

(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2010-13309

(P2010-13309A)

(43) 公開日 平成22年1月21日(2010.1.21)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)
CO1G	23/04	(2006.01)	CO1G 23/04 C 4G047
HO1B	5/14	(2006.01)	HO1B 5/14 A 4K029
HO1B	1/08	(2006.01)	HO1B 1/08 5G301
C23C	14/08	(2006.01)	C23C 14/08 E 5G307

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2008-173787 (P2008-173787)
 (22) 出願日 平成20年7月2日(2008.7.2)

(71) 出願人 504155293
 国立大学法人島根大学
 島根県松江市西川津町1060
 (74) 代理人 100116861
 弁理士 田邊 義博
 (72) 発明者 久保 兼伍
 島根県松江市西川津町694-1
 (72) 発明者 山田 容士
 島根県松江市西持田町338-11
 (72) 発明者 北川 裕之
 島根県松江市菅田町267-1
 Fターム(参考) 4G047 CA02 CA10 CB04 CC03 CD02
 CD07
 4K029 AA09 AA24 BA48 BC09 CA06
 DC05 DC15 DC35

最終頁に続く

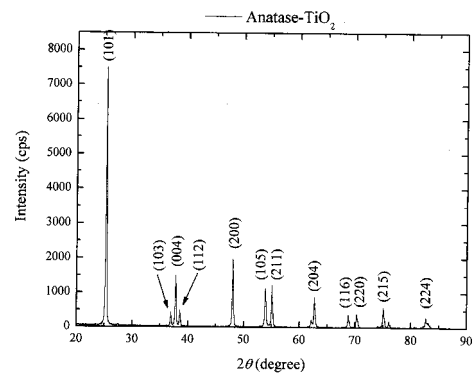
(54) 【発明の名称】 アナターゼ型酸化チタンおよび透明導電薄膜

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】均質性が期待でき、耐湿性の高い、新規導電体または新規透明導電薄膜を提供する。

【解決手段】ホウ素のドーブ量を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ~ $5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンである。また、ホウ素のドーブ量を $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ~ $5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンを用いた透明導電薄膜である。これらは、ターゲットを直径100mmの酸化チタンとし、この上に5mm角のホウ素(B)チップを均一に配置し、RFマグネトロンスパッタ法により得ることができる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ホウ素のドーブ量を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3} \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタン。

【請求項 2】

抵抗値が $10^{-3} [\Omega \cdot \text{cm}]$ 以下である、ホウ素がドーブされたアナターゼ型酸化チタン。

【請求項 3】

ホウ素のドーブ量を $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3} \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンを用いた透明導電薄膜。

10

【請求項 4】

抵抗値が $10^{-3} [\Omega \cdot \text{cm}]$ 以下である、ホウ素がドーブされたアナターゼ型酸化チタンを用いた透明導電薄膜。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ホウ素をドーブしたアナターゼ型酸化チタンまたはこれを用いた透明導電薄膜に関する。

【背景技術】

20

【0002】

近年、PDP（プラズマディスプレイパネル）やELパネルなどに適用するために、透明電極の研究開発が進んでいる。実際、ITOやZnOの研究開発が進められITOを用いたものは製品化されている。

【0003】

また、Nb（ニオブ）をドーブした酸化チタンも透明導電性を有することが知られている（非特許文献1）。

【0004】

【非特許文献1】一杉 太郎ほか「ガラス状におけるNbドーブ二酸化チタン薄膜の透明伝導性」セラミックス 42（2007）No. 1 pp 32～36

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、従来技術では以下の問題点があった。

すなわち、ITOを用いたパネルが盛んに製造されているが、Inが希少金属であり、資源枯渇問題が深刻化しつつある。また、Inの健康への影響も指摘されている。すなわち、ITO代替の素材が求められている。

【0006】

ここで、ITOは $10^{-4} [\Omega \cdot \text{cm}]$ のオーダーの導電性があるため、代替素材は、これ以上の導電性を持つことが一つの要求値とされる。しかしながら、非特許文献1に記載のNbドーブチタニアでは透明性は確保されるものの、ニオブはイオン化エネルギーが小さいためイオン化しやすく、均質な膜形成の点において必ずしも拡散性が十分でない可能性がある。

40

【0007】

また、たとえば、透明電極の応用例として、太陽電池の配線があるが、太陽電池は種々の環境で用いられるため、要求性能が厳しい。ここで、ZnOは、耐湿性が劣るため代替素材が求められている。また、ZnOは、透明電極形成の上で汎用技術であるウェットエッチを採用しがたく、また、電極の微細化により耐湿性の観点から耐久性に限界が生じるという製造上および採用上の問題点がある。同様に、薄膜として用いる場合も、100nm程度の要求値の場合では、耐湿性・耐久性に問題が生じやすい。

50

【0008】

本発明は上記に鑑みてなされたものであって、均質性が期待でき、耐湿性の高い、新規導電体または新規透明導電薄膜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】

【0009】

上記の目的を達成するために、請求項1に記載の酸化チタンは、ホウ素のドーブ量を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3} \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンである。

【0010】

また、請求項2に記載の酸化チタンは、抵抗値が $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ 以下である、ホウ素がドーブされたアナターゼ型酸化チタンである。ここで、 $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ 以下とは、 $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ のオーダー～ $10^{-4} [\cdot \text{cm}]$ のオーダーの抵抗値を含むものである。

10

【0011】

また、請求項3に記載の透明導電薄膜は、ホウ素のドーブ量を $5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3} \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンを用いた透明導電薄膜である。

