(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年1月25日(25.01.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/016419 A1

(51) 国際特許分類:
C04B 37/00 (2006.01)　*H01L 21/683* (2006.01)

(21) 国際出願番号：　PCT/JP2017/025610

(22) 国際出願日：　2017年7月13日(13.07.2017)

(25) 国際出願の言語：　日本語

(26) 国際公開の言語：　日本語

(30) 優先権データ：
特願 2016-142494　2016年7月20日(20.07.2016)　JP
特願 2016-151326　2016年8月1日(01.08.2016)　JP

(71) 出願人: 日本特殊陶業株式会社(NGK SPARK PLUG CO., LTD.) [JP/JP]; 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町１４番１８号 Aichi (JP).

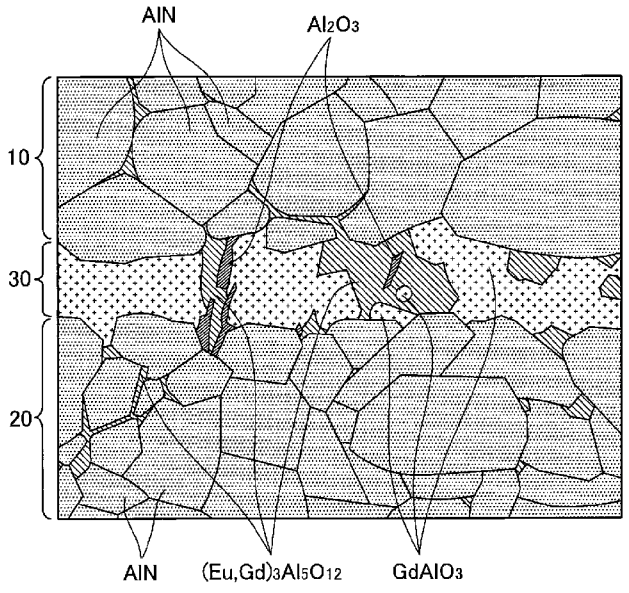
(72) 発明者: 三矢 耕平(MITSUYA Kohei); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町１４番１８号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP). 丹下 秀夫(TANGE Hideo); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町１４番１８号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP). 堀田 元樹(HOTTA Motoki); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町１４番１８号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP). 小川 貴道(OGAWA Takamichi); 〒4678525 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町１４番１８号 日本特殊陶業株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人アルファ国際特許事務所(ALPHA INTERNATIONAL PATENT FIRM); 〒4600003 愛知県名古屋市中区

(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING SEMICONDUCTOR PRODUCTION DEVICE COMPONENT, AND SEMICONDUCTOR PRODUCTION DEVICE COMPONENT

(54) 発明の名称： 半導体製造装置用部品の製造方法、および、半導体製造装置用部品

[図5]



(57) **Abstract:** The present invention suppresses a decline in the joining strength between a first ceramic member and a second ceramic member while reducing the joining temperature thereof. To this end, a method for producing a semiconductor production device component includes a step for preparing a first ceramic member formed from a material having AlN as a principal component thereof, a step for preparing a second ceramic member formed from a material having AlN as a principal component thereof, and a step for joining the first and second ceramic members

WO 2018/016419 A1

[続葉有]

錦一丁目１１番２０号 大永ビルディング３Ｆ Aichi (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

— 国際調査報告（条約第21条(3)）

to one another by heating and pressurizing with a joining agent containing Eu_2O_3, Gd_2O_3 and Al_2O_3 interposed between the first and second ceramic members.

(57) 要約：接合温度を低くしつつ、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を抑制する。 半導体製造装置用部品の製造方法は、ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材を準備する工程と、ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材を準備する工程と、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との間に、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を介在させた状態で加熱加圧することにより第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材とを接合する工程とを含む。

明　細　書

発明の名称 ：

半導体製造装置用部品の製造方法、および、半導体製造装置用部品

技術分野

[0001] 本明細書に開示される技術は、半導体製造装置用部品の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 半導体製造装置用部品として、サセプタ（加熱装置）が用いられる。サセプタは、例えば、内部にヒータを有する板状のセラミックス製の保持部材と、保持部材の一方の面側に配置される円筒状のセラミックス製の支持部材と、保持部材と支持部材との間に配置され、保持部材の一方の面と支持部材の一方の面とを接合する接合層とを備える。保持部材の一方の面とは反対側の保持面にウェハが配置される。サセプタは、ヒータに電圧が印加されることにより発生する熱を利用して、保持面に配置されたウェハを加熱する。

[0003] 保持部材と支持部材とは、比較的に熱伝導率が高いＡＩＮ（窒化アルミニウム）を主成分とする材料により形成されることがある。そして、このようなＡＩＮを主成分とする保持部材および支持部材を備えるサセプタの製造方法として、Ｃａ（カルシウム）を含む接合剤を、保持部材と支持部材との間に介在させた状態で加熱加圧することにより保持部材と支持部材とを接合する方法が知られている（例えば特許文献１参照）。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開２００４－３４５９５２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 上述のサセプタの製造方法では、１６００（℃）程の低い接合温度で、保持部材と支持部材とを接合することができる。しかし、Ｃａを含む接合剤を

用いるため、例えばＣａを含む生成物がウェハ等に異物として混入するおそれがある。そこで、Ｃａの代わりに、Ｇｄ（ガドリニウム）を含む接合剤を用いるサセプタの製造方法が知られているが、Ｃａを含む接合剤を用いる場合に比べて、接合温度が高いため、更なる改善が要望されていた。

[0006] なお、このような課題は、サセプタを構成する保持部材と支持部材との接合に限らず、例えば静電チャックなどの保持装置を構成するセラミックス部材同士の接合にも共通の課題である。また、このような課題は、保持装置に限らず、例えばシャワーヘッドなどの半導体製造装置用部品を構成するセラミックス部材同士の接合に共通の課題である。

[0007] 本明細書では、上述した課題を解決することが可能な技術を開示する。

課題を解決するための手段

[0008] 本明細書に開示される技術は、例えば、以下の形態として実現することが可能である。

[0009] （１）本明細書に開示される半導体製造装置用部品の製造方法は、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材を準備する工程と、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材を準備する工程と、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を介在させた状態で加熱加圧することにより前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する工程とを含む。本願の発明者は、実験等により、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を用いると、Ｇｄ（ガドリニウム）を含む接合剤を用いる従来の製造方法に比べて、ＡｌＮ（窒化アルミニウム）を主成分とする材料により形成されたセラミックス部材同士を接合する際の接合温度が低くても、高い接合強度で接合することができることを見出した。そこで、本半導体製造装置用部品によれば、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を用いることによって、接合温度を低くしつつ、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を抑制することができる。

