



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I698542 B

(45)公告日：中華民國 109 (2020) 年 07 月 11 日

(21)申請案號：108132861

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 02 月 24 日

(51)Int. Cl. : C23C14/34 (2006.01)

C04B35/01 (2006.01)

C04B35/622 (2006.01)

(30)優先權：2016/03/28 日本

2016-064132

2016/11/01 日本

2016-214323

(71)申請人：日商 J X 金屬股份有限公司 (日本) JX NIPPON MINING & METALS
CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：館野諭 TATENO, SATORU (JP) ; 長田幸三 OSADA, KOZO (JP)

(74)代理人：許世正

(56)參考文獻：

TW 201410904A

JP 2000-144393A

JP 2015-132013A

JP 5887625B1

WO 2013/108715A1

審查人員：陳穎慧

申請專利範圍項數：3 項 圖式數：18 共 63 頁

(54)名稱

圓筒形濺射靶件及其製造方法

(57)摘要

本發明之一目的在於提供圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體、圓筒形濺射靶件及此些之製造方法。根據本發明之一實施型態之具有圓筒形燒結體之圓筒形濺射靶件之製造方法，於工作台上配置圓筒形成型體，圓筒形成型體於圓筒軸方向之長度為 600 mm 以上，工作台設置有氧元素供給口，氧元素供給口連接於用以提供氧元素之管路，自氧元素供給口沿圓筒軸方向供給氧元素且進行燒結，氧元素供給口小於設置於圓筒形成型體之圓筒內側之圓筒內周。而且於其他態樣中，工作台亦可配置於腔室中，用以提供氧元素之管路亦可自腔室之外連接至氧元素供給口。

指定代表圖：

- 符號簡單說明：
- | | |
|-----|------------|
| 111 | 圓筒形
成型體 |
| 150 | 底面 |
| 200 | 燒結工
作台 |
| 230 | 氧元素
供給口 |

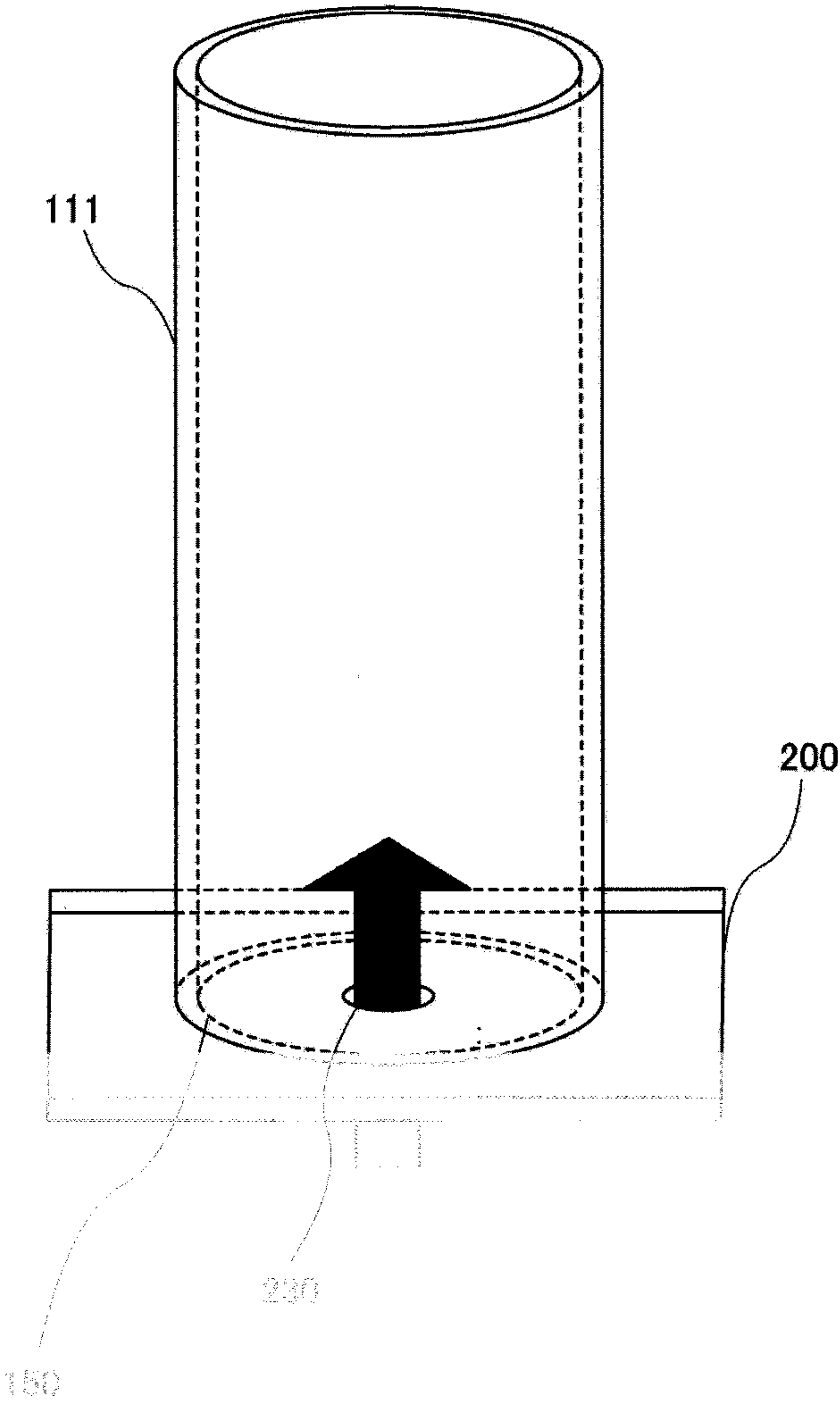


圖 4



I698542

【發明摘要】

【中文發明名稱】 圓筒形濺射靶件及其製造方法

【中文】

本發明之一目的在於提供圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體、圓筒形濺射靶件及此些之製造方法。根據本發明之一實施型態之具有圓筒形燒結體之圓筒形濺射靶件之製造方法，於工作台上配置圓筒形成型體，圓筒形成型體於圓筒軸方向之長度為 600 mm 以上，工作台設置有氧元素供給口，氧元素供給口連接於用以提供氧元素之管路，自氧元素供給口沿圓筒軸方向供給氧元素且進行燒結，氧元素供給口小於設置於圓筒形成型體之圓筒內側之圓筒內周。而且於其他態樣中，工作台亦可配置於腔室中，用以提供氧元素之管路亦可自腔室之外連接至氧元素供給口。

【指定代表圖】 圖 4。

【代表圖之符號簡單說明】

111	圓筒形成型體
150	底面
200	燒結工作台
230	氧元素供給口

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 圓筒形濺射靶件及其製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明關於一種圓筒形濺射靶件及其製造方法。本發明特別是關於構成圓筒形濺射靶件之圓筒形燒結體之製造方法。

【先前技術】

【0002】 近年來，平面面板顯示器（Flat Panel Display，FPD）或太陽電池之製造技術急速發展，且朝向大型化進展。而且隨著此些產品之市場擴大，而增加了大型玻璃基板之需求。

【0003】 特別是用以於大型的玻璃基板形成金屬薄膜或氧化金屬薄膜之濺射裝置中，替換以往之平板形濺射靶件而使用圓筒形（亦可稱為旋轉形或轉動形）濺射靶件。與平板形濺射靶件相比，圓筒形濺射靶件具有靶件使用效率高、少發生腐蝕（erosion）、少發生因堆積物之剝離而造成之顆粒之優點。

【0004】 用以於如上所述之大型玻璃基板形成薄膜之濺射裝置所使用之圓筒形濺射靶件，需要有 3000 mm 以上之長度。技術上無法實現一體成型製造及研磨加工如此長度之圓筒形濺射靶件。因此，通常會構成由數十 mm 至數百 mm 之多個圓筒形燒結體連結而成之分割濺射靶件。

【0005】 於此，不僅上述之圓筒形燒結體，亦會對一般的燒結體之連結要求提升機械強度且提升使用此燒結體之薄膜之品質。多個燒結體接合於基材之場合中，燒結體彼此之間以一定之間隔配置。燒結體若以

無間隙之方式配置而接合於基材時，因濺射中之熱而會使燒結體伸縮，故燒結體有時會彼此互擊而產生破裂或碎裂。另一方面，於本來應受到濺射之燒結體中不存在燒結體間之間隙。因此，會發生基材之構成材料受到濺射等之問題，而存在有無法形成預期組成分之薄膜之問題。再者，連結多個燒結體之分割濺射靶件中，相鄰之燒結體間之相對密度差異（亦即燒結體密度之「固體間偏差」）會影響使用此分割濺射靶件之薄膜之品質。如此一來，所連結之燒結體愈短則濺射靶件便會有愈多分割，影響濺射特性之風險愈高。

【0006】 為了至少避免前述之問題，而需要有對應於較少分割濺射靶件而盡可能製造較長之圓筒形燒結體之製造技術。製造長尺寸圓筒形燒結體之問題點，在於燒結體內之相對密度差異（亦即燒結體密度之「固體內偏差」）及機械強度。舉例而言，專利文獻 1（專利文獻 1：日本專利公開 H8-144056 號公報）中，揭示 ITO 靶件之燒結中，氣體環境之氧元素濃度大幅影響靶件品質之穩定（密度及強度）。通常而言，使用於 ITO 之燒結爐會自爐壁側供給氧氣。

【發明內容】

【0007】 然而，於長尺寸圓筒形燒結體之場合中，因燒結時之圓筒內之氣體對流並不充分，而會發生圓筒內氧元素不足之情形。本發明之一課題在於為了對應較少分割藉由將多個燒結體接合於基材而得到之分割濺射靶件，而以提供一種圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體、圓筒形濺射靶件及此些之製造方法為一目的。此外，本發明之一目的在於提供一種固體內及個體間之均質性高之圓筒形燒結體、圓

筒形濺射靶件及此些之製造方法。

【0008】 根據本發明之一實施型態之圓筒形濺射靶件之製造方法，為於具有圓筒形燒結體之圓筒形濺射靶件之製造方法中，於工作台上配置一圓筒形成型體，圓筒形成型體於圓筒軸方向之長度為 600 mm 以上，工作台設置有氧元素供給口，氧元素供給口連接於用以提供氧元素之管路，自氧元素供給口沿圓筒軸方向供給氧元素且進行燒結，氧元素供給口小於設置於圓筒形成型體之圓筒內側之圓筒內周。

【0009】 此外，於其他態樣中，工作台亦可配置於腔室中，用以提供氧元素之管路亦可自腔室之外連接至氧元素供給口。

【0010】 此外，於其他態樣中，亦可朝向圓筒形成型體之圓筒內側之中空部供給氧元素且進行燒結。

【0011】 此外，於其他態樣中，亦可自圓筒形成型體之圓筒軸方向之下方朝向上方供給氧元素且進行燒結。

【0012】 根據本發明之一實施型態之圓筒形濺射靶件所使用之圓筒形燒結體，為沿圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體，且沿圓筒軸方向之相對密度差異為 0.1 % 以內。

【0013】 根據本發明之一實施型態之圓筒形濺射靶件所使用之圓筒形燒結體，為沿圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體，且於圓筒內側面所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑為平均 1 μm 以下。

【0014】 根據本發明之一實施型態之圓筒形濺射靶件所使用之圓筒形燒結體，為沿圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體，且於圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量為平均 4.25×10^{-5} 個/ μm^2 以下。

【0015】 此外，於其他態樣中，於圓筒內側面所觀察到之孔洞亦可為於圓筒軸方向之中央部之獨立的至少五個位置之視野各為 1.176 mm^2 所觀察到之孔洞。

【0016】 根據本發明，而能夠提供圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之圓筒形燒結體、圓筒形濺射靶件及此些之製造方法。此外，還能夠提供一種固體內及個體間之均質性高之圓筒形燒結體、圓筒形濺射靶件及此些之製造方法。

【圖式簡單說明】

【0017】

圖 1 繪示關於本發明之一實施型態之圓筒形濺射靶件所包含之圓筒形燒結體之一範例之立體圖。

圖 2 繪示關於本發明之一實施型態之組裝後之圓筒形濺射靶件之構成之一範例之剖視圖。

圖 3 繪示關於本發明之一實施型態之圓筒形燒結體之製造方法之流程圖。

圖 4 繪示關於本發明之一實施型態之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之立體圖。

圖 5 繪示關於本發明之一實施型態之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之剖視圖。

圖 6 繪示關於本發明之一實施型態之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之俯視圖。

圖 7 繪示關於本發明之一實施型態之變形例 1 之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之俯視圖。

圖 8 繪示關於本發明之一實施型態之變形例 2 之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之剖視圖。

圖 9 繪示關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體中，沿圓筒軸方向擷取量測樣品之擷取位置之示意圖。

圖 10 為表示關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之密度、固體內密度差異、相對密度及固體內之最大相對密度差異之表格。

圖 11 繪示關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之長度及最小氧元素供給量之關係之示意圖。

圖 12 為表示關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之塊體阻抗及固體內塊體阻抗值差異之表格。

圖 13 繪示關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體中，沿圓筒內側面及外側面擷取量測樣品之擷取位置之示意圖。

圖 14 為關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之圓筒內側面之電子顯微鏡（SEM，1000 倍）之相片。

圖 15 為關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之圓筒外側面之電子顯微鏡（SEM，1000 倍）之相片。

圖 16 為關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之圓筒內側面之電子顯微鏡（SEM，5000 倍或 2000 倍）之相片。

圖 17 為關於本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之圓筒外側面之電子顯微鏡（SEM，5000 倍）之相片。

圖 18 為表示本發明之實施例及比較例之圓筒形燒結體之圓筒內側面之孔洞之面積之等效圓直徑及數量之平均值之表格。

【實施方式】

【0018】 以下，將參照圖式說明關於本發明之圓筒形濺射靶件及其製造方法。然而，本發明之圓筒形濺射靶件及其製造方法能夠以多種相異態樣實施，而並非限定解釋成以下所例示之實施型態之記載內容。而且，於本實施型態所參照之圖式中，相同部分或具有相同功能之部分將標記相同符號，且將省略其重覆之說明。

【0019】 以下將說明實施形態。

【0020】 使用圖 1 及圖 2 說明關於本發明之實施型態之圓筒形濺射靶件及圓筒形燒結體之構成及構造之概要。

【0021】 以下將說明圓筒形濺射靶件之概要。

【0022】 圖 1 繪示關於本發明之實施型態之圓筒形濺射靶件所包含之圓筒形燒結體之一範例之立體圖。如圖 1 所示，圓筒形濺射靶件 100 具有中空構造之多個圓筒形燒結體 110。上述多個圓筒形燒結體 110 經由一定空間而彼此相鄰配置。於此圖 1 中，為了便於說明，而圖示成放大相鄰之圓筒形燒結體 110 之空間。圓筒形燒結體 110 之圓筒內側中空部之細節如圖 2 所示，導入用以支撐圓筒形燒結體 110 之圓筒基材 130。

【0023】 此外，圓筒形燒結體 110 之厚度能夠定為 6.0 mm 以上且為 20.0 mm 以下。此外，圓筒形燒結體 110 之圓筒軸方向之長度能夠

定為 470 mm 以上且為 1500 mm 以下。此外，圓筒形燒結體 110 之外徑能夠定為 147 mm 以上且為 175 mm 以下。此外，圓筒形燒結體 110 之內徑能夠定為 135 mm 以下。此外，相鄰之圓筒形燒結體 110 間之圓筒軸方向之空間能夠定為 0.1 mm 以上且為 0.4 mm 以下。

【0024】 圓筒形燒結體 110 之材料可例如為由銦、錫及氧元素製成之 ITO 燒結體 (Indium Tin Oxide)、由銦、鋅及氧元素製成之 IZO 燒結體 (Indium Zinc Oxide)、由銦、鎵、鋅及氧元素製成之 IGZO 燒結體 (Indium Gallium Zinc Oxide)、由鋅、鋁及氧元素製成之 AZO 燒結體 (Aluminum Indium Zinc Oxide)、氧化鋅 (ZnO)、二氧化鈦 (TiO_2) 等之燒結體。然而，本發明所採用之圓筒形濺射靶件之圓筒形燒結體可為含有氧元素之陶瓷燒結體，且並非限定於上述組成分。

【0025】 於此，於本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之密度亦可為 99.5 % 以上。圓筒形燒結體 110 之密度更可為 99.6 % 以上。此外，圓筒形燒結體 110 之固體內沿圓筒軸方向之相對密度差亦可為 0.1 % 以下。圓筒形燒結體 110 沿圓筒軸方向之相對密度差更可為 0.05 % 以下，再更可為 0.03 % 以下。此外，相鄰之圓筒形燒結體 110a 及 110b 間之相對密度差異，亦即圓筒形燒結體之固體間之相對密度差異亦可為 0.1 % 以下。

【0026】 其中，燒結體之密度以相對密度表示。相對密度為根據所量測之密度及理論密度，而以相對密度 = (量測密度 / 理論密度) × 100 (%) 表示。相對密度差異為根據各個所量測之密度之差異及理論密度，而以相對密度差異 = (量測密度差異 / 理論密度) × 100 (%) 表示。理

論密度則為燒結體之各個構成元素中，自除去氧元素之元素氧化物之理論密度所算出之密度數值。舉例而言，若為 ITO 靶件，屬於各個構成元素之銦、錫、氧元素中，使用氧化銦（ In_2O_3 ）及氧化錫（ SnO_2 ）做為除去氧元素之銦、錫之氧化物以算出理論密度。其中，自燒結體中之銦及錫之元素分析值（at%或質量%）換算成氧化銦（ In_2O_3 ）及氧化錫（ SnO_2 ）之質量比。舉例而言，換算之結果於氧化銦為 90 質量%且氧化錫為 10 質量%之 ITO 靶件之場合中，理論密度為以（ In_2O_3 之密度（ g/cm^3 ） $\times 90 + \text{SnO}_2$ 之密度（ g/cm^3 ） $\times 10$ ） $\div 100$ （ g/cm^3 ）之方式算出。以 In_2O_3 之理論密度為 $7.18 \text{ g}/\text{cm}^3$ 且 SnO_2 之理論密度為 $6.95 \text{ g}/\text{cm}^3$ 計算，算出理論密度為 $7.157 \text{ (g}/\text{cm}^3)$ 。此外，各個構成元素若含 Zn 則能夠以 ZnO 做為氧化物算出，若含 Ga 則能夠以 Ga_2O_3 做為氧化物算出。以 ZnO 之理論密度為 $5.67 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，且 Ga_2O_3 之理論密度為 $5.95 \text{ g}/\text{cm}^3$ 計算。另一方面，量測密度為重量除以體積之數值。燒結體之場合中，可藉由阿基米德法求得體積而算出。能夠藉由圓筒形燒結體 110 沿圓筒軸方向每隔 150 mm 切出幅寬 40~50 mm 之圓筒形量測樣品，且分別算出各個樣品之相對密度，而評價圓筒形燒結體 110 之固體內沿圓筒軸方向之相對密度差異。

【0027】 如上所述，藉由將圓筒形燒結體之長度及相對密度定於上述之範圍，而能夠提升圓筒形燒結體之機械強度，且能夠於使用圓筒形燒結體時抑制發生結節之情形或抑制伴隨電弧而產生之顆粒，還能夠得到降低薄膜之雜質且提升膜密度之效果。而且，藉由將圓筒形燒結體之固體內及固體間之相對密度差異分別定於上述之範圍，而能夠抑制具有

多個圓筒形燒結體之分割濺射靶件中之電場歪曲之情形。因此，能夠於濺射時獲得穩定的放電特性，還能夠於尺寸超過單一個圓筒形燒結體之大型基板形成膜質具有極高面內均勻性之薄膜。

【0028】 圓筒形燒結體 110 之固體內差異亦包含圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面之差異。圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面之狀態能夠藉由電子顯微鏡（SEM）觀察而進行評價。於本實施型態中，於圓筒形燒結體 110 之圓筒軸方向中央部之圓筒內側面及外側面所觀察到之孔洞未見有顯著差異。於本實施型態中，無論是觀察結晶粒邊界還是結晶內，於圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面所觀察到之孔洞之形狀為不規則粒形。換言之，於本實施型態中，無論是觀察結晶粒邊界還是結晶內，於圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面所觀察到之孔洞之形狀為不規則氣泡狀孔洞。另一方面，相較於圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之比較例中之圓筒形燒結體之圓筒外側面或本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面，於比較例中之圓筒內側面觀察到較大之不規則粒形孔洞。換言之，於圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上之比較例中之圓筒形燒結體之圓筒內側面觀察到不規則結晶粒狀孔洞。於如此比較例中之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞，主要是在結晶粒邊界觀察到。於比較例中之圓筒形燒結體之圓筒外側面與於本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面未見有顯著差異。於比較例中，無論是觀察結晶粒邊界還是結晶內，相較於圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞之形狀，圓筒外側面之孔洞具有較小的不規則粒形。

【0029】 於本實施型態及比較例中之圓筒形燒結體之圓筒內側面及圓筒外側面所觀察到之各個孔洞之形狀為不規則形狀。因此，可算出俯視連續的單一個孔洞時之面積，再以具有等效面積之圓之直徑（以下，將稱為孔洞之面積之等效圓直徑）評價孔洞之尺寸。亦可於所觀察之表面中以連續的單一個孔洞視為單一個，以算出孔洞之數量。本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑亦可為平均 $1\ \mu\text{m}$ 以下。圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑更可為平均 $0.5\ \mu\text{m}$ 以下。此外，於本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量亦可為平均 4.25×10^{-5} 個/ μm^2 以下。圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量更可為平均 2.125×10^{-5} 個/ μm^2 以下。而且，本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒外側面所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑亦可為平均 $1\ \mu\text{m}$ 以下。圓筒形燒結體 110 之圓筒外側面所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑更可為平均 $0.5\ \mu\text{m}$ 以下。此外，於本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒外側面所觀察到之孔洞之數量亦可為平均 4.25×10^{-5} 個/ μm^2 以下。圓筒形燒結體 110 之圓筒外側面所觀察到之孔洞之數量更可為平均 2.125×10^{-5} 個/ μm^2 以下。