【0012】

また、請求項4に記載の透明導電薄膜は、抵抗値が $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ 以下である、ホウ素がドーブされたアナターゼ型酸化チタンを用いた透明導電薄膜である。ここで、 $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ 以下とは、 $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ のオーダー～ $10^{-4} [\cdot \text{cm}]$ のオーダーの抵抗値を含むものである。

20

【発明の効果】

【0013】

本発明によれば均質性が期待でき、耐湿性の高い、新規導電体または新規透明導電薄膜を提供可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照しながら詳細に説明する。

ニオブの原子半径は 0.145 nm であり、チタンの原子半径 (0.140 nm) とほぼ同じである。このため非特許文献1のように酸化チタンへのニオブドーブは技術的にも十分可能であると予見でき、また、得られたものを物性評価するのは自然な流れといえる。

30

【0015】

一方、ホウ素の原子半径が 0.085 nm でありチタンの原子半径と著しく相違し価数も異なるため、ドーブが実現しないと予想される。本願発明者らは、あえてホウ素の酸化チタンへのドーブをスパッタ法により試みた。すると、予想に反して、ホウ素がドーブされ、驚くべきことに高い導電性を有する薄膜であった。

【0016】

より詳細な製法を説明する。ここでは、RFマグネトロンスパッタ法で石英ガラス基板上に薄膜形成を試みた。ターゲットは、直径 100 mm の酸化チタン (TiO_2) とし、この上に 5 mm 角のホウ素 (B) チップを均一に配置した複合ターゲットとし、スパッタリングガスとして Ar ガス (または Ar - 10 体積% O_2 ガス) を 5 Pa に固定して、次の条件でおこなった。

40

【0017】

RF周波数： 13.56 MHz
 プレート電圧： 200 V
 RF電力： 200 W

なお、アナターゼ型の結晶を形成することを試み、基板は加熱しなかった (ただし、成膜中は 80 程度まで基板温度が上昇した)。

【0018】

得られた結晶を、X線回折により測定したところ、図1に示すように、アナターゼ型を

50

示す結晶構造であることを確認した。

【0019】

また、ホウ素(B)のドーブ量は、SIMS(二次イオン質量分析)により定量分析したところ、Bが $5 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ドーブされていることが確認できた。また、四端子法を用いて、電気抵抗を調べたところ、350における抵抗率が $1.5 \times 10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ であった。なお、膜厚は、200nm~300nmであった。

【0020】

このほか、種々条件を変え、ホウ素(B)をドーブしたアナターゼ型酸化チタンを形成した。この結果、ホウ素のドーブ量を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3} \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ としたアナターゼ型酸化チタンである場合に、透明性および導電性のある、良好な素材が得られることを確認した。導電性の目安としては、 $10^{-3} [\cdot \text{cm}]$ 以下であり好ましくは $10^{-4} [\cdot \text{cm}]$ オーダーである。ただし、Bを多くすると導電性の観点からは好ましいが、透明性の観点からはBが少ない方が好ましいので、要求される膜厚の仕様から、適宜ドーブ量を決定すればよい。

10

【0021】

なお、ホウ素の薄膜中での定量分析は、難しく、微量である場合には特に難しい。そこで、SIMS(二次イオン質量分析)により定量分析した結果を、Bチップ面積と残りの TiO_2 ターゲット面積を一つの指標とし、横軸をB/ TiO_2 面積比、縦軸を 1 cm^3 を単位体積としたBの個数として、プロットし、この点と原点とを結んだ線を検量線として比定することとした。すなわち、均一に配置するBチップの配置量(載置数量)を異ならせ、B/ TiO_2 面積比に対して、検量線に基づいて単位体積中のB数を決定した。

20

【0022】

なお、比較のためにホウ素がドーブされたルチル型酸化チタンをガラス基板上に成膜した。成膜条件は、基板温度を400として、他の条件は同様とした。

【0023】

得られたものは、ホウ素のドーブ量は $1 \sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ であり、電気抵抗率は $10^{-1} \sim 10^{-2} [\cdot \text{cm}]$ オーダーであり、アナターゼ型の方が透明電極素材としては好適であることが確認できた。

【産業上の利用可能性】

【0024】

膜質を向上させるために、DCスパッタを用い、また、基板を後熱処理(ポストアニール)することにより、更に低抵抗化し、実用性を向上させる方法を採用できる。

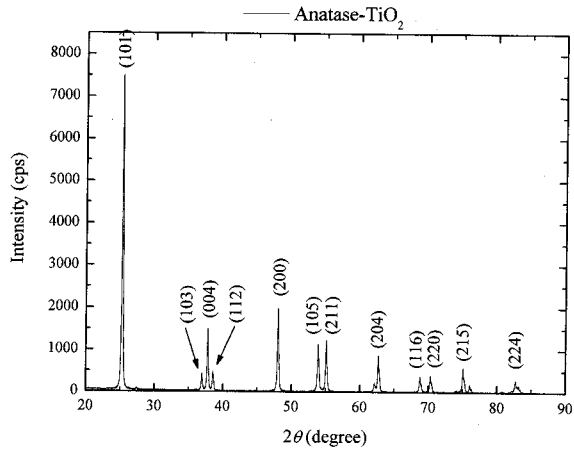
30

【図面の簡単な説明】

【0025】

【図1】アナターゼ型の結晶構造を確認したX線回折図である。

【 図 1 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 5G301 CA02 CA25 CA30 CD03 CE01
5G307 FA01 FB01 FC09