[0010] （２）本明細書に開示される半導体製造装置用部品は、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材と、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材と、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に配置され、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する接合層と、を備える半導体製造装置用部品において、前記接合層は、ＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物を含んでいる。本半導体製造装置用部品によれば、Ｅｕ（ユーロピウム）とＧｄとＡｌ（アルミニウム）とを含む複合酸化物が比較的に低い接合温度において流動性を有することによって、接合温度を低くしつつ、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を抑制することができる。

[0011] （３）上記半導体製造装置用部品において、前記接合層において、前記複合酸化物の含有率は、０．１ｍｏｌ％以上であることを特徴とする構成としてもよい。本半導体製造装置用部品によれば、低温でも流動性が高いＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物の含有率が０．１ｍｏｌ％以上であることによって、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を、より効果的に抑制することができる。

[0012] （４）本明細書に開示される半導体製造装置用部品は、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材と、ＡｌＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材と、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に配置され、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する複数の接合部と、を備える半導体製造装置用部品において、前記接合部は、ＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物を含んでいる。本半導体製造装置用部品によれば、ＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物が比較的に低い接合温度において流動性を有することによって、接合温度を低くしつつ、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を抑制することができる。

[0013] （５）上記半導体製造装置用部品において、前記接合部において、前記複合

酸化物の含有率は、０．１ｍｏｌ％以上であることを特徴とする構成としてもよい。本半導体製造装置用部品によれば、低温でも流動性が高いＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物の含有率が０．１ｍｏｌ％以上であることによって、第１のセラミックス部材と第２のセラミックス部材との接合強度の低下を、より効果的に抑制することができる。

[0014] なお、本明細書に開示される技術は、種々の形態で実現することが可能であり、例えば、静電チャック、真空チャック等の保持装置、サセプタ等の加熱装置、シャワーヘッド等の半導体製造装置用部品、それらの製造方法の形態で実現することが可能である。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本実施形態におけるサセプタ１００の外観構成を概略的に示す斜視図である。

[図2]本実施形態におけるサセプタ１００のＸＺ断面構成を概略的に示す説明図である。

[図3]本実施形態におけるサセプタ１００の製造方法を示すフローチャートである。

[図4]サセプタ１００の性能評価の結果を示す説明図である。

[図5]実施例のサセプタ１００のＳＥＭ画像を模式的に示す説明図である。

[図6]比較例１のサセプタ１００のＳＥＭ画像を模式的に示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0016] Ａ．実施形態：

Ａ－１．サセプタ１００の構成：

図１は、本実施形態におけるサセプタ１００の外観構成を概略的に示す斜視図であり、図２は、本実施形態におけるサセプタ１００のＸＺ断面構成を概略的に示す説明図である。各図には、方向を特定するための互いに直交するＸＹＺ軸が示されている。本明細書では、便宜的に、Ｚ軸正方向を上方向といい、Ｚ軸負方向を下方向というものとするが、サセプタ１００は実際にはそのような向きとは異なる向きで設置されてもよい。サセプタ１００は、

請求の範囲における半導体製造装置用部品に相当する。

[0017] サセプタ１００は、対象物（例えばウェハW）を保持しつつ所定の処理温度に加熱する装置であり、例えば半導体装置の製造工程で使用される薄膜形成装置（例えばＣＶＤ装置やスパッタリング装置）やエッチング装置（例えばプラズマエッチング装置）に備えられている。サセプタ１００は、所定の配列方向（本実施形態では上下方向（Ｚ軸方向））に並べて配置された保持部材１０および支持部材２０を備える。保持部材１０と支持部材２０とは、保持部材１０の下面（以下、「保持側接合面Ｓ２」という）と支持部材２０の上面（以下、「支持側接合面Ｓ３」という）とが上記配列方向に対向するように配置されている。サセプタ１００は、さらに、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２と支持部材２０の支持側接合面Ｓ３との間に配置された接合層３０を備える。保持部材１０は、請求の範囲における第１のセラミックス部材に相当し、支持部材２０は、請求の範囲における第２のセラミックス部材に相当する。

[0018] （保持部材１０）

保持部材１０は、例えば円形平面の板状部材であり、ＡＩＮ（窒化アルミニウム）を主成分とするセラミックスにより形成されている。なお、ここでいう主成分とは、含有割合（重量割合）の最も多い成分を意味する。保持部材１０の直径は、例えば１００（ｍｍ）～５００（ｍｍ）程度であり、保持部材１０の厚さは、例えば３（ｍｍ）～１０（ｍｍ）程度である。

[0019] 保持部材１０の内部には、導電性材料（例えば、タングステンやモリブデン等）により形成された線状の抵抗発熱体で構成されたヒータ５０が設けられている。ヒータ５０の一対の端部は、保持部材１０の中央部付近に配置されている。また、保持部材１０の内部には、一対のビア５２が設けられている。各ビア５２は、上下方向に延びる線状の導電体であり、各ビア５２の上端は、ヒータ５０の各端部に接続されており、各ビア５２の下端は、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２側に配置されている。また、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２の中央部付近には、一対の受電電極５４が配置されている。各

受電電極５４は、各ビア５２の下端に接続されている。これにより、ヒータ５０と各受電電極５４とが電気的に接続されている。

[0020]（支持部材２０）

支持部材２０は、例えば上下方向に延びた円筒状部材であり、支持側接合面Ｓ３（上面）から下面Ｓ４まで上下方向に貫通する貫通孔２２が形成されている。支持部材２０は、保持部材１０と同様に、ＡｌＮを主成分とするセラミックスにより形成されている。支持部材２０の外径は、例えば３０（ｍｍ）～９０（ｍｍ）程度であり、内径は、例えば１０（ｍｍ）～６０（ｍｍ）程度であり、上下方向の長さは、例えば１００（ｍｍ）～３００（ｍｍ）程度である。支持部材２０の貫通孔２２内には、一対の電極端子５６が収容されている。各電極端子５６は、上下方向に延びる棒状の導電体である。各電極端子５６の上端は、各受電電極５４にロウ付けにより接合されている。一対の電極端子５６に電源（図示せず）から電圧が印加されると、ヒータ５０が発熱することによって保持部材１０が温められ、保持部材１０の上面（以下、「保持面Ｓ１」という）に保持されたウェハＷが温められる。なお、ヒータ５０は、保持部材１０の保持面Ｓ１をできるだけ満遍なく温めるため、例えばＺ方向視で略同心円状に配置されている。また、支持部材２０の貫通孔２２内には、熱電対の２本の金属線６０（図２では１本のみ図示）が収容されている。各金属線６０は、上下方向に延びように配置され、各金属線６０の上端部分６２は、保持部材１０の中央部に埋め込まれている。これにより、保持部材１０内の温度が測定され、その測定結果に基づきウェハＷの温度制御が実現される。

