

申請日期	91 年 11 月 28 日
案 號	91134642
類 別	C14/08

A4
C4

200300455

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	MgO沉積材料及其製造方法
	英 文	
二、發明 人	姓 名	(1) 櫻井英章 (2) 豐口銀二郎 (3) 黑光祥郎
	國 籍	(1) 日本國茨城縣那珂郡那珂町向山一〇〇二番地一四三三菱綜合材料(株) 總合研究所 那珂研究中心內
	住、居所	(2) 日本國茨城縣那珂郡那珂町向山一〇〇二番地一四三三菱綜合材料(株) 總合研究所 那珂研究中心內
		(3) 日本國茨城縣那珂郡那珂町向山一〇〇二番地一四 三菱綜合材料(株) 總合研究所 那珂研究中心內
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 三菱綜合材料股份有限公司 三菱マテリアル株式会社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都千代田區大手町一丁目五番一號
	代 表 人 姓 名	(1) 西川章

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期：

案號：

，☐有 ☐無主張優先權

日本	2001 年 11 月 30 日	2001-367344
日本	2001 年 11 月 30 日	2001-367345
日本	2001 年 11 月 30 日	2001-367346
日本	2001 年 11 月 30 日	2001-367347
日本	2002 年 11 月 19 日	2002-335649
日本	2002 年 11 月 19 日	2002-335650
日本	2002 年 11 月 19 日	2002-335651
日本	2002 年 11 月 19 日	2002-335652

☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權
☒有主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係有關 MgO 沉積材料及其製造方法，尤指在關於採用於 AC 型電漿顯器示面板之 MgO 膜的成膜等較合適的技術。

背景技術

向來，MgO 係耐熱性優越，主要被使用作坩堝或耐火磚等的耐熱材料，為提高其機械強度乃有添加燒結助劑等被嘗試著。此種技術，已知有例如專利之文獻 1~3 等所記載。

以下列舉文獻。

專利文獻 1：日本特開平 07-133149 號公報、

專利文獻 2：日本專利第 2961389 號公報、

專利文獻 3：日本特開平 07-102988 號公報、

專利文獻 4：日本特開平 11-213875 號公報、

專利文獻 5：日本特開平 05-311412 號公報、

專利文獻 6：日本特開平 10-291854 號公報、

專利文獻 7：日本特開平 10-297955 號公報、

專利文獻 8：日本特開平 10-297956 號公報、

專利文獻 9：日本特開平 11-29857 號公報、

專利文獻 10：日本特開平 11-29355 號公報、

專利文獻 11：日本特開 2000-6317 號公報、

專利文獻 12：日本特開平 09-235667 號公報、

非專利文獻 1：IEICE Trans. Electron., vol. E82-C, No. 10, p. 1804-1807, (1999)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(2)

近年，以液晶顯示器(LCD)為首，多種的平面顯示器(Flat Panel Display)之研究開發及實用化係顯著的，其生產亦正急速增加中。至於彩色電漿顯示器(Plasma Display Panel: PDP)，其開發及實用化之動向在最近亦正蓬勃。PDP係容易大型化，大視景用的大畫面壁掛型電視機之最短距離，已進展至對角六十英吋級之PDP的試製，製造，PDP之中，在電極構造之點亦以金屬電極為玻璃介電體材料所覆蓋的AC型成為主流。

在此AC型PDP，利用離子衝擊之濺鍍使玻璃介電體層之表面變化且不使放電開始電壓上升，於玻璃介電體層表面上塗布具有較高的升華熱之保護膜。此保護膜係因與直接放電用之氣體接觸，故除耐濺鍍性外，正擔負著複數的重要角色。亦即，保護膜所被要求的特性有放電時之耐濺鍍性，較高的二次電子放出能（給予較低的放電電壓），絕緣性及透光性等。至於滿足此等條件之材料，一般係以MgO為沉積材料，利用電子射束蒸鍍法或離子植入法所成膜的MgO膜乃被使用者。此MgO保護膜係如前述般以由放電時之濺鍍保護介電體層之表面而對PDP之長壽命化達成重要的作用，保護膜之膜密度愈高則耐濺鍍性愈提高係為人所知的（非專利文獻1）。

再者，至於此保護膜材料（沉積材料），已知有MgO單晶體及MgO多晶體。此種技術係例如經予記載於專利文獻6～11等者。

又，在專利文獻4所記載的技術，以需降低硫等陰性元

五、發明說明(3)

素成分，可使保護膜之二次電子放出效率改善，所謂發光小室之放電開始遲緩，寫入動作不良之顯示性能的問題可予以改善。

在此，至於硫等的陰性元素成分之去除方法，雖予提出於結晶成長後（製作粒錠後），於形成保護膜前，有 $1.33 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 程度（ 10^{-3}torr ）以下的高真空或含有氧氣之氣圍中，有需施以 1400°C 以上的熱處理。惟以90%以上的相對密度之電熔法而得的多晶成單晶時，則以上述方法硫之去除效率係較低。

上述MgO多晶體係一般以海水法或氣相法所得的任意純度、雜質組成之MgO經造粒、成型、燒成可予製造。另一方面單晶MgO係利用在電弧爐熔融通常純度98%以上的MgO熔塊或輕燒MgO（在 1000°C 以下經予燒結者），亦即，藉由電熔製成鑄錠後，由該鑄錠取出單晶部分並予破碎可予製造。於用作供製造此等而用的原料之MgO粉末或MgO熔塊、輕燒MgO內，由於其製造原理上及MgO固有之反應性高度之故，通常含有雜質之硫成分、氯成分、氮成分、磷成分。

於電子射束蒸鍍法或離子電鍍法等成膜時，用作由MgO沉積材料放出的雜質之硫量、氯量、氮量、磷量可知對沉積材料之飛散發生的程度有惡劣影響。亦即，隨著用作雜質之硫量、氯量、氮量、磷量之增大，飛散發生之程度會增大，飛散程度若較多時，則可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果有材料成分增大的問題。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(4)

再者，雜質之硫量、氯量、氮量、磷量若較多時，則所得的膜之結晶定向及微細組織變成較難控制，再者會阻礙 MgO 膜成分之經緻密澱積至基板上，結果有膜密度降低的問題。此 MgO 之膜密度降低的情形，在折射率之降低，耐濺鍍性之降低，放電特性、絕緣性之惡化等問題點有發生的可能性。

且，在此至於濺鍍法所用的靶材，以上述專利文獻 12 所記載的技術係為人所知的。

於製作濺鍍法所用的靶材時，儘可能製作此靶材成高密度即被指有需要。對此於製作電子射束沉積法所用的沉積材料時，被指需用作沉積材料之密度的範圍，係由來自此沉積材料之脫氣測定及成膜之評估結果，並無需予如此程度般的精密製作，本發明人等確認出沉積材料之密度的許可範圍。

又，靶材及沉積材料雖在微細組織方面並無較大的不同點，然而巨觀上則有較大的不同點。

亦即，在濺鍍法方面，相對於靶材係予形成圓板或方形板等較大的板狀，在電子射束沉積材料方面，沉積材料則予以形成較小的粒錠狀。氬等陽離子係以原子能級敲擊靶材之成膜材料並予澱積於基板上濺鍍法，與基板等的被成膜物相比將靶材形成較大的板狀，可均勻的製成由靶材而得的膜之厚度的分布所致。

相對於此，藉由用電子射束加熱並成氣相狀態並經予澱積於基板的電子射束法，將沉積材料形成較小的粒錠狀

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(5)

，係可依序供給沉積材料至電子射束沉積裝置之坩堝內。又電子射束沉積法，由被稱作飛散的電子射束沉積法上特有的現象或成膜速度上的觀點，係存在著沉積時之最適的尺度範圍。

如此，由於濺鍍法及電子射束沉積法之成膜機制係不同的，成膜條件亦完全不同的，所得的膜質亦成為不同者。亦即，針對在濺鍍法靶材是否容易予以濺鍍（耐濺鍍性）而得的組成不同。此結果，由完全相同組成的靶材及蒸鍍材而得的膜之組成係不同的，又膜中所包圍的雜質量亦同樣的不同。

再者，在靶材，通常由燒結等形成板狀後，有採用平面研削盤等研削至其表面粗糙度成約 $1\ \mu\text{m}$ 以下的必要。此為若靶材上有尖銳的部分存在時，則於該部分上電子容易聚集，氬離子之衝突集中且有稱作電弧現象發生。所得的膜質成為不均勻，故需予去除靶材之尖銳部分。針對此點，在沉積材料，藉由儘量增大其表面粗糙度，可增加成膜速度。此機制即使仍不清楚，但可被視作沉積材料之蒸發面積增加為其較大的要因。

因此，靶材及沉積材料係相似而不同者，以各自的組成形狀等的條件可說是類似，但在相互的領域不可說是適應各自的技術者。

發明之揭示

本發明係有鑑於上述狀況而完成者，欲達成以下目的

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(6)

而成。

1. 試圖降低在沉積材料之飛散現象。
2. 進行氯化成分在沉積材料內之適當性。
3. 進行硫S量在沉積材料內之適當性。
4. 進行氯U量在沉積材料內之適當化。
5. 進行氮N量在沉積材料內之適當化。
6. 進行磷P量在沉積材料內之適當化。
7. 試圖防止MgO之膜密度。
8. 試圖防止透光性之降低、耐濺鍍性之降低、放電特性、絕緣性之惡化等。

於本發明之MgO沉積材料，係藉由製成MgO純度在99.0%以上且相對密度90.0%以上，含硫量平均值0.01~50 ppm之多晶粒錠予以解決上述課題。

本發明又以具有前述多晶粒錠為含硫S量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含硫量較高的晶間部分為宜。

本發明又以於前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比大於5亦係可能的。

於本發明之MgO沉積材料，係藉由製成MgO純度在99.0%以上且相對密度90.0%以上，含氯量平均值0.01~50 ppm之多晶粒錠予以解決上述課題。

本發明又以前述多晶粒錠為具有含氯Cl量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氯量較高的晶間部分為宜。

本發明又以於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之比大於5亦係可能的。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(7)

於本發明之 MgO 沉積材料，係藉由製成 MgO 純度在 99.0 % 以上且相對密度 90.0 % 以上，含氮 N 量平均值 0.01 ~ 200 ppm 之多晶粒錠予以解決上述課題。

本發明又以前述多晶粒錠為具有含氮量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氮量較高的晶間部分為宜。

本發明又以於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比大於 5 亦係可能的。

於本發明之 MgO 沉積材料，係藉由製成 MgO 純度在 99.0 % 以上且相對密度 90.0 % 以上，含磷 P 量平均值 0.01 ~ 30 ppm 之多晶粒錠予以解決上述課題。

本發明又以具有前述多晶粒錠為含磷 P 量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含磷量較高的晶間部分為宜。

本發明又以於前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比大於 5 亦係可能的。

本發明之 MgO 沉積材料之製造方法，藉由以含硫 S 量 0.01 ~ 50 ppm 之 MgO 粉末為原料利用燒結法製成多晶粒錠，可解決上述課題。

在本發明，以於前述多晶粒錠內形成含硫量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含硫量亦高的晶間部分為佳。

亦可將於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比製成較 5 大。

於本發明之 MgO 沉積材料，係藉由製成 MgO 純度在 99.0 % 以上且相對密度 90.0 % 以上，含氮量平均值 0.01 ~ 50 ppm 之多晶粒錠予以解決上述課題。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(8)

本發明又以具有前述多晶粒錠為含氮U量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氮量較高的晶間部分為宜。

本發明又於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比大於5亦係可能的。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，藉由以含氮N量0.01~200 ppm之MgO粉末為原料利用燒結法製成多晶粒錠，可解決上述課題。

在本發明，以於本發明多晶粒錠內形成含氮量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氮量亦高的晶間部分為佳。

亦可將於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比製成較5大。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，係藉由以含磷P量0.01~30 ppm之MgO粉末為原料利用燒結法製成多晶粒錠，可解決上述課題。

在本發明，以於前述多晶粒錠內形成含磷P量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含磷量亦高的晶間部分為佳。

亦可將於本發明之前述部分及前述晶間部分之含磷量之比製成較5大。

於本發明之MgO沉積材料，係藉由以製成MgO純度99.0%以上且相對密度90.0%以上，含硫量0.01~50 ppm，採用此種MgO沉積材料，藉由電子射束沉積法或離子植入法使AC型PDP等的MgO保護膜成膜之際，使飛散之發生程度降低且即使作成保護亦可提高膜特性。此係藉由如上述般設定，可被視作降低氯化成分並降低飛散所致。

五、發明說明(9)

