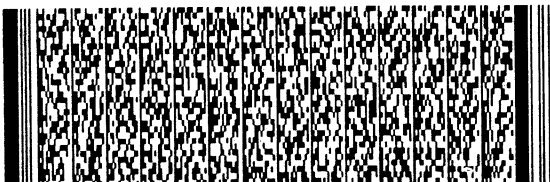


申請日期：12/1/20	IPC分類
申請案號：12126153	C04B 35/20

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、 發明名稱	中文	氮化鋁質陶瓷、半導體製造用元件、以及氮化鋁燒結體之製造方法
	英文	
二、 發明人 (共2人)	姓名 (中文)	1. 寺谷直美 2. 勝田祐司
	姓名 (英文)	1. Naomi Teratani 2. Yuji Katsuda
	國籍 (中英文)	1. 日本 JP 2. 日本 JP
	住居所 (中文)	1. 日本國愛知縣名古屋市瑞穗區須田町2番56號 日本碍子股份有限公司內 2. 日本國愛知縣名古屋市瑞穗區須田町2番56號 日本碍子股份有限公司內
	住居所 (英文)	1. 2.
三、 申請人 (共1人)	名稱或姓名 (中文)	1. 日本碍子股份有限公司
	名稱或姓名 (英文)	1. NGK INSULATORS, LTD. (日本碍子株式会社)
	國籍 (中英文)	1. 日本 JP
	住居所 (營業所) (中文)	1. 日本國愛知縣名古屋市瑞穗區須田町2番56號 (本地址與前向貴局申請者相同)
	住居所 (營業所) (英文)	1.
	代表人 (中文)	1. 松下雋
	代表人 (英文)	1. Shun Matsushita



一、本案已向

國家(地區)申請專利	申請日期	案號	主張專利法第二十四條第一項優先權
日本 JP	2002/11/14	2002-330707	有
日本 JP	2003/09/17	2003-324312	有

二、☐主張專利法第二十五條之一第一項優先權：

申請案號：

無

日期：

三、主張本案係符合專利法第二十條第一項☐第一款但書或☐第二款但書規定之期間

日期：

四、☐有關微生物已寄存於國外：

寄存國家：

寄存機構：

寄存日期：

寄存號碼：

無

☐有關微生物已寄存於國內(本局所指定之寄存機構)：

寄存機構：

寄存日期：

寄存號碼：

無

☐熟習該項技術者易於獲得, 不須寄存。

五、發明說明 (1)

發明所屬之技術領域：

本發明係有關於一種氮化鋁質陶瓷、以及半導體製造用元件者。

先前技術：

作為吸附並保持半導體晶圓的方法，利用約翰森·臘伯克力的靜電吸盤方式是相當有用的。藉由將靜電吸盤的基材之體積電阻係數作成 $10^8 \sim 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ ，則能夠得到高吸附力與高響應性。因而，開發靜電吸盤時的重點係在使用溫度範圍內將基材的體積電阻係數控制於 $10^8 \sim 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

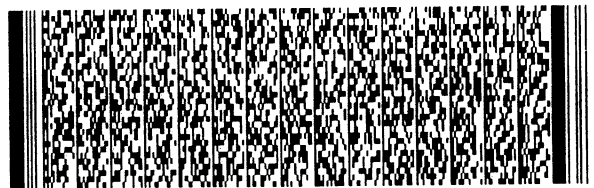
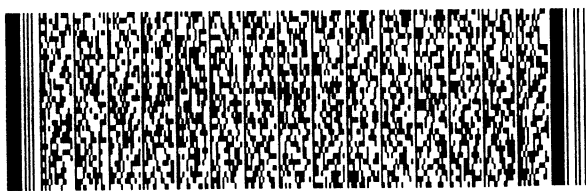
本申請人於專利文獻1揭露，藉由添加微量的氧化釔於高純度的氮化鋁中，而能夠在室溫下將該體積電阻係數控制於 $10^8 \sim 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 。

【專利文獻1】特開平9-315867號公報

又於專利文獻2中，以包含1重量%氧之氮化鋁為主要成分，並添加0.01~15重量%的釔、鐳、鐳、鋳、鋳、鋳、鋳之氧化物於其中而得到原料，對此原料施予成型、燒結，欲製造包含0.01~20重量%氧的高導熱係數的氮化鋁燒結體（專利申請範圍）。於此實施例1中，添加3重量%的氧化鋳粉末於含有1重量%氧之氮化鋁粉末（平均粒徑 $1 \mu\text{m}$ ），施予混合，藉由在壓力 300 kg/cm^2 、溫度 1800°C 下施行熱壓1小時，而得到室溫的導熱係數為 $121 \text{ W} \cdot \text{m/k}$ 的燒結體。

【專利文獻2】特公昭63-46032號公報

而本申請人於專利文獻3揭露，將氮化鋁燒結體中的



五、發明說明 (2)

鈐含量作成0.04莫耳%以上，藉由使鈐-鋁氧化物相相連接，而得到 $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下的室溫體積電阻係數。

【專利文獻3】US2002/0110709A1

發明內容：

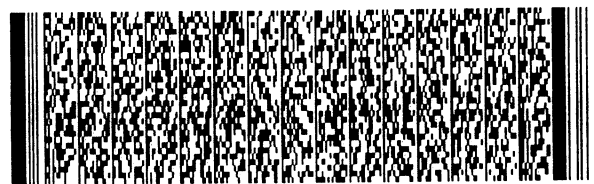