[0021]（接合層３０）

接合層３０は、円環状のシート層であり、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２と支持部材２０の支持側接合面Ｓ３とを接合している。接合層３０は、Ｅｕ（ユーロピウム）とＧｄ（ガドリニウム）とＡｌ（アルミニウム）とを含む複合酸化物を含む材料により形成されている。具体的には、接合層３０は、$(Eu, Gd)_3Al_5O_{12}$と、$GdAlO_3$と、Al_2O_3（アルミナ）と

を含む材料により形成されている。接合層３０の外径は、例えば３０（ｍｍ）～９０（ｍｍ）程度であり、内径は、例えば１０（ｍｍ）～６０（ｍｍ）程度であり、厚さは、例えば２（μｍ）～６０（μｍ）程度である。

[0022] Ａ－２．サセプタ１００の製造方法：

次に、本実施形態におけるサセプタ１００の製造方法を説明する。図３は、本実施形態におけるサセプタ１００の製造方法を示すフローチャートである。はじめに、保持部材１０と支持部材２０とを準備する（Ｓ１１０）。上述したように、保持部材１０と支持部材２０とは、いずれもＡｌＮを主成分とするセラミックスにより形成されている。なお、保持部材１０および支持部材２０は、公知の製造方法によって製造可能であるため、ここでは製造方法の説明を省略する。

[0023] 次に、接合層３０の形成材料であるペースト状の接合剤を準備する（Ｓ１２０）。具体的には、Eu_2O_3（酸化ユーロピウム）粉末とGd_2O_3（ガドリニア）粉末とAl_2O_3粉末とを所定の割合で混合し、さらに、アクリルバインダおよびブチルカルビトールと共に混合することにより、ペースト状の接合剤を形成する。なお、ペースト状の接合剤の形成材料の組成比は、例えば、Eu_2O_3が２０ｍｏｌ％であり、Gd_2O_3が２０ｍｏｌ％であり、Al_2O_3が６０ｍｏｌ％であることが好ましい。次に、保持部材１０と支持部材２０との間に、準備されたペースト状の接合剤を配置する（Ｓ１３０）。具体的には、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２と支持部材２０の支持側接合面Ｓ３とをラップ研磨し、各接合面Ｓ２，Ｓ３の表面粗さを１μｍ以下、平坦度を１０μｍ以下にする。そして、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２と支持部材２０の支持側接合面Ｓ３との少なくとも一方に、ペースト状の接合剤を塗布する。そして、ペースト状の接合剤を、マスク印刷により、保持部材１０の保持側接合面Ｓ２と支持部材２０の支持側接合面Ｓ３との少なくとも一方に塗布して脱脂処理をする。その後、支持部材２０の支持側接合面Ｓ３と保持部材１０の保持側接合面Ｓ２とを、ペースト状の接合剤を介して重ね合わせることにより、保持部材１０と支持部材２０との積層体を形成する。

[0024] 次に、保持部材１０と支持部材２０との積層体をホットプレス炉内に配置し、N_2（窒素）中で加圧しつつ加熱する（Ｓ１４０）。これにより、ペースト状の接合剤が溶融して接合層３０が形成され、保持部材１０と支持部材２０とが接合層３０により接合される。この加熱・加圧接合における圧力は、０．１ＭＰａ以上、１５ＭＰａ以下の範囲内に設定されることが好ましい。加熱・加圧接合における圧力が０．１ＭＰａ以上に設定されると、被接合部材（保持部材１０や支持部材２０）の表面にうねり等があった場合でも被接合部材間に接合されない隙間が生じることが抑制され、初期における保持部材１０と支持部材２０との接合強度（接合層３０の接合強度）が低下することを抑制することができる。また、加熱・加圧接合における圧力が１５ＭＰａ以下に設定されると、保持部材１０の割れや支持部材２０の変形が発生することを抑制することができる。なお、接合面Ｓ２，Ｓ３には、０．２Ｋｇｆ／ｃｍ^2～３Ｋｇｆ／ｃｍ^{2}の圧力が付与される。

[0025] また、この加熱・加圧接合における温度は、１６７５（℃）まで上昇させることが好ましい。加熱・加圧接合における温度が１６７５（℃）まで上昇したら、１６７５（℃）の状態を約１０（分）維持した後、ホットプレス炉内の温度を室温まで下げる。加熱・加圧接合の後、必要により後処理（外周や上下面の研磨、端子の形成等）を行う。以上の製造方法により、上述した構成のサセプタ１００が製造される。

[0026] Ａ－３．性能評価：

実施例のサセプタ１００と比較例１～３のサセプタとについて、以下に説明する性能評価を行った。

[0027] Ａ－３－１．実施例および比較例１～３について：

図４は、サセプタ１００の性能評価の結果を示す説明図である。実施例のサセプタ１００は、上述した製造方法で製造されたものである。比較例１～３のサセプタは、保持板と支持体と接合層とを備える。比較例１～３のサセプタは、実施例のサセプタ１００に対して、接合剤の形成材料と接合温度との少なくとも１つが異なる製造方法により製造されたものである。実施例の

サセプタ１００と比較例のサセプタとは、以下の点で共通している。

（保持板の構成）

・材料：ＡｌＮを主成分とするセラミックス

・直径：１００（ｍｍ）～５００（ｍｍ）

・厚さ：３（ｍｍ）～１５（ｍｍ）

（支持体の構成）

・材料：ＡｌＮを主成分とするセラミックス

・外径：３０（ｍｍ）～９０（ｍｍ）

・内径：１０（ｍｍ）～６０（ｍｍ）

・上下方向の長さ：１００（ｍｍ）～３００（ｍｍ）

（接合層の外形）

・外径：３０（ｍｍ）～９０（ｍｍ）

・内径：１０（ｍｍ）～６０（ｍｍ）

・厚さ：５０（μｍ）～７０（μｍ）

[0028] 図４にも示すように、実施例のサセプタ１００と比較例１～３のサセプタとは、接合剤の形成材料（接合層の形成材料）と接合温度との少なくとも１つが相違している。具体的には次の通りである。接合層の形成材料は、上述の加熱・加圧により、接合剤の形成材料が化学反応して生成される材料である。