在此，至於膜特性，有MgO之膜密度，膜厚分布、折射率、耐濺鍍性、放電特性（放電電壓、放電響應性等）、絕緣性等。

在此，對含硫量經予設定成較0.01 ppm小時，沉積材料之強度不足故並不合適，對含硫量經予設定成較50 ppm大時，於用電子射束沉積法或離子植入法等成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織之控制變成困難，再者會阻礙MgO膜成分之緻密的濺積至基板上，故結果會使膜密度降低，並不合適。

於本發明之MgO沉積材料，藉由製成MgO純度99.0%以上，且相對密度90.0%以上，含氯量0.01~50 ppm，採用此種MgO之沉積材料，於藉由電子射束沉積法或離子植入法成膜AC型PDP等的MgO保護膜之際，飛散的發生程度降低且即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為藉由如上述般設定，使氯化成分降低且可被視作使飛散降低所致。

在此，於含氯量經予設定成較0.01 ppm小時，沉積材料之強度並不足，較不合適，含氯量經予設定成較50 ppm大時，在電子射束沉積法或離子植入法等成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果會使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織之控制變成較難，再者會阻礙MgO膜，成分緻密的濺積至基板上，故結果使膜密度降低

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(10)

，並不宜。

於本發明之 MgO 沉積材料，藉由製成 MgO 純度 99.0% 以上，且相對密度 90.0% 以上，含磷量 0.01 ~ 30 ppm，採用此種 MgO 之沉積材料，於藉由電子射束沉積法或離子植入法成膜 AC 型 PDP 等 MgO 保護膜之際，飛散的發生程度降低且即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為藉由如上述般設定，使氯化成分降低且可被視作使飛散降低所致。

在此，於含磷量經予設定成較 0.01 ppm 小時，沉積材料之強度並不足，較不合適，含磷量經予設定成 30 ppm 大時，在電子射束沉積法或離子植入法等成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果會使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織之控制變成較困難，再者會阻礙 MgO 膜成分緻密的澱積至基板上，故結果使膜密度降低，並不宜。

於本發明之 MgO 沉積材料，藉由製成 MgO 純度 99.0% 以上，且相對密度 90.0% 以上含硫量 0.01 ~ 50 ppm 之多晶粒錠，與單晶粒錠相比，降低飛散之發生程度並即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得下述見解而得者。

來自單晶 MgO 之飛散粒係呈鱗片狀，此係被推測在結晶面之解理所引起的。另一方面，多晶 MgO 係形狀呈不規則，此係被推測在結晶晶間之裂斷已進行所致。再自，在多晶方面與單晶比較脆性較高，故一旦即使材料內發生微

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (11)

龜裂，亦不致立即成為飛散現象。亦即，與單晶 MgO 相比，於多晶 MgO 粒錠，可被視作可謀求降低粒錠本身經予分割的頻度所致。

於本發明之 MgO 沉積材料，藉由製成 MgO 純度 99.0% 以上，且相對密度 90.0% 以上，含氮量平均值 0.01~50 ppm 之多晶粒錠，與單晶粒錠相比，降低飛散之發生程度亦即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得下述見解而得者。

於本發明之 MgO 沉積材料，藉由製成 MgO 純度 99.0% 以上，且相對密度 90.0% 以上，含氮量平均值 0.01~200 ppm 之多晶粒錠，與單晶粒錠相比，降低飛散之發生程度並即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得下述見解而得者。

於本發明之 MgO 沉積材料，藉由製成 MgO 純度 99.0% 以上，且相對密度 90.0% 以上，含磷量平均值 0.01~30 ppm 之多晶粒錠，與單晶粒錠相比，降低飛散之發生程度亦即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得下述見解而得者。

本發明係又藉由具有前述多晶體含硫量較低的粒狀部分（結晶粒部分）及含硫量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得下述見解而得者。

由後述的實施例等之各種分析結果，在單晶粒錠係氯化成分之硫 S 約略均勻的存在於內部。因此對此，在多晶粒

五、發明說明(12)

錠方面可查明氯化成分之硫係局部位於粒狀部分表面(晶間部分)及粒錠表面上。

亦即於材料內部，已加熱之際呈氯化且引起體積膨脹的原因之氯化成分的一種之硫已局部化的情形，此氯化成分係藉由離子射束沉積時之加熱體積膨脹，此體積膨脹係使於粒錠上發生微龜裂，此微龜裂被視作飛散之起始原因。

本發明係又前述多晶體藉由具有含氯量較低的粒狀部分(結晶部分)及含氯量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散的發生程度並即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得的下述見解而得者。

由後述的實施例等之各種分析結果，在單晶粒錠係氯化成分之氯C1約略均勻的存在於內部。因此對此，在多晶粒錠方面可查明氯化成分之氯係局部位於粒狀部分表面(晶間部分)及粒錠表面上。

亦即於材料內部，已加熱之際呈氯化且引起體積膨脹的原因之氯化成分的一種之氯已局部化的情形，此氯化成分係藉由離子射束沉積時之加熱體積膨脹，此體積膨脹係使於粒錠上發生微龜裂，此微龜裂係被視作飛散之起始原因。

本發明係又前述多晶體藉由具有含磷量較低的粒狀部分(結晶粒部分)及含磷量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散的發生程度並即使用作保護膜亦可提高膜特性。此為由本發明人所得的下述見解而得者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(13)

由後述的實施例等之各種分析結果，在單晶粒錠係氯化成分之磷P約略均勻的存在於內部。因此對此，在各晶粒錠方面可查明氯化成分之磷係局部於粒狀部分表面（晶間部分）及粒錠表面上。

亦即於材料內部，已加熱之際呈氯化且引起體積膨脹的原因之氯化成分的一種之磷已局部化的情形，此氯化成分係藉由離子射束沉積時之加熱體積膨脹，此體積膨脹係使於粒錠上發生微龜裂，此微龜裂係被視作飛散之起始原因。

惟在多晶方面與單晶相比，脆性較高，一旦於材內部使發生微龜裂，亦不致立即成為飛散。又於該情形，由於可形成氯化成分排出的路徑，再者飛散係被預想作較難引起。

因此多晶方面與單晶相比，可被視作飛散量變成較少。

雖然於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比設成較5為大，然而為再抑制飛散現象，可發現較具效果。

雖然於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之比設成較5為大，然而為再抑制飛散現象，可發現較具效果。

雖然於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比設成較5為大，然而為再抑制飛散現象，可發現較具效果。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (14)

雖然於本發明之前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比設成較5為大，然而為再抑制飛散現象，可發現較具效果。

再者，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫S量之比宜為經予設定成較5大。

在此，於上述的兩部分之含硫量之比設成較5小時。於粒狀部分之氣化成分的硫S變成過多，故粒狀部分及晶間部分之含硫量之差變小，由氣化成分之局部化引起的優點，亦即於加熱時在晶間成分可使氣化成分排出，所謂飛散降低的優點會降低，故並不宜。又，粒錠全體之含硫量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

再者，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮N量之比宜為經予設定成較5大。

在此，於上述的兩部分之含氮量之比設成較5小時。於粒狀部分之氣化成分的氮N變成過多，故粒狀部分及晶間部分之含氮量之差變小，由氣化成分之局部化引起的優點，亦即於加熱時在晶間部分可使氣化成分排出，所謂飛散降低的優點會降低，故並不宜。又粒錠全體之含氮量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

再者，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比宜為經予設定成較5大。

在此，於上述的兩部分之含磷量之比設成較5小時，於粒狀部分之氣化成分的磷P變成過多，故粒狀部分及晶間部分之含磷量之差變小，由氣化成分之局部化引起的優點，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(15)

亦即於加熱時在晶間部分可使氯化成分排出，所謂飛散降低的優點會降低，故並不宜。又粒錠全體之含磷量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

再者，於本發明，在前述 MgO 之前述粒狀部分的含硫量被指未滿 0.01 元素%，又於前述晶間部分之含硫量可被指為 0.03 元素% 程度。

在此，上述粒狀部分及晶間部分之值係藉由多晶體截面之 TEM-EDX (穿透型電子顯微鏡形態觀察) 而得的組成分析而求得者。又作為參考，硫 S 之存在形態係藉由 ESCA (化學分析用電子顯微鏡或 XPS: X-射線光電子顯微鏡) 對試料最表面及以氫離子濺鍍蝕刻的內部進行。在此 ESCA 分析係對試樣照射 X 射線，測定於其時際經予放射的電子能量。

又，試樣中所含的硫之平均含有量，係由高頻熔解試樣，於其時際所放出的 SO_2 氣體之紅外線吸收量予以測定。

再者，於本發明，於前述 MgO 之前述粒狀部分之含氯量被指為 0.002 元素% 以下，又於前述晶間部分之含氯量可被指為 0.01 元素% 程度。

在此，上述粒狀部分及晶間部分之值係藉由多晶體截面之 TEM-EDX 而得組成分析予以求得者。又，作為參考，氯之存在形態係使用 ESCA，對試料最表面及以氫離子濺鍍蝕刻的內部進行分析。

又，試樣中所含的氯之平均含有量，係高頻熔解試樣，捕集該時際排出的氯氣，利用吸光光度計，測定該水溶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(16)

液之分光透過率，測定氮量。

再者，於本發明，於前述 MgO 之前述粒狀部分之含氮量被指為 0.02 元素 % 以下，又於前述晶間部分之含氮量可被指為 0.14 元素 % 程度。

在此，上述粒狀部分及晶間部分之值係藉由多晶體截面之 TEM-EDX 而得的組成分析予以求得者。又，作為參考，氮之存在形態係利用 ESCA，對試料最表面及以氫離子濺鍍蝕刻的內部進行分析。

又，試樣中所含的氮之平均含有量，係高頻熔解試樣，利用該時際排出的 NO_2 氣體之導熱係數予以測定。

再者，於本發明，在前述 MgO 之前述粒狀部分之含磷量被指為 0.03 元素 % 以下，又於前述晶間部分之含磷量可被指為 0.04 元素 % 程度。

在此，上述粒狀部分及晶間部分之值係藉由多晶體截面之 TEM-EDX 而得的組成分析予以求得者。又，作為參考，磷之存在形態係利用 ESCA，對試料最表面係以氫離子測鍍蝕刻的內部進行分析。

又，試樣中所含的氮之平均含有量，係高頻熔解試樣，利用該時際排出的 PO_2 氣體之導熱係數予以測定。

在此，晶間部分之厚度宜為設成 1~200 nm 程度。由而，在加熱時，氣化成分之硫 S、氯 Cl、氮 N、磷 P 在體積膨脹之際由於氣化成分迅速的排出至粒錠外之路徑，可較難引起飛散。

此時，於晶間部分之厚度經予設定成較 1 nm 程度低時

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(17)

，由於未能充分形成氯化成分之硫S、氯Cl、氮N、磷P濃度較高的晶間部分，在加熱時未能立即的使氯化成分逸出，會增加飛散程度，故並不宜。又，對晶間部分之厚度經予設定成較200 nm程度厚時，由於氯化成分之硫S、氯Cl、氮N、磷P含有量過多，飛散程度會增加，並不宜。

再者，於本發明，由於前述MgO燒結體而成的多晶粒錠之平均粒徑為1~500 μm ，於燒結體粒錠之結晶粒內可具有平均內徑100 μm 以下的帶有圓角之氣孔在此MgO沉積材料，多晶MgO之燒結體粒錠係具有微細的結晶構造，且因可降低於該結晶晶間生成的缺陷，故經予成膜的MgO膜係具有優越的膜特性。

又本發明，再者於由多晶MgO之燒結體而成的多晶粒錠所含的Si以元素濃度計為5000 ppm以下，又Al之雜質以元素濃度計為300 ppm以下，Ca之雜質以元素濃度為2000 ppm以下，Fe之雜質以元素濃度計400 ppm以下，V及Ni之雜質各自以元素濃度計為50 ppm以下，Na及K之雜各自以元素濃度計為30 ppm以下，C之雜質以元素濃度計為300 ppm以下，Zr之雜質以元素濃度計為1500 ppm以下係有可能的。在此MgO沉積材料，經予成膜的MgO膜所含之雜係變成極小，可更提高此MgO膜之膜特性。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，以含硫量0.01~50 ppm之MgO粉末為原料並予採用，製造出上述的MgO沉積材料即成為可能。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，以含氮量0.01~

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(18)

50 ppm之MgO粉末為原料並予採用，製造出上述的MgO沉積材料即成為可能。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，以含氮量0.01~200 ppm之MgO粉末為原料並予採用，製造出上述的MgO沉積材料即成為可能。