【0030】 其中，關於圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面之狀態之評價，為於各個樣品之圓筒軸方向之中央部中觀察五個 $980\ \mu\text{m} \times 1200\ \mu\text{m}$ 之視野，以評價孔洞之數量及孔洞之面積之等效圓直徑之平均值。首先算出連續的單一個孔洞之投影面積 S ，再以下述算式算出具有等效面積之圓之直徑 L 而能夠得到孔洞之面積 S 之等效圓直徑 L 。

【0031】 算式 1： $L = \sqrt{4S/\pi}$ 。

【0032】 於本實施型態中，於圓筒形燒結體 110 之圓筒軸方向中央部之圓筒內側面及外側面所觀察到之結晶粒子之尺寸未見有顯著差異。於本實施型態中之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側面及外側面所觀察到之結晶粒子大型成長。另一方面，相較於圓筒軸方向之長度為 957 mm 以上之比較例中之圓筒形燒結體之圓筒外側面，於比較例中之圓筒內側面之結晶粒子較小，而觀察到成長初期階段之結晶粒子。由於如此比較例中之圓筒形燒結體之圓筒內側面之結晶粒子處於成長初期階段，故結晶粒子較小、不均勻且欠缺平滑性。

【0033】 細節雖將於製造方法中說明，但能夠藉由沿圓筒軸方向對圓筒形成型體供給氧元素且進行燒結，而得到上述之圓筒形燒結體。

【0034】 圖 2 繪示關於本發明之實施型態之組裝後之圓筒形濺射靶件之構成之一範例之剖視圖。如圖 2 所示，組裝後之圓筒形濺射靶件 100 中，於圖 1 所示之圓筒形燒結體 110 之圓筒內側中空部配置圓筒基材 130。藉由硬焊材 140 裝設圓筒基材 130 及圓筒形燒結體 110，且經由空間 120 配置相鄰之圓筒形燒結體 110。

【0035】 圓筒基材 130 之材料能夠使用具有足以對靶件施加偏壓之導電性且具有高熱傳導率之金屬材料，以能夠於對靶件濺射時有效率地逸散因電子或離子撞擊靶件所產生之熱。具體而言，能夠使用銅（Cu）、鈦（Ti）、含有此些元素之合金及不鏽鋼（SUS）。

【0036】 硬焊材 140 之材料能夠使用具有得將圓筒形燒結體 110 充分維持於圓筒基材 130 之附著力及強度之材料，且此材料與圓筒基材

130 同樣地可具有導電性及高熱傳導率。然而，硬焊材 140 之材料之熱傳導率亦可低於圓筒基材 130 之材料之熱傳導率。而且，硬焊材 140 之材料之導電性亦可低於圓筒基材 130 之材料之導電性。硬焊材 140 能夠例如使用銦（In）、錫（Sn）及含有此些元素之合金。

【0037】 如上所述，根據關於本實施型態之濺射靶件，藉由將圓筒形燒結體之長度及相對密度定於上述之範圍，而能夠提升圓筒形燒結體之機械強度，且能夠得到降低使用此圓筒形燒結體之薄膜之雜質且提升膜密度之效果。而且，藉由將圓筒形燒結體之固體內及固體間之相對密度差異分別定於上述之範圍，而能夠抑制具有多個圓筒形燒結體之分割濺射靶件中之電場歪曲之情形。因此，能夠於濺射時獲得穩定的放電特性，還能夠於尺寸超過單一個圓筒形燒結體之大型基板形成膜質具有極高面內均勻性之薄膜。再者，藉由圓筒形燒結體之圓筒內側面及圓筒外側面之狀態分別定於上述之範圍，而能夠穩定圓筒形燒結體於分割濺射靶件中之靶件整體生命期，以維持品質。亦即持續使用靶件之途中可不發生特性變化，而能夠抑制因密度不良而造成之結節或顆粒。

【0038】 以下將說明圓筒形燒結體之製造方法。

【0039】 接下來，針對關於本發明之圓筒形濺射靶件之圓筒形燒結體之製造方法，將使用圖 3 進行詳細說明。圖 3 繪示關於本發明之實施型態之圓筒形燒結體之製造方法之流程圖。圖 3 中雖例示 ITO 燒結體之製造方法，但燒結體之材料並非限定於 ITO，亦能夠使用 IGZO 等之其他氧化金屬燒結體。

【0040】 首先，準備原料。用於混合之原料例如可使用氧化物或合

金等所含有之金屬元素。原料能夠使用粉末狀之原料，且能夠根據目標之濺射靶件之組成分而適當選擇原料。例如 ITO 之場合中，準備氧化銦之粉末及氧化錫之粉末（步驟 S301 及 S302）。此些原料之純度，通常為 2N（99 質量%）以上，亦可為 3N（99.9 質量%）以上，更可為 4N（99.99 質量%）以上。由於純度低於 2N 時圓筒形燒結體會含有大量的雜質，故會發生不易得到預期的物質特性等問題（例如通透性降低、薄膜之電阻值增加、局部含有異物及伴隨電弧現象而產生顆粒）。

【0041】 接下來，粉碎並混合此些原料粉末（步驟 S303）。原料粉末之粉碎混合處理，能夠使用氧化鋯（zirconia）、氧化鋁（alumina）、尼龍（nylon）樹脂等之球體或珠體進行乾式法，亦能夠使用利用上述球體或珠體之媒介攪拌式研磨器、無媒介之容器迴轉式研磨器、機械攪拌式研磨器、氣流式研磨器等進行濕式法。一般而言，由於濕式法之粉碎及混合能力優於乾式法，故此處可使用濕式法進行混合。

【0042】 關於原料之組成分雖並未特別限制，但可對應於目標之濺射靶件之組成分比例進行適當調整。

【0043】 於此，若使用細微粒徑之原料粉末則能夠高密度化燒結體。強化粉碎條件雖然能夠得到細微粉末，但若如此亦會導致使用於粉碎時之媒介（氧化鋯等）之混入量增加，而有導致製品內之雜質濃度上升之虞慮。如此一來，必須一邊觀察燒結體之高密度化及製品內之雜質濃度之平衡，一邊設置粉碎時之條件至適當的範圍。

【0044】 接下來，乾燥原料粉末之漿料以進行造粒（步驟 S304）。此時，亦可使用急速乾燥造粒方式對漿料進行急速乾燥。進行急速乾燥

造粒方式時，可使用噴霧乾燥機（**spray dryer**），且可調整熱風之溫度及風量。由於原料粉末之比重差異會造成沉降速度相異，故藉由使用急速乾燥造粒方式，而能夠抑制氧化銮粉末及氧化錫粉末分離。藉由如此之造粒方式，可使配方成份之比例均勻，進而提升原料粉末之操作（**handling**）性。此外，造粒之前後亦可進行素燒處理。

【0045】 接下來，將藉由上述混合及造粒之工程而得到之混合物（設置有素燒工程時於經過素燒工程之後）加壓成形，而形成為圓筒形成型體（步驟 **S305**）。藉由此工程，可成型為目標濺射靶件之適當形狀。圓筒形成型體沿圓筒軸方向之長度能夠為 **600 mm** 以上。成型處理雖可例如為模具成型、鑄造成型、射出成型等方式，但為了得到如圓筒形之複雜形狀，可藉由冷均壓加壓（**CIP**）等方式進行成型。藉由 **CIP** 成型時，首先將以指定重量秤重之原料粉填充於橡膠模具。此時，藉由一邊搖動並輕叩橡膠模具一邊填充，而能夠避免模具內之原料粉填充不均或產生空隙。藉由 **CIP** 成型時之壓力，可為 **100 MPa** 以上且為 **200 MPa** 以下。藉由調整如上所述之成型時之壓力，而於本實施型態中能夠形成具有 **54.5 %** 以上且 **58.0 %** 以下之相對密度之圓筒形成型體。更甚者，於 **CIP** 成型時之壓力調整為 **150 MPa** 以上且為 **180 MPa** 以下時，可得到具有 **55.0 %** 以上且 **57.5 %** 以下之相對密度之圓筒形成型體。

【0046】 接下來，燒結於成型工程所得到之圓筒形成型體（步驟 **S306**）。於此，將使用圖 4 至圖 6 詳細說明關於燒結圓筒形成型體之方法。圖 4 繪示關於本發明之實施型態之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之立體圖。圖 5 繪示關於本發明之實施型態之圓筒

形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之剖視圖。此外，圖 6 繪示關於本發明之實施型態之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之俯視圖。

【0047】 首先，如圖 4 所示，於以圓筒形成型體 111 之圓筒軸方向略為垂直於平板狀之燒結工作台 200 之方式站立之狀態，將於步驟 S305 之成型工程中所得之圓筒形成型體 111 配置於燒結工作台 200。然而，只要能夠將圓筒形成型體 111 穩定地配置於燒結工作台 200 上，則並非限定於此。舉例而言，圓筒形成型體 111 亦可於傾斜之狀態下配置於燒結工作台 200。此外，雖於圖 4 中省略，於燒結圓筒形成型體 111 時，圓筒形成型體 111 與燒結工作台 200 之間亦可配置間隔件。此場合中，間隔件亦可配置成以小於圓筒形成型體 111 之底面 150 之面積接觸於底面 150。藉由配置間隔件，即使圓筒形成型體 111 之體積於燒結工程中縮小，亦能夠抑制因移動而造成之磨擦係數。因此，能夠抑制於燒結後之圓筒形燒結體所產生之內部應力。

【0048】 如圖 5 及圖 6 所示，將於步驟 S305 之成型工程中所得之圓筒形成型體 111 配置於腔室 300 所具備之燒結工作台 200 上。將設置於板狀燒結工作台 200 之氧元素供給口 230 配置於圓筒中心，且以此狀態燒結圓筒形成型體 111。考量到圓筒形成型體 111 可能因燒結工程而縮小，故氧元素供給口 230 可小於圓筒形成型體 111 之內周，而能夠對圓筒內側面供給氧元素。而且，氧元素供給口 230 配置成自圓筒形成型體 111 之圓筒軸方向之下方朝向上方供給氧元素。設置於燒結工作台 200 之開口部亦可僅為氧元素供給口 230。單一個氧元素供給口 230 可

與用以供給氧元素之單一個管路 240 直接連接。管路 240 例如經由控制器、閥門等而自腔室 300 之外連接至氧元素供給口 230。亦即，自管路 240 供給之氧元素不會自燒結工作台 200 之其他區域露出，而自氧元素供給口 230 選擇性地對圓筒內側面供給氧氣。藉由如此之構成，能夠依據圓筒形成型體 111 沿圓筒軸方向之長度、厚度及圓筒內部空間之尺寸，而適當調節自氧元素供給口 230 供給之氧元素量。舉例而言，圓筒軸方向之長度愈長，則自氧元素供給口 230 供給之氧元素量亦可愈多。然而並非限定於此，例如於圓筒形成型體 111 之厚度較厚之場合中，則自氧元素供給口 230 供給之氧元素量亦可較多。另外例如於圓筒形燒結體之內徑較大或圓筒內部空間較大之場合中，自氧元素供給口 230 供給之氧元素量亦可較多。

【0049】 自氧元素供給口 230 供給之氧元素量之上限並未特別限定，但亦可為 150 L/min 以下。藉由單一個氧元素供給口 230 供給大量之氧元素時，因氧元素之冷卻效果，而可能會發生燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂或燒結後之圓筒形燒結體之密度降低等之問題。因此，自氧元素供給口 230 之於氧元素行進方向上亦可配置擋板等元件。自氧元素供給口 230 供給之氧元素因撞擊到擋板等元件，故亦可於圓筒內部空間中擴散。再者，自氧元素供給口 230 供給之氧元素亦可於管路等循環中預先加熱再進行供給。

【0050】 空氣氣體環境下於圓筒內側中空部供給氧元素之場合中，由於氧元素較氮元素重，故可自圓筒軸方向之下方逐漸充滿氧元素。因此，能夠對於燒結中之圓筒形成型體之圓筒內側面供給均勻的氧

元素。氧元素充滿圓筒形成形體之圓筒內側中空部時，再進一步供給之氧元素可經由圓筒內側中空部自圓筒形成型體之上方流出至圓筒外側。所流出之氧元素可於腔室 300 之頂棚部分朝向下方流動，而於腔室 300 內產生氧元素之循環流動。因此，亦可使腔室 300 內之氧元素濃度均勻。此外，自腔室 300 之壁部亦可對圓筒外側供給氧元素。此場合中，藉由分別調節對於圓筒內側中空部之氧元素供給量及對於圓筒外側之氧元素供給量，而能夠使燒結中之圓筒形成型體之圓筒內側面及外側面之氧元素濃度均勻。

【0051】 於此，雖於圖 4 中例示自下方對於圓筒形成型體 111 之圓筒內側中空部供給氧元素之方法，但並非限定於此方法。舉例而言，亦可自圓筒軸方向之下方或上方供給氧元素。藉由沿圓筒形成型體 111 之圓筒軸方向供給氧元素，而能夠於燒結中沿圓筒軸方向均勻地保持氧元素濃度。

【0052】 此外，雖於圖 4 中例示自單一配置於圓筒形成型體 111 之圓筒中心之氧元素供給口 230 供給氧元素之方法，但並非限定於此方法。只要能夠對圓筒內側中空部均勻地供給氧元素，氧元素供給口 230 並限定於圓筒中心。氧元素供給口 230 之數量亦可為多個。此外，不僅對於圓筒內側供給氧元素，亦可對於圓筒外側供給氧元素。此時，各個氧元素供給口 230 可彼此獨立並能夠控制氧元素供給量，且可分別與用以供給氧元素之管路 240 直接連接。藉此，能夠依據圓筒形成型體 111 沿圓筒軸方向之長度、厚度、圓筒內部空間之尺寸及氧元素供給口 230 相對於圓筒形成型體 111 之位置，而適當調節自各個氧元素供給口 230

供給之氧元素量。

【0053】 一般而言，於 ITO 之燒結中，必須於氧元素氣體環境進行燒結而使得燒結體高密度化。即使於氧元素氣體環境下進行燒結，於燒結長度為 600 mm 以上之圓筒形成型體 111 之工程中，因圓筒內側中空部之氣體對流並不充分，而會發生圓筒內側中空部之氧元素不足之情形。若圓筒內側中空部之氧元素不足，可能會發生燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂或燒結後之圓筒形燒結體之密度降低、圓筒形燒結體沿圓筒軸方向之相對密度差異增加、於圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞尺寸或孔洞數量增加等之問題。為了阻止因內側中空部之氧元素不足所造成之影響，於本實施型態中如上述構成於燒結圓筒形成型體 111 時，藉由自氧元素供給口 230 對於圓筒形成型體 111 之圓筒內側中空部供給氧元素，而能夠對於 600 mm 以上之圓筒形成型體 111 之圓筒內側中空部均勻地充滿氧元素。再者，藉由組合對於圓筒內側中空部之氧元素供給即對於圓筒外側之氧元素供給，而能夠使燒結中之圓筒形成型體 111 之圓筒內側面及外側面之氧元素濃度均勻。如此之結果，能夠防止燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂。而且，能夠提升燒結後之圓筒形燒結體之密度。再者，能夠降低圓筒形燒結體之固體內沿圓筒軸方向之相對密度差異。還能夠縮減圓筒內側面之孔洞之尺寸及數量。

【0054】 以下將回到圖 3 繼續說明圓筒形燒結體之製造方法。於上所說明之細節中，能夠使用電爐、熱均壓加壓（HIP）或微波燒結等方式進行步驟 S306 之燒結。雖能夠依據燒結體之組成分而適當選擇燒結條件，但例如於含有 10 wt.% 之 SnO_2 之 ITO 時，能夠以氧元素氣體環

境下於溫度為攝氏 1500 度以上且 1600 度以下並持續 10 小時以上且 20 小時以下之條件進行燒結。燒結溫度未滿攝氏 1500 度之場合中，可能會導致靶件之密度下降。另一方面，若超過攝氏 1600 度，則對於電爐或爐材之傷害會變大而必須適時地維護，故可能會導致作業效率顯著下降。而且，燒結時間若未滿 10 小時則可能會導致靶件之密度下降，若大於 20 小時則會延長燒結工程中之維持時間，而可能惡化電爐之運作效率。而且，還可能會增加燒結工程中所使用之氧元素氣體之消耗量，且增加用於運作電爐之電力。此外，燒結時之壓力可為大氣壓力，亦可為減壓氣體環境或加壓氣體環境。

【0055】 於此，使用電爐燒結的場合中，藉由調整燒結之升溫速度及降溫速度而能夠抑制破裂發生。具體而言，燒結時之電爐之升溫速度可為每小時攝氏 300 度以下，更可為每小時攝氏 180 度以下。此外，燒結時之電爐之降溫速度可為每小時攝氏 600 度以下。其中，亦可調整成階段地變化升溫速度或降溫速度。

【0056】 圓筒形成型體雖會因燒結工程而收縮，但由於爐內的溫度於全部的材料進入共同開始熱收縮之溫度範圍之前為均勻的，且於升溫的途中維持住溫度以消除爐內之溫度不均，故設置於爐內之整個燒結體可均勻收縮。因此，依各種材料將到達溫度及維持時間設定成適當的條件，則能夠得到穩定的燒結體密度。藉由燒結圓筒軸方向之長度為 600 mm 以上之圓筒形成型體，而能夠得到圓筒軸方向之長度約為 470 mm 以上之圓筒形燒結體。

【0057】 接下來，使用平面磨床、圓筒磨床、車床、切割機、加工

中心（machining center）等之機械加工機，對所形成之圓筒形燒結體進行機械加工，以令其成為預期之圓筒形形狀（步驟 S307）。於此所進行之機械加工，是將上述圓筒形燒結體加工成適合裝設於濺射裝置之形狀，且加工成具有預期之表面粗糙度。於此，為了得到濺射中不發生電場集中之異常放電等程度之平坦性，圓筒形燒結體之平均表面粗糙度（Ra）可定為 0.5 μm 以下。藉由以上之工程，而能夠得到高密度且均質性高之圓筒形燒結體。

【0058】 接下來，將經過機械加工之圓筒形燒結體接合至基材（步驟 S308）。特別是圓筒形濺射靶件之場合中，經由做為黏著劑之硬焊材，將圓筒形燒結體接合至被稱為背襯管（backing tube）之圓筒形基材。藉由以上之工程，而能夠得到使用上述圓筒形燒結體之圓筒形濺射靶件。

【0059】 如上所述，根據關於實施型態之圓筒形濺射靶件之製造方法，於燒結工程中，藉由對於圓筒形成型體之圓筒內側中空部供給氧氣，而能夠防止燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂。而且，能夠提升燒結後之圓筒形燒結體之密度。再者，能夠降低燒結後之圓筒形燒結體沿圓筒軸方向之相對密度差異。還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞之尺寸。此外，還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量。藉此所能夠提供之圓筒形燒結體及圓筒形濺射靶件，其於固體內及固體間可具有高度均質性。

【0060】 以下將說明變形例 1。

【0061】 使用圖 7 說明關於本發明之實施型態之變形例 1 之圓筒形

燒結體之燒結方法。

【0062】 圖 7 繪示關於本發明之實施型態之變形例 1 之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之俯視圖。於圖 7 所示之燒結圓筒形成型體 111 之工程中，配置有十六個氧元素供給口 230。此時，各個氧元素供給口 230 可彼此獨立並能夠控制氧元素供給量，且可分別與用以供給氧元素之管路 240 直接連接。藉此，能夠依據圓筒形成型體 111 沿圓筒軸方向之長度、厚度、圓筒內部空間之尺寸及氧元素供給口 230 相對於圓筒形成型體 111 之位置，而適當調節自各個氧元素供給口 230 供給之氧元素量。

【0063】 於圖 7 中，八對氧元素供給口 230 中夾有圓筒形成型體 111 之壁部且均等配置。換言之，沿著圓筒形成型體 111 之圓筒內側面及外側面分別配置八個氧元素供給口 230。於圖 7 中，八個氧元素供給口 230a 位於圓筒形成型體 111 之圓筒內側，八個氧元素供給口 230b 位於圓筒形成型體 111 之圓筒外側，藉此方式配置圓筒形成型體 111（以下於不區分氧元素供給口 230a 及氧元素供給口 230b 之場合中將稱為氧元素供給口 230）。然而並非限定於此，只要能夠將圓筒形成型體 111 穩定地配置於燒結工作台 200 上，則並不限制氧元素供給口 230 之數量、尺寸及配置。此外，氧元素供給口 230 並非僅配置於圓筒形成型體 111 之圓筒內側，亦可配置於圓筒外側。換言之，不僅對於圓筒內側面供給氧元素，亦可對於圓筒外側面供給氧元素。

【0064】 舉例而言，圓筒形成型體 111 之長度較長之場合中，自位於對流較差之圓筒內側之氧元素供給口 230a 之氧元素供給量較大，

而自位於圓筒外側之氧元素供給口 230b 之氧元素供給量較小，藉此調整成圓筒內側面及外側面之氧元素濃度最終為均勻。而且，亦可僅自位於圓筒內側之氧元素供給口 230a 供給氧元素。各個氧元素供給口 230a 所供給之氧元素量，例如亦可分別為本發明之實施型態中自單一個氧元素供給口 230 供給氧元素時之供給量之八分之一。此外，各個氧元素供給口 230a 所供給之氧元素量亦可不均等，而亦可分別相異。亦即，自多個氧元素供給口 230a 之氧元素供給量之總和，亦可為本發明之實施型態中自單一個氧元素供給口 230 供給氧元素時之供給量。另外，圓筒軸方向之長度愈長，則自氧元素供給口 230a 供給之氧元素量之總和亦可愈多。然而並非限定於此，例如於圓筒形成型體 111 之厚度較厚之場合中，則自氧元素供給口 230 供給之氧元素量亦可較多。另外例如於圓筒形燒結體之內徑較大或圓筒內部空間較大之場合中，自氧元素供給口 230a 供給之氧元素量之總和亦可較多。另外例如於圓筒形燒結體之內徑較大或圓筒內部空間較大之場合中，自氧元素供給口 230a 供給之氧元素量之總和亦可較多。

【0065】 自氧元素供給口 230 供給之氧元素量之上限並未特別限定，但亦可為 150 L/min 以下。藉由多個氧元素供給口 230a 供給氧元素，而能夠分散氧元素之供給量，且能夠控制圓筒內側中空部之氣體對流。另外，還能夠抑制因氧元素之冷卻效果而發生之燒結中圓筒形燒結體之變形、破裂或燒結後圓筒形燒結體之密度降低等問題。因此，自多個氧元素供給口 230a 所供給之氧元素亦可更經由擋板等元件而於圓筒內部空間中擴散。再者，自氧元素供給口 230 供給之氧元素亦可於管