実施例のサセプタ１００：

・接合剤の形成材料：Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む

・接合層３０の形成材料：$(Eu, Gd)_3Al_5O_{12}$と$GdAlO_3$とAl_2O_3とを含む

・接合温度：１６７５（℃）

比較例１のサセプタ：

・接合剤の形成材料：Eu_2O_3とAl_2O_3とを含み、Gd_2O_3とを含まない

・接合層３０の形成材料：$Eu_3Al_5O_{12}$とAl_2O_3とを含み、$Gd_3Al_5O_{12}$と$GdAlO_3$とを含まない

・接合温度：実施例と同じ

比較例２のサセプタ：

・接合剤の形成材料：Gd_2O_3とAl_2O_3とを含み、Eu_2O_3とを含まない

・接合層３０の形成材料：$GdAlO_3$とAl_2O_3とを含み、$(Eu, Gd)_3Al_5O_{12}$と$EuAlO_3$とを含まない

・接合温度：１７２５（℃）（実施例より高い温度）

比較例３のサセプタ：

・接合剤の形成材料：比較例２と同じ

・接合層３０の形成材料：比較例２と同じ

・接合温度：実施例と同じ（比較例２より低い温度）

[0029] Ａ－３－２．評価手法：

接合層の接合強度の評価として、実施例のサセプタ１００および比較例１～３のサセプタについて、Ｈｅ（ヘリウム）リーク試験とＳＥＭ（走査型電子顕微鏡）観察とを行った。

[0030] （Ｈｅリーク試験）

Ｈｅリーク試験では、例えば、実施例のサセプタ１００の支持部材２０の下側開口端にＨｅリークディテクタ（図示せず）を連結し、接合層３０の外周側からＨｅガスを吹き付ける。そして、Ｈｅリークディテクタの検出結果に基づき、接合層３０におけるＨｅのリークの検出の有無を確認した。Ｈｅのリークが検出されることは、接合層３０中に空洞が存在しているために接合強度が低いことを意味する。

[0031] （ＳＥＭ観察）

ＳＥＭ観察では、例えば実施例のサセプタ１００の保持部材１０と支持部材２０と接合層３０とを含む所定サイズの接合部分を試験片として切り出して、その試験片をＳＥＭにより観察した。

[0032] Ａ－３－３．評価結果：

（Ｈｅリーク試験）

実施例のサセプタ１００と比較例２のサセプタでは、Ｈｅリーク試験にお

いて、Ｈｅのリークは検出されなかった。一方、比較例１，３のサセプタでは、Ｈｅリーク試験において、Ｈｅのリークが検出された。

[0033] （ＳＥＭ観察）

図５は、実施例のサセプタ１００のＳＥＭ画像を模式的に示す説明図であり、図６は、比較例１のサセプタのＳＥＭ画像を模式的に示す説明図である。図５に示すように、実施例のサセプタ１００では、接合層３０の形成材料である（Ｅｕ，Ｇｄ）$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$、ＧｄＡｌＯ$_3$およびＡｌ$_2$Ｏ$_3$、特に（Ｅｕ，Ｇｄ）$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$が、保持部材１０および支持部材２０の形成材料であるＡＩＮ間の隙間、保持部材１０と接合層３０との境界の隙間や、支持部材２０と接合層３０との境界の隙間（以下、まとめて「各隙間」という）を埋めるように広がっていることがわかる。実施例のサセプタ１００の製造に用いられたＥｕ$_2$Ｏ$_3$とＧｄ$_2$Ｏ$_3$とＡｌ$_2$Ｏ$_3$とを含む接合剤は、１６７５（℃）といった比較的に低い温度でも流動性が高いため、接合剤がＡＩＮの間の隙間等に入り込むことにより、接合層３０が形成された際には、（Ｅｕ，Ｇｄ）$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$とＧｄＡｌＯ$_3$とＡｌ$_2$Ｏ$_3$とのいずれかによって各隙間が埋められたと考えられる。実施例のサセプタ１００では、各隙間が埋まっているため、Ｈｅリーク試験において、Ｈｅのリークは検出されなかったと考えられる。なお、実施例のサセプタ１００では、三点曲げ試験において、接合層３０の接合強度は、基準荷重に対して約９０％程度の強度であった。なお、基準荷重は、全体がＡＩＮを主成分とするセラミックスで形成された母材の破壊荷重である。

[0034] 図６に示すように、比較例１のサセプタでは、各隙間にＥｕ$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$とＡｌ$_2$Ｏ$_3$とのいずれも存在せず、各隙間が空洞Ｂになっていることがわかる。比較例１のサセプタの製造に用いられたＥｕ$_2$Ｏ$_3$とＡｌ$_2$Ｏ$_3$とを含む接合剤は、１６７５（℃）といった比較的に低い温度では流動性が低いため、各隙間に入り込めず、その結果、接合層が形成された際に各隙間が空洞Ｂになったと考えられる。比較例１のサセプタでは、各隙間が埋まっていないため、Ｈｅリーク試験において、Ｈｅのリークが検出されたと考えられる。また

、比較例１のサセプタの接合層には多くの空洞Ｂが存在するため、該接合層の接合強度は、実施例のサセプタ１００の接合層３０の接合強度に比べて低いと考えられる。

[0035] また、比較例２のサセプタでは、図示しないが、接合層の形成材料である$GdAlO_3$およびAl_2O_3が、各隙間を埋めるように広がっている。一方、比較例３のサセプタでは、図示しないが、各隙間に接合層の形成材料である$GdAlO_3$とAl_2O_3とのいずれも存在せず、各隙間が空洞になっている。このように、比較例２のサセプタと比較例３のサセプタとは、接合層（接合剤）の形成材料が同じであるにもかかわらず、ＳＥＭ観察の結果が異なる。これは、比較例２，３のサセプタに用いられたGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤は、１７２５（℃）といった比較的に高い温度では流動性が高いが、１６７５（℃）といった比較的に低い温度では流動性が低いからであると考えられる。比較例２のサセプタでは、各隙間が埋まっているため、Ｈｅリーク試験において、Ｈｅのリークは検出されず、比較例３のサセプタでは、各隙間が埋まっていないため、Ｈｅリーク試験において、Ｈｅのリークが検出されたと考えられる。なお、比較例２のサセプタの接合層には隙間が少ないため、該接合層の接合強度は、実施例のサセプタ１００の接合層３０の接合強度と同等であると考えられる。比較例３のサセプタの接合層には多くの空洞が存在するため、該接合層の接合強度は、実施例のサセプタ１００の接合層３０の接合強度に比べて低いと考えられる。