於本發明之MgO沉積材料之製造方法，以含磷量0.01~30 ppm之MgO粉末為原料並予採用，製造出上述的MgO沉積材料即成為可能。

又，在本發明，可具有採用以純度99.0%以上且相對密度90.0%以上，含硫量0.01~50 ppm，平均粒徑0.1~5 μm 之MgO粉末為原料，混合此粉末及黏結劑與有機溶劑並製備濃度為45~75重量%之淤漿的步驟，噴霧乾燥前述淤漿且可得平均粒徑50~300 μm 之造粒粉末的步驟，將前述造粒粉末放入指定的模型內並在指定的壓力成形的步驟，在指定的溫度燒結前述成形體之步驟。且，在製得造粒粉末之步驟，亦可為一般的轉動造粒法。

此時，至於對原料粉末MgO脫硫處理，係使MgO粉末及水作用，並製作Mg(OH)₂溶液以硫S成分為MgSO₄並予分離後，在大氣中進行燒成並去除水分。由而可製作含硫量之平均值0.01~50 ppm之脫硫MgO粉末。

在此，含硫量之平均值，係指於粒錠整體之含硫量的平均，與於粒狀部分及晶間部分之各自的含硫量不同者。

若以此方法製造多晶MgO沉積材料時，則可得由上述MgO純度99.0%以上且相對密度90%以上，含硫量0.01~50

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(19)

ppm之MgO燒結體之多晶粒錠而成的MgO沉積材料。

又在本發明，可具有採用純度99.0%以上且相對密度90.0%以上，含氯量0.01~50 ppm，平均粒徑0.1~5 μm 之MgO粉末為原料，混合此粉末及黏合劑與有機溶劑並製備濃度45~75重量%之淤漿的步驟、噴霧乾燥前述淤漿並得平均粒徑50~300 μm 之造粒粉末的步驟，將前述造粒粉末放入指定的模型內並以指定的壓力成形的步驟，以指定的溫度燒結前述成形體之步驟。且可製得造粒粉末之步驟，係以一般的轉動造粒法亦可。

此時際，至於對原料粉末MgO之脫氯處理，使MgO粉末及水作用並製作Mg(OH)₂溶液，以氯成分為MgCl₂並予分離後，在大氣中進行燒成，以去除水分。由而可製作含氯量之平均值為0.01~50 ppm之脫氯MgO粉末。

在此，含氯量之平均值係指於粒錠整體之含氯量的平均，與各自於粒狀部及晶間部分之含氯量係不同的。

若以此方法製造多晶MgO沉積材料時，則可得由上述MgO純度99.0%以上且相對密度90%以上，含氯量0.01~50 ppm之MgO燒結體粒錠而成的MgO沉積材料。

又，在本發明，採用純度99.0%以上且相對密度90.0%以上，含氯量0.01~200 ppm，平均粒徑0.1~5 μm 之MgO粉末為原料，混合此粉末及黏合劑與有機溶劑並製備濃度45~75重量%之淤漿的步驟、噴霧乾燥前述淤漿並得平均粒徑50~300 μm 之造粒粉末的步驟，將前述造粒粉末放入指定的模型內並以指定的壓力成形的步驟，以指定的溫度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(20)

燒結前述成形體之步驟。且可製得造粒粉末之步驟，係以一般的轉動造粒法亦可。

此時際，至於對原料粉末 MgO 之脫氮處理，真空加熱 MgO 粉末並進行脫氮處理，而得含氮量之平均值較少的脫氮 MgO 粉末。

在此，含氮量之平均值係指於粒錠整體之含氮量的平均，與自各於粒狀部及晶間部分之含氮量係不同的。

若以此方法製造多晶 MgO 沉積材料時，則可得由上述 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90% 以上，含氮量 0.01 ~ 200 ppm 之 MgO 燒結體粒錠而成的 MgO 沉積材料。

又在本發明，可具有採用純度 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含磷量 0.01 ~ 30 ppm，平均粒徑 0.1 ~ 5 μm 之 MgO 粉末為原料，混合此粉末及黏合劑與有機溶劑並製備濃度 45 ~ 75 重量% 之淤漿的步驟、噴霧乾燥前述淤漿並得平均粒徑 50 ~ 300 μm 之造粒粉末的步驟，以指定的溫度燒結前述成形體之步驟。且可得製造粉末之步驟，係以一般的轉動造粒法亦可。

此時際，至於對原料粉末 MgO 之脫磷處理，真空加熱 MgO 粉末並進行脫磷處理，可得含磷量之平均值較少的脫磷 MgO 粉末。

在此，含磷量之平均值係指於錠整體之含磷量的平均，與各自於粒狀部及晶間部分之含氮量係不同的。

若以此方法製造多晶 MgO 沉積材料時，則可得由上述 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90% 以上，含磷量 0.01 ~ 30

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(21)

ppm之MgO燒結體粒錠而成的MgO沉積材料。

再者，在 $750 \sim 2000 \text{ kg/cm}^2$ 之壓力下，單軸加壓成形造粒粉末或以 $1000 \sim 3000 \text{ kg/cm}^2$ 之壓力下CIP成形造粒粉末為宜，又在 $1250 \sim 1350^\circ\text{C}$ 之溫度一次燒結成形體後，升溫並在 $1500 \sim 1700^\circ\text{C}$ 二次燒結為宜。

圖式簡單說明

第1圖係表示與本發明有關的MgO沉積材料及其製造方法之實施例的飛散試驗之結果者，對電子射束電流值之飛散粒數之圖。

第2圖係表示與本發明有關的MgO沉積材料及其製造方法之實施例的飛散試驗之結果者，於單晶及多晶之飛散片的影像。

第3圖係表示與本發明有關的MgO沉積材料及其製造方法之實施例的氯化成分局部化評估之結果者，試樣截面之TEM照明，顯示其測定點位置者。

實施發明而採的最佳形態

以下詳細說明與本發明有關的MgO沉積材料及其製造方法之第一實施形態。

本實施形態之MgO沉積材料係指含硫量 $0.01 \sim 50 \text{ ppm}$ ，含氯量 $0.01 \sim 50 \text{ ppm}$ ，含氮量 $0.01 \sim 200 \text{ ppm}$ ，含磷量 $0.01 \sim 30 \text{ ppm}$ ，由MgO純度99.0%以上，更宜為99.5%以上，99.0%以上，且相對密度90%以上，更宜為97%以上，98%

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(22)

以上的多晶 MgO 燒結體粒錠而成。又此燒結體粒錠之平均結晶粒徑為 $1 \sim 500 \mu\text{m}$ ，由燒結體而成的多晶粒錠之結晶內具有平均內徑 $10 \mu\text{m}$ 以下之帶有圓角的氣孔。

在此，含硫量若予設定成較 0.01 ppm 小時，沉積材料強度並不足，故並不合適，含硫量若予設定成較 50 ppm 大時，於以電子射束沉積材料或離子電鍍法等的成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織變成較難控制，再者由於會阻礙 MgO 膜成分之緻密的澱積在基板上，結果使膜密度降低，故並不宜。

在此，含氮量若予設定成較 0.01 ppm 小時，沉積材料強度並不足，故並不合適。含氮量若予設定成較 50 ppm 大時，於以電子射束沉積材料或離子電鍍法等的成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織變成較難控制，再者由於會阻礙 MgO 膜成分之緻密的澱積在基板上，結果使膜密度降低，故並不宜。

在此，含氮量若予設定成較 0.01 ppm 小時，沉積材料強度並不足，故並不合適。含氮量若予設定成較 200 ppm 大時，於以電子射束沉積材料或離子電鍍法等的成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果使材料成本增大，同時所得的膜

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (23)

之結晶定向性及微細組織變成較難控制，再者由於會阻礙 MgO 膜成分之緻密的澱積在基板上，結果使膜密度降低，故並不宜。

在此，含磷量若予設定成較 0.01 ppm 小時，沉積材料強度並不足，故並不合適。含氮量若予設定成較 30 ppm 大時，於以電子射束沉積材料或離子電鍍法等成膜時，沉積材料之飛散發生程度增大，結果可使用於成膜之沉積材料量的使用效率降低，結果使材料成本增大，同時所得的膜之結晶定向性及微細組織變成較難控制，再者由於會阻礙 MgO 膜成分之緻密的澱積在基板上，結果使膜密度降低，故並不宜。

又將由燒結體而成的多晶粒錠之平均結晶粒徑設成 1~500 μm ，若在此粒徑範圍時，則可控制 MgO 之組織所致。又將燒結體粒錠之結晶粒內的氣孔之平均內徑設為 10 μm 以下，若超過 10 μm 時，則 MgO 之組織較難控制所致。

由燒結體而成的多晶粒錠，係前述多晶體具有氯化成分之硫 S、氯 Cl、氮 N、磷 P 含有量較低的粒狀部分（結晶成分）及於此粒狀部分（結晶部分）之周圍上有氯化成分之硫 S、氯 Cl、氮 N、磷 P 含有量較該粒狀部分高的晶間部分。

具體而言，各自的含硫量，係以各自設成於前述粒狀部分之含硫量在 0.000001~0.005 元素 % 程度為宜，又於前述晶間部分之含硫量以設成 0.01~0.1 元素 % 程度為宜。

又具體而言，各自的含氮量，係以各自設成前述粒狀部分之含氮量在 0.000001~0.003 元素 % 程度為宜，又於前

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(24)

述晶間部分之含氮量，係以設成0.005~0.1元素%程度為宜。

具體而言，各自的含氮量，係以各自設成於前述粒狀部分之含硫量在0.000001~0.003元素%程度為宜，又於前述晶間部分之含氮量以設成0.01~0.2元素%程度為宜。

具體而言，各自的含磷量，係以各自設成於前述粒狀部分之含磷量在0.000001~0.003元素%程度為宜，又於前述晶間部分之含磷量以設成0.001~0.05元素%程度為宜。

在此，對於前述粒狀部分之含硫量未予設定成0.000001~0.005元素%程度之範圍時，平均硫量變大，飛散變成極劇烈，原材料之脫硫處理變成極長，結果變成招致製造成本之增大，故並不宜。

又，於前述晶間部分之含硫量未予設定成0.01~0.1元素%程度之範圍時，飛散之降低效果成為不足，故並不宜。

在此，對於前述粒狀部分之含氮量未予設定成0.000001~0.003元素%程度之範圍時，平均氮量變大，飛散變成極劇烈，原材料之脫氮處理變成極長，結果變成招致製造成本之增大，故並不宜。

又，對於前述晶間部分之含氮量未予設定成0.005~0.1元素%程度之範圍時，飛散之降低效果成為不足，故並不宜。

在此，對於前述粒狀部分之含氮量未予設定成0.000001~0.03元素%程度之範圍時，平均氮量變大，飛散變成極劇

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (25)

烈，原材料之脫氮處理變成極長，結果變成招致製造成本之增大，故並不宜。

又，對於前述晶間部分之含氮量未予設定成0.01~0.2元素%程度之範圍時，飛散之降低效果成為不足，故並不宜。

在此，對於前述粒狀部分之含磷量未予設定成0.000001~0.003元素%程度之範圍時，平均磷量變大，飛散變成極劇烈，原材料之脫磷處理變成極長，結果變成招致製造成本之增大，故並不宜。

又，對於前述晶間部分之含磷量未予設定成0.001~0.05元素%程度之範圍時，飛散之降低效果成為不足，故並不宜。

又，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比經予設定成較5大為宜。

在此，將於上述的兩部分之含硫量之比設成較5小時，由於在粒狀部分之氣化成分之硫S變成過多，故粒狀部分及晶間部分間之含硫量之差變小，由氣化成分之局部化引起的優點，亦即，於加熱時在晶間部分可使氣化成分排出的路徑，使飛散降低的優點會降低，故並不宜。又，粒錠全體之含硫量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

又，將含硫量之比設成較上述值小且不較含硫量之平均值小時，則有被視作沿晶間部分發生的氣化成分之朝粒錠外的膨脹受阻礙的可能性，由於氣化成分之體積膨脹會發生微龜裂，有飛散發生程度變高的可能性，故並不宜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(26)

又，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之地經予設定成較3大為宜。

在此，將於上述的兩部分之含氯量之比設成較3小時，由於在粒狀部分之氯化成分之氯Cl變成過多，故粒狀部分及晶間部分之含氯量之差變小，由氯化成分之局部引起的優點，亦即，於加熱時在晶間部分可使氯化成分之局部化引起的優點，亦即，於加熱時在晶間部分可使氯化成分排出的路徑，使飛散降低的優點會降低，故並不宜。又，粒錠全體之含氯量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

又，將含氯量之比設成較上述值小且不較含氯量之平均值小時，則有被視作沿晶間部分發生的氯化成分之朝粒錠外的膨脹受阻礙的可能性，由於氯化成分之體積膨脹會發生微龜裂，有飛散發生程度變高的可能性，故並不宜。