路等循環中預先加熱再進行供給。

【0066】 一般而言，於 ITO 之燒結中，必須於氧元素氣體環境進行燒結而使得燒結體高密度化。即使於氧元素氣體環境下進行燒結，於燒結長度為 600 mm 以上之圓筒形成型體 111 之工程中，因圓筒內側中空部之氣體對流並不充分，而會發生圓筒內側中空部之氧元素不足之情形。若圓筒內側中空部之氧元素不足，可能會發生燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂或燒結後之圓筒形燒結體之密度降低、圓筒形燒結體沿圓筒軸方向之相對密度差異增加、於圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞尺寸或孔洞數量增加等之問題。為了阻止因圓筒內之氧元素不足所造成之影響，於本實施型態中藉由自位於圓筒內側之氧元素供給口 230a 之氧元素供給量較大，而自位於圓筒外側之氧元素供給口 230b 之氧元素供給量較小，以調整成圓筒內側面及外側面之氧元素濃度最終為均勻。藉由再加大自位於圓筒內側之氧元素供給口 230a 之氧元素供給量，而亦可調整成圓筒內側面之氧元素濃度最終大於圓筒外側面之氧元素濃度。再者，亦可調整成僅自位於圓筒內側之氧元素供給口 230a 供給氧元素，且不自位於圓筒外側之氧元素供給口 230b 供給氧元素。各個氧元素供給口 230 可彼此獨立並能夠控制氧元素供給量，且可分別與用以供給氧元素之管路 240 直接連接。藉由自多個氧元素供給口 230a 供給氧元素，而能夠更為均勻地對於圓筒內側面供給氧元素。如此之結果，能夠調節燒結中之圓筒形成型體之圓筒內側面及外側面之氧元素濃度，且能夠防止燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂。而且，能夠提升燒結後之圓筒形燒結體之密度。再者，能夠降低燒結後之圓筒形燒結體

沿圓筒軸方向之相對密度差異。還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞面積之等效圓直徑。此外，還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量。

【0067】 以下將說明變形例 2。

【0068】 使用圖 8 說明關於本發明之實施型態之變形例 2 之圓筒形燒結體之燒結方法。於本變形例中，由於除了擋板 260 以外皆與本發明之實施型態相同，故將省略其詳細說明。

【0069】 圖 8 繪示關於本發明之實施型態之變形例 2 之圓筒形燒結體之製造方法中燒結圓筒形成型體之工程之剖視圖。於圖 8 所示之燒結圓筒形成型體 111 之工程中，配置單一個氧元素供給口 230。氧元素供給口 230 可能夠獨立控制氧元素供給量，且可與用以供給氧元素之管路 240 直接連接。自氧元素供給口 230 之於氧元素行進方向上配置擋板 260。於本變形例中，擋板 260 具有圍繞氧元素供給口 230 之帽狀之形狀。擋板 260 於帽狀之側壁部具有多個開口部 280。因此，自氧元素供給口 230 所供給之氧元素撞擊到擋板 260 之內側頂棚部，而以擴散之狀態自擋板 260 之多個開口部 280 流出。自擋板 260 之多個開口部 280 流出之氧元素可自圓筒軸方向之下方逐漸充滿圓筒形成型體內側中空部，而沿圓筒軸方向上升。然而，擋板 260 之形狀並非限定於此，擋板 260 之形狀為自氧元素供給口 230 所供給之氧元素得以擴散於圓筒內部空間中即可。舉例而言，自氧元素之行進方向觀察，擋板 260 與至少一部分之氧元素供給口 230 重疊即可。原本自單一個氧元素供給口 230 供給大量之氧元素時，可能因氧元素之冷卻效果而發生燒結中圓筒形燒結

體之變形、破裂或燒結後圓筒形燒結體之密度降低等之問題。藉由變形例 2 而能夠抑制上述問題。

【0070】 其中，本發明並非限定於上述之實施型態，於未脫離要旨之範圍中亦能夠進行適當變更。

【0071】 以下將說明實施例之圓筒形燒結體之製造。

【0072】 以下將說明實施例 1。

【0073】 於實施例 1 中，將說明關於製造圓筒形 ITO 靶材（圓筒形燒結體）之方法。首先，準備 BET（Brunauer Emmet and Teller's equation）比表面積為 $4.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上且為 $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下之 4N 氧化銦及 BET 比表面積為 $4.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上且為 $5.7 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下之 4N 氧化錫做為原料粉末。於此，BET 比表面積表示藉由 BET 法而求得之表面積。BET 法為氣體吸附法，其中令氮氣、氬氣、氦氣、一氧化碳等氣體分子吸附於固體粒子，且自所吸附之氣體分子之量量測固體粒子之比表面積。於此，量秤 90 質量%之氧化銦及 10 質量%之氧化錫做為原料。接下來使用濕式球體研磨器粉碎且混合此些原料粉末。於此使用氧化鋯球體做為粉碎媒介。藉由噴霧乾燥機對混合之漿料進行急速乾燥造粒。

【0074】 接下來，利用 CIP 成型而將上述之造粒工程所得到之混合物成型為圓筒形。利用 CIP 成型時之壓力為 176MPa。

【0075】 上述成型工程所得到實施例 1 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0076】 圓筒外徑（直徑）= 194.0 mm。

【0077】 圓筒內徑（直徑）= 158.7 mm。

【0078】 圓筒之厚度 = 17.65 mm。

【0079】 圓筒軸方向之長度 = 600 mm。

【0080】 接下來，使用電爐燒結 CIP 所得到之圓筒形成型體。燒結條件如下所述。

【0081】 升溫速度 = 攝氏 300 度／小時。

【0082】 高溫維持溫度 = 攝氏 1560 度。

【0083】 高溫維持時間 = 20 小時。

【0084】 燒結時氣體環境 = 氧元素氣體環境。

【0085】 燒結時壓力 = 大氣壓力。

【0086】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 50 L／min。

【0087】 導入至圓筒外側之氧元素 = 0 L／min。

【0088】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0089】 圓筒外徑（直徑） = 155.2 mm。

【0090】 圓筒內徑（直徑） = 127.0 mm。

【0091】 圓筒之厚度 = 14.1 mm。

【0092】 圓筒軸方向之長度 = 478 mm。

【0093】 燒結體密度 = 7.134 g／cm³。

【0094】 燒結體之相對密度 = 99.68 %。

【0095】 燒結體之塊體（bulk）阻抗值 = 0.11 mΩ·cm。

【0096】 以下將說明實施例 2。

【0097】 於實施例 2 中，將說明關於燒結圓筒軸方向之長度大於實

施例 1 之圓筒形成型體而成之圓筒形燒結體。由於圓筒形成型體之成型工程與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0098】 與實施例 1 相同之成型工程所得到實施例 2 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0099】 圓筒外徑（直徑）= 193.8 mm。

【0100】 圓筒內徑（直徑）= 158.2 mm。

【0101】 圓筒之厚度 = 17.8 mm。

【0102】 圓筒軸方向之長度 = 1200 mm。

【0103】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。實施例 2 之燒結條件中，除了導入至圓筒內側中空部之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0104】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 100 L / min。

【0105】 導入至圓筒外側之氧元素 = 0 L / min。

【0106】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0107】 圓筒外徑（直徑）= 155.0 mm。

【0108】 圓筒內徑（直徑）= 126.6 mm。

【0109】 圓筒之厚度 = 14.2 mm。

【0110】 圓筒軸方向之長度 = 948 mm。

【0111】 燒結體密度 = 7.132 g / cm³。

【0112】 燒結體之相對密度 = 99.65 %。

【0113】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0114】 以下將說明實施例 3。

【0115】 於實施例 3 中，將說明關於燒結圓筒軸方向之長度大於實施例 1 及實施例 2 之圓筒形成型體而成之圓筒形燒結體。由於圓筒形成型體之成型工程與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0116】 與實施例 1 相同之成型工程所得到實施例 3 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0117】 圓筒外徑（直徑）＝194.2 mm。

【0118】 圓筒內徑（直徑）＝158.5 mm。

【0119】 圓筒之厚度＝17.85 mm。

【0120】 圓筒軸方向之長度＝1755 mm。

【0121】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。實施例 3 之燒結條件中，除了導入至圓筒內側中空部之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0122】 導入至圓筒內側中空部之氧元素＝150 L／min。

【0123】 導入至圓筒外側之氧元素＝0 L／min。

【0124】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0125】 圓筒外徑（直徑）＝155.4 mm。

【0126】 圓筒內徑（直徑）＝126.8 mm。

【0127】 圓筒之厚度＝14.3 mm。

【0128】 圓筒軸方向之長度＝1386 mm。

【0129】 燒結體密度＝7.130 g／cm³。

【0130】 燒結體之相對密度 = 99.62 %。

【0131】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0132】 接下來，以下將說明關於相對於上述之實施例 1 至 3 所示之圓筒形成型體及圓筒形燒結體之比較例。以下之比較例與實施例相異，比較例中將說明關於以並未將氧元素導入至圓筒形成型體內側中空部之條件燒結而成之圓筒形燒結體。其中於比較例中，不將氧元素導入至圓筒形成型體內側中空部，改於將氧元素導入至圓筒形成型體外側之條件下進行燒結。由於圓筒形成型體之成型工程與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0133】 以下將說明比較例 1。

【0134】 與實施例 1 相同之成型工程所得到比較例 1 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0135】 圓筒外徑（直徑） = 194.9 mm。

【0136】 圓筒內徑（直徑） = 159.0 mm。

【0137】 圓筒之厚度 = 17.95 mm。

【0138】 圓筒軸方向之長度 = 480 mm。

【0139】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。比較例 1 之燒結條件中，除了導入至圓筒形成型體之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0140】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 0 L/min。

【0141】 導入至圓筒外側之氧元素 = 100 L/min。

【0142】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如

下所述。

【0143】 圓筒外徑（直徑）= 155.9 mm。

【0144】 圓筒內徑（直徑）= 127.2 mm。

【0145】 圓筒之厚度 = 14.35 mm。

【0146】 圓筒軸方向之長度 = 385 mm。

【0147】 燒結體密度 = 7.133 g/cm³。

【0148】 燒結體之相對密度 = 99.66 %。

【0149】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.11 mΩ·cm。

【0150】 以下將說明比較例 2。

【0151】 與實施例 1 相同之成型工程所得比較例 2 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0152】 圓筒外徑（直徑）= 193.5 mm。

【0153】 圓筒內徑（直徑）= 158.2 mm。

【0154】 圓筒之厚度 = 17.65 mm。

【0155】 圓筒軸方向之長度 = 600 mm。

【0156】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。比較例 2 之燒結條件中，除了導入至圓筒形成型體之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0157】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 0 L/min。

【0158】 導入至圓筒外側之氧元素 = 100 L/min。

【0159】 藉由上述燒結工程所得之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0160】 圓筒外徑（直徑）= 156.7 mm。

【0161】 圓筒內徑（直徑）= 128.1 mm。

【0162】 圓筒之厚度 = 14.3 mm。

【0163】 圓筒軸方向之長度 = 485 mm。

【0164】 燒結體密度 = 7.041 g/cm³。

【0165】 燒結體之相對密度 = 98.38 %。

【0166】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0167】 以下將說明比較例 3。

【0168】 與實施例 1 相同之成型工程所得到比較例 3 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0169】 圓筒外徑（直徑）= 194.1 mm。

【0170】 圓筒內徑（直徑）= 158.2 mm。

【0171】 圓筒之厚度 = 17.95 mm。

【0172】 圓筒軸方向之長度 = 1200 mm。

【0173】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。比較例 3 之燒結條件中，除了導入至圓筒形成型體之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0174】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 0 L/min。

【0175】 導入至圓筒外側之氧元素 = 100 L/min。

【0176】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0177】 圓筒外徑（直徑）= 157.2 mm。

【0178】 圓筒內徑（直徑）= 128.1 mm。

【0179】 圓筒之厚度 = 14.55 mm。

【0180】 圓筒軸方向之長度 = 957 mm。

【0181】 燒結體密度 = 7.038 g/cm³。

【0182】 燒結體之相對密度 = 98.34 %。

【0183】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0184】 其中，比較例 3 確認到有因燒結而造成之變形。

【0185】 以下將說明比較例 4。

【0186】 與實施例 1 相同之成型工程所得到比較例 4 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0187】 圓筒外徑（直徑）= 194.2 mm。

【0188】 圓筒內徑（直徑）= 158.4 mm。

【0189】 圓筒之厚度 = 17.9 mm。

【0190】 圓筒軸方向之長度 = 1410 mm。

【0191】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。比較例 4 之燒結條件中，除了導入至圓筒形成型體之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0192】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 0 L/min。

【0193】 導入至圓筒外側之氧元素 = 100 L/min。

【0194】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0195】 圓筒外徑（直徑）= 155.3 mm。

【0196】 圓筒內徑（直徑）= 127.8 mm。

【0197】 圓筒之厚度 = 13.75 mm。

【0198】 圓筒軸方向之長度 = 1145 mm。

【0199】 燒結體密度 = 7.042 g/cm³。

【0200】 燒結體之相對密度 = 98.39 %。

【0201】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0202】 以下將說明比較例 5。

【0203】 與實施例 1 相同之成型工程所得到比較例 5 之圓筒形成型體之各個參數如下所述。

【0204】 圓筒外徑（直徑）= 193.6 mm。

【0205】 圓筒內徑（直徑）= 158.3 mm。

【0206】 圓筒之厚度 = 17.65 mm。

【0207】 圓筒軸方向之長度 = 1754 mm。

【0208】 接下來，使用電爐燒結圓筒形成型體。比較例 5 之燒結條件中，除了導入至圓筒形成型體之氧元素參數以外，其餘皆與實施例 1 相同，故而省略其說明。

【0209】 導入至圓筒內側中空部之氧元素 = 0 L/min。

【0210】 導入至圓筒外側之氧元素 = 100 L/min。

【0211】 藉由上述燒結工程所得到之圓筒形燒結體之各個參數如下所述。

【0212】 圓筒外徑（直徑）= 157.8 mm。

【0213】 圓筒內徑（直徑）= 128.5 mm。

【0214】 圓筒之厚度 = 14.65 mm。

【0215】 圓筒軸方向之長度 = 1394 mm。

【0216】 燒結體密度 = 7.044 g/cm³。

【0217】 燒結體之相對密度 = 98.42 %。

【0218】 燒結體之塊體阻抗值 = 0.12 mΩ·cm。

【0219】 以下將說明量測樣品之準備。

【0220】 針對上述實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體，準備用以評價密度及塊體阻抗之固體內偏差之量測樣品。如圖 9 所示，圓筒形燒結體 110 沿燒結時之圓筒軸方向自向方朝向上方每隔 150 mm 分段，再於各個圓筒軸方向中央部切出幅寬 40～50 mm 之圓筒形量測樣品。自圓筒軸下方依序為 110-1（150 mm）、110-25（300 mm）、110-3（450 mm）（後述表格中之名稱）。

【0221】 以下將說明相對密度之評價。

【0222】 針對上述實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體及各個量測樣品，評價其相對密度。使用阿基米德法量測圓筒形燒結體及各個量測樣品之密度。基於理論密度算出圓筒形燒結體及各個量測樣品之相對密度及相對密度差異。圖 10 表示於實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 中，圓筒形燒結體及各個量測樣品之密度、相對密度及圓筒形燒結體內之最大相對密度差異。

【0223】 由圖 10 之結果可知，相較於燒結時並未將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部之比較例 2～比較例 5 之圓筒形燒結體，燒結時有將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部之實施例 1～實施例

3 之圓筒形燒結體之相對密度較為提升。圓筒軸方向之長度為 470 mm 以下之比較例 1 中，即使並未將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部，其相對密度亦有所提升。相較於比較例 2～比較例 5 之各個量測樣品，實施例 1～實施例 3 之各個量測樣品能夠降低其相對密度差異。圓筒軸方向之長度為 470 mm 以下之比較例 1 中，即使並未將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部，其相對密度差異亦能有所降低。因此，藉由將氧元素供給於燒結工程中之圓筒形成型體之圓筒內側面，圓筒軸方向之長度為 1200 mm 以上之圓筒形成型體亦能夠防止燒結中之變形、破裂等問題。

【0224】 以下將說明最小氧元素供給量之評價。

【0225】 根據上述之實施例及比較例中之圓筒形成型體之燒結方法，而求出可得到密度為 7.130 g/cm^3 以上之圓筒形燒結體之最小氧元素供給量。具體而言，階段變化燒結時導入至圓筒內側中空部之氧元素量，而得到圓筒軸方向之長度為 390、480、950、1200 或 1400 mm 之圓筒形燒結體。使用阿基米德法量測各個圓筒形燒結體之密度。密度為 7.130 g/cm^3 以上之圓筒形燒結體中，以各個圓筒軸方向之長度做為區別，於燒結時導入氧元素量為最小之數值做為最小氧元素供給量。圖 11 表示最小氧元素供給量相對於圓筒形燒結體之圓筒軸方向之長度之關係。

【0226】 如圖 11 所示，圓筒形燒結體之圓筒軸方向之長度至 390 mm 時，即使未導入氧元素，亦可得到密度為 7.130 g/cm^3 以上之圓筒形燒結體。於形成 480 mm 之圓筒形燒結體之場合中，最小氧元素供給

量為 5 L/min 以上。於形成 950 mm 之圓筒形燒結體之場合中，最小氧元素供給量為 20 L/min 以上。於形成 1200 mm 之圓筒形燒結體之場合中，最小氧元素供給量為 30 L/min 以上。於形成 1400 mm 之圓筒形燒結體之場合中，最小氧元素供給量為 35 L/min 以上。由圖 11 之結果可知，圓筒軸方向之長度愈長，要得到密度為 7.130 g/cm^3 以上之圓筒形燒結體所需要之氧元素量愈為增加。密度為 7.130 g/cm^3 以上之圓筒形燒結體之軸方向之長度設為 $X \text{ (mm)}$ ，自氧元素供給口 230 供給之最小氧元素供給量設為 $Y \text{ (L/min)}$ ，其比例關係能夠以下述算式表示。

【0227】 $Y = 0.0345X - 12.508$ 。

【0228】 以下將說明塊體阻抗之評價。

【0229】 針對上述實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體及各個量測樣品，評價其塊體阻抗。使用四探針法量測圓筒形燒結體及各個量測樣品於圓筒外側面之塊體阻抗值。圖 12 表示於實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 中，圓筒形燒結體及各個量測樣品之塊體阻抗值。

【0230】 由圖 12 之結果可知，實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體及各個量測樣品中，於圓筒外側面之塊體阻抗值幾乎無變化。由於圓筒外側面有充分供給氧元素，故不論是將氧元素導入至圓筒形成型體之圓筒內側中空部之實施例，還是並未將氧元素導入至圓筒內側中空部之比較例，皆可認為對於圓筒外側面之塊體阻抗值幾乎無影響。

【0231】 以下將說明電子顯微鏡觀察用樣品之準備。

【0232】 針對上述實施例 1、2 及比較例 2、3 之圓筒形燒結體，準備用以藉由電子顯微鏡進行觀察之樣品。如圖 13 所示，圓筒形燒結體 110 沿圓筒軸方向中央部切出幅寬 10 mm 之圓筒形樣品 110-4，自圓筒內側面 110-4a 及圓筒外側面 110-4b 切出電子顯微鏡觀察用樣品，且以研磨 0.5 mm 之狀態下進行鏡面研磨。

【0233】 以下將說明藉由電子顯微鏡所進行之觀察。

【0234】 針對上述實施例 1、2 及比較例 2、3 之圓筒形燒結體，使用電子顯微鏡（SEM）觀察圓筒形燒結體之圓筒內側面及外側面之電子顯微鏡觀察用樣品。於各個樣品中，使用電子顯微鏡（SEM）於 1000 倍之視野下所觀察之相片，為表示於圖 14（圓筒內側）及圖 15（圓筒外側）。此外，於各個樣品中，使用電子顯微鏡（SEM）於 2000 或 5000 倍之視野下所觀察之相片，為表示於圖 16（圓筒內側）及圖 17（圓筒外側）。於圖 14 至圖 17 中，使用電子顯微鏡（SEM）觀察（a）實施例 1、（b）實施例 2、（c）比較例 2、（d）比較例 3 之圓筒形燒結體之圓筒內側面及外側面之電子顯微鏡觀察用樣品。

【0235】 圖 14 之（a）及（b）為實施例 1 及實施例 2 中之圓筒形燒結體內側面之電子顯微鏡相片。圖 15 之（a）及（b）為實施例 1 及實施例 2 中之圓筒形燒結體外側面之電子顯微鏡相片。圖 14 之（c）及（d）為比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體內側面之電子顯微鏡相片。圖 15 之（c）及（d）為比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體外側面之電子顯微鏡相片。如圖 14 及圖 15 所示，於燒結時將氧元素導入

圓筒形成型體之圓筒內側中空部之實施例 1 及實施例 2 中，圓筒形燒結體內側面（圖 14 之（a）及（b））及外側面（圖 15 之（a）及（b））之電子顯微鏡相片並未觀察到有顯著差異。另一方面，燒結時並未將氧元素導入圓筒形成型體之圓筒內側中空部之比較例 2 及比較例 3 中，相較於圓筒形燒結體外側面（圖 15 之（c）及（d）），圓筒形燒結體內側面（圖 14 之（c）及（d））之電子顯微鏡相片中觀察到有大量之大型孔洞（相片中黑色不規則之型態）。於比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體之圓筒內側面觀察到有大量不規則粒形（結晶粒狀）孔洞。比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞，主要是在結晶粒邊界觀察到。

【0236】 接下來，為了觀察結晶粒子之狀態，特別於比較例中於 2000 或 5000 倍之視野下觀察圖 14 之（c）及（d）並未觀察到有大型孔洞之區域。圖 16 之（a）及（b）為實施例 1 及實施例 2 中之圓筒形燒結體內側面之電子顯微鏡相片。圖 17 之（a）及（b）為實施例 1 及實施例 2 中之圓筒形燒結體外側面之電子顯微鏡相片。圖 16 之（c）及（d）為比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體內側面之電子顯微鏡相片。圖 17 之（c）及（d）為比較例 2 及比較例 3 中之圓筒形燒結體外側面之電子顯微鏡相片。如圖 16 及圖 17 所示，於燒結時將氧元素導入圓筒形成型體之圓筒內側中空部之實施例 1 及實施例 2 中，圓筒形燒結體內側面（圖 16 之（a）及（b））及外側面（圖 17 之（a）及（b））之電子顯微鏡相片並未觀察到有顯著差異，結晶粒子大型成長。燒結時皆並未將氧元素導入圓筒形成型體之圓筒內側中空部，而比較例 2 於圓