[0036] Ａ－４．本実施形態の効果：

本願の発明者は、実験等により、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を用いると、Ｇｄを含む接合剤を用いる従来の製造方法に比べて、ＡｌＮを主成分とする材料により形成されたセラミックス部材同士を接合する際の接合温度が低くても、高い接合強度で接合することができることを見出した。そこで、本実施形態によれば、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を用いることによって、接合温度を低くしつつ、接合層３０の接合強度の低下を抑制することができる。具体的には、上述したように、実施例

のサセプタ１００によれば、Gd_2O_3を含む接合剤を用いる比較例２のサセプタに比べて、接合温度を低くしつつ同等の接合強度を確保することができる。また、接合温度を低くすることよって、保持部材１０や支持部材２０の熱による変形を抑制することができる。しかも、本実施形態によれば、接合温度を低くしつつ、約１０分という短い接合時間で高い接合強度を確保することができる。接合時間が短いことによって、サセプタ１００の製造効率を向上させることができる。

[0037] また、本実施形態によれば、低温でも流動性が高い$(Eu, Gd)_3Al_5O_{12}$の含有率が０．１ｍｏｌ％以上であることによって、接合層３０の接合強度の低下を、より効果的に抑制することができる。

[0038] Ｂ．変形例：

本明細書で開示される技術は、上述の実施形態に限られるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲において種々の形態に変形することができ、例えば次のような変形も可能である。

[0039] 上記実施形態において、保持部材１０と支持部材２０とが、接合層３０ではなく、複数の接合部によって接合されているとしてもよい。具体的には、保持部材１０と支持部材２０との間に、保持部材１０と支持部材２０との対向方向に直交する一の仮想平面上に配置された複数の接合部が離散的に形成されているとともに、保持部材１０と支持部材２０とが、保持部材１０および支持部材２０の形成材料であるＡｌＮ粒子を介して部分的に連結されているとしてもよい。

[0040] 上記実施形態および変形例において、保持部材１０と支持部材２０との間に、例えば、接合層３０（接合部）と共に、該接合層３０（接合部）とは組成が異なる第２の接合層（第２の接合部）が介在しているとしてもよい。すなわち、保持部材１０と支持部材２０とが、組成が互いに異なる複数の接合層または接合部を介して接合されているとしてもよい。

[0041] 上記実施形態および変形例における保持部材１０および支持部材２０を形成するセラミックスは、ＡｌＮを主成分として含んでいれば、他の元素を含

んでいてもよい。

[0042] 上記実施形態および変形例において、接合層３０（接合部）を形成する材料は、（Ｅｕ，Ｇｄ）$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$以外のＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物を含んでいてもよい。また、接合層３０（接合部）を形成する材料は、Ａｌ$_2$Ｏ$_3$やＧｄＡｌＯ$_3$以外の物質（例えばＡｌＮ）を含んでいてもよい。また、上記実施形態のように、接合層３０（接合部）を形成する材料は、ペロブスカイト構造若しくはガーネット構造をとる希土類元素およびＡｌを含む１または複数の複合酸化物と、Ａｌ$_2$Ｏ$_3$との内の２種以上の物質を含むことが好ましい。なお、接合層３０における（Ｅｕ，Ｇｄ）$_3$Ａｌ$_5$Ｏ$_{12}$の含有率は、０．１ｍｏｌ％未満でもよいが、０．１ｍｏｌ％以上であることが好ましい。

[0043] 上記実施形態および変形例において、接合剤を形成する材料は、Ｅｕ$_2$Ｏ$_3$とＧｄ$_2$Ｏ$_3$とＡｌ$_2$Ｏ$_3$とを含んでいれば、他の元素を含んでもいてもよい。

[0044] また、上記実施形態におけるサセプタ１００の製造方法はあくまで一例であり、種々変形可能である。

[0045] 本発明は、サセプタ１００に限らず、ポリイミドヒータ等の他の加熱装置、セラミックス板とベース板とを備え、セラミックス板の表面上に対象物を保持する保持装置（例えば、静電チャックや真空チャック）、シャワーヘッド等の他の半導体製造装置用部品にも適用可能である。

符号の説明

[0046] １０：保持部材　２０：支持部材　２２：貫通孔　３０：接合層　５０：ヒータ　５２：ビア　５４：受電電極　５６：電極端子　６０：金属線　６２：上端部分　１００：サセプタ　Ｂ：空洞　Ｓ１：保持面　Ｓ２：保持側接合面　Ｓ３：支持側接合面　Ｓ４：下面　Ｗ：ウェハ

請求の範囲

[請求項1] ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材を準備する工程と、

ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材を準備する工程と、

前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に、Eu_2O_3とGd_2O_3とAl_2O_3とを含む接合剤を介在させた状態で加熱加圧することにより前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する工程とを含むことを特徴とする、半導体製造装置用部品の製造方法。

[請求項2] ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材と、

ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材と、

前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に配置され、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する接合層と、を備える半導体製造装置用部品において、

前記接合層は、ＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物を含んでいることを特徴とする、半導体製造装置用部品。

[請求項3] 請求項２に記載の半導体製造装置用部品において、

前記接合層において、

前記複合酸化物の含有率は、０．１ｍｏｌ％以上であることを特徴とする、半導体製造装置用部品。

[請求項4] ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第１のセラミックス部材と、

ＡＩＮを主成分とする材料により形成された第２のセラミックス部材と、

前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材との間に配置され、前記第１のセラミックス部材と前記第２のセラミックス部材とを接合する複数の接合部と、を備える半導体製造装置用部品において、