又，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比經予設定成較5大為宜。

在此，將於上述的兩部分之含氮量之比設成較5小時，由於在粒狀部分之氯化成分之氮N變成過多，故粒狀部分及晶間部分間之含氮量之差變小，由氯化成分之局部化引起的優點，亦即，於加熱時在晶間部分可使氯化成分排出的路徑，使飛散降低的優點會降低，故並不宜。又，粒錠全體之含氮量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

又，將含氮量之比設成較上述值小且不較含氮量之平均值小時，則有被視作沿晶間部分發生的氯化成分之朝粒錠外的膨脹受阻礙的可能性，由於氯化成分之體積膨脹會

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (27)

發生微龜裂，有飛散發生程度變高的可能性，故並不宜。

又，如上述般，於前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比經予設成較5大為宜。

在此，將於上述的兩部分之含磷量之比設成較5小時，由於在粒狀部分之氯化成分之磷P變成過多，故粒狀部分及晶間部分間之含磷量之差變小，由氯化成分之局部化引起的優點，亦即，於加熱時在晶間部分可使氯化成分排出的路徑，使飛散降低的優點會降低，故並不宜。又，粒錠全體之含磷量增大，飛散仍然未能降低，故並不宜。

又，將含磷量之比設成較上述值小且不較含磷量之平均值小時，則有被視作沿晶間部分發生的氯化成分之朝粒錠外的膨脹受阻礙的可能性，由於氯化成分之體積膨脹會發生微龜裂，有飛散發生程度變高的可能性，故並不宜。

在此，晶間部分之厚度宜為設成1~200 nm程度。此時，晶間部分之厚度若予設定成較1 nm程度薄時，由於未能充分形成氯化成分之硫S、氯Cl、氮N、磷P濃度較高的晶間部分，故加熱時未能使氯化成分立即逸出，飛散程度會增加，故並不宜。又晶間部分之厚度若予設定成較200 nm程度薄時，由於氯化成分之硫S、氯Cl、氮N、磷P含有量過多，故飛散程度會增加，故並不宜。

多晶MgO之燒結體粒錠內所含的雜質 (Si、Al、Ca、Fe、Cr、V、Ni、Na、K、C及Zr) 之含有量合計10000 ppm以下為宜。又上述雜質之個別含有量，係Si以元素濃度計5000 ppm以下，Al以元素濃度計為300 ppm以下，Ca之雜質

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (28)

以元素濃度計為 2000 ppm，Fe 之雜質以元素濃度計為 4000 ppm，Cr 及 Ni 之雜質各自以元素濃度計為 50 ppm 以下，Na 及 K 之雜質各自以元素濃度計為 30 ppm 以下，C 之雜質以元素濃度計為 300 ppm 以下，Zr 之雜質以元素濃度計為 150 ppm 以下為宜。上述各雜質以元素濃度計若超過上述值時，將以電子射束沉積法成膜 MgO 沉積材料之玻璃基板組合於面板時，膜質上會生成分散不均，故電氣特性，例如驅動電壓有變高或呈不安定的不合適。

以下說明如此構成的 MgO 沉積材料之製造方法。

首先，由純度 99.0% 以上的 MgO 粉末，製作含硫量 0.01 ~ 50 ppm，含氯量 99.0%，含氮量 0.01 ~ 200 ppm，含磷量 0.01 ~ 30 ppm 之脫氯成分 MgO 粉末。

在此，至於脫硫處理及脫氯處理，係使 MgO 粉末及水作用，製作 $Mg(OH)_2$ 溶液，分離硫成分成 $MgSO_4$ ，同時分離氯成分成 $MgCl_2$ 後，在大氣中進行燒成並去除水分，而得硫成分量較小的脫硫脫氯 MgO 粉末。

同時，至於脫氯處理及脫磷處理，真空加熱脫硫脫氯 MgO 並進行脫氮脫磷處理，而得氮成分量較少的脫氯化成分 MgO 粉末。

具體而言，以在 330 ~ 500℃，0.1 ~ 2 小時之加熱條件進行脫氮脫磷加熱處理。

以此含硫量設為 0.01 ~ 50 ppm，含氯量設為 0.01 ~ 50 ppm，含氮量設為 0.01 ~ 200 ppm，含磷量設為 0.01 ~ 30 ppm 的脫氯化成分 MgO 粉末及黏合劑與有機溶劑混合，製作

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (29)

濃度 45 ~ 75 重量 % 之淤漿。將淤漿濃度限定成 45 ~ 75 重量 %，係若超過 75 重量 % 時，則上述淤漿為非水系，故有已安定的造粒較難的問題點存在，在未滿 45 重量 % 未能製得具有均勻組織之緻密的 MgO 燒結體所致。亦即，若限定於淤漿濃度於上述範圍時，則淤漿之黏度成為 200 ~ 1000 cps，可安定的進行粉末之由噴霧乾燥器的造粒，再者成形體之密度變高且可製造緻密的燒結體。

又，脫氣化成分 MgO 粉末之平均粒徑宜為設在 0.1 ~ 5 μm 之範圍內。將 MgO 粉末之平均粒徑限定成 0.1 ~ 5 μm ，係未滿 0.1 μm 時，粉末過於細緻而凝集，故粉末之處理變差，欲製備 45 重量 % 以上的高濃度淤漿即成為困難所致，若超過 5 μm 時，較難控制微細構造，未能製得緻密的燒結體粒錠所致。又若將 MgO 粉末之平均粒徑限定於上述範圍時，則即使不採用燒結助劑亦有可得所期待的燒結體粒錠之優點。至於黏結劑係採用聚乙二醇或聚乙炔基丁縮醛等至於有機溶劑則採用乙醇或丙醇等為宜。黏合劑宜為添加 0.2 ~ 2.5 重量 %。

又，MgO 粉末及黏合劑與有機溶劑之濕式混合，尤其 MgO 粉末及分散溶劑之有機溶劑間之濕式混合，係利用濕式球磨機或攪拌研磨機予以進行。在濕式球磨機，係於採用 ZrO₂ 製磨球時，係採用直徑 5 ~ 10 mm 之多數的 ZrO₂ 製研磨球並在 8 ~ 24 小時，宜為 20 ~ 25 小時濕式混合。將 ZrO₂ 製研磨球之直徑限定於 5 ~ 10 mm，係未滿 5 mm 時混合成為不足所致，若超過 10 mm 時，則有雜質增大的不合適所致。又

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (30)

混合時間長至最長24小時，係即使長期間連續混合，雜質之發生亦較少所致。另一方面，於濕式球磨機，對採用加有鐵芯之樹脂製研磨球時，宜為採用直徑10~15 mm之研磨球。

在攪拌研磨機方面，係採用直徑1~3 mm之 ZrO_2 製研磨球並予濕式混合0.5~1小時。將 ZrO_2 製研磨球之直徑限定成1~3 mm，係未滿1 mm時，混合成為不足所致，若超過3 mm時，則雜質有增加的不合適所致。又混合時間若短至1小時，則若超過1小時則不僅原料之混合，亦進行粉碎之工作，故成為雜質之發生的原因，又若為1小時亦可時，則可充分混合所致。

又，粉末及黏合劑液之混合／造粒，係以通常的轉動造粒法進行亦可。此時並不需要製程後的研磨球等之分離作業，有製程可予簡單化的優點。

其次將上述淤漿噴霧乾燥而得平均粒徑50~300 μm ，宜為50~200 μm 之造粒粉末後，將此造粒粉末放入指定的模型內並以指定的壓力成形。在此將平均粒徑限定成50~300 μm ，係未滿50 μm 時成形性方面有惡劣的不合適，若超過300 μm 時，則成形體密度低且強度亦低的不合適所致。上述噴霧乾燥係採用噴霧乾燥機進行為宜，指定的模型係採用單軸模壓裝置或冷軋靜水壓成形裝置（CIP (Cold Isostatic Press) 成形裝置）。在單軸模壓裝置方面，以750~2000kg/cm²，宜為1000~1500kg/cm²之壓力單軸加壓成形造粒粉末，在CIP成形裝置方面，以1000~3000kg/

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (31)

cm^2 ，宜為 $1500 \sim 2000 \text{kg} / \text{cm}^2$ 之壓力對造粒粉末進行 CIP 成形將壓力限定於上述範圍內，係提高成形體之密度，同時防止燒結後的變形，不需後加工所致。

再者燒結成形體。於燒結之前，在 $350 \sim 620^\circ\text{C}$ 溫度對成形體進行脫脂處理為宜。此脫脂處理係為防止成形體之燒結後的色澤不均而進行的，經過時間予以充分進行為宜。燒結係由在 $1250 \sim 1350^\circ\text{C}$ 溫度進行 $1 \sim 5$ 小時一次燒結及其後再升溫在 $1500 \sim 1700^\circ\text{C}$ 溫度進行 $1 \sim 10$ 小時進行二次燒結而成之二段燒結予以進行。

首先為一次燒結成形體予以升溫時，則由 1200°C 開始燒結，在 1350°C 燒結係相當的進行。藉由在此溫度一次燒結，粒徑即使變大，於其表面及內部之燒結不均（組織構造之差）亦無，藉由在 $1500 \sim 1700^\circ\text{C}$ 之溫度進行二次燒結，可得相對密度接近 100% 之燒結體粒錠。於此燒結體粒錠僅存在少許的氣孔，惟此氣孔並非對 MgO 燒結體之特性給予影響之結晶晶間，存在於幾乎不對 MgO 燒結體之特性有影響的結晶粒內。結果，若將被指本發明之含硫量，本發明之含氯量，本發明之含氮量，本發明之含磷量的 MgO 燒結體粒錠成膜於電漿顯示板時，則可得飛散少，膜特性良好的 MgO 膜。

且於燒結形狀較大的成形體時，若將上述二段燒結時之升溫速度降低至 $20 \sim 30^\circ\text{C} / \text{小時}$ 時，則可謀更緻密化。又在常壓之燒結，若燒結溫度未滿 1500°C 時，則雖然未能足夠的緻密化，藉燒結溫度在 1500°C 以上時，則亦可得高

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (32)

密度之燒結體，故即使不進行熱軋靜水壓成形法 (HIP (Hot Isostatic Press) 法) 或熱模壓法等特殊的燒結亦可完成。

於本實施形態之 MgO 沉積材料及其製造方法，藉由設成 MgO 之純度 90.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含硫量平均值 0.01~50 ppm 之多晶粒錠，採用此種 MgO 沉積材料，藉由電子射束沉積法或離子電鍍法成膜 AC 型 PDP 等的 MgO 保護膜之際，與單晶粒錠相比，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

於本實施形態之 MgO 沉積材料及其製造方法，藉由設成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.% 以上，含氮量平均值 0.01~50 ppm 之多晶粒錠，採用此種 MgO 沉積材料，藉由電子射束沉積法或離子電鍍法成膜 AC 型 PDP 等的 MgO 保護膜之際，與單晶粒錠相比，會降低飛散之發生且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

於本實施形態之 MgO 沉積材料及其製造方法，藉由設成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.% 以上，含氮量平均值 0.01~200 ppm 之多晶粒錠，採用此種 MgO 沉積材料，藉由電子射束沉積法或離子電鍍法成膜 AC 型 PDP 等的 MgO 保護膜之際，與單晶粒錠相比，會降低飛散之發生且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

於本實施形態之 MgO 沉積材料及其製造方法，藉由設成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.% 以上，含磷量平均值 0.01~30 ppm 之多晶粒錠，採用此種 MgO 沉積材料，藉由電子射束沉積法或離子電鍍法成膜 AC 型 PDP 等的 MgO

五、發明說明 (33)

護膜之際，與單晶粒錠相比，會降低飛散之發生且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

此等係藉由如此設定，可被視作使氣化成分降低且飛散降低所致。

由而，於電子射束沉積法或離子電鍍法等成膜時，防止沉積材料之飛散發生程度增大的情形，結果，防止成膜時可使用的沉積材料量之使用效率降低，結果可謀材料成本之降低，同時防止所得的膜之結晶定向性及微細組織之較難控制的情形，再者為使 MgO 膜成分緻密的澱積至基板上，故結果可防止膜密度之降低。

再者，於本實施形態之 MgO 沉積材料，來自單晶 MgO 之飛散粒係對被推定成在結晶面之解理引起所致的鱗片狀，另一方面，在多晶 MgO，此係可被推定成在結晶晶間之裂斷已進行所致，其形狀係不規則的，可被視作飛散會降低。

再者，在多晶方面與單晶相比，脆性較高，一旦材料內即使發生微龜裂亦不立即至成為飛散，亦即，與單晶 MgO 比較，於多晶 MgO 粒錠，藉由可謀降低粒錠本身經予分割的頻度，被視作飛散會降低所致。