筒軸方向之長度小於比較例 3，於比較例 2 中，圓筒形燒結體內側面（圖 16 之（c））及外側面（圖 17 之（c））之電子顯微鏡相片並未觀察到有顯著差異，結晶粒子大型成長。另一方面，燒結時皆並未將氧元素導入圓筒形成型體之圓筒內側中空部，而比較例 3 於圓筒軸方向之長度大於比較例 2，於比較例 3 中，相較於圓筒形燒結體外側面（圖 17 之（d）），圓筒形燒結體內側面（圖 16 之（d））之電子顯微鏡相片觀察到有小型成長且為成長初期階段之結晶粒子。於比較例 3 中，由於圓筒形燒結體內側面之結晶粒子為成長初期階段，故結晶粒子小、不均勻且欠缺平滑性。

【0237】 於實施例 1 及實施例 2 之圓筒形燒結體之圓筒內側面及外側面觀察到有小型不規則粒形（氣泡狀）之孔洞（例如圖 17 之（b）之左上之孔洞）。於比較例 2 及比較例 3 之圓筒形燒結體之圓筒外側面亦觀察到有同樣小型不規則粒形（氣泡狀）之孔洞。無論是觀察結晶粒邊界還是結晶內，皆可觀察到於實施例 1 及實施例 2 之圓筒形燒結體之圓筒內側面以及於比較例 2 及比較例 3 之圓筒形燒結體之及外側面所觀察到之孔洞。

【0238】 以下將說明圓筒形燒結體內側面之孔洞之評價。

【0239】 於實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體中，使用上述方法以電子顯微鏡（SEM）觀察圓筒形燒結體於圓筒軸方向中央部之圓筒內側面及外側面之組織，且量測孔洞之數量及孔洞之面積之等效圓直徑。各個樣品為於圓筒形樣品 110-4 之圓筒內側面 110-4a 沿圓周方向所切出之五個電子顯微鏡觀察用樣品。自各個電子顯

微鏡觀察用樣品觀察 $980\ \mu\text{m} \times 1200\ \mu\text{m}$ 之視野，以算出孔洞之數量及孔洞之面積之等效圓直徑之平均值。以下述算式算出圓筒形燒結體之孔洞之面積 S 之等效圓直徑 L 。

【0240】 算式 1： $L = \sqrt{4S/\pi}$ 。

【0241】 圖 18 表示於實施例 1～實施例 3 及比較例 1～比較例 5 之圓筒形燒結體之圓筒內側面中，孔洞之數量及孔洞之面積之等效圓直徑之平均值。

【0242】 由圖 18 之結果可知，相較於燒結時並未將氧元素導入至圓筒形成型體之圓筒內側中空部之比較例 2～比較例 5 之圓筒形燒結體，燒結時有將氧元素導入至圓筒形成型體之圓筒內側中空部之實施例 1～實施例 3 之圓筒形燒結體於圓筒內側面之孔洞數量較少。圓筒軸方向之長度為 $470\ \text{mm}$ 以下之比較例 1 中，即使並未將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部，其於圓筒內側面之孔洞數量亦較少。實施例 1～3 之圓筒形燒結體之圓筒內側面中，孔洞之面積之等效圓直徑之平均值為 $1\ \mu\text{m}$ 以下。另一方面，比較例 2～5 之圓筒形燒結體之圓筒內側面中，孔洞之面積之等效圓直徑之平均值為 $4\ \mu\text{m}$ 以上。圓筒軸方向之長度為 $470\ \text{mm}$ 以下之比較例 1 中，即使並未將氧元素導入至圓筒形成型體之內側中空部，於圓筒內側面之孔洞之面積之等效圓直徑之平均值亦可為 $1\ \mu\text{m}$ 以下。另外如圖 18 所示，實施例 1～3 及比較例 1～5 之圓筒形燒結體之圓筒外側面所觀察到之孔洞之數量皆可為 4.25×10^{-5} 個/ μm^2 以下，孔洞之面積之等效圓直徑之平均值皆可為 $1\ \mu\text{m}$ 以下。

【0243】 於實施例 1～3 中雖表示 ITO 之結果，但對於由 IZO、

IGZO、AZO 之各種組成分所構成之圓筒軸方向之長度為 600 mm 以上之圓筒形成型體，亦可同樣使用本發明之製造方法進行燒結。其中，於本發明之範圍內能夠隨各個組成分而適當變更製造條件。如此之結果，能夠防止燒結中之圓筒形燒結體之變形、破裂。而且，能夠提升燒結後之圓筒形燒結體之密度。再者，能夠降低燒結後之圓筒形燒結體沿圓筒軸方向之相對密度差異。還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞面積之等效圓直徑。此外，還能夠縮減於燒結後之圓筒形燒結體之圓筒內側面所觀察到之孔洞之數量。

【0244】 然而，本發明並非限定於上述之實施型態，於未脫離要旨之範圍中亦能夠進行適當變更。

【符號說明】

【0245】

100	圓筒形濺射靶件
110、110a、110b	圓筒形燒結體
110-1、110-2、110-3	量測樣品
110-4	圓筒形樣品
110-4a	圓筒內側面
110-4b	圓筒外側面
111	圓筒形成型體
120	空間
130	圓筒基材
140	硬焊材

150	底面
200	燒結工作台
230、230a、230b	氧元素供給口
240	管路
260	擋板
280	開口部
300	腔室

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種圓筒形燒結體，其係一圓筒軸方向之長度為 470 mm 以上的圓筒形燒結體，

