cabo a vacío, o puede llevarse a cabo en la atmósfera de un gas reductor tal como gas hidrógeno, gas metano o gas de óxido de carbono o en la atmósfera de un gas inerte tal como gas argón o gas nitrógeno.

Para formar una diana de pulverización catódica a partir del cuerpo sinterizado así obtenido, puede molerse el cuerpo sinterizado de modo que tenga una forma adecuada para montarlo en un aparato de pulverización catódica y se fija una herramienta de unión al mismo.

5 Cuando se usa la diana de pulverización catódica anterior para formar una película eléctricamente conductora transparente, se forma la película eléctricamente conductora transparente sobre un sustrato. El sustrato se selecciona preferiblemente de sustratos transparentes, y puede usarse un sustrato de vidrio usado de manera convencional o una película o lamina hecha de una resina sintética altamente transparente. La resina sintética anterior incluye resinas de policarbonato, resinas de poli(metacrilato de metilo), resinas de poliéster, resinas de poliéter sulfona y resinas de polialilato.

15 Cuando se usa la diana de pulverización catódica anterior para formar una película eléctricamente conductora transparente sobre el sustrato transparente mediante un método de pulverización catódica, se prefiere un aparato de pulverización catódica con magnetrón. En lo que respecta a las condiciones de formación de película mediante pulverización catódica usando el aparato anterior, la salida de plasma varía dependiendo del área superficial de la diana o del espesor de la película eléctricamente conductora transparente. Generalmente, sin embargo, la salida de plasma se ajusta en un intervalo de 0,3 a 4 W por cm^2 del área superficial de la diana, y se determina que el periodo de tiempo de formación de película es de 5 a 120 minutos, mediante lo cual puede obtenerse una película eléctricamente conductora transparente que tiene un espesor deseado. Aunque el espesor de la película eléctricamente conductora transparente anterior cambia dependiendo del tipo de las pantallas, el espesor es generalmente de 20 a 600 nm (de 200 a 6.000 angstroms), preferiblemente de 30 a 200 nm (de 300 a 2.000 angstroms).

25 La película eléctricamente conductora transparente así obtenida tiene una transparencia tal que su transmitancia de luz con respecto a luz que tiene una longitud de onda de 500 nm es al menos del 80%. Por tanto, la película eléctricamente conductora transparente anterior es adecuada para su uso como electrodo transparente en diversos dispositivos de visualización tales como un dispositivo de pantalla de cristal líquido y un dispositivo de pantalla de electroluminiscencia orgánica que se requiere que tenga transparencia y conductividad eléctrica altas.

30 Ejemplos

La presente invención se explicará en detalle con referencia a ejemplos y ejemplos comparativos a continuación en el presente documento.

35 Ejemplo 1

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

40 Se colocaron 280 gramos de un polvo de óxido de indio (diámetro de partícula promedio 1 μm) que tenía una pureza del 99,99% y 19,7 g de un polvo de óxido de zinc (diámetro de partícula promedio 1 μm) que tenía una pureza del 99,9% y 0,3 g de un polvo de óxido de estaño (diámetro de partícula promedio 1 μm) que tenía una pureza del 99,99% como óxido de un tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más como materiales de partida en un recipiente hecho de poliimida junto con bolas de zircona y alcohol etílico, y se mezclaron estos materiales por medio de un molino de bolas planetario durante 2 horas.

45 Entonces, se colocó la mezcla de polvo obtenida en un molde de una máquina de moldeo a presión y se conformó de manera preliminar a una presión de 10 MPa. Se compactó un cuerpo conformado obtenido mediante la conformación preliminar con una máquina de moldeo a presión a presión hidrostática en frío a una presión de 400 MPa, entonces se cargó en un horno de sinterización y se coció en una atmósfera de aire a 1.450°C durante 8 horas.

50 Se evaluó el cuerpo sinterizado así obtenido para determinar su estructura cristalina con un aparato de medición de difracción de rayos X suministrado por Rigakusha, para mostrar que estaban presentes un compuesto laminar hexagonal formado por óxido de indio y óxido de zinc y representado por $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_3$ y óxido de indio representado por In_2O_3 . Además, se analizó la composición del cuerpo sinterizado con espectroscopía de emisión por plasma de acoplamiento inductivo (análisis de ICP) usando el instrumento SPS-1500VR suministrado por Seiko Instruments Inc. Como resultado, se encontró que la razón atómica de óxido de indio con respecto al total de óxido de indio y óxido de zinc, $[\text{In}/(\text{In} + \text{Zn})]$ en el cuerpo sinterizado era de 0,89, y que el % atómico de óxido de estaño con respecto al total de óxido de indio, óxido de zinc y óxido de estaño, $[\text{Sn}/(\text{In} + \text{Zn} + \text{Sn})] \times 100$, era del 0,088%.