本實施形態係又藉由具有前述多晶體含硫量較低的粒狀部分（結晶粒部分）及含硫量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

此為由各種分析結果，對單晶粒錠方面氣化成分之硫 S

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (34)

約略均勻的存在於內部，在多晶粒錠方面可被視作歸因於氯化成分之硫 S 係局部存在於粒狀部分表面（晶間部分）及粒錠表面。

本實施形態係又藉由具有前述多晶體含氯量較低的粒狀部分（結晶粒部分）及含氯量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

此為由各種分析結果，對單晶粒錠方面氯化成分之氯 Cl 約略均勻的存在於內部，在多晶粒錠方面可被視作歸因於氯化成分之氯 Cl 係局部存在於粒狀部分表面（晶間部分）及粒錠表面。

本實施形態係又藉由具有前述多晶體含氮量較低的粒狀部分（結晶粒部分）及含氮量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

此為由各種分析結果，對單晶粒錠方面氯化成分之氮 N 約略均勻的存在於內部，在多晶粒錠方面可被視作歸因於氯化成分之氮 N 係局部存在於粒狀部分表面（晶間部分）及粒錠表面。

本實施形態係又藉由具有前述多晶體含磷量較低的粒狀部分（結晶粒部分）及含磷量較該粒狀部分亦高的晶間部分，降低飛散之發生程度且即使用作保護膜亦可提高膜特性。

此為由各種分析結果，對單晶粒錠方面氯化成分之磷 P

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (35)

約略均勻的存在於內部，在多晶粒錠方面可被視作歸因於氣化成分之磷 P 係局部存在於粒狀部分表面（晶間部分）及粒錠表面。

亦即，於材料內部，藉由至於成為已加熱之際氣化並引起體積膨脹之原因的氣化成分之硫 S、氯 Cl、氮 N 呈局部存在一事，此氣化成分即使係藉由電子射束沉積時之加熱已體積膨脹時，使由此體積膨脹發生的粒錠之微龜裂沿粒界部分發生，被視作可降低微龜裂直接成為飛散之發生原因所致。

再者，多晶與單晶相比，脆性係較高，故一旦材料上即使發生微龜裂，亦不至立即形成飛散。又於該情形，可形成氣化成分排出的路徑，再者可被預想較難引起飛散現象。

因此，多晶與單晶相比，可被視作飛散量變少。

於本實施形態，藉由如上述般設定於前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比，如上述可設定前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比，不僅脆性，亦可謀求降低用作成為飛散之發生原因的氣化成分之含硫量，故可再抑制飛散，係較具效果的。

於本實施形態，藉由如上述般設定於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之比，如上述可設定前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之比，不僅脆性，亦可謀求降低用作成為飛散之發生原因的氣化成分之含硫量，故可再抑制飛散，係較具效果的。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (36)

於本實施形態，藉由如上述般設定於前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比，如上述可設定前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比，不僅脆性，亦可謀求降低用作成為飛散之發生原因的氯化成分之含硫量，故可再抑制飛散，係較具效果的。

於本實施形態，藉由如上述般設定於前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比，如上述可設定前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比，不僅脆性，亦可謀求降低用作成為飛散之發生原因的氯化成分之含磷量，故可再抑制飛散，係較具效果的。

再者，藉由將晶間部分之厚度設成1~200 nm，在加熱時，氯化成分之硫S、氯Cl、氮N已體積膨脹之際，氯化成分會形成立即排出至粒錠外的路徑，故可較難引起飛散現象。

此時，晶間部分之厚度於經予設定成較1 nm程度薄的情形，由於未能充分形成氯化成分之硫S、氯Cl、氮N濃度較高的晶間部分，故加熱時未能使氯化成分立即排出，飛散現象會增加，故並不宜。又晶間部分之厚度於經予設定成較200 nm薄的情形，由於氯化成分之硫S、氯Cl、氮N含有量過多，故飛散現象會增加，故並不宜。

以下詳細說明與本發明有關的MgO沉積材料及其製造方法之第二實施形態。

於本實施形態，亦與第一實施形態同樣的將含硫量設成0.01~50 ppm，含氮量設成0.01~50 ppm，含氮量設成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (37)

0.01~200 ppm，含磷量設成0.01~30 ppm，電氣熔解純度99.0%以上的脫氯化成分MgO粉末，徐徐冷卻至成鑄錠後，由此鑄錠取出單晶部並予破碎，以約2~8 mm直徑製作中心直徑約5 mm之板狀單晶粒錠。結果，與第一實施形態同樣的，若將經予設成本實施形態之氯化成分含有量的MgO單晶粒錠成膜成電漿顯示板時，則可得飛散較少，膜特性良好的MgO膜。

且，於上述的各實施形態，雖同時設定用作氯化成分之硫S、氯Cl、氮N，然而選擇不論何者或多數的氯化成分並如上述般亦可設定其含有量。

又，如此，以同時設定四種類之氯化成分完成上述值，欲降低氯化成分之總量並圖謀可進一步降低飛散現象係有可能的。

以下舉實施例及比較例，較具體的說明本發明，惟本發明在祇要不超出其要旨（技術特徵）下，並非受以下的實施例所限定者。

首先，以高頻熔解市售的MgO粉末／熔塊，藉由該時放出的SO₂氣體之紅外線吸收量，測定含硫量。又藉由原子吸光及ICP（感應結合型電漿分析法，Inductive Coupled Plasma emission Petrochemical analysis），測定MgO純度。在此，熔塊的情形，予以粉碎並成為粉末。又MgO純度係將ICP而得的主要雜質金屬元素（Al、Si、Fe、Ca、Ni、Na、K、Zr、Cr、V、C）量由100%扣除而得的值表示。

此等的結果示於表1A。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (38)

至於脫硫處理，係使等粉末及水作用並製作 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 溶液，以硫成分為 MgSO_4 並予分離後，在大氣中進行燒成並去除水分，而得硫 S 成分量較少的脫硫 MgSO_4 粉末。

至於各脫硫 MgO 粉末之氯化成分的硫量亦示於表 1A。

表 1A

	市售 MgO 粉末 / 熔塊		脫硫 MgO 粉末
	純度 (%)	硫量 (ppm)	硫量 (ppm)
實施例 1	99.99	70	6
實施例 2	99.9	150	30
實施例 3	99.9	160	30
實施例 4	99	300	50
實施例 5	99	320	40

<實施例 1 ~ 4>

對已施加此表 1A 所示的脫硫處理之脫硫 MgO 粉末（平均粒徑 $0.3 \mu\text{m}$ ），添加黏合劑聚乙二醇 1 重量%，將以甲醇改質醇為分散劑之淤漿製備成濃度 30 重量%。其次，用球磨機（使用直徑 5 ~ 20 mm 之耐綸被覆鋼珠）濕式混合 24 小時後，用真空乾燥機在 80°C 使分散劑氯化，接著用乾式予以解碎，而得平均粒徑 $200 \mu\text{m}$ 之造粒粉末。其次將所得的造粒粉末用單軸成形模壓裝置，以 $1000\text{kg}/\text{cm}^2$ 成形外徑 $6.7\text{mm} \phi$ ，厚度 2.0mm 。再者將此成形體放入電氣爐內，在大氣中 1300°C 一次燒成 1 小時後，在 1650°C 二次燒成 3 小時

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (39)

。所得的多晶燒結體粒錠係外徑 $5.0 \pm 0.5 \text{ mm } \phi$ ，厚度 $1.6 \pm 0.2 \text{ mm}$ 。以此燒結體之圓板為實施例 1~4。

<實施例 5>

對已施以此表 1A 所示的脫硫處理之脫硫 MgO 粉末予以電氣熔解，徐徐冷卻並製成鑄錠後，由此鑄錠取出單晶部並予破碎，而得約 $2 \sim 8 \text{ mm}$ 直徑且中心直徑約 5 mm 之板狀單晶粒錠，以此為實施例 5。

<比較例 1~4>

採用施以脫硫處理前之 MgO 粉末，與實施例 1~4 同樣的可得多晶燒結體粒錠，以此為比較例 1~4。

<比較例 5>

採用施以脫硫處理前之 MgO 粉末，與實施例 5 同樣的可得多晶燒結體粒錠，以此為比較例 5。

<比較試驗及評估>

(a) 相對密度及硫量測定

各於甲苯中以阿基米德法測定實施例 1~5 及比較例 1~5 所得的粒錠之相對密度。又與 MgO 粉末同樣的，測定 MgO 粉錠中的硫量。

此等結果示於表 1A。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (40)

(b) 與硫間之飛散評估

MgO沉積材料之飛散試驗，係將實施例1~5及比較例1~5所得的沉積材料裝入電子射束沉積材料裝置之半球狀坩堝 (hearth) (直徑50 mm，深度25 mm) 內，在到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)之氣圍下，照射加速電壓10kV，射束掃描區域約40mm ϕ 之電子射束，加熱MgO沉積材料。且電子射束電流量為90mA保持10 min，用數位影像照相機直接觀察該時際坩堝之狀態，計數飛散粒子之數量並予評估。

此結果示於表1B。

(c) 與硫間之耐濺鍍性評估

採用以實施例1~5及比較例1~5而得的MgO沉積材料，於附有膜厚100 Å之熱氧化膜之矽晶圓上，以到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)，基板溫度200℃，MgO沉積材料及基板間之距離400 mm，成膜速度15 Å/sec之條件，而得約8000 Å之膜厚MgO薄膜。用Ar離子 (2kV) 由膜表面蝕刻此MgO薄膜，藉由以膜全體經予蝕刻為止的時間除膜厚而得的值Sp，評估耐濺鍍性。在此，膜全體經予蝕刻的時間係膜成分之Mg及基板成分之Si間的元素量曲線交叉為止的時間。又Sp值愈小顯示出耐濺鍍性愈良好。

此結果示於表1B。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (41)

表 1B

	相對密度	Mg粒錠中的殘留 硫量 (ppm)	飛散 (個)	耐濺鍍性 Sp(Å/min)
實施例 1	95.41	1	1	9.8
實施例 2	99.53	5	1	10.0
實施例 3	94.11	10	2	10.6
實施例 4	92.02	20	3	10.2
實施例 5	100.00	15	5	10.5
比較例 1	94.00	80	12	11.8
比較例 2	97.54	100	10	11.1
比較例 3	92.57	120	16	12.5
比較例 4	91.89	180	15	12.3
比較例 5	99.89	60	24	12.1

由此等結果，可得知於使用實施例 1~5 之 MgO 沉積材料時，對飛散係小至一位數，又 Sp 值 11.0 以下，於使用比較例 1~5 之 MgO 沉積材料時，飛散係成為二位數，又，Sp 值成為 11.0 以上，耐濺鍍性降低。

同樣的，高頻熔解市售的 MgO 粉末／熔塊，藉由捕集該時放出的氯氣，利用吸光光度計測定其水溶液之分光透過率，測定含氯量。又藉由原子吸光及 ICP，測定 MgO 純度。在此熔塊之情形係予粉碎成粉末。又 MgO 純度係將 ICP 而得的主要雜質金屬元素 (Al、Si、Fe、Ca、Ni、Na、K、Zr、Cr、V、C) 量由 100% 扣除而得的值表示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紉

五、發明說明 (42)

此等的結果示於表 2A。

使此等粉末及水作用而製作 $Mg(OH)_2$ 溶液，於氯成分分離成 $MgCl_2$ 後，在大氣中進行燒成並去除水分，而得氯成分量較少的脫氯 MgO 粉末。

表 2A

	市售 MgO 粉末 / 熔塊		脫硫 MgO 粉末
	純度 (%)	氯量 (ppm)	氯量 (ppm)
實施例 11	99.99	70	10
實施例 12	99.9	80	10
實施例 13	99.9	350	30
實施例 14	99	600	40
實施例 15	99	420	50

< 實施例 11 ~ 14 >

對已施加此表 2A 所示的脫氯處理之脫氯 MgO 粉末（平均粒徑 $0.3 \mu m$ ），添加黏合劑聚乙二醇 1 重量%，將以甲醇改質醇為分散劑之淤漿製備成濃度 30 重量%，其次，用球磨機（使用直徑 $5 \sim 20 mm$ 之耐綸被覆鋼珠）濕式混合 24 小時後，用真空乾燥機在 $80^\circ C$ 使分散劑氣化，接著用乾式予以解碎，而得平均粒徑 $200 \mu m$ 之造粒粉末。其次所得的造粒粉末用單軸成形模壓裝置，以 $1000 kg/cm^2$ 成形成外徑 $6.7 mm \phi$ ，厚度 $2.0 mm$ 。再者將此成形體放入電氣爐內，在大氣中 $1300^\circ C$ 一次燒成 1 小時後，在 $1650^\circ C$ 二次燒成 3