於該圓筒軸方向之一圓筒內側面中央部及一圓筒外側面中央部所觀察到之孔洞之面積之等效圓直徑為平均 1 μm 以下，

於該圓筒軸方向之該圓筒內側面中央部及該圓筒外側面中央部所觀察到之孔洞之數量為平均 4.25×10^{-5} 個/ μm^2 以下，

該圓筒內側面中央部及該圓筒外側面中央部所觀察到之孔洞為獨立的至少五個位置之視野各為 1.176 mm^2 所觀察到之孔洞。

【第2項】 如請求項 1 所述之圓筒形燒結體，其中沿該圓筒軸方向之相對密度差異為 0.1 % 以內。

【第3項】 一種濺射靶件，其包括如請求項 1 或 2 所述之圓筒形燒結體，以及配置於圓筒內側中空部之一基材。

【發明圖式】

100

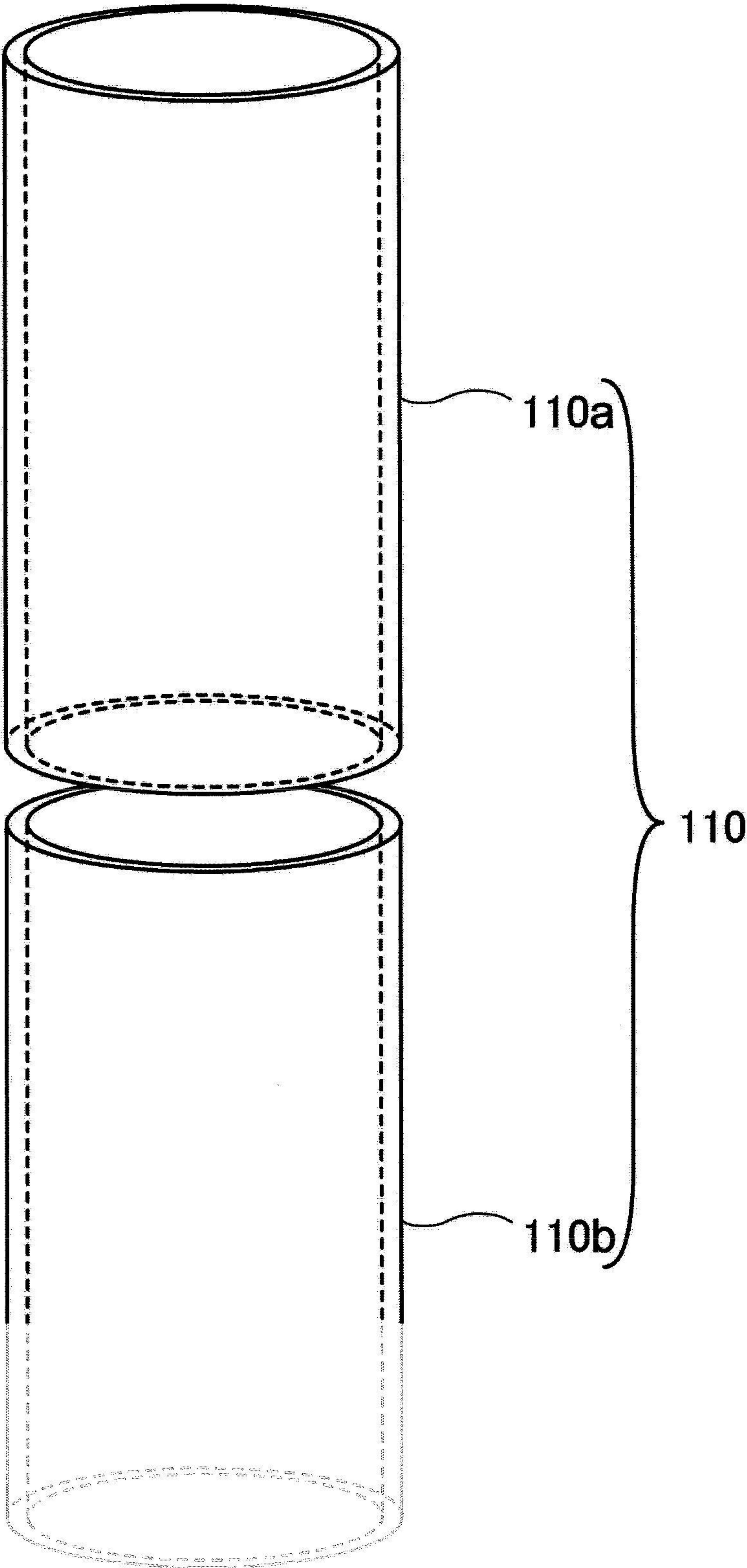


圖 1

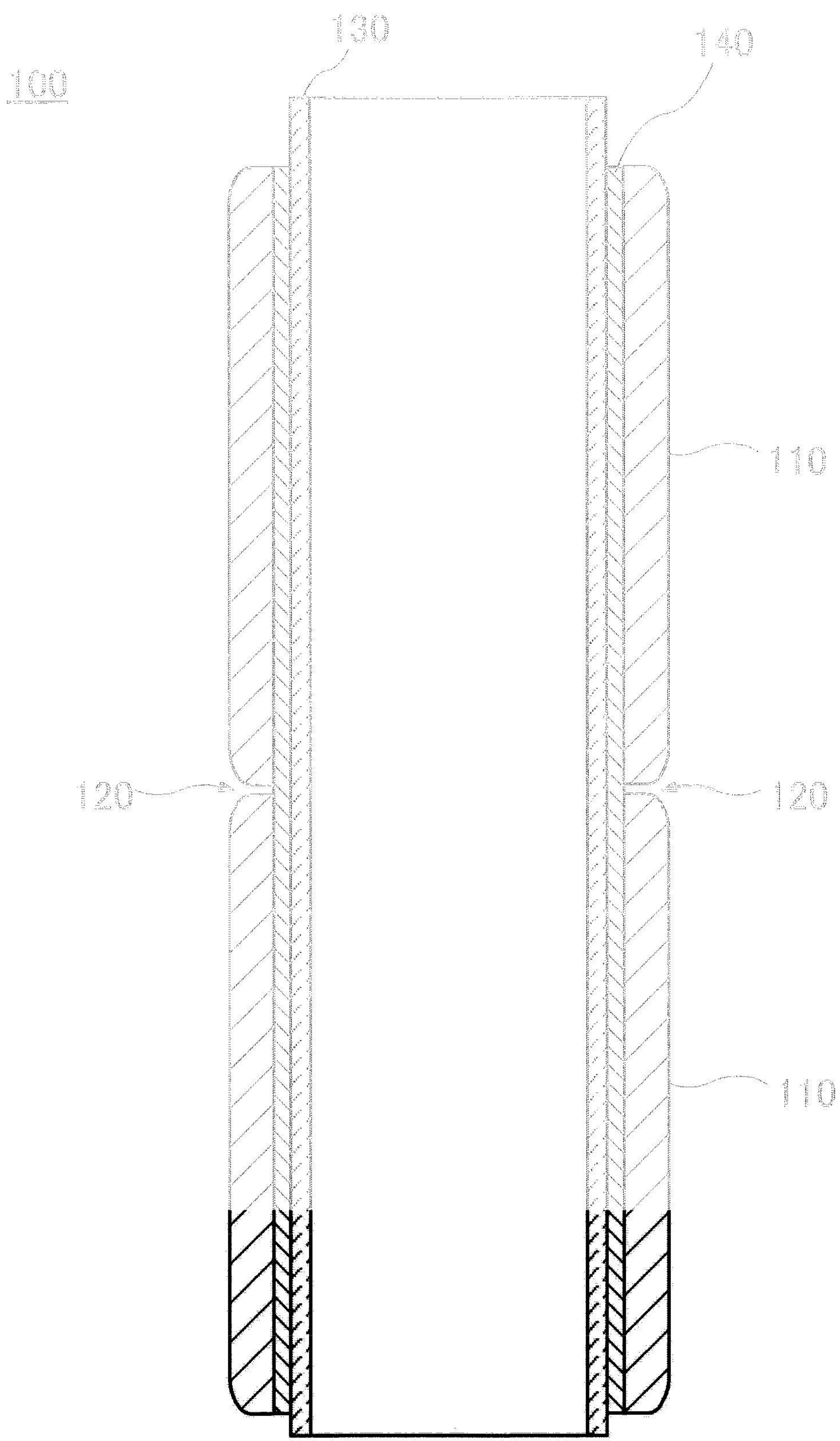


圖 2

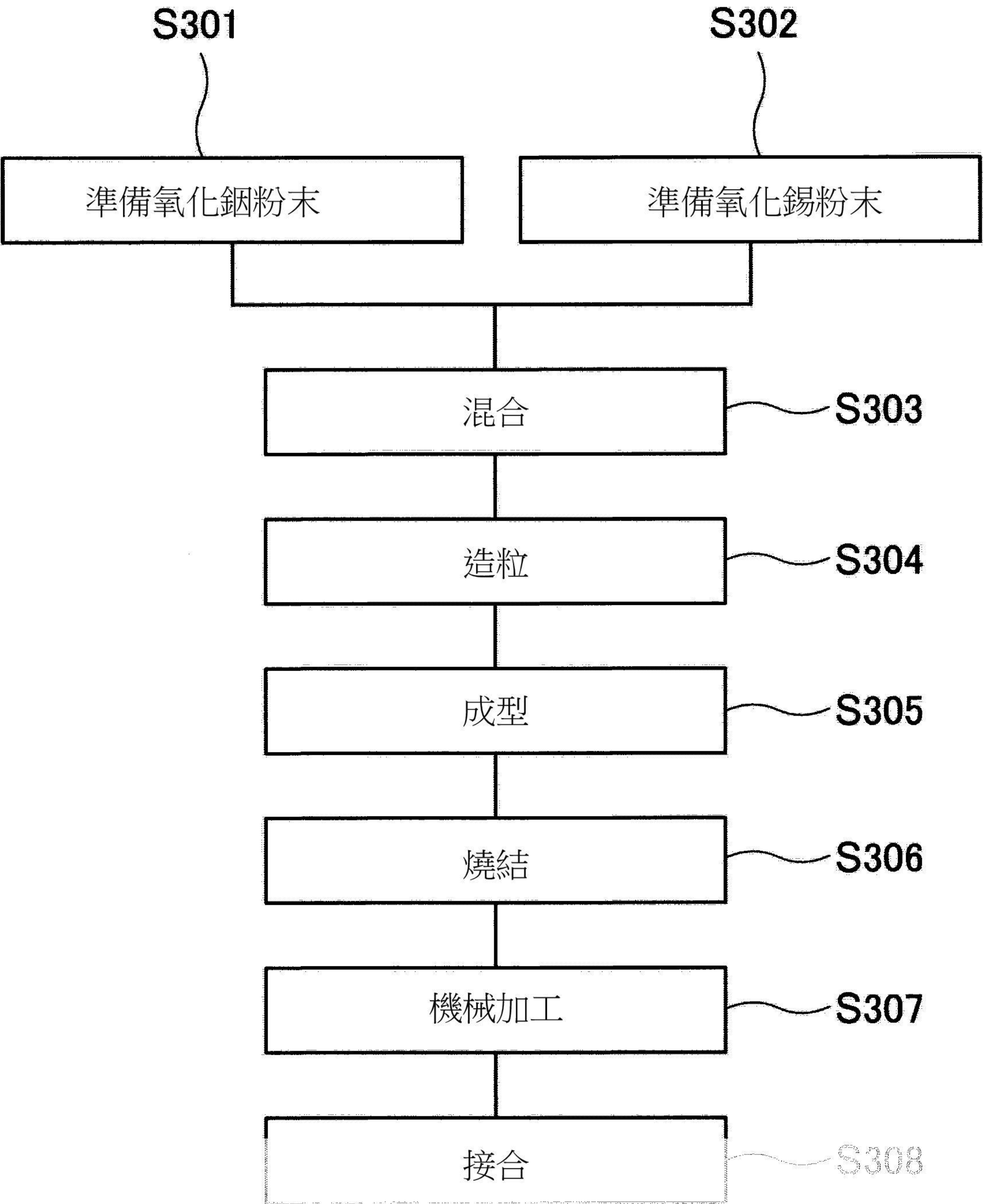


圖 3

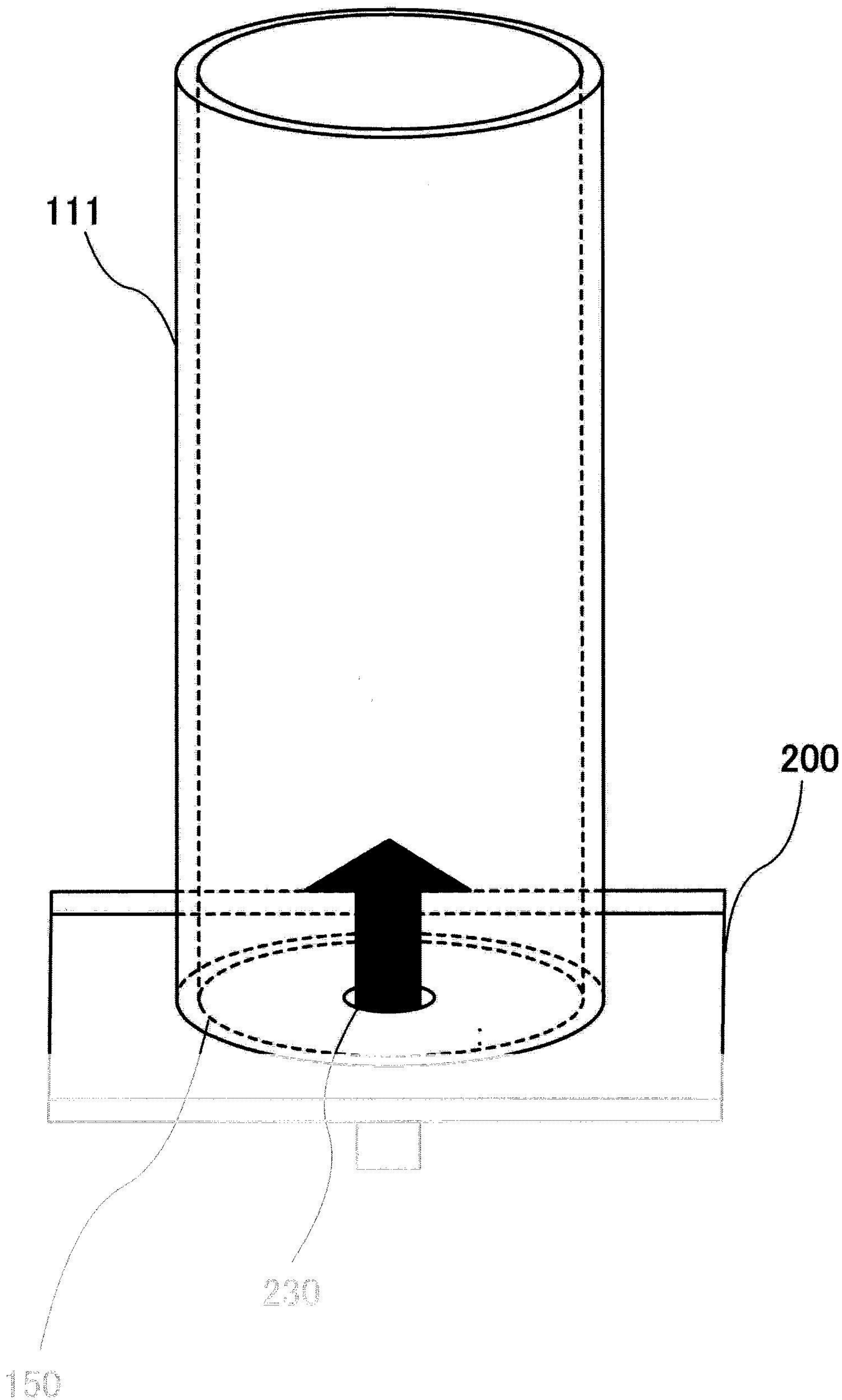


圖 4

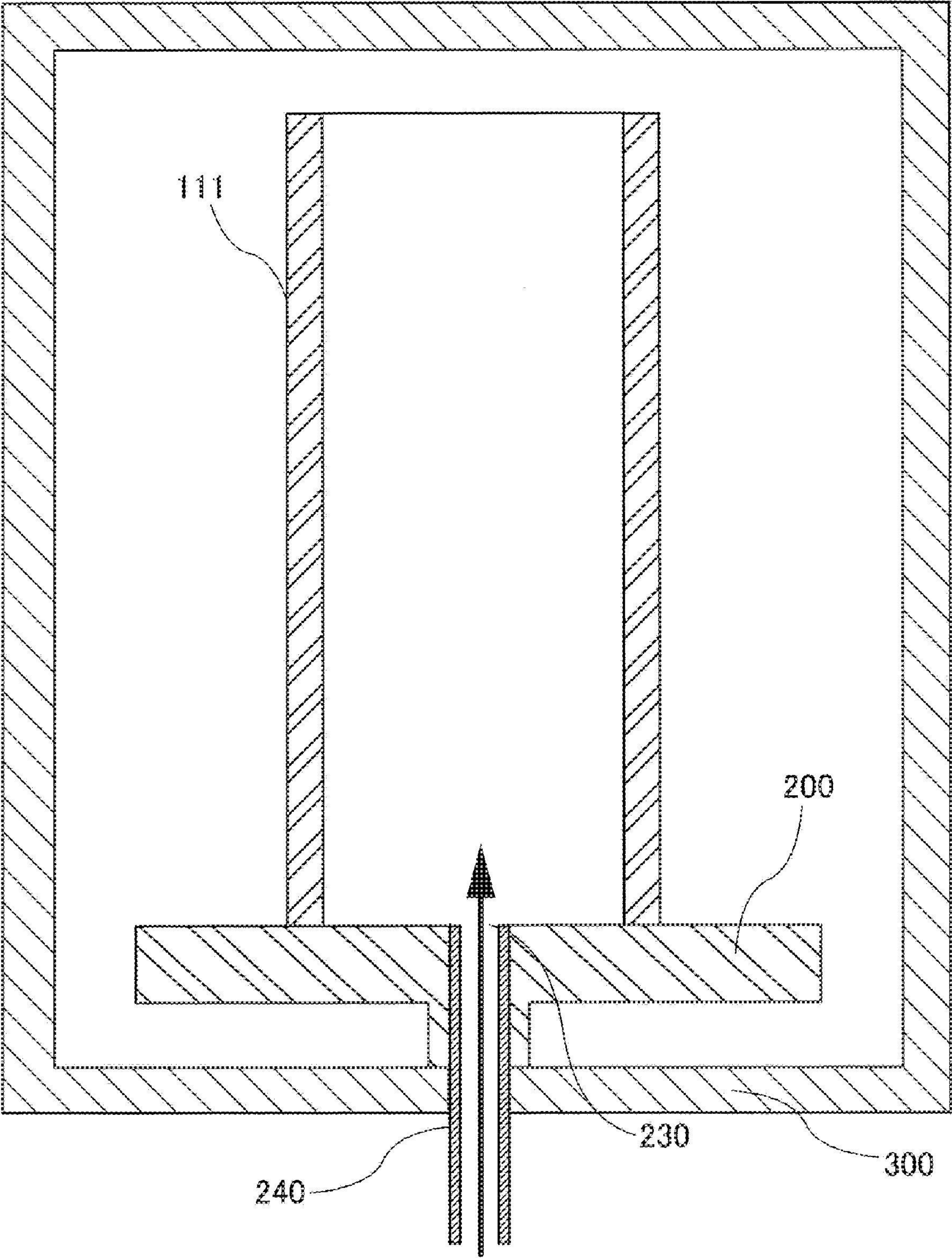


圖 5

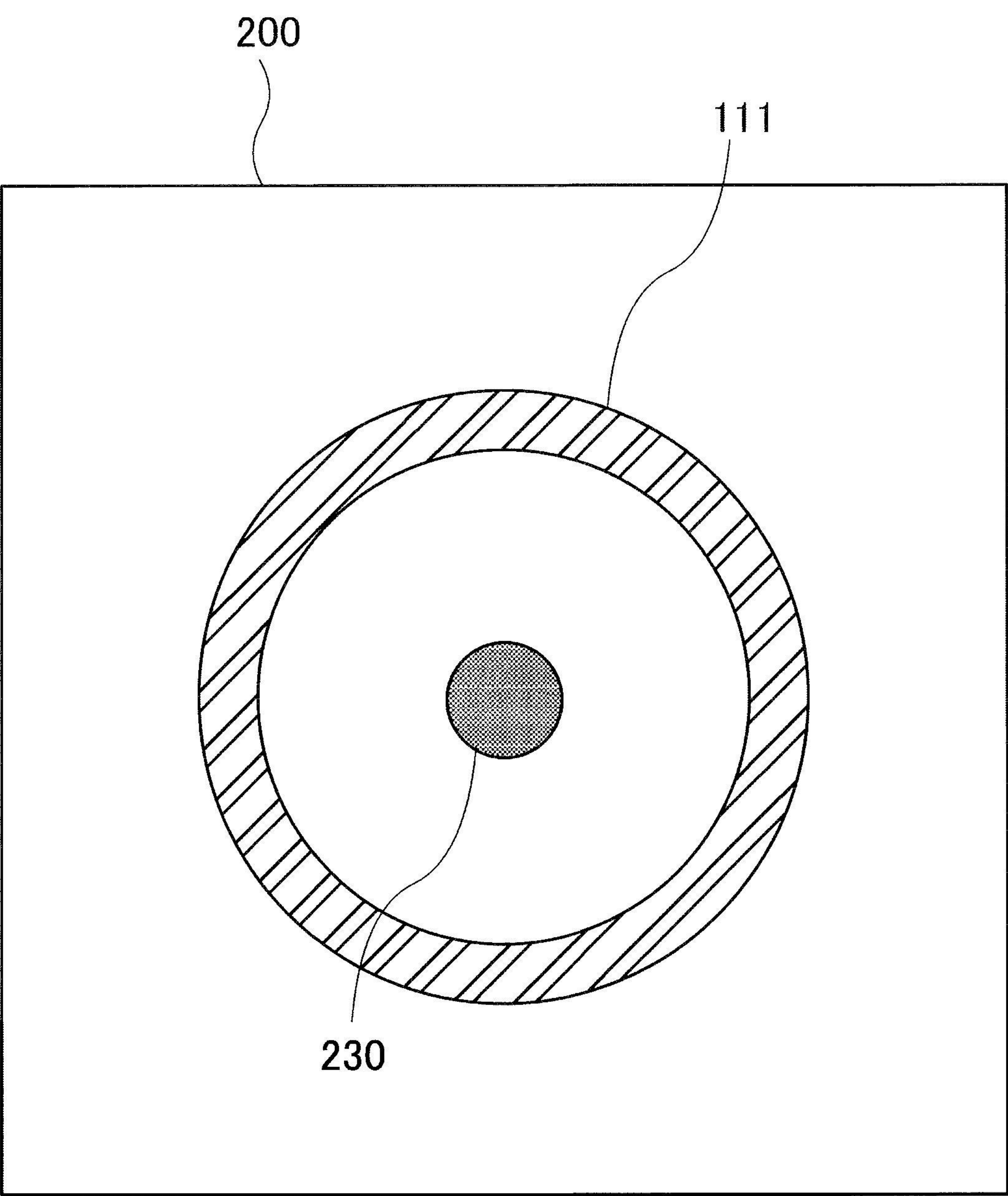


圖 6

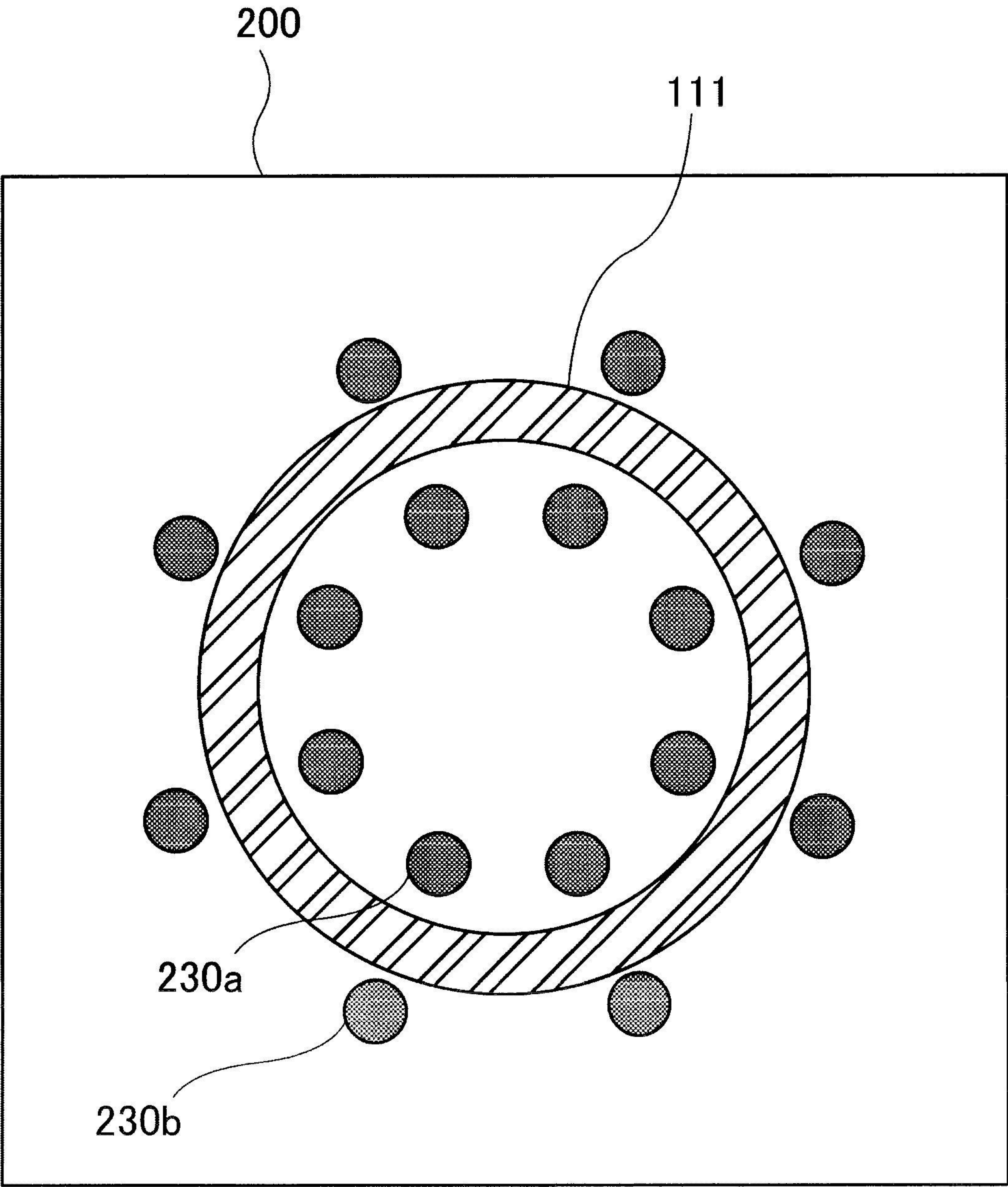


圖 7

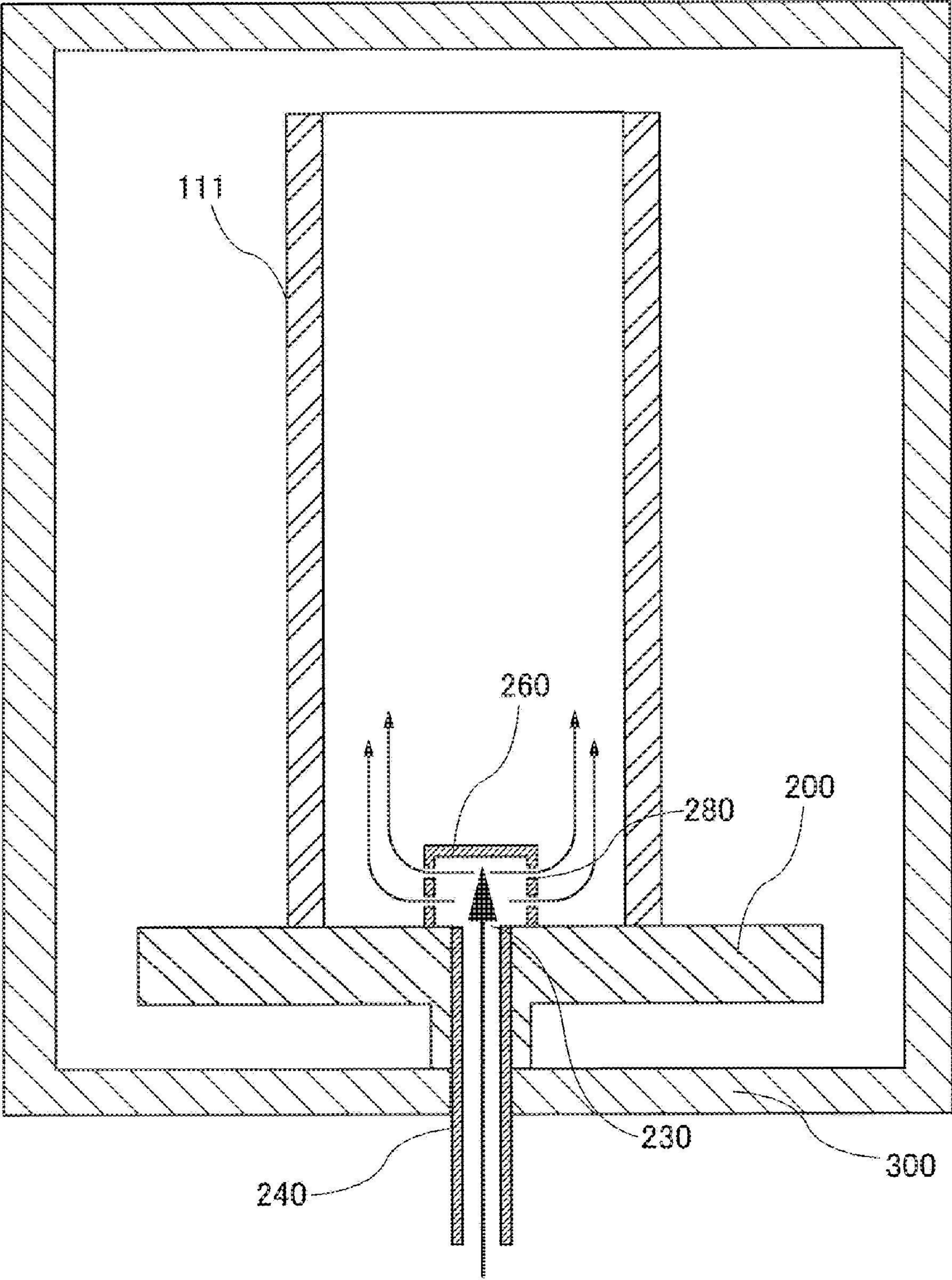


圖 8

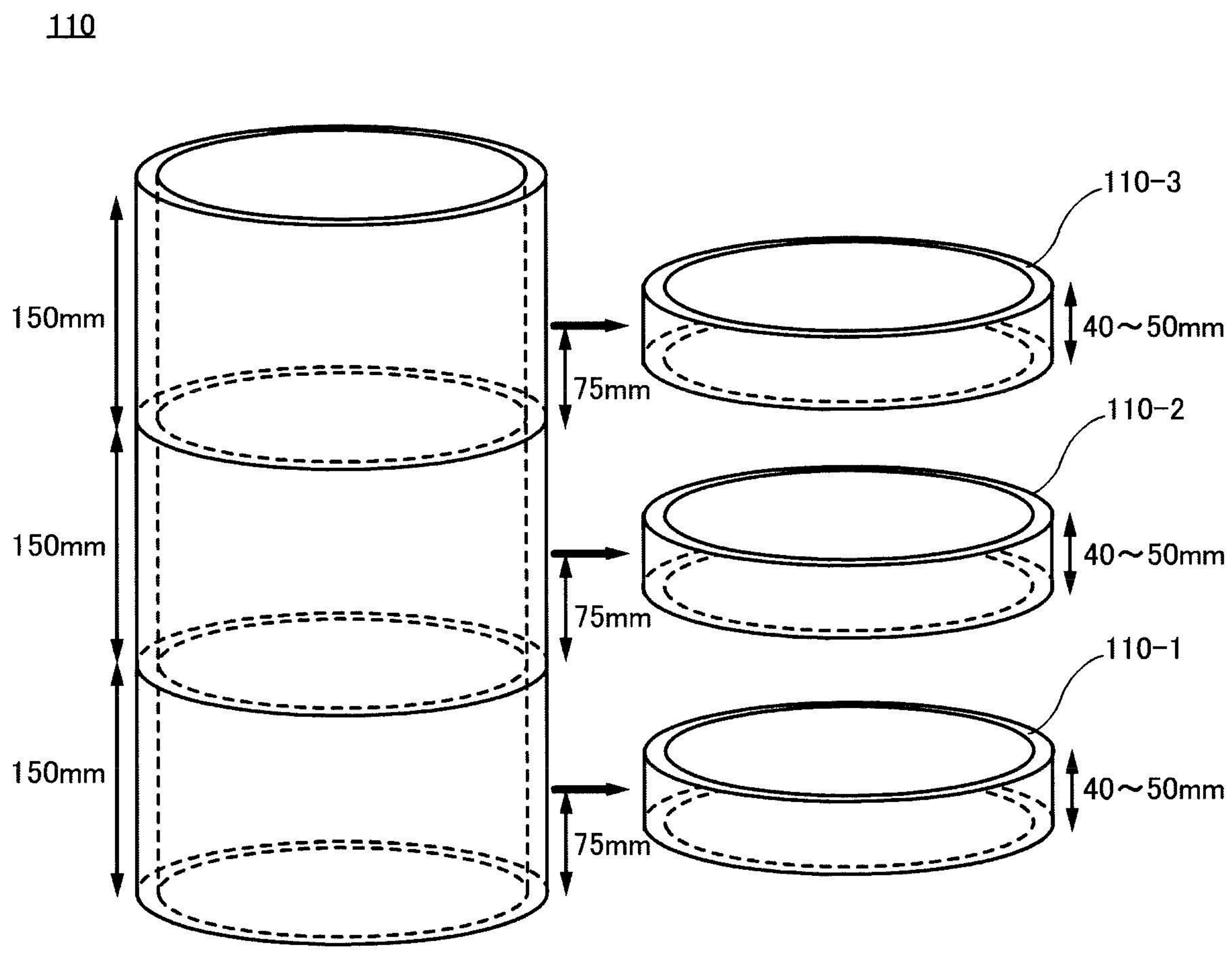


圖 9

事例	長度 (mm)	導入至 內部之 氧元素 (L/min)	密度 (g/cm ³)	密度 (g/cm ³)									相對密 度 (%)	相對 密度 差異 (%)	變形
				150mm	300mm	450mm	600mm	750mm	900mm	1050 mm	1200 mm	1350 mm			
實施例 1	478	50	7.134	7.133	7.134	7.134							99.68	0.014	無
實施例 2	948	100	7.132	7.130	7.131	7.132	7.132	7.132	7.132				99.65	0.028	無
實施例 3	1386	150	7.130	7.130	7.131	7.131	7.131	7.131	7.131	7.131	7.131	7.131	99.62	0.014	無
比較例 1	385	0	7.133	7.133	7.132								99.66	0.014	無
比較例 2	485	0	7.041	7.033	7.040	7.043							98.38	0.140	無
比較例 3	957	0	7.038	7.030	7.034	7.041	7.042	7.042	7.042	7.042			98.34	0.168	變形
比較例 4	1145	0	7.042	7.032	7.038	7.042	7.043	7.045	7.044	7.044	7.044		98.39	0.182	無
比較例 5	1394	0	7.044	7.031	7.035	7.038	7.042	7.045	7.044	7.044	7.048	7.052	98.42	0.336	無

圖 10

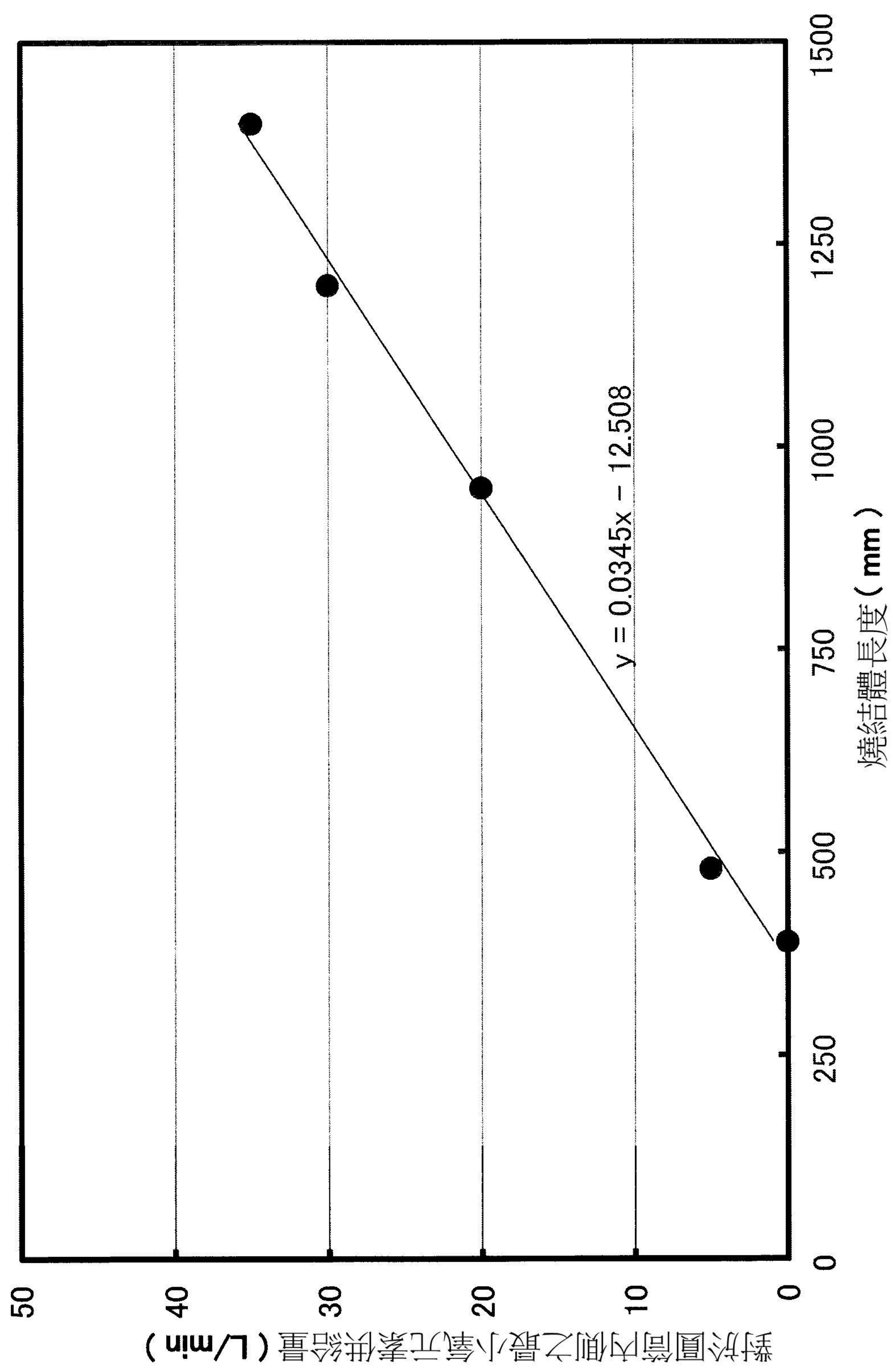


圖 11

事例	長度 (mm)	導入至 內部之 氧元素 (L/min)	塊體 電阻 (mΩ cm)	塊體電阻 (mΩ cm)								
				150mm	300mm	450mm	600mm	750mm	900mm	1050m m	1200m m	1350m m
實施例 1	478	50	0.11	0.11	0.11	0.11						
實施例 2	948	100	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12			
實施例 3	1386	150	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
比較例 1	385	0	0.11	0.11	0.11							
比較例 2	485	0	0.13	0.13	0.13	0.12						
比較例 3	957	0	0.12	0.13	0.13	0.13	0.12	0.12	0.12	0.12		
比較例 4	1145	0	0.12	0.13	0.13	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
比較例 5	1394	0	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12