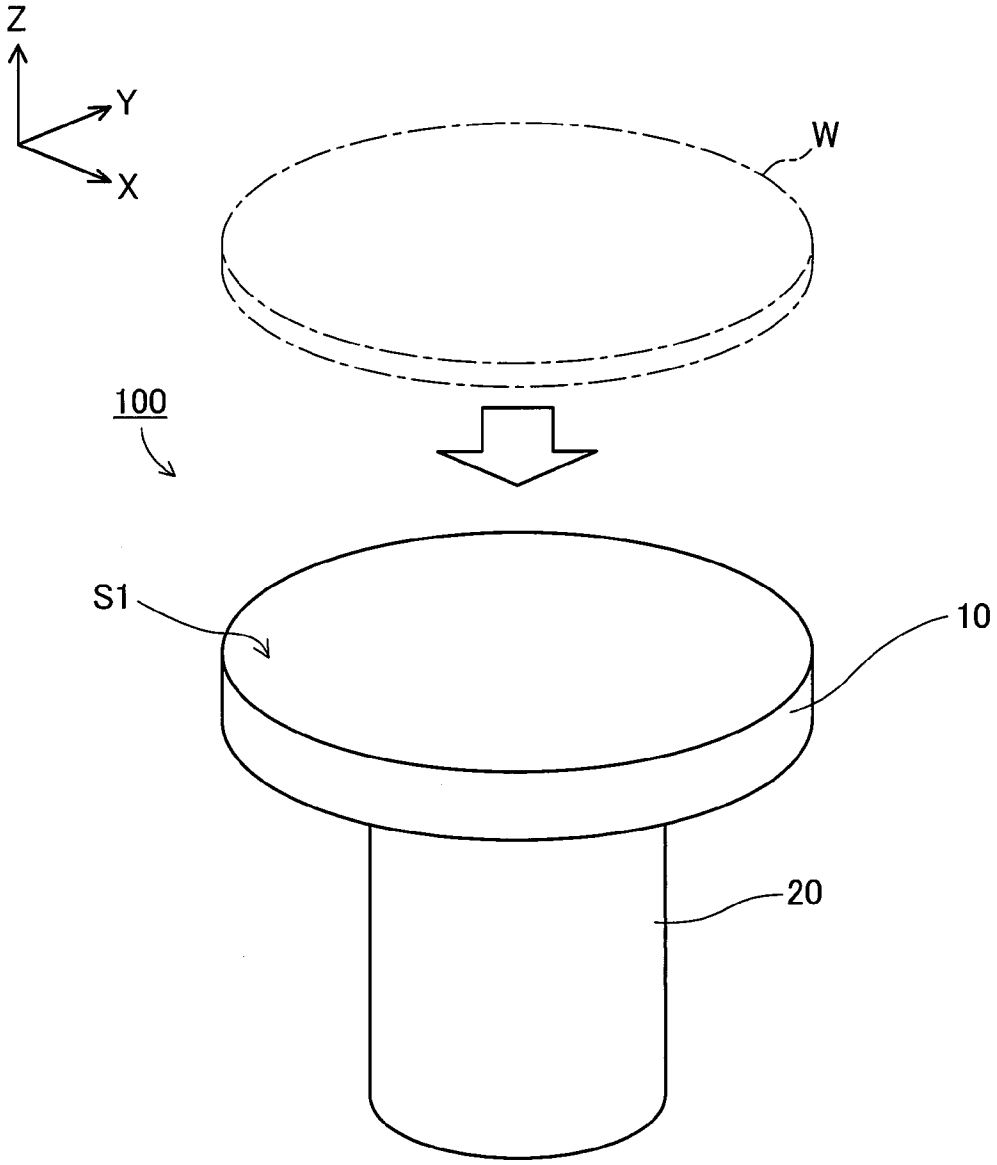
前記接合部は、ＥｕとＧｄとＡｌとを含む複合酸化物を含んでいることを特徴とする、半導体製造装置用部品。