60 El cuerpo sinterizado anterior tenía una densidad relativa del 96,5%. Además, se preparó una probeta de 20 mm x 40 mm x 5 mm a partir del cuerpo sinterizado anterior, y se midió la probeta para determinar la resistividad de volumen mediante un método de cuatro sondas que mostró 0,1 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$.

65 (2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

Se molió el cuerpo sinterizado obtenido anteriormente (1) para preparar una diana de pulverización catódica que tenía un diámetro de aproximadamente 10 cm y un espesor de aproximadamente 5 mm. Se montó la diana de pulverización catódica en un aparato de pulverización catódica con magnetrón de CC, y se formó una película eléctricamente conductora transparente sobre un sustrato de vidrio a temperatura ambiente. En lo que respecta a las condiciones de pulverización catódica, se usó una mezcla preparada mezclando gas argón con una cantidad apropiada de gas oxígeno como una atmósfera, y se llevó a cabo una prueba de vida útil durante 100 horas a una presión de pulverización catódica de 3×10^{-1} Pa a una presión final de 5×10^{-4} Pa, a una temperatura de sustrato de 25°C y a una tensión de entrada de 5 W/cm². Como resultado, no se observó descarga anómala, y la diana de pulverización catódica no provocó ruptura.

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

Se atacó parte de la película eléctricamente conductora transparente formada sobre el sustrato de vidrio anterior (2) con una disolución acuosa de ácido oxálico que tenía una concentración de ácido oxálico del 3,4% en masa a 30°C. Como resultado, la película eléctricamente conductora transparente mostró una velocidad de ataque con ácido de 86 nm/min. (860 Å/min.) y se encontró que la película eléctricamente conductora transparente tenía una capacidad de ataque con ácido excelente.

La tabla 1 muestra la composición, las propiedades y los resultados de evaluación de la diana de pulverización catódica preparada en este ejemplo.

Ejemplo 2

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se cambió la cantidad de óxido de zinc a 19,9 g y se cambió la cantidad de óxido de estaño a 0,1 g como materiales de partida.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

La tabla 1 muestra los resultados.

Ejemplo 3

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se reemplazó el polvo de óxido de estaño por 0,2 g de polvo de óxido de cerio (un diámetro de partícula promedio de 3 μm) que tenía una pureza del 99,99% como óxido de un tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más como material de partida.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

La tabla 1 muestra los resultados.

Ejemplo 4

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

5 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se reemplazó el polvo de óxido de estaño por 0,2 g de polvo de óxido de zirconio (un diámetro de partícula promedio de 4 μm) que tenía una pureza del 99,99% como óxido de un tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más como material de partida.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

10 Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

15 Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

20 La tabla 1 muestra los resultados.

Ejemplo 5

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

25 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se reemplazó el polvo de óxido de estaño por 0,2 g de polvo de óxido de germanio (un diámetro de partícula promedio de 3 μm) que tenía una pureza del 99,999% como óxido de un tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más como material de partida.

30 (2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

35 (3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

40 Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

La tabla 1 muestra los resultados.

Ejemplo 6

45 (1) Preparación de la diana de pulverización catódica

50 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se reemplazó el polvo de óxido de estaño por 0,2 g de polvo de óxido de rutenio (un diámetro de partícula promedio de 4 μm) que tenía una pureza del 99,9% como óxido de un tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más como material de partida.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

55 Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

60 Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

La tabla 1 muestra los resultados.

65 Ejemplo comparativo 1

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

5 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se cambió la cantidad de óxido de indio como material de partida a 260 g, que se cambió la cantidad de óxido de zinc como material de partida a 20 g y que se cambió la cantidad de óxido de estaño a 20 g.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

10 Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

(3) Evaluación de la película eléctricamente conductora transparente para determinar la capacidad de ataque con ácido

15 Se evaluó la película eléctricamente conductora transparente formada anteriormente (2) para determinar la capacidad de ataque con ácido de la misma manera que en (3) del ejemplo 1.

La tabla 1 muestra los resultados.

20 Ejemplo comparativo 2

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

25 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se cambió la cantidad de óxido de indio como material de partida a 294 g, que se cambió la cantidad de óxido de zinc como material de partida a 3,4 g y que no se añadió el óxido del tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más.