圖 12

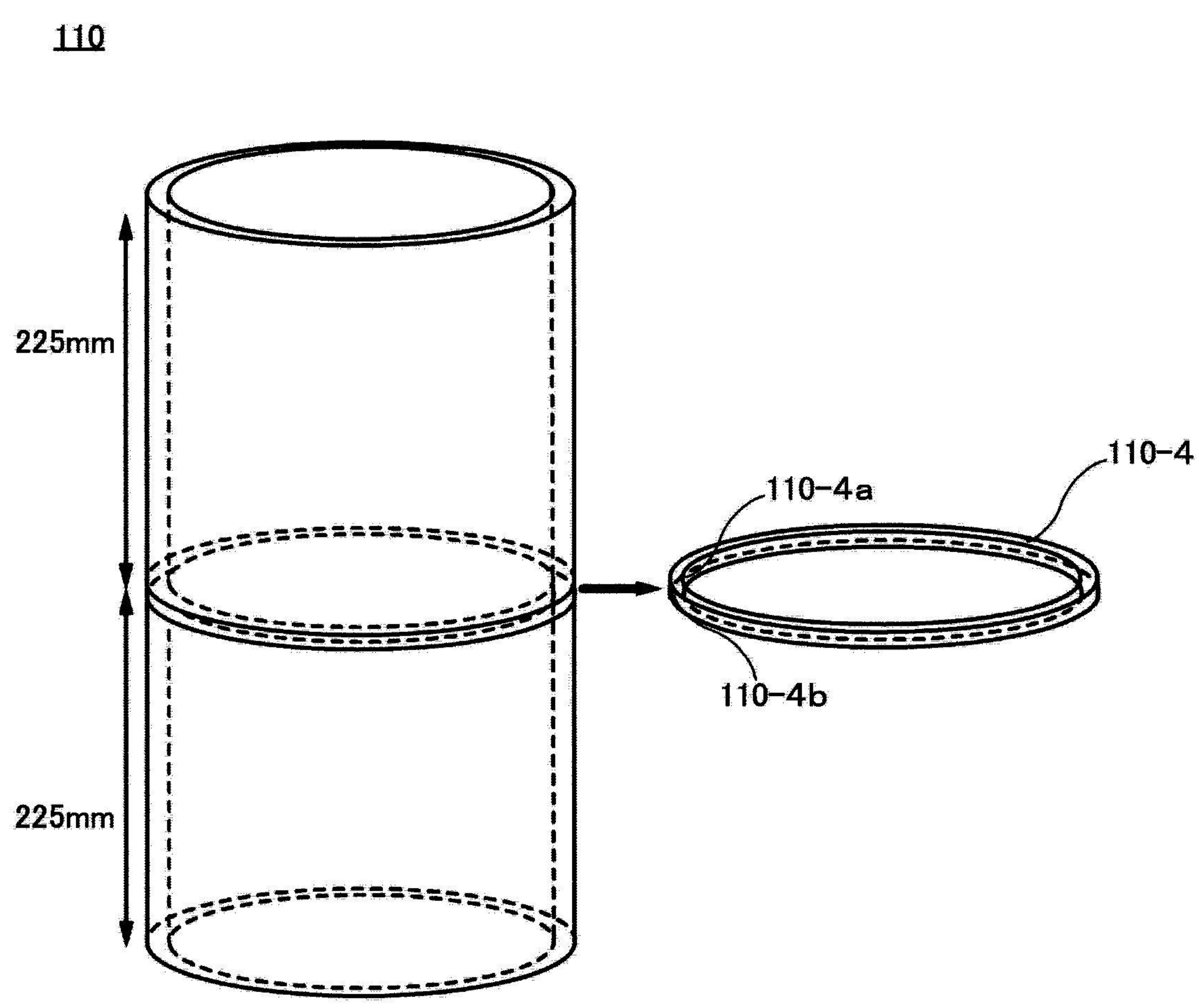


圖 13

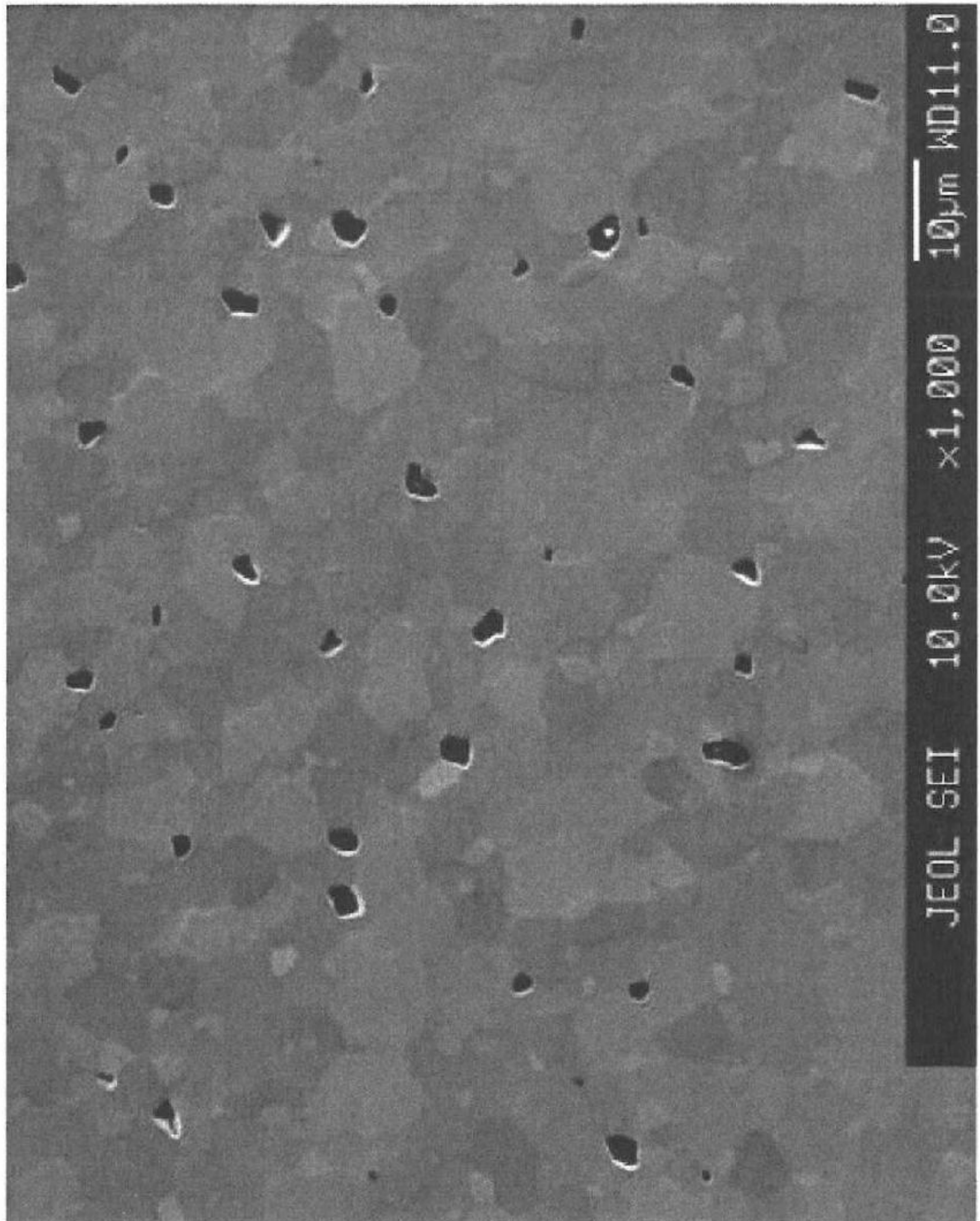
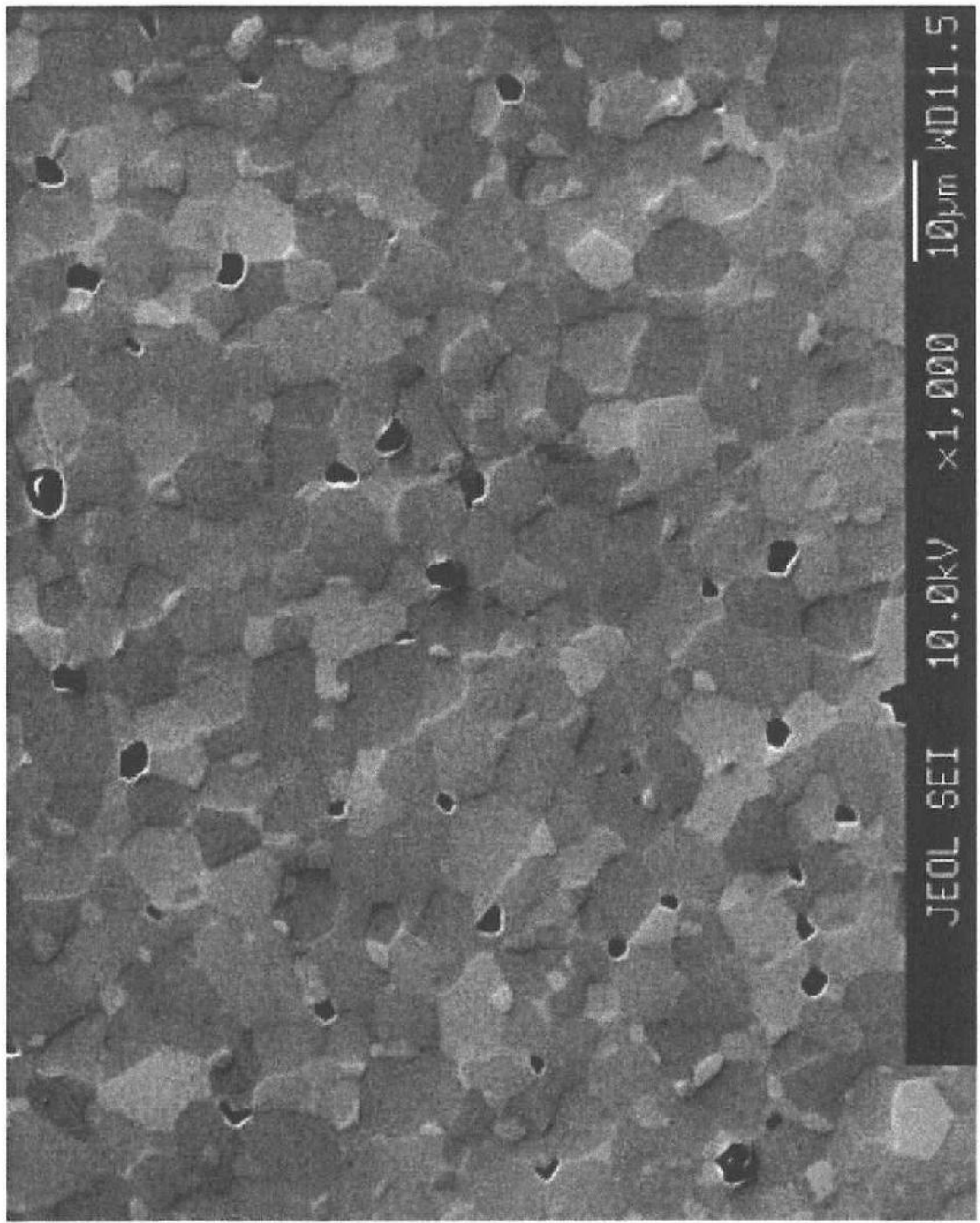
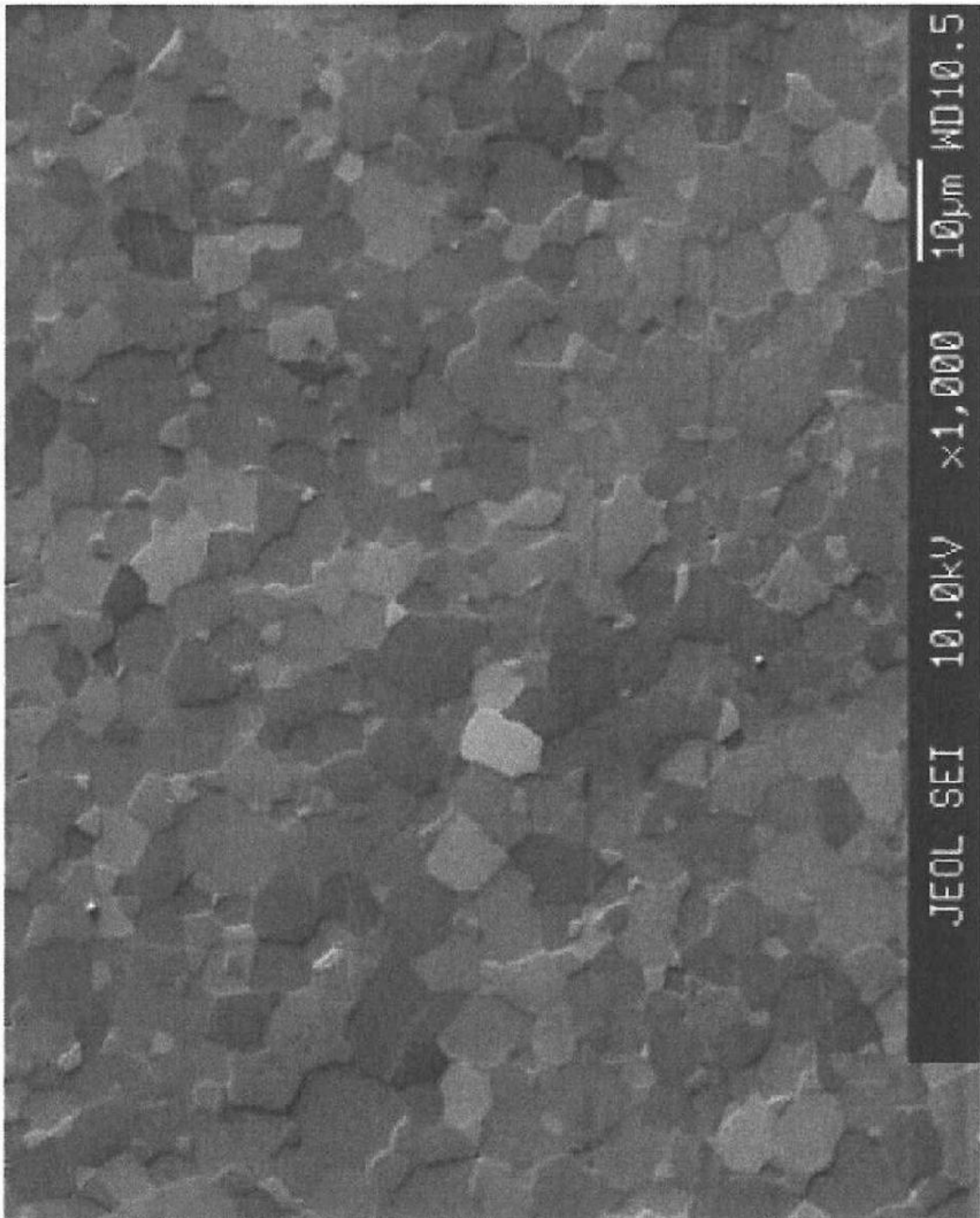
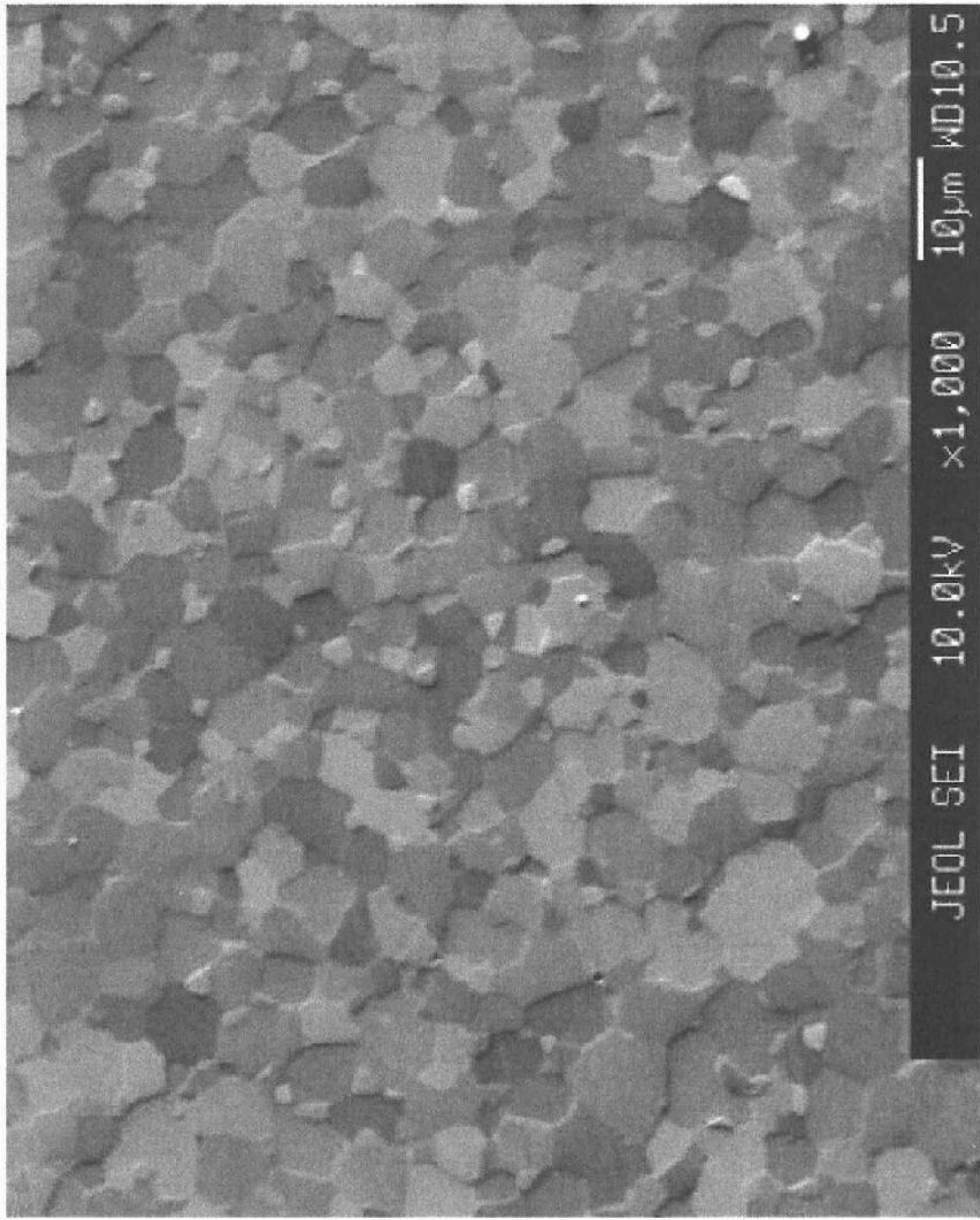
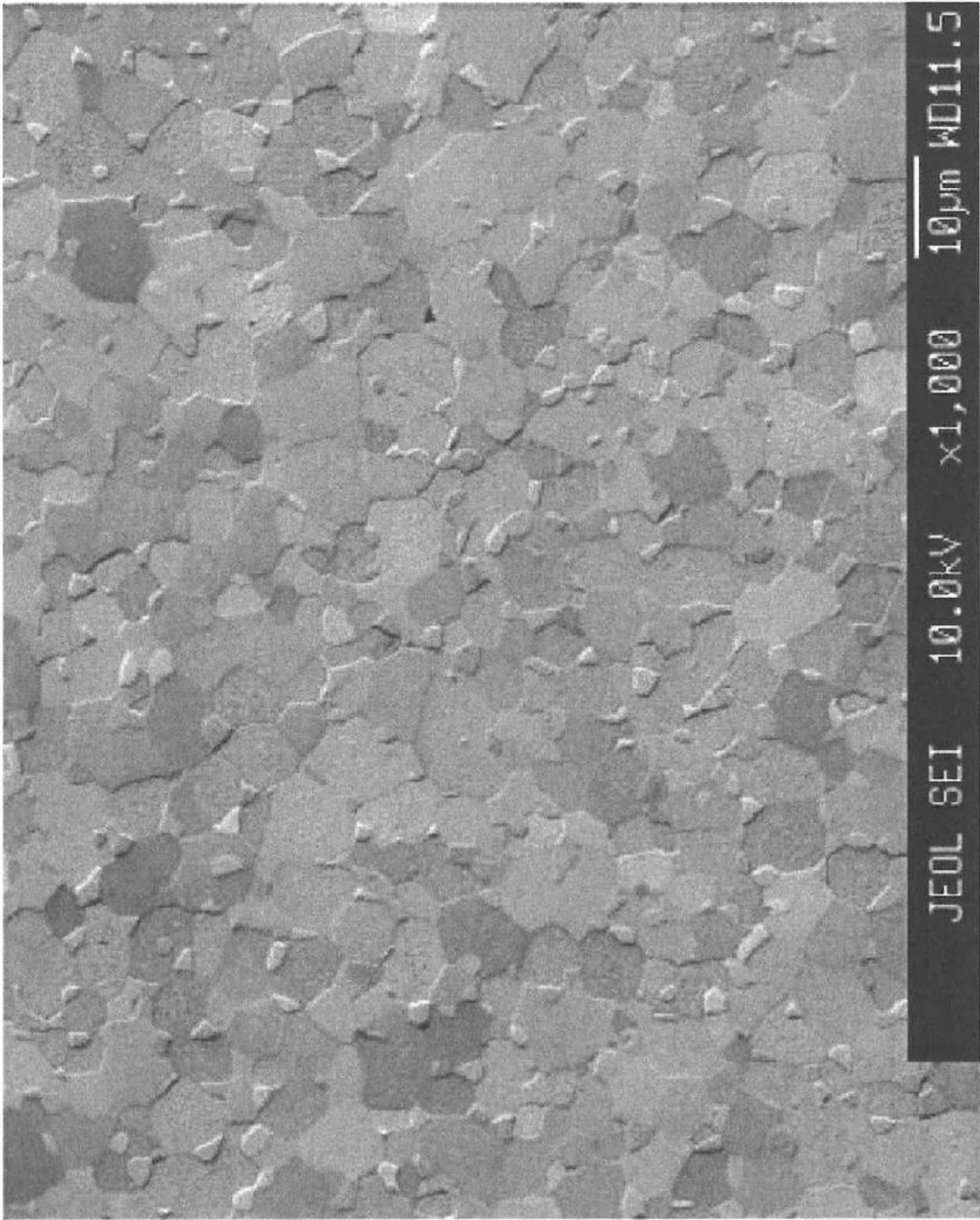
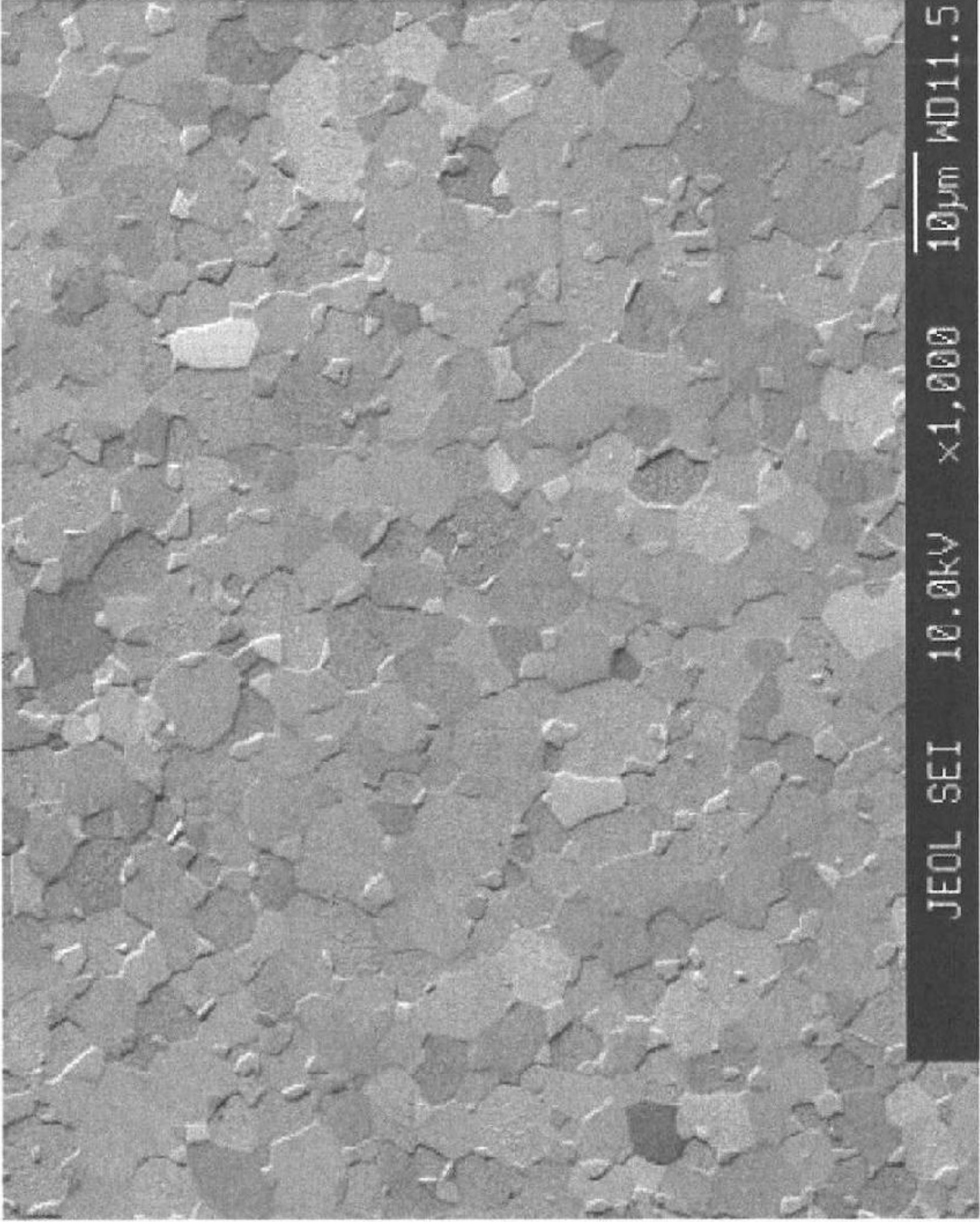