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (43)

小時。所得的多晶燒結體粒錠係外徑 $5.0 \pm 0.5 \text{ mm } \phi$ ，厚度 $1.6 \pm 0.2 \text{ mm}$ 。次此燒結體之圓板為實施例 11~14。

<實施例 15>

對已施以此表 2A 所示的脫氯處理之脫氯 MgO 粉末予以電氣熔解，徐徐冷卻並製成鑄錠後，由此鑄錠取出單晶部並予破碎，而得的 2~8 mm 直徑且中心直徑約 5 mm 之板狀單晶粒錠，以此為實施例 15。

<比較例 11~14>

採用施以脫處理前之 MgO 粉末，實施例 11~14 同樣的可得多晶燒結體粒錠，以此為比較例 11~14。

<比較例 15>

採用施以脫處理前之 MgO 粉末，與實施例 15 同樣的可得多晶燒結體粒錠，以此為比較例 15。

(比較試驗及評估)

(a) 相對密度及氯量測定

各自於甲苯中以阿基米德法測定實施例 11~15 及比較例 11~15 而得的粒錠之相對密度。又與 MgO 粉末同樣的，測定 MgO 粉錠中的氯量。

此等結果示於表 2B。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (44)

(b) 與氮間之飛散評估

MgO沉積材料之飛散試驗，係將實施例11~15及比較例11~15所得的沉積材料裝入電子射束沉積裝置之半球狀坩堝（直徑50 mm，深度25 mm）內，在到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$) 之氣圍下，照射加速電壓10kV，射束掃描區域約40mm ϕ 之電子射束，加速MgO沉積材料。且電子射束電流量為90mA保持10 min，用數位影像照相機直接觀察該時際坩堝之狀態，計數飛散的粒子之數量並予評估。

此結果示於表2B。

(c) 與氮間之耐濺鍍性評估

採用以實施例11~15及比較例11~15而得的MgO沉積材料，於附有膜厚100 Å之熱氧化膜之矽晶圓上，以到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)，基板溫度200℃，MgO沉積材料及基板間之距離400 mm，成膜速度15 Å / sec之條件，而得約8000 Å之膜厚MgO薄膜。全體經予蝕刻為止的時間除膜厚而得的值Sp，評估耐濺鍍性。在此，膜全體經予蝕刻的時間係膜成分之Mg及基板成分之Si間的元素量曲線交叉為止的時間。又Sp值愈小顯示出耐濺鍍性愈良好。

此結果示於表2B。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(45)

表 2B

	相對密度	Mg粒錠中的殘留 氮量 (ppm)	飛散 (個)	耐濺鍍性 Sp(Å/min)
實施例 11	95.66	0.5	2	10.0
實施例 12	99.78	5	3	10.8
實施例 13	94.88	20	4	10.3
實施例 14	92.33	20	3	10.3
實施例 15	99.99	20	7	10.8
比較例 11	93.88	60	20	11.2
比較例 12	98.00	60	16	11.5
比較例 13	92.99	200	26	12.2
比較例 14	91.49	250	30	12
比較例 15	99.94	210	27	12

由此等結果，可得知於使用實施例 11~15 之 MgO 沉積材料時，對飛散係小至一位數，又 Sp 值 11.0 以下，於使用比較例 11~15 之 MgO 沉積材料時，飛散係成為二位數，又，Sp 值成為 11.0 以上，耐濺鍍性降低。

其次同樣的，高頻熔解市售的 MgO 粉末／熔塊，藉由該時放出的 NO₂ 氣體的導熱係數，測定含氮量。又藉由原子吸光及 ICP，測定 MgO 純度。在此熔塊之情形係予粉碎成粉末。又 MgO 純度係將 ICP 而得的主要雜質金屬元素 (Al、Si、Fe、Ca、Ni、Na、K、Zr、Cr、V、C) 量由 100% 扣除而得的值表示，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (46)

此等的結果示於表1。

在 330 ~ 500 °C 0.1 ~ 2 小時之溫度條件真空加熱此等 MgO 粉末並進行脫氮處理，而得氮成分量較少的脫氮 MgO 之粉末。

各脫氮 MgO 粉末之氮量亦示於 3A。

表 3A

	市售 MgO 粉末 / 熔塊		脫氮 MgO 粉末
	純度 (%)	氮量 (ppm)	氮量 (ppm)
實施例 21	99.99	270	80
實施例 22	99.9	300	150
實施例 23	99	400	180
實施例 24	99	410	50

<實施例 21 ~ 24>

對已施加此表 3A 所示的脫氮處理之脫氮 MgO 粉末（平均粒徑 0.3 μ m），添加黏合劑聚乙二醇 1 重量%，將以甲醇改質醇為分散劑之淤漿製備成濃度 30 重量%，其次，用球磨機（使用直徑 5 ~ 20 mm 之耐綸被覆鋼珠）濕式混合 24 小時後，用真空乾燥機在 80 °C 供分散劑氣化，接著用乾式予以解碎，而得平均粒徑 200 μ m 之造粒粉末。其次將所得的造粒粉末用單軸成形模壓裝置，以 1000 kg / cm² 成形成外徑 6.7 mm ϕ ，厚度 2.0 mm。再者將此成形體放入電氣爐內，在大氣中 1300 °C 一次燒成 1 小時後，在 1650 °C 二次燒成 3 小

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (47)

時，所得的多晶燒結體粒錠係外徑 $5.0 \pm 0.5 \text{ mm } \phi$ ，厚度 $1.6 \pm 0.2 \text{ mm}$ 。以此燒結體之圓板為實施例 21~23。

<實施例 24>

對已施以此表 3A 所示的脫氮處理之脫氮 MgO 粉末予以電氣熔解，徐徐冷卻並製成鑄錠後，由此鑄錠取出單晶部並予破碎，而得約 2~8 mm 直徑且中心直徑約 5 mm 之板狀單晶粒錠，以此為實施例 24。

<比較例 21~23>

採用施以脫氮處理前之 MgO 粉末，與實施例 21~23 同法而得多晶燒結體粒錠，以此作為比較例 21~23。

<比較例 24>

採用施以脫氮處理前之 MgO 粉末，與實施例 24 同法而得板狀單晶粒錠，以此作為比較例 24。

<比較試驗及評估>

(a) 相對密度及氮量測定

各自於甲苯中以阿基米德法測定實施例 21~24 及比較例 21~24 所得的粒錠之相對密度。又與 MgO 粉末同樣的，測定 MgO 粉錠中的含氮量。

此等結果示於表 3B。

五、發明說明 (48)

(b) 與氮間之飛散評估

MgO沉積材料之飛散試驗，係將實施例21~24及比較例21~24所得的沉積材料裝入電子射束沉積裝置之半球狀坩堝（直徑50 mm，深度25 mm）內，在到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$) 之氣圍下，照射加速電壓10kV，射束掃描區域約40mm ϕ 之電子射束，加熱MgO沉積材料。且電子射束電流量為90mA保持10 min，用數位影像照相機直接觀察該時際坩堝之狀態，計數飛散的粒子之數量並予評估。

此結果示於表3B。

(c) 與氮間之耐濺鍍性評估

採用以實施例21~24及比較例21~24而得的MgO沉積材料，於附有膜厚1000 Å之熱氧化膜之矽晶圓上，以到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)，基板溫度200℃，MgO沉積材料及基板間之距離400 mm，成膜速度15 Å/sec之條件，而得約8000 Å之膜厚MgO薄膜。以Ar氬離子（2kV）由膜表面蝕刻此MgO薄膜，以膜全體經予蝕刻為止的時間除膜厚而得的值Sp，評估耐濺鍍性。在此，膜全體經予蝕刻的時間係膜成分之Mg及基板成分之Si間的元素量曲線交叉為止的時間。又Sp值愈小顯示出耐濺鍍性愈良好。

此結果示於表3B。

五、發明說明 (49)

表 3B

	相對密度	Mg粒錠中的殘留 氮量 (ppm)	飛散 (個)	耐濺鍍性 Sp(Å/min)
實施例 21	99.50	0.5	3	10.7
實施例 22	94.84	20	2	10.6
實施例 23	92.22	100	3	10.8
實施例 24	100.00	40	6	10.8
比較例 21	97.13	230	15	11.3
比較例 22	92.88	250	22	12.0
比較例 23	91.41	330	18	12.2
比較例 24	99.80	300	26	12.5

由此等結果，可得知於使用實施例 21～24 之 MgO 沉積材料時，對飛散係小至一位數，又 Sp 值 11.0 以下，於使用比較例 21～24 之 MgO 沉積材料時，飛散係成為二位數，又 Sp 值成為 11.0 以上，耐濺鍍性降低。

再者，同樣的高頻熔解市售的 MgO 粉末／熔塊，藉由此時放出的 PO₂ 氣體的導熱係數，測定含磷量。又，藉由原子吸光及 ICP，測定 MgO 純度。在此熔塊之情形係予粉碎成粉末。又，MgO 純度係將 ICP 而得的主要雜質金屬元素 (Al、Si、Fe、Ca、Ni、K、Zr、Cr、V、C) 量由 100% 扣除而得的值表示。

此等結果示於表 4A。

在 800～1200℃，0.1～2 小時之溫度條件真空加熱此等

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (50)

MgO 粉末並進行脫磷處理，而得磷成分量較小的脫磷 MgO 之粉末。

各脫磷 MgO 粉末之磷量亦示於表 4A。

表 4A

	市售 MgO 粉末 / 熔塊		脫磷 MgO 粉末
	純度 (%)	磷量 (ppm)	磷量 (ppm)
實施例 31	99.99	50	5
實施例 32	99.9	100	20
實施例 33	99.9	120	15
實施例 34	99	180	30
實施例 35	99	200	15

<實施例 31 ~ 34>

對已施加此表 4A 所示的脫磷處理之脫磷 MgO 粉末（平均粒徑 $0.3 \mu\text{m}$ ），添加黏合劑聚乙二醇 1 重量%，將以甲醇改質醇為分散劑之淤漿製備成濃度 30 重量%，其次，用球磨機（使用直徑 5 ~ 20 mm 之耐綸被覆鋼珠）濕式混合 24 小時後，用真空乾燥機在 80°C 供分散劑氣化，接著用乾式予以解碎，而得平均粒徑 $200 \mu\text{m}$ 之造粒粉末。其次將所得的造粒粉末用單軸成形模壓裝置，以 $1000\text{kg}/\text{cm}^2$ 成形成外徑 $6.7 \text{ mm } \phi$ ，厚度 2.0 mm。再者將此成形體放入電氣爐內，在大氣中 1300°C 一次燒成 1 小時後，在 1650°C 二次燒成 3 小時，所得的多晶燒結體粒錠係外徑 $5.0 \pm 0.5 \text{ mm } \phi$ ，厚度

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

結

五、發明說明 (51)

1.6 $\pm$ 0.2 mm。以此燒結體之圓板為實施例 31~34。

<實施例 35>

對已施以此表 4A 所示的脫磷處理之脫磷 MgO 粉末予以電氣熔解，徐徐冷卻並製成鑄錠後，由此鑄錠取出單晶部並予破碎，而得約 2~8 mm 直徑且中心直徑約 5 mm 之板狀單晶粒錠，以此為實施例 35。

<比較例 31~34>

採用施以脫磷處理前之 MgO 粉末，與實施例 31~34 同法而得多晶燒結體粒錠，以此作為比較例 31~34。

<比較例 35>

採用施以脫磷處理前之 MgO 粉末，與實施例 35 同法而得板狀單晶粒錠，以此作為比較例 35。

<比較試驗及評估>

(a) 相對密度及磷量測定

各自於甲苯中以阿基米德法測定實施例 31~35 及比較例 31~35 而得的粒錠之相對密度。又與 MgO 粉末同樣的，測定 MgO 粉錠中的含磷量。

此等結果示於表 4B。

(b) 與磷間之飛散評估

五、發明說明 (52)

MgO沉積材料之飛散試驗，係將實施例31~35及比較例31~35所得的沉積材料裝入電子射束沉積裝置之半球狀坩堝（直徑50 mm，深度25 mm）內，在到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$) 之氣圍下，照射加速電壓10kV，射束掃描區域約40mm ϕ 之電子射束，加熱MgO沉積材料。且電子射束電流量為90mA保持10 min，用數位影像照相機直接觀察該時際坩堝之狀態，計數飛散的粒子之數量並予評估。