30 En la evaluación de la diana de pulverización catódica anterior para determinar la estructura cristalina mediante el método de difracción de rayos X, se encontró presencia de óxido de indio, mientras que no se encontró presencia de un compuesto laminar hexagonal.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

35 Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

40 Como resultado, se observó descarga anómala 25 horas tras comenzar la formación de una película eléctricamente conductora transparente. Entonces, la diana de pulverización catódica experimentó ruptura 30 horas después, de modo que la formación de película era discontinua.

La tabla 1 muestra los resultados.

45 Ejemplo comparativo 3

(1) Preparación de la diana de pulverización catódica

50 Se obtuvo una diana de pulverización catódica de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se cambió la cantidad de óxido de indio como material de partida a 240 g, que se cambió la cantidad de óxido de zinc como material de partida a 60 g y que no se añadió el óxido del tercer elemento que tenía una valencia normal de 4 o más.

55 En la evaluación de la diana de pulverización catódica anterior para determinar la estructura cristalina mediante el método de difracción de rayos X, se encontró que se formó un compuesto representado por $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_5$ como compuesto laminar hexagonal.

(2) Prueba de vida útil de la diana de pulverización catódica

60 Se llevó a cabo una prueba de vida útil de la misma manera que en (2) del ejemplo 1, excepto que se reemplazó la diana de pulverización catódica por la diana de pulverización catódica obtenida anteriormente (1).

60 Como resultado, se encontró descarga anómala 50 horas tras comenzar la formación de una película eléctricamente conductora transparente, y al mismo tiempo, la diana de pulverización catódica experimentó ruptura, de modo que la formación de película era discontinua.

65 La tabla 1 muestra los resultados.

Tabla 1

	Ejemplo/(Ej. comp.)	1	2	3	4	5	6	(1)	(2)	(3)
Diana de pulverización catódica	ln/(ln+Zn)	0,89	0,89	0,89	0,89	0,89	0,89	0,81	0,97	0,70
	Tercer elemento (óxido)	SnO ₂	SnO ₂	CeO ₂	ZrO ₂	GeO ₂	RuO ₂	SnO ₂	-	-
	Contenido en el tercer elemento (% atómico)	0,088	0,029	0,051	0,072	0,085	0,066	6,6	-	-
	Densidad relativa (%)	95,6	96,4	96,1	96,3	96,6	96,4	93,2	93,8	92,8
	Resistividad de volumen (mΩcm)	0,1	0,2	0,1	0,3	0,2	0,1	0,9	680	34,5
	Descarga anómala durante la formación de película	No	Sí ^{*2}	Sí ^{*4}						
	Ruptura durante la formación de película	No	Sí ^{*3}	Sí ^{*4}						
	Capacidad de ataque con ácido de la película eléctricamente conductora transparente ^{*1}	86 (860)	87 (870)	85 (850)	85 (850)	84 (840)	82 (820)	28 (280)	-	-

(Ej. comp) = Ejemplo comparativo)

5

*1) Unidad: nm/min. (Å/min.).

*2) 25 horas tras el inicio de la formación de película

10

*3) 30 horas tras el inicio de la formación de película

*4) 50 horas tras el inicio de la formación de película

*5) 50 horas tras el inicio de la formación de película

15

Utilidad industrial

La diana de pulverización catódica de la presente invención tiene una resistividad de volumen baja, de modo que no hay descarga anómala o ruptura durante la formación de película. Además, una película eléctricamente conductora transparente formada a partir de la misma tiene capacidad de ataque con ácido excelente.

20

REIVINDICACIONES

- 5 1. Diana de pulverización catódica que contiene un compuesto laminar hexagonal formado por óxido de indio y óxido de zinc y representado por $\text{In}_2\text{O}_3(\text{ZnO})_m$ en la que m es un número entero de 2 a 7, y del 0,02 al 0,2% atómico de un óxido de un tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más, en la que el óxido del tercer elemento es uno o más óxidos seleccionados del grupo que consiste en SnO_2 , CeO_2 , ZrO_2 , GeO_2 y RuO_2 .
- 10 2. Diana de pulverización catódica según la reivindicación 1, en la que la razón atómica del átomo de indio con respecto al total de átomo de indio y átomo de zinc $[\text{In}/(\text{In} + \text{Zn})]$ es de desde 0,7 hasta 0,95.
3. Diana de pulverización catódica según la reivindicación 1, en la que el tercer elemento que tiene una valencia normal de 4 o más es cerio.
- 15 4. Diana de pulverización catódica según la reivindicación 1, que tiene una densidad relativa de 0,95 o más.
5. Uso de la diana de pulverización catódica según la reivindicación 1 para formar una película eléctricamente conductora transparente mediante un método de pulverización catódica.