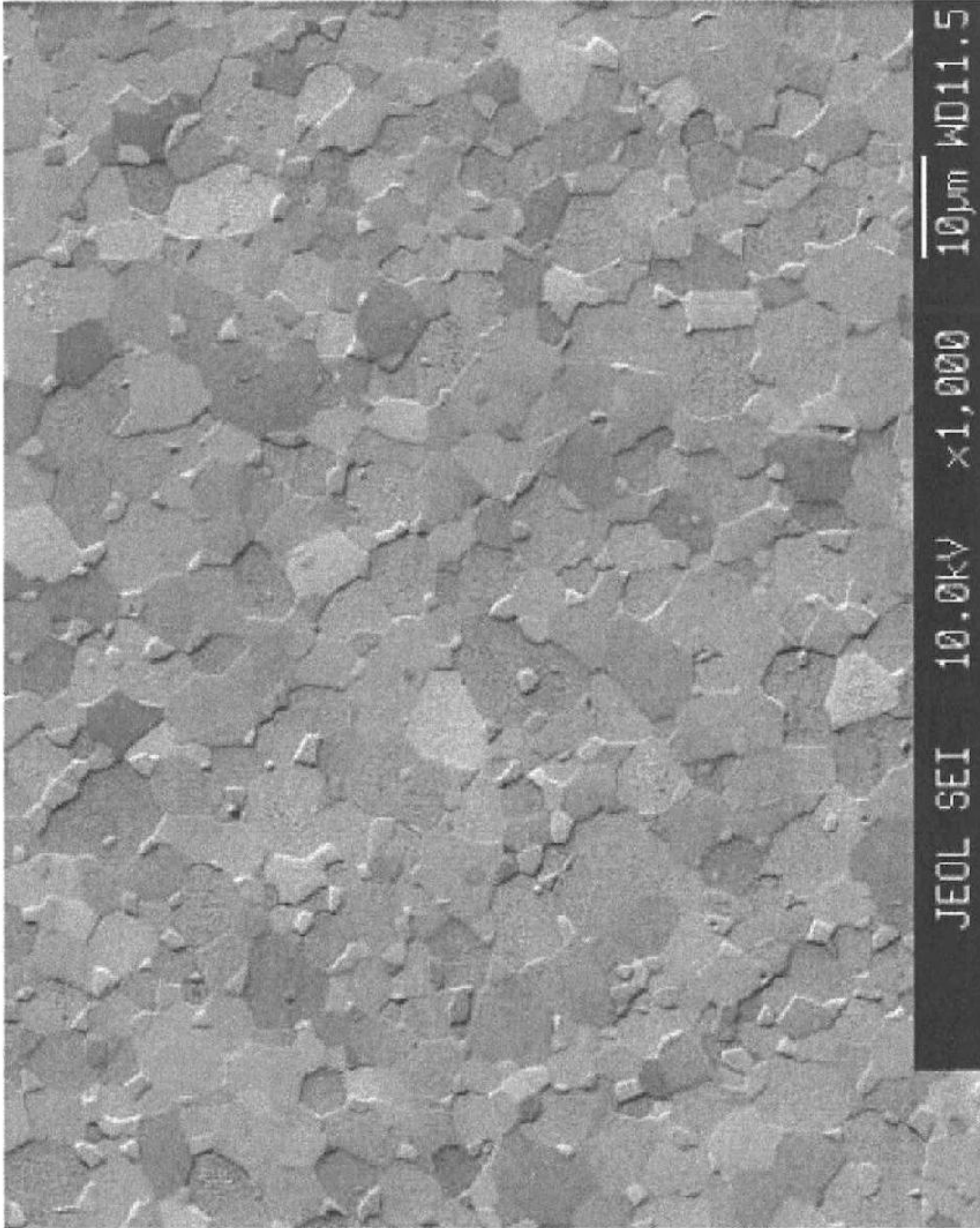
圖 14



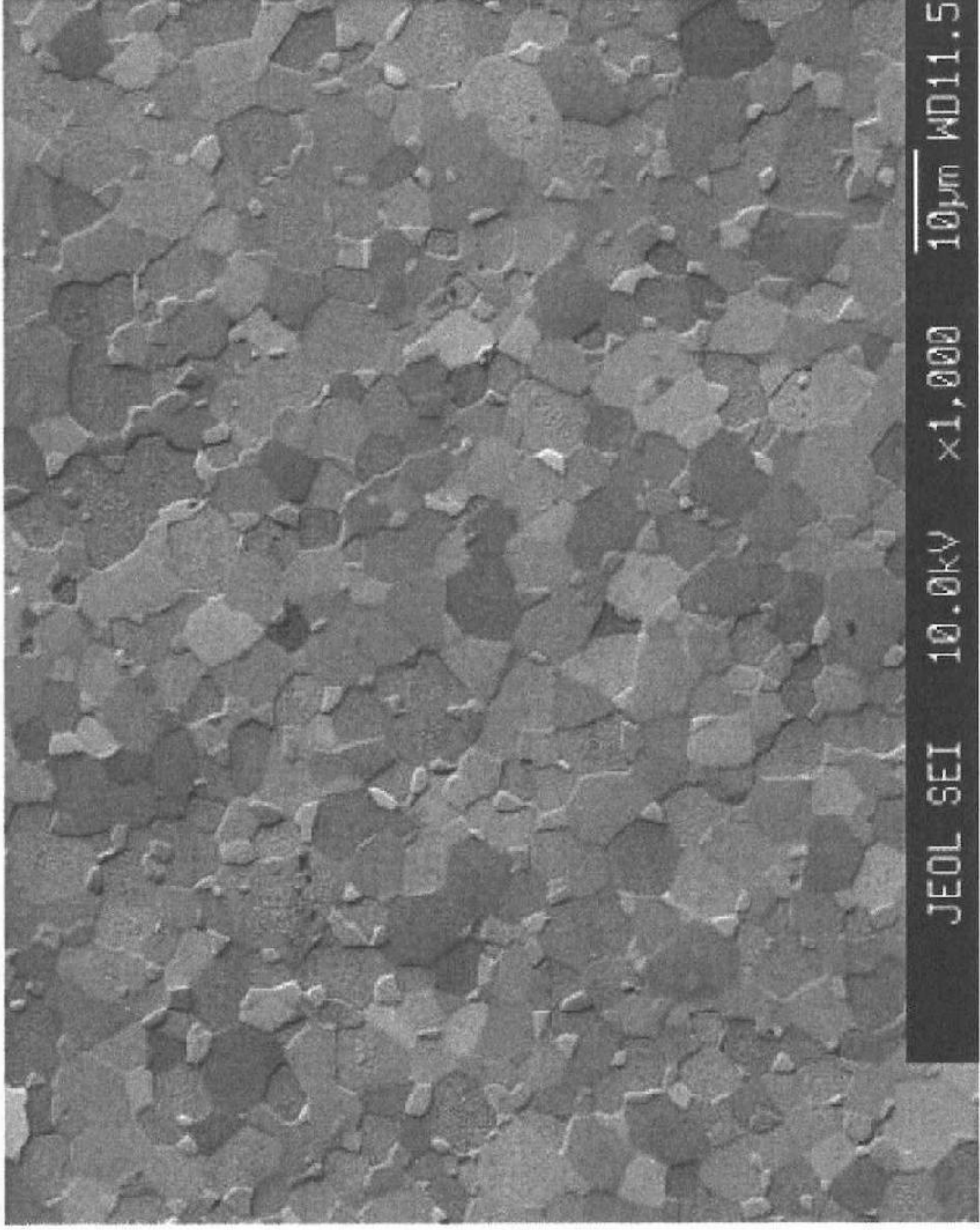
(a)



(b)



(c)



(d)