此結果示於表4B。

(c) 耐濺鍍性評估

採用以實施例31~35及比較例31~35而得的MgO沉積材料，於附有膜厚1000 Å之熱氧化膜之矽晶圓上，以到達真空度 $2.66 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ($2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、 O_2 分壓 $1.33 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)，基板溫度200℃，MgO沉積材料及基板間之距離400 mm，成膜速度15 Å/sec之條件，而得約8000 Å之膜厚MgO薄膜。以Ar氬離子（2kV）由膜表面蝕刻此MgO薄膜，以膜全體經予蝕刻為止的時間除膜厚而得的值Sp，評估耐濺鍍性。在此，膜全體經予蝕刻的時間係膜成分之Mg及基板成分之Si間的元素量曲線交叉為止的時間。又Sp值愈小顯示出耐濺鍍性愈良好。

此結果示於表4B。

五、發明說明 (53)

表 4B

	相對密度	Mg粒錠中的殘留 磷量 (ppm)	飛散 (個)	耐濺鍍性 Sp(Å/min)
實施例 31	95.20	0.5	1	10.0
實施例 32	99.01	17	1	9.8
實施例 33	95.01	8	2	10.8
實施例 34	92.77	20	2	10.9
實施例 35	100.00	10	7	10.7
比較例 31	94.88	40	13	11.6
比較例 32	97.54	60	10	11.6
比較例 33	92.57	70	19	12.0
比較例 34	91.89	120	11	12.5
比較例 35	99.89	50	19	12.0

由此等結果，可得知於使用實施例 31～35 之 MgO 沉積材料時，對飛散係小至一位數，又 Sp 值 11.0 以下，於使用比較例 31～35 之 MgO 沉積材料時，飛散係成為二位數，又 Sp 值成為 11.0 以上，耐濺鍍性降低。

<比較試驗及評估 (續)>

(d) 單晶及多晶之硬度 (材料之脆性) 比較

對在由燒結法而得的多晶粒錠之實施例 3，及由電氣熔解法而得的單晶粒錠之實施例 5，進行維克斯硬度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (54)

(Hv) 、破壞韌性 (K_{IC}) 之測定。

維克斯硬度 (Hv) 係於實施例3及實施例5，各為 608 ± 35 、 698 ± 51 (實測值)，以單晶之實施例5高約15%，惟另一方面破壞韌性 (K_{IC}) 各為 $1.91 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ， $1.26 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (實測值)，以單晶之實施例5低約34%，若一旦微龜裂發生時，則立即傳播，可被視作容易引起沉積材料破片之飛散。

(e) 由結晶值引起的飛散比較試驗

與於上述 (b) 之飛散評估同樣的，在多晶粒錠之實施例3及單晶粒錠之實施例5，進行飛散試驗。

在此的飛散評估，係與前述的內容約略相同，惟使電子射束電流依序增加至 $30 \sim 240 \text{ mA}$ ，表示出以各電流值已保持1分鐘之際的值。其結果示於第1圖。

由第1圖之結果與單晶粒錠比較，可得知以多晶粒錠之實施例3者，飛散發生係在一半以下。

又檢查此時之飛散粒。其結果示於第2圖。

若依第2圖時，來自單晶之飛散粒係磷片狀，此可被推測係在結晶面之解理引起所致。另一方面，在多晶方面形狀係不規則的，可以被推測係在結晶晶間之裂斷已進行所致。單晶係氯化成分呈均勻的存在於內部，另一方面多晶體係局部化於表面／晶間面 (各種分析結果)，可被視作由材料內部之氯化成分的加熱引起之體積膨脹即成為飛散之主要原因。惟在多晶，與單晶比較，脆

五、發明說明 (55)

性較高，故一旦即使於材料內發生微龜裂，亦立即不至成為飛散。又於該情形，由於可形成氯化成分排出的路徑，故再者可被預想作較難引起飛散現象。因此，多晶與單晶比較，可被視作飛散量較少（表1B、表2B、表3B、表4B、第1圖）。如上述，材料之脆性亦係重要的，惟由表1B、表2B、表3B、表4B成為飛散之重要原因之氯化成分量的降低，係藉由再抑制飛散可知有更進一步的效果。

(f) 氯化成分局部化評估

其次，於實施例14之多晶粒錠內，對粒狀、晶間部分、最表面及全體，進行下述的組成、形態分析。

1. 晶間、粒狀部分分析：TEM-EDX（穿透型電子顯微鏡形態觀察），在分析點30 nm ϕ 進行。

2. 最表面分析：利用ESCA評估。以氬離子濺鍍蝕刻表0.5分鐘（離最表面約0.5 nm之蝕刻）並清淨後的表面之分析。分析深度為0.5~50 nm程度。

3. 全體分析：高頻熔解試樣全體，由該時所放出SO₂氣體之紅外線吸收量，測定硫S量。

4. 全體分析：高頻熔解試樣全體，捕集由該時所放出的氯氣，藉由吸光光度計測定水溶液之分光透過率，測定氯量。

5. 全體分析：高頻熔解試樣全體，利用該時所放出的NO₂氣體之傳熱係數予以測定。

五、發明說明 (56)

6. 全體分析：高頻熔解試樣全體，利用該時所放出的 PO_2 氣體之傳熱係數予以測定。

此等結果示於表 5、表 6 及第 3 圖。

第 3 圖為試樣之截面 TEM 照相，於該圖，圖號 1～15 係表示測定點，點 1～3 係位於晶間部分，又點 4、5 係位於結晶粒部分（粒狀部分）。又於各點 1～5 係以 #1～#5 表示。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (57)

表 5

粒界 (分析區域 : 30 nm ϕ)

	#1	#2	#3	平均值
Mg	48.87	48.54	47.75	48.39
O	49.78	50.53	50.94	50.42
Si	0.60	0.64	0.72	0.65
Fe	0.19	0.04	0.13	0.12
Cr	0.00	0.00	0.01	0.00
Ca	0.02	0.00	0.00	0.01
Al	0.26	0.00	0.23	0.16
Ni	0.00	0.00	0.00	0.00
Na	0.08	0.00	0.00	0.03
K	0.00	0.03	0.00	0.01
Cl	0.01	0.01	0.00	0.01
N	0.14	0.14	0.13	0.14
S	0.04	0.03	0.03	0.03
P	0.04	0.04	0.04	0.04

單位 : 元素 %

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (58)

表 6

粒 內 (分析區域 : 30 nm ϕ)

	#4	#5	平均 值
Mg	48.87	48.54	48.71
O	50.52	51.18	50.58
Si	0.04	0.20	0.12
Fe	0.00	0.00	0.00
Cr	0.01	0.02	0.01
Ca	0.02	0.03	0.02
Al	0.00	0.00	0.00
Ni	0.00	0.00	0.00
Na	0.49	0.00	0.25
K	0.01	0.00	0.01
Cl	0.00	0.00	0.00
N	0.02	0.02	0.02
S	0.00	0.00	0.00
P	0.00	0.00	0.00

單位 : 元素 %

(結果)

1. 硫 S 係於晶間部分可予確認有 0.03 元素 % 局部化 , 惟在粒狀部分其濃度過低且在未能直接偵測的偵測界限以下。

多晶最表面之硫 S 係以硫酸鹽之形態存在 0.9 元素 % ,

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (59)

故在晶間亦可推測係相同的。

另一方面，在紅外線吸收分析，硫 S 係 20 ppm (0.002 重量%)，故經予概算的硫量係 0.0016 元素% 以下，可知在晶間存在極大量的 S，於粒狀部分及晶間部分之含硫比為 18 倍以上。

2. 氯 Cl 係於晶間部分可予確認有 0.01 元素% 局部化，惟在粒狀部分其濃度過低且在未能直接偵測的偵測界限以下。

又，多晶最表面之氯 Cl 係以氯化物之形態存在，故在晶間可推測係相同的。

另一方面，在分光透過率測定，氯 Cl 係 20 ppm (0.002 重量%)，故經予概算的氯量係 0.002 元素% 以下，可知在晶間存在極大量的 Cl，於粒狀部分及晶間部分之含氯比為 5 倍以上。

3. 氮 N 係於晶間部分可予確認有 0.14 元素% 局部化，惟在粒狀部分可予偵檢出以 0.02 元素% 存在。

又，多晶最表面之氮 N 係以銨鹽、氨、氮化物之複合形態存在，故在晶間可推測係相同的。

另一方面在全體分析時，氮 N 係 100 ppm (0.01 重量%)，故經予概算的氮量係 0.015 元素% 以下，可知在晶間存在極大量的 Cl，於粒狀部分及晶間部分之含氮比為 7~9 倍以上。

4. 磷 P 係於晶間部分可予確認有 0.04 元素% 局部化，惟在粒狀部分其濃度過低且在未能直接偵測的偵測界限以

五、發明說明 (60)

下。

又，多晶最表面之磷 P 係以磷酸鹽、磷酸 (P_4O_{10})、焦磷酸鹽等形態存在，故在晶間可推測係相同的。

另一方面在全體分析時，磷 P 係 30 ppm (0.003 重量%)，故經予概算的磷量係 0.003 元素% 以下，可知在晶間存在極大量的 P，於粒狀部分及晶間部分之含磷比為 13 倍以上。

如此，由表 5、表 6 之結果可知於結晶粒部分 (粒狀部分) 係幾乎不存在氯化成分，又於晶間部分係幾乎局部化有氯化成分。

產業上之可利用性

若依本發明之 MgO 沉積材料時，則藉由設成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含硫量 0.01~50 ppm，含氯量 0.01~50 ppm，含氮量 0.01~200 ppm，含磷量 0.01~30 ppm，採用此種 MgO 沉積材料，利用電子射束沈積法或離子電鍍法成膜 AC 型、PDP 等的 MgO 保護膜之際，飛散現象之發生程度會降低，用作保護膜，可達成提高 MgO 之膜密度，膜厚分布，透光性、耐濺鍍性、放電特性 (放電電壓、放電響應性等)、絕緣性等的膜特性之功效。

又，於本發明之 MgO 沉積材料之製造方法，採用含硫量 0.01~50 ppm，含氯量 0.01~50 ppm，含氮量 0.01~200 ppm，含磷量 0.01~30 ppm 之 MgO 粉末為原料，欲製造上述的 MgO 沉積材料係可能的。

四、中文發明摘要 (發明之名稱：

)

MgO沉積材料及其製造方法

製成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含硫量 0.01 ~ 50 ppm，含氫量 0.01 ~ 50 ppm，含氮量 0.02 ~ 200 ppm，含磷量 0.01 ~ 30 ppm 之多晶。由而即使用電子射束沉積法亦不發生飛濺現象且可圖謀經予成膜的 MgO 膜之膜特性的提高。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

製

訂

英文發明摘要 (發明之名稱：

)

六、申請專利範圍

1

1. 一種 MgO 沉積材料，其特徵在於製成 MgO 純度在 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，氯化成分含量 0.01~200 ppm 之多晶粒錠。

2. 如申請專利範圍第 1 項之 MgO 沉積材料，係予製成 MgO 純度 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含硫量平均值 0.01~50 ppm 之多晶粒錠。

3. 如申請專利範圍第 2 項之 MgO 沉積材料，其中前述多晶粒錠為具有含硫 S 量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含硫量較高的晶間部分。

4. 如申請專利範圍第 3 項之 MgO 沉積材料，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比大於 5。

5. 如申請專利範圍第 1 項之 MgO 沉積材料，係予製成 MgO 純度在 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含氯量平均值 0.01~50 ppm 之多晶粒錠。

6. 如申請專利範圍第 5 項之 MgO 沉積材料，其中前述多晶粒錠為具有含氯 Cl 量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氯量較高的晶間部分。

7. 如申請專利範圍第 6 項之 MgO 沉積材料，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含氯量之比大於 5。

8. 如申請專利範圍第 1 項之 MgO 沉積材料，係予製成 MgO 純度在 99.0% 以上且相對密度 90.0% 以上，含氮量平均值 0.01~200 ppm 之多晶粒錠。

9. 如申請專利範圍第 8 項之 MgO 沉積材料，其中前述多晶粒錠為具有含氮 N 量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

六、申請專利範圍

2

氮量較高的晶間部分。

10. 如申請專利範圍第9項之MgO沉積材料，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比大於5。

11. 如申請專利範圍第1項之MgO沉積材料，係予製成MgO純度在99.0%以上且相對密度90.0%以上，含磷量平均值0.01~30 ppm之多晶粒錠。

12. 如申請專利範圍第11項之MgO沉積材料，其中前述多晶粒錠為具有含磷量較低的粒狀部分及較粒狀部分含磷量較高的晶間部分。

13. 如申請專利範圍第12項之MgO沉積材料，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比大於5。