[請求項5] 請求項４に記載の半導体製造装置用部品において、

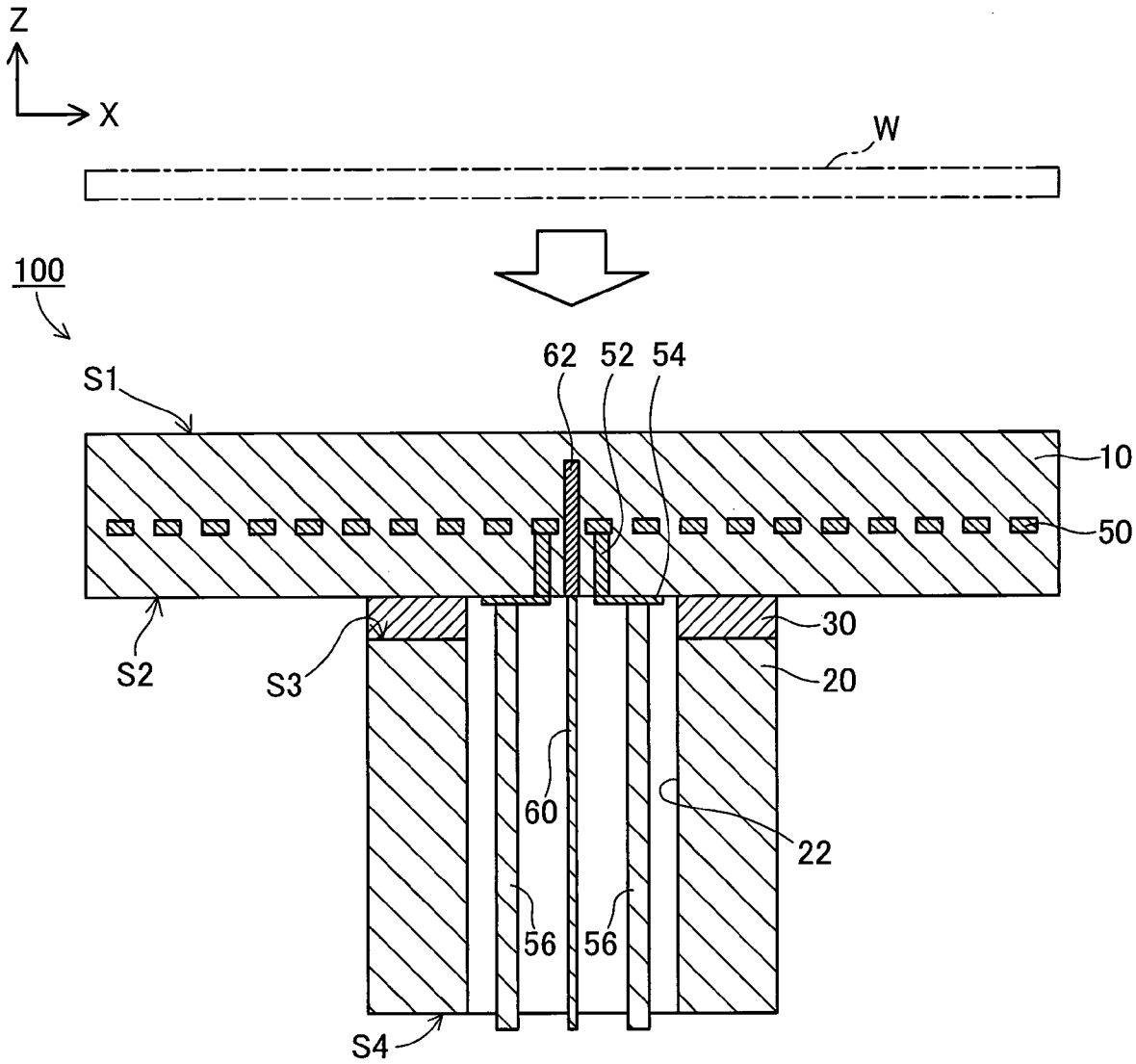
前記接合部において、

前記複合酸化物の含有率は、０．１ｍｏｌ％以上であることを特徴とする、半導体製造装置用部品。

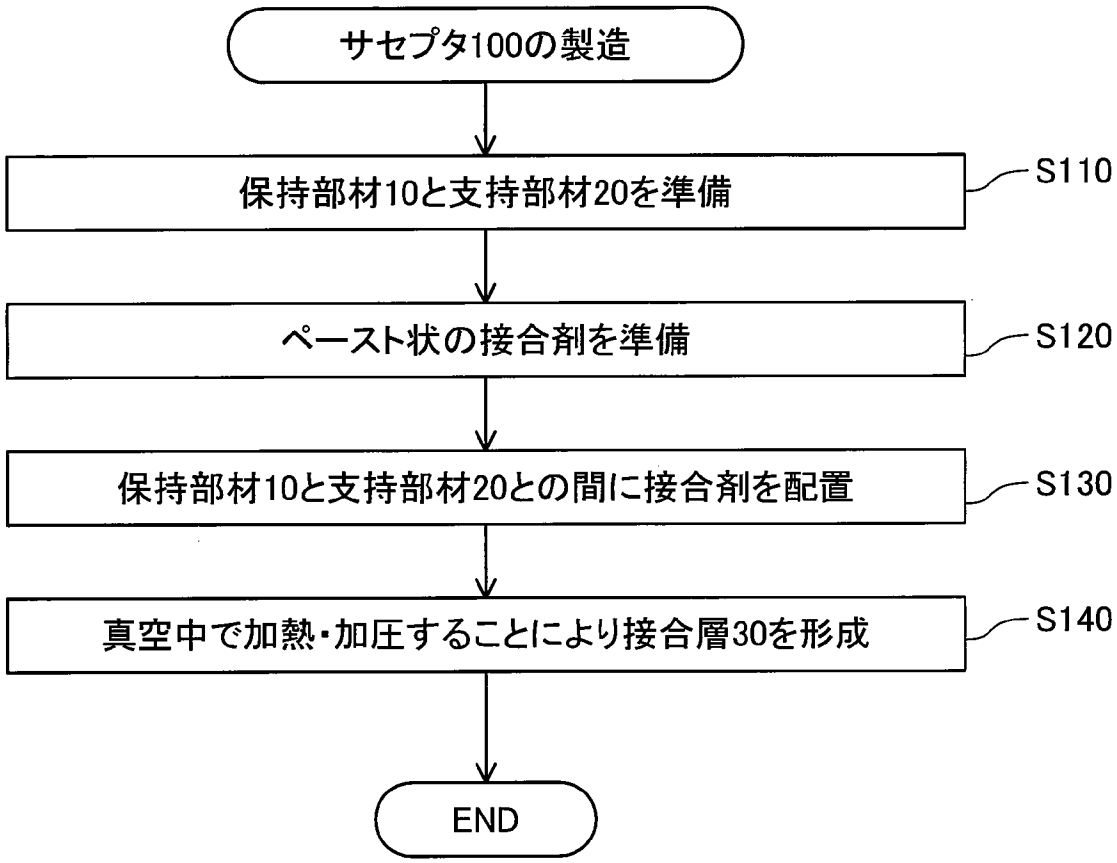
[図1]



[図2]



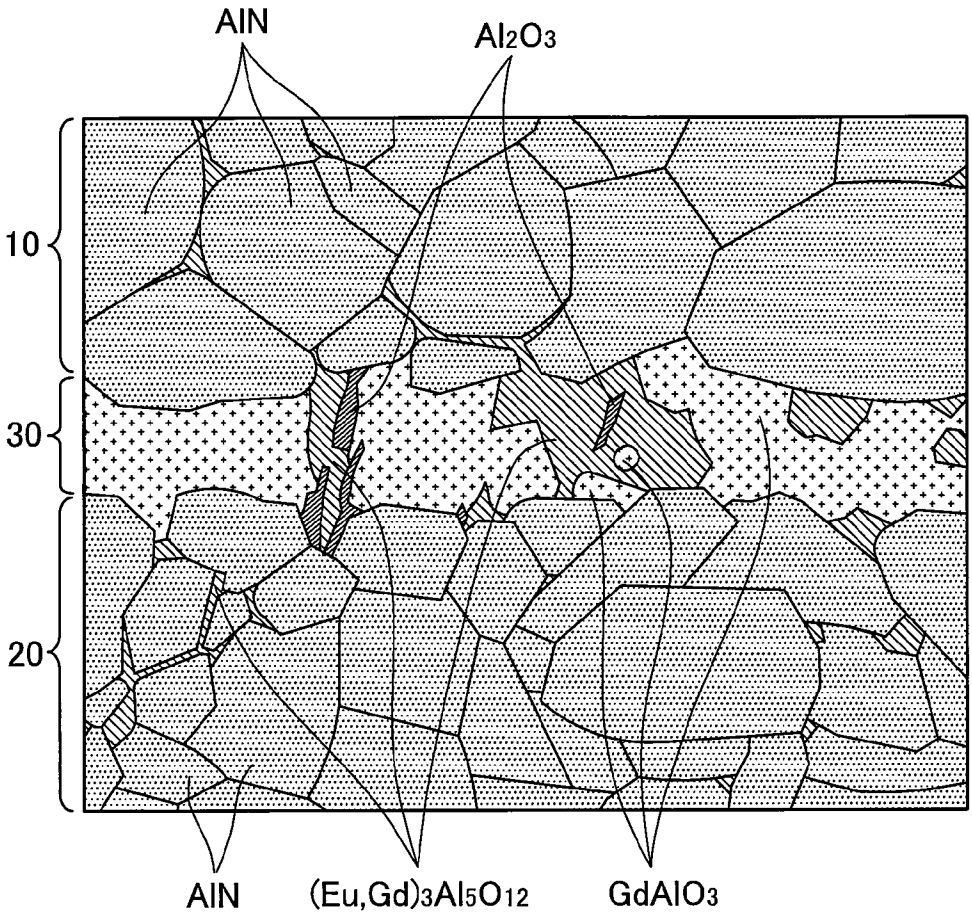
[図3]