圖 15

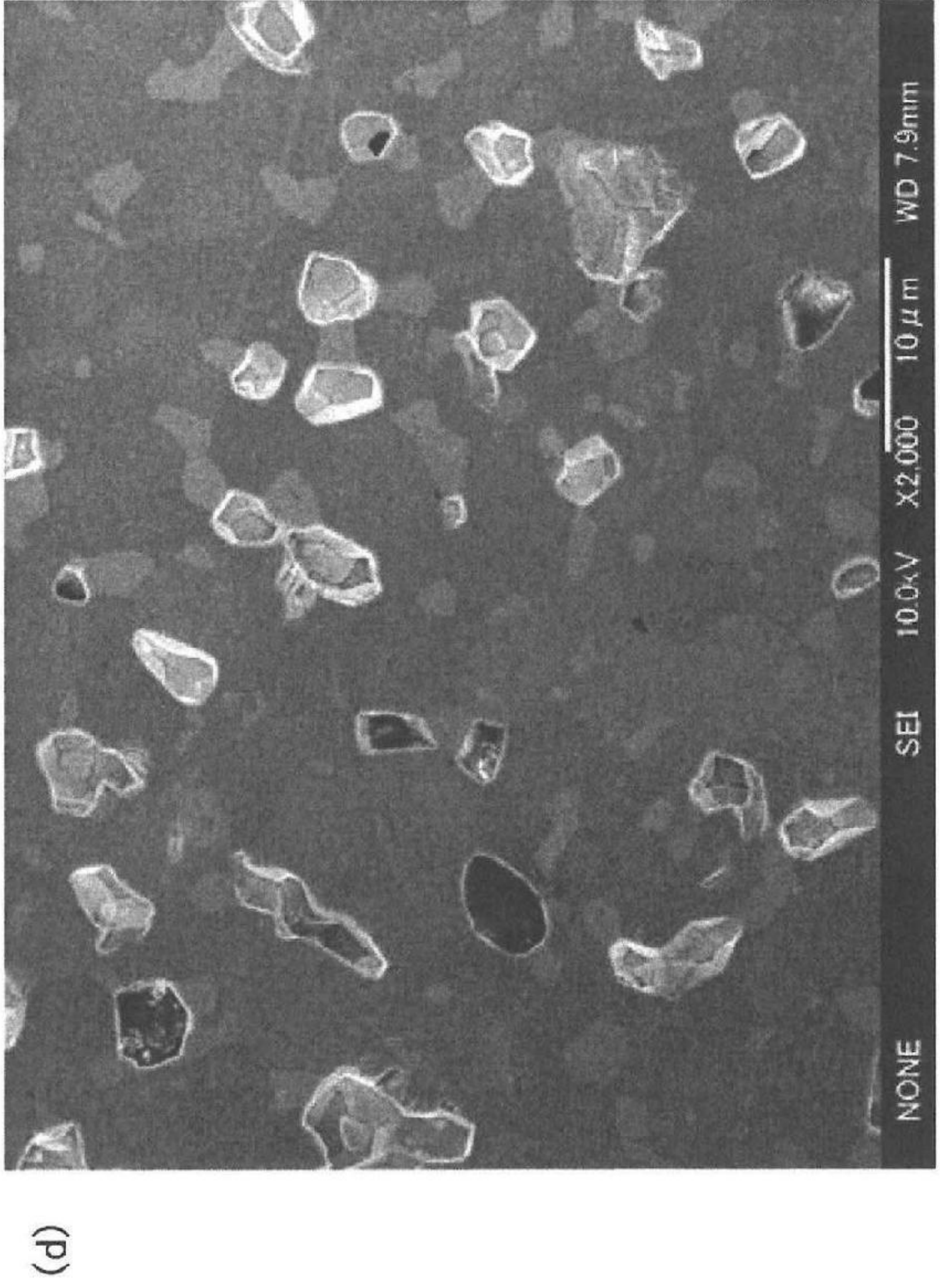
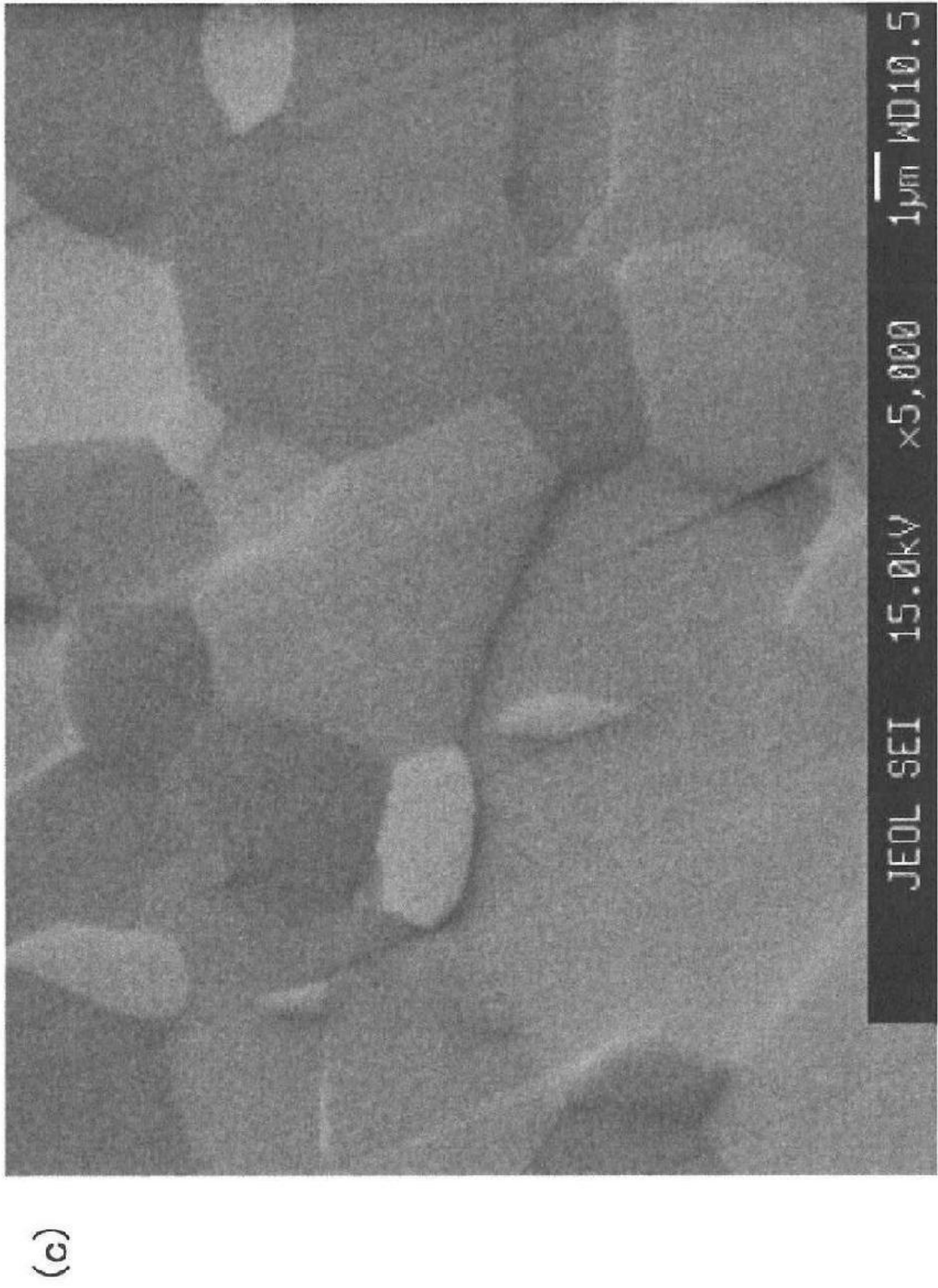
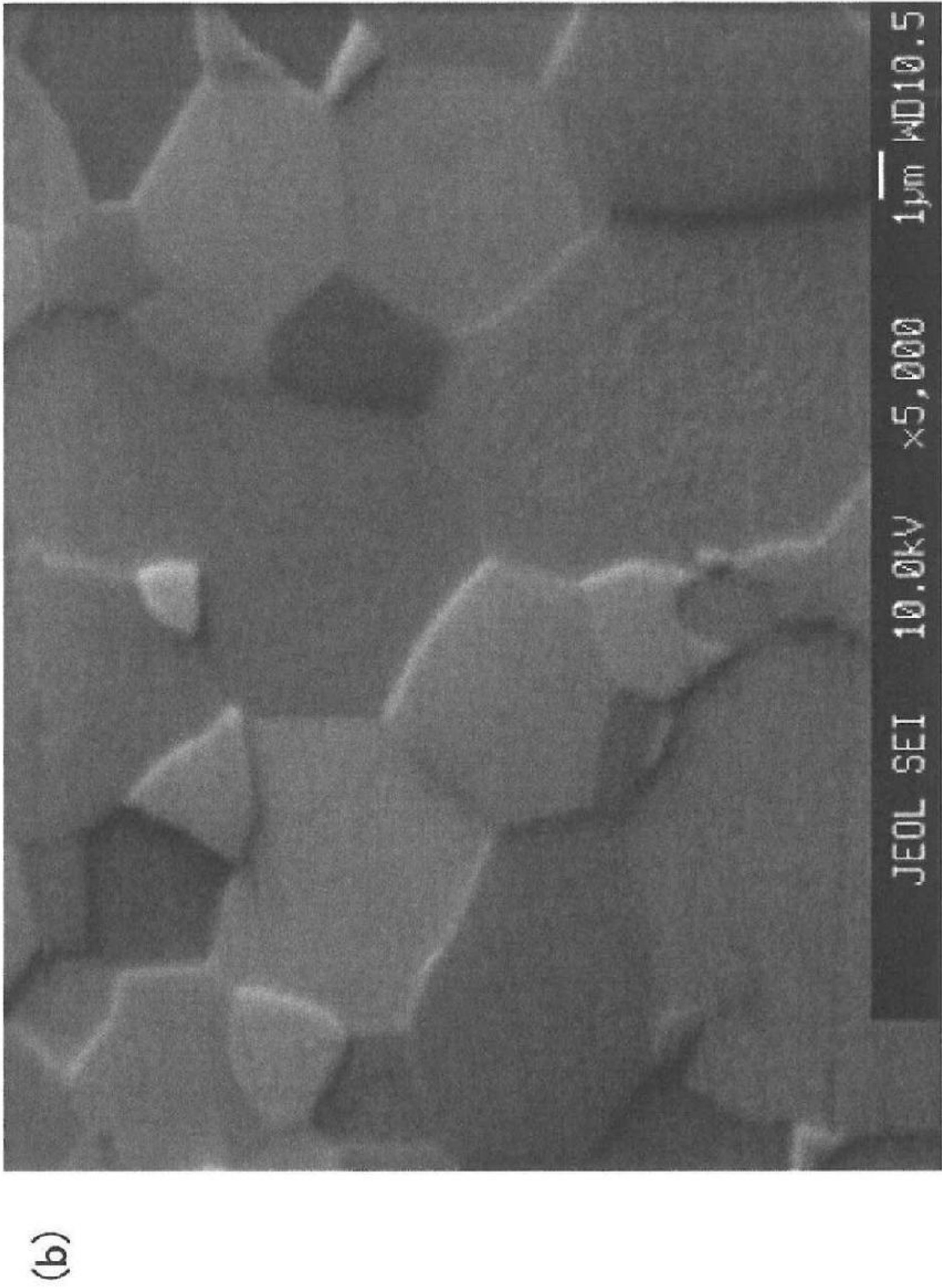
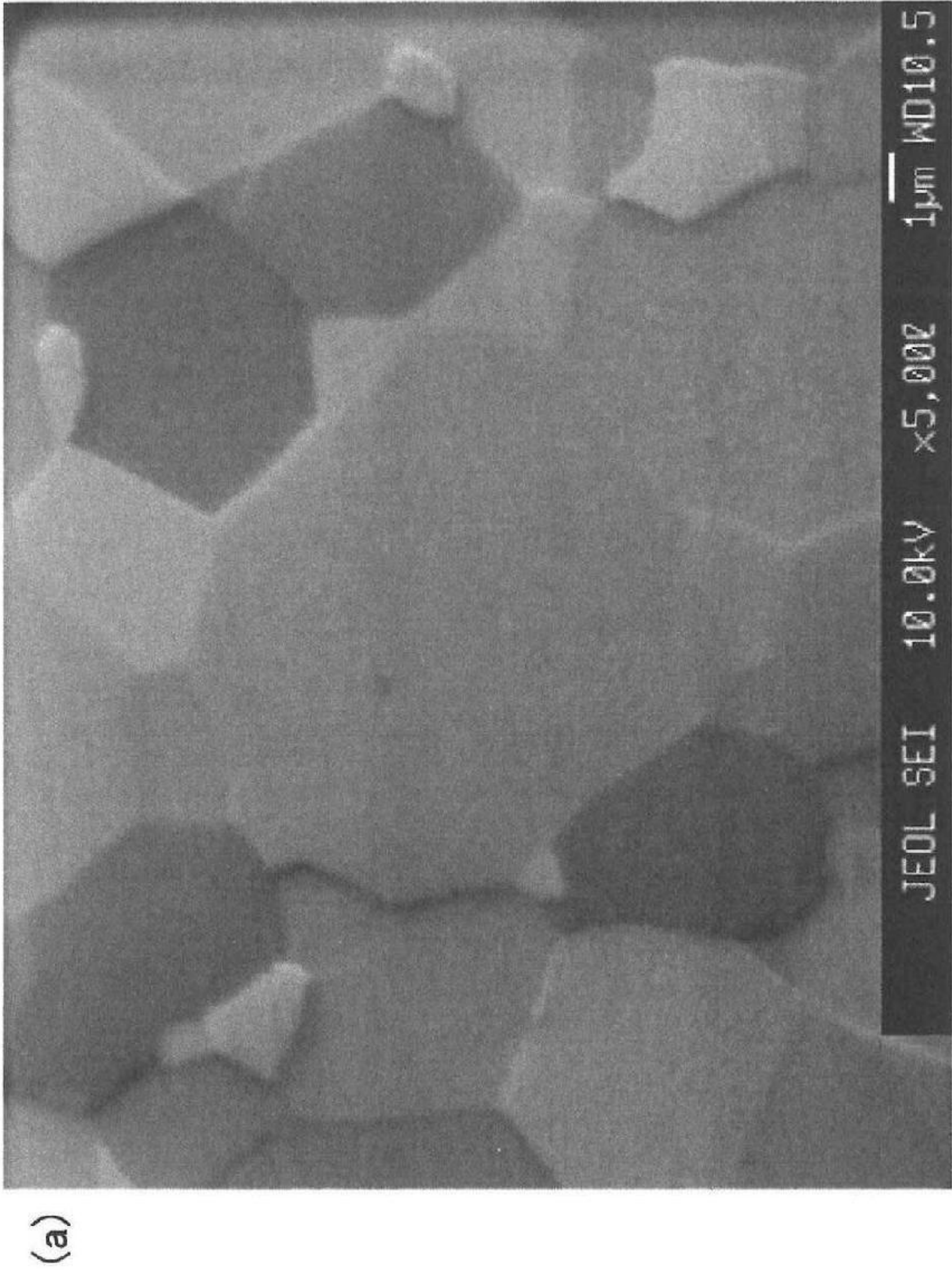
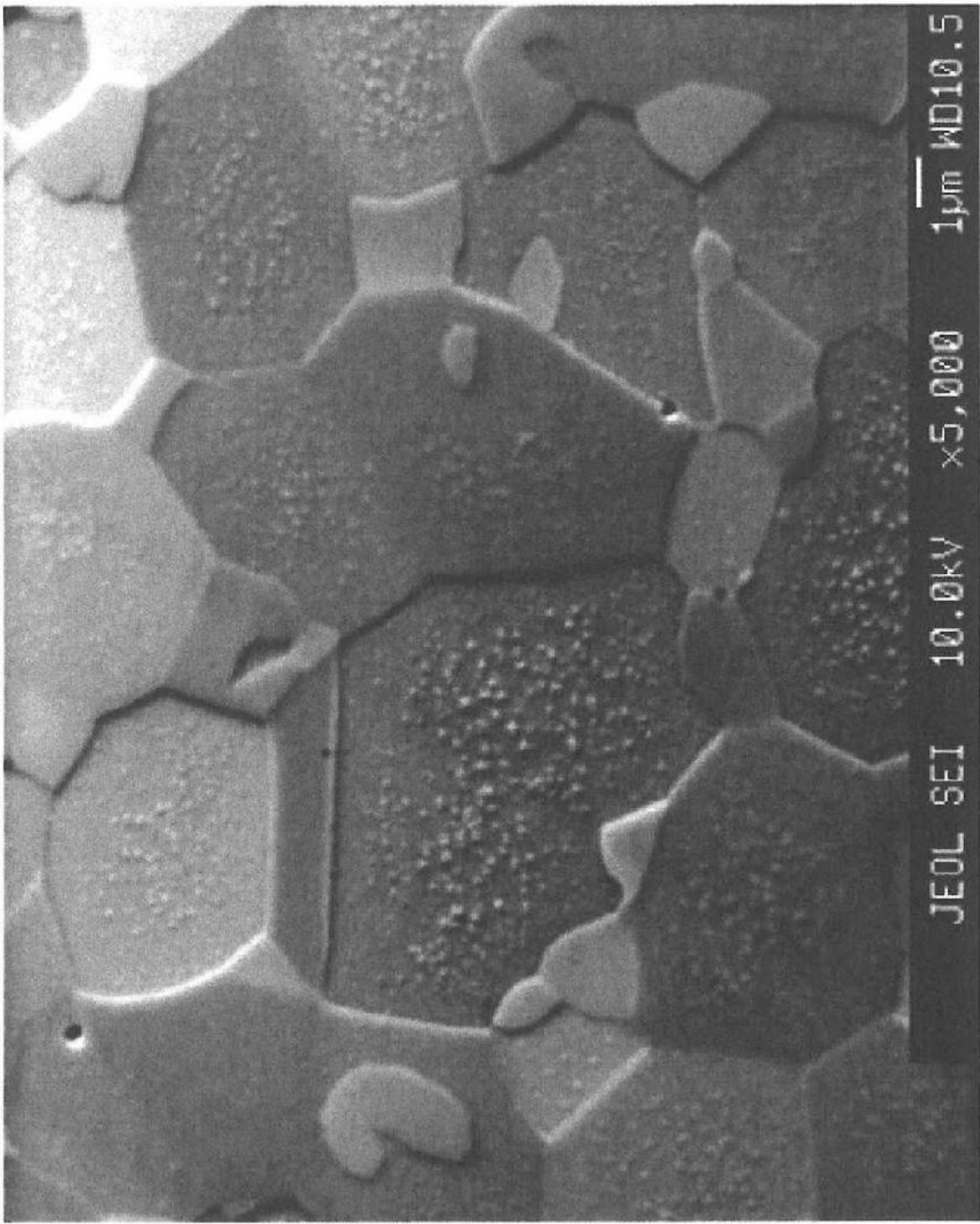
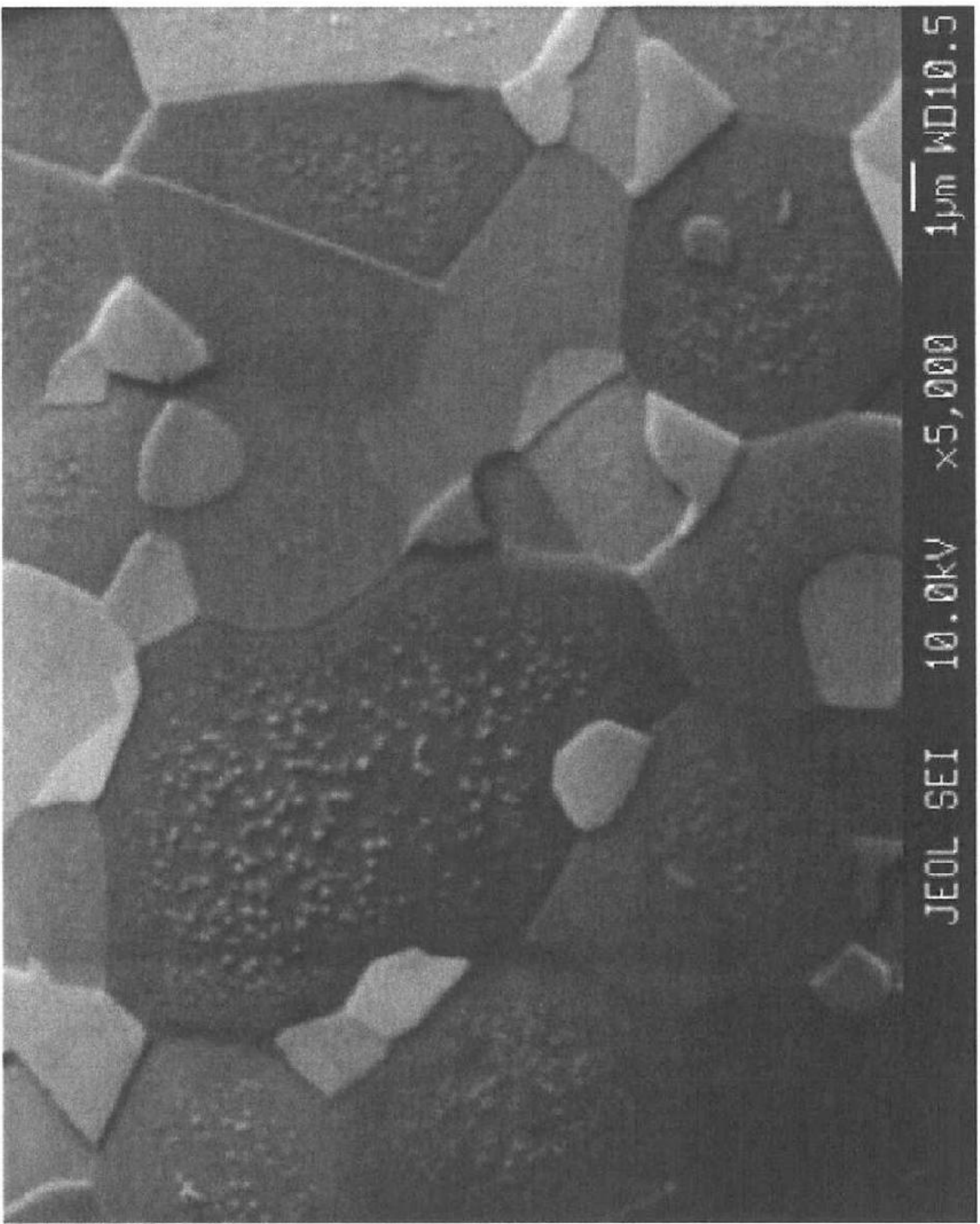


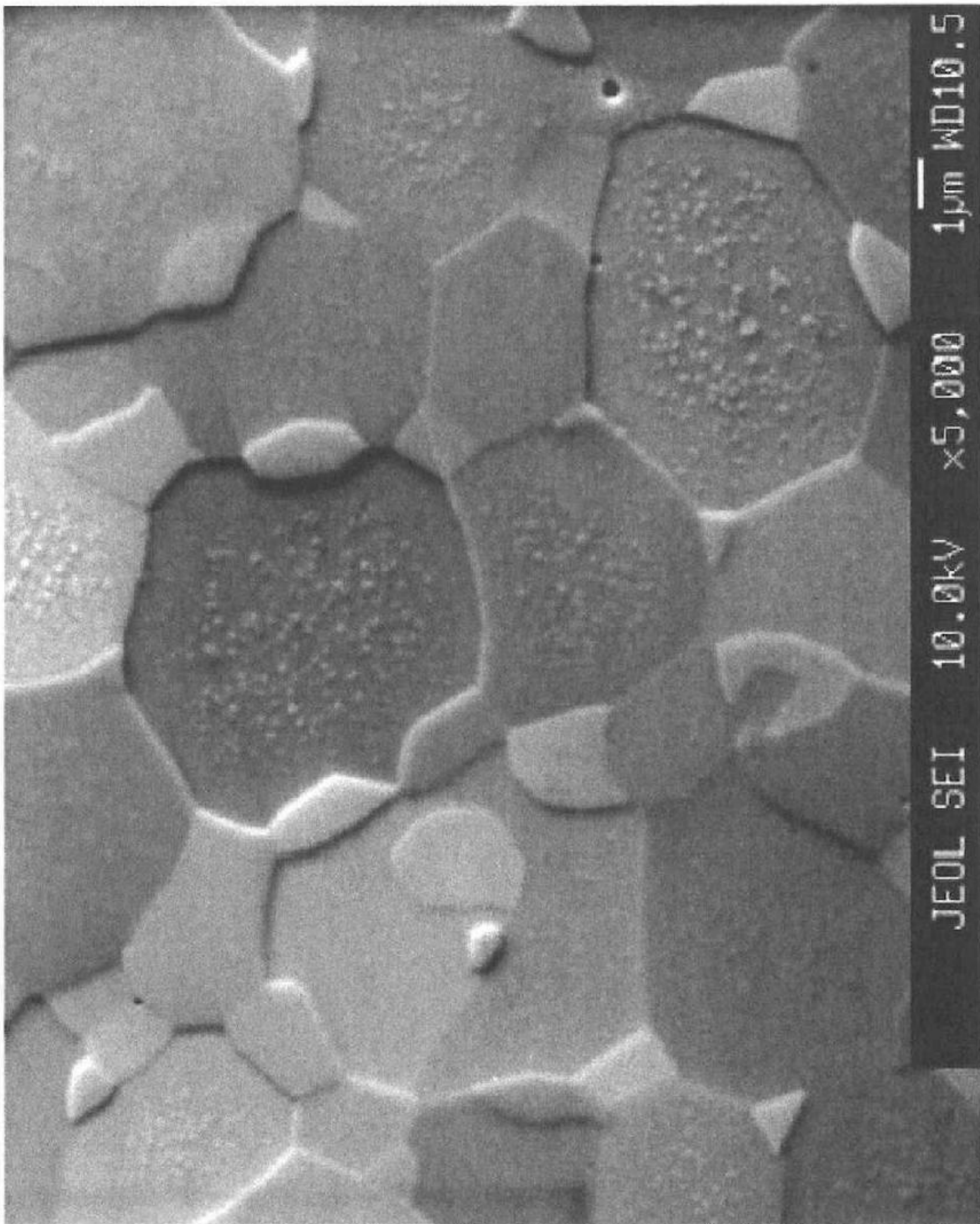
圖 16



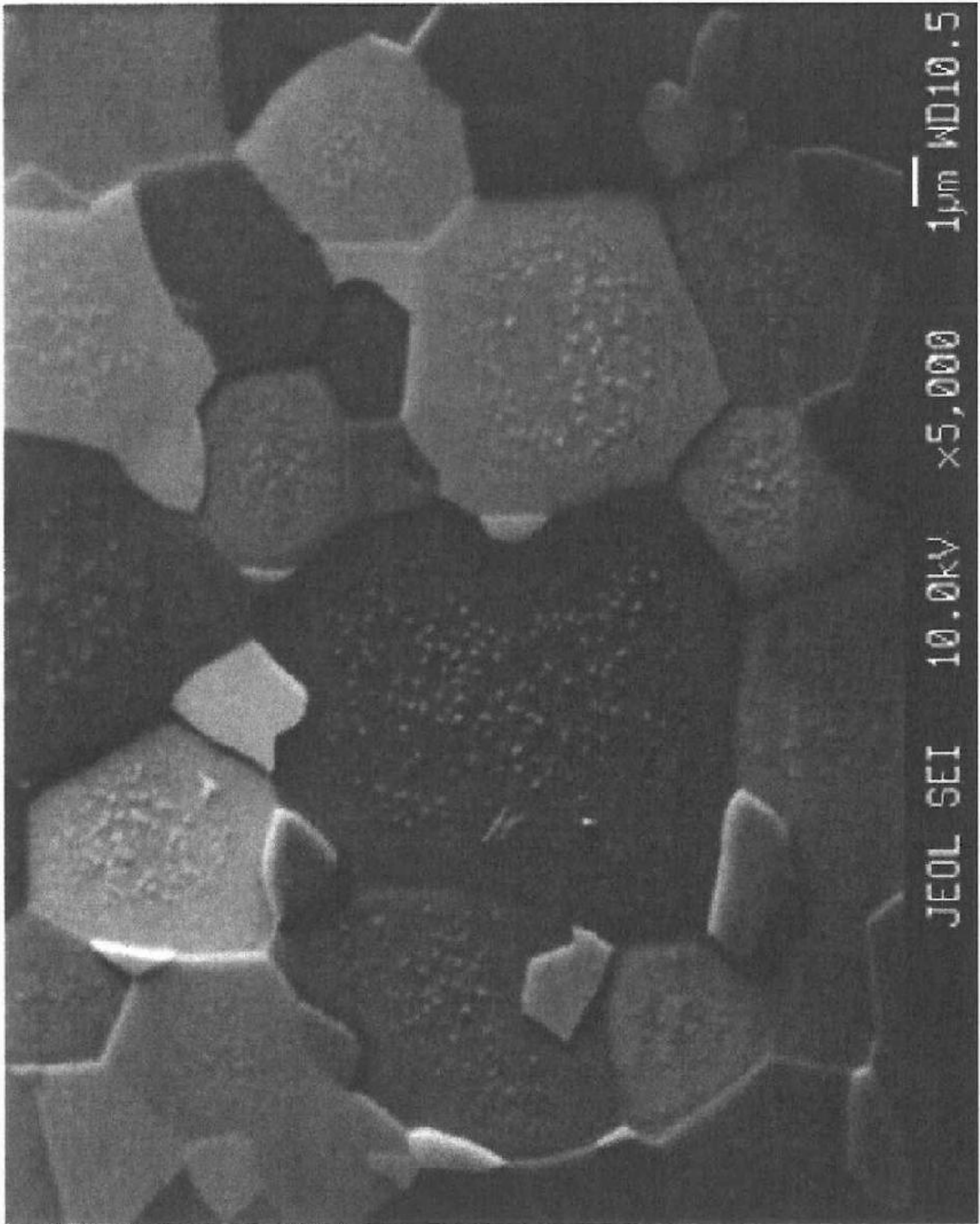
(b)



(d)



(a)



(c)

事例	長度 (mm)	導入之氧元素 (L/min)		內側孔洞之評價		外側孔洞之評價	
		內側	外側	等效圓直徑 (μm)	孔洞數量 (個數/ μm^2)	等效圓直徑 (μm)	孔洞數量 (個數/ μm^2)
實施例 1	478	50	0	0.1	1.3×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}
實施例 2	448	100	0	0.1	1.5×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}
實施例 3	1386	150	0	0.3	2.0×10^{-5}	0.1	1.5×10^{-5}
比較例 1	385	0	100	0.1	1.3×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}
比較例 2	485	0	100	4.8	8.0×10^{-5}	0.1	1.5×10^{-5}
比較例 3	957	0	100	5.3	8.9×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}
比較例 4	1145	0	100	4.1	8.3×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}
比較例 5	1394	0	100	4.5	7.4×10^{-5}	0.1	1.4×10^{-5}

圖 18