14. 一種MgO沉積材料之製造方法，其特徵在於以純度99.0%以上且氯化成分含量0.01~200 ppm之MgO粉末為原料並藉由燒結法製成多晶粒錠。

15. 如申請專利範圍第14項之MgO沉積材料之製造方法，係以純度在99.0%以上且含硫量0.01~50 ppm之MgO粉末為原料並藉由燒結法製成多晶粒錠。

16. 如申請專利範圍第15項之MgO沉積材料之製造方法，其中前述多晶粒錠為具有含硫量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含硫量較高的晶間部分。

17. 如申請專利範圍第16項之MgO沉積材料之製造方法，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含硫量之比大於5。

18. 如申請專利範圍第14項之MgO沉積材料之製造方

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

3

法，係以純度99.0%以上且含氮量0.01~50 ppm之MgO粉末為原料並藉由燒結法製成多晶粒錠。

19. 如申請專利範圍第18項之MgO沉積材料之製造方法，係於前述多晶粒錠內形成含氮量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含氮量較高的晶間部分。

20. 如申請專利範圍第19項之MgO沉積材料之製造方法，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比大於5。

21. 如申請專利範圍第14項之MgO沉積材料之製造方法，係以純度99.0%以上且含氮量0.01~200 ppm之MgO粉末為原料並藉由燒結法製成多晶粒錠。

22. 如申請專利範圍第21項之MgO沉積材料之製造方法，其中前述多晶粒錠為具有含氮量較低粒狀部分及較該粒狀部分含氮量較高的晶間部分。

23. 如申請專利範圍第22項之MgO沉積材料之製造方法，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含氮量之比大於5。

24. 如申請專利範圍第14項之MgO沉積材料之製造方法，係以純度99.0%以上且含磷量0.01~30 ppm之MgO粉末為原料並藉由燒結法製成多晶粒錠。

25. 如申請專利範圍第24項之MgO沉積材料之製造方法，係於前述多晶粒錠內形成含磷量較低的粒狀部分及較該粒狀部分含磷量較高的晶間部分。

26. 如申請專利範圍第25項之MgO沉積材料之製造方

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

4

法，其中前述粒狀部分及前述晶間部分之含磷量之比大於5

。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

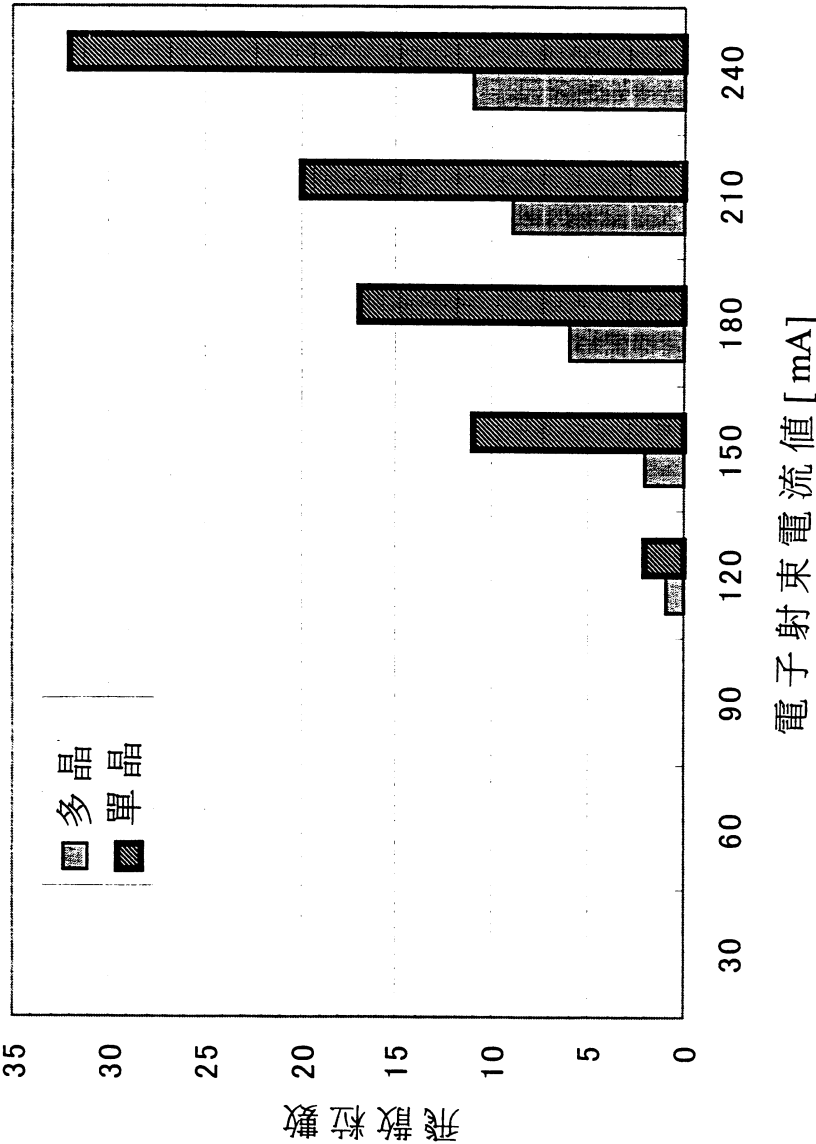
裝

訂

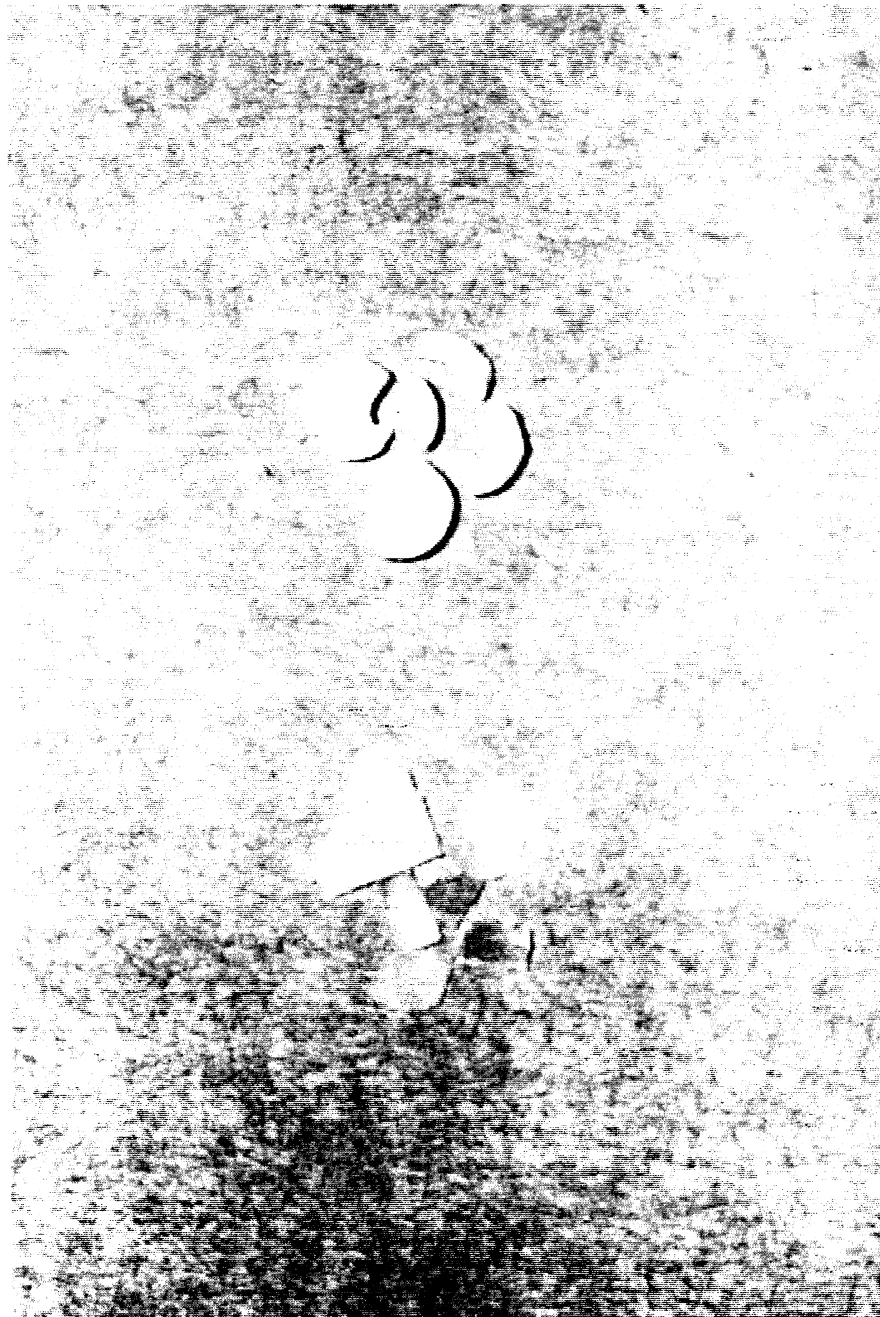
線

747060

第 1 圖



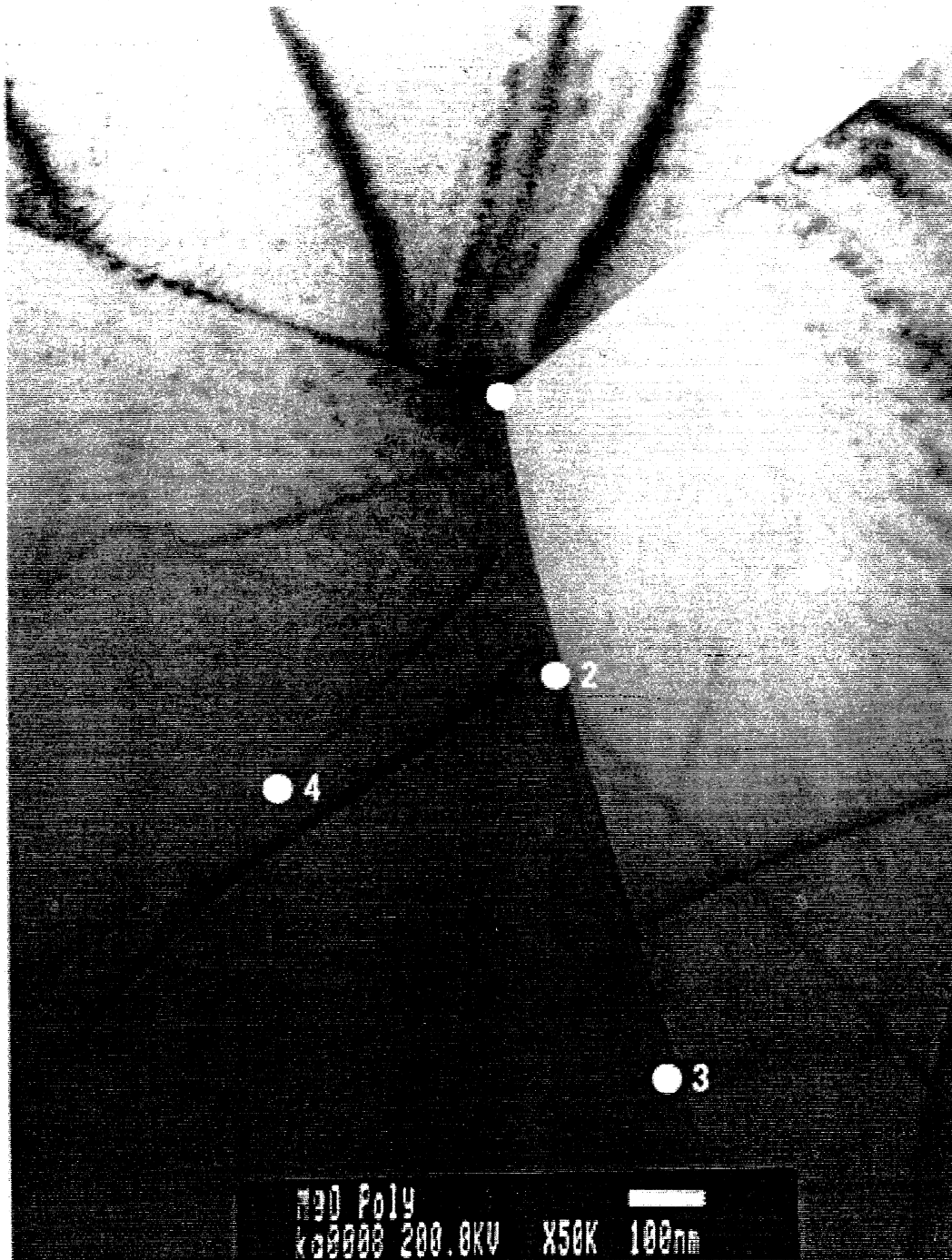
第2圖



多晶

單晶

第 3 圖



(一)、本案指定代表圖爲：第 3 圖

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

無