サセプタ100の製造
保持部材10と支持部材20を準備
S110
ペースト状の接合剤を準備
S120
保持部材10と支持部材20との間に接合剤を配置
S130
真空中で加熱・加圧することにより接合層30を形成
S140
END

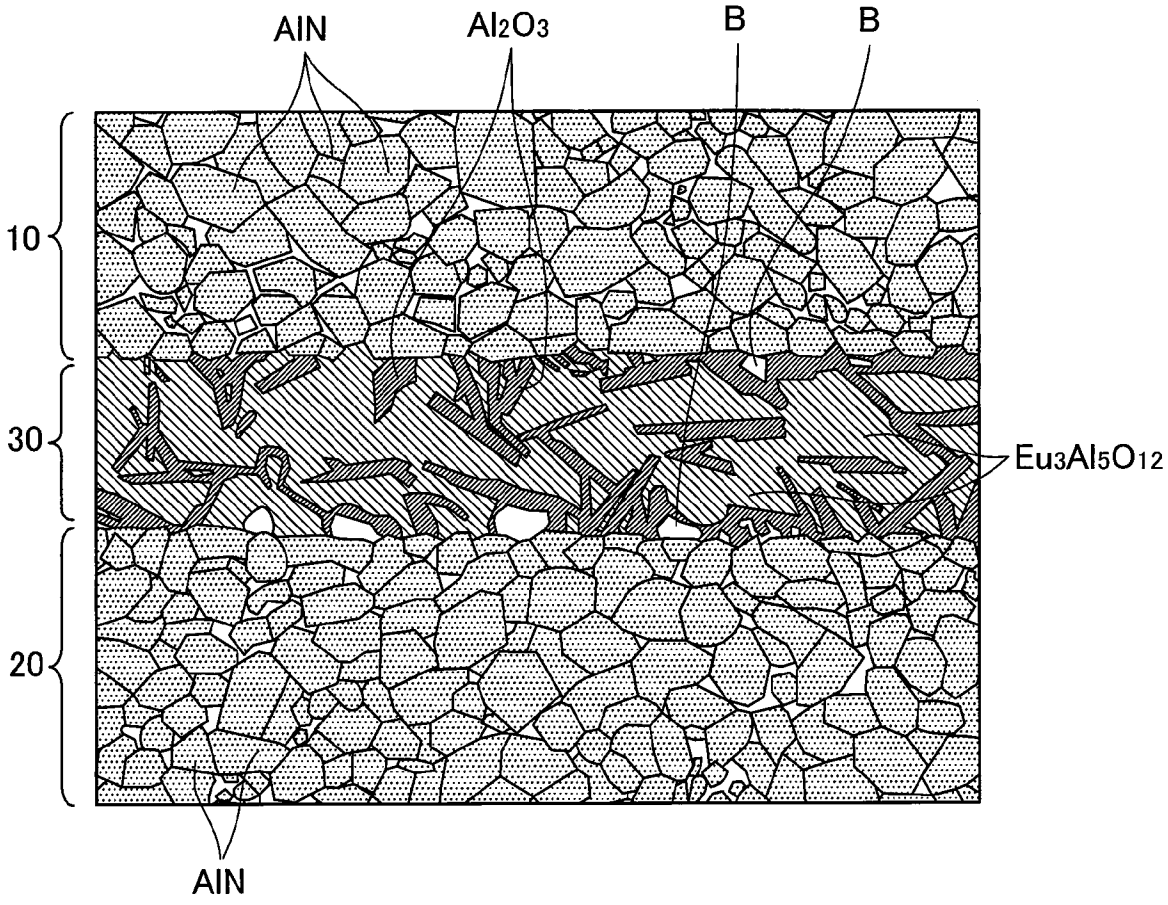
[図4]

	接合剤の形成材料	接合層の形成材料	接合温度	接合時間	すき間	Heのリーク
実験例	Eu_2O_3, Gd_2O_3, Al_2O_3	$(Eu,Gd)_3Al_5O_{12}$, $GdAlO_3$, Al_2O_3	1675°C	10分	無	無
比較例1	Eu_2O_3, Al_2O_3	$Eu_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3	1675°C	10分	有	有
比較例2	Gd_2O_3, Al_2O_3	$GdAlO_3$, Al_2O_3	1725°C	10分	無	無
比較例3	Gd_2O_3, Al_2O_3	$GdAlO_3$, Al_2O_3	1675°C	10分	有	有

[図5]


AlN
Al2O3
10
30
20
AlN
(Eu,Gd)3Al5O12
GdAlO3

[図6]


AlN
Al2O3
B
B
10
30
20
Eu3Al5O12
AlN

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/025610

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C04B37/00(2006.01)i, *H01L21/683*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B37/00, H01L21/683

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 11-278950 A (Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.), 12 October 1999 (12.10.1999), paragraphs [0001], [0009] to [0016], [0027], [0030] to [0032] (Family: none)	1-5
A	JP 2012-510557 A (Osram Sylvania Inc.), 10 May 2012 (10.05.2012), entire text; all drawings & US 2010/0134005 A1 & WO 2010/065278 A2 & CN 102239227 A	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
30 August 2017 (30.08.17)	12 September 2017 (12.09.17)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/025610

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 57-160956 A (N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken), 04 October 1982 (04.10.1982), entire text; all drawings & US 4501799 A & EP 60582 A1	1-5

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／０２５６１０

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C04B37/00(2006.01)i, H01L21/683(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C04B37/00, H01L21/683

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１７年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１７年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１７年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 11-278950 A（住友大阪セメント株式会社）1999.10.12, 段落[0001], [0009]-[0016], [0027], [0030]-[0032]（ファミリーなし）	1-5
A	JP 2012-510557 A（オスラム・シルバニア・インコーポレイテッド）2012.05.10, 全文, 全図 & US 2010/0134005 A1 & WO 2010/065278 A2 & CN 102239227 A	1-5
A	JP 57-160956 A（エヌ・ベー・フイリップス・フルーイランペンファブリケン）1982.10.04, 全文, 全図 & US 4501799 A & EP 60582 A1	1-5

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー

「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
３０．０８．２０１７	１２．０９．２０１７

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｔ　９５３９
田中　永一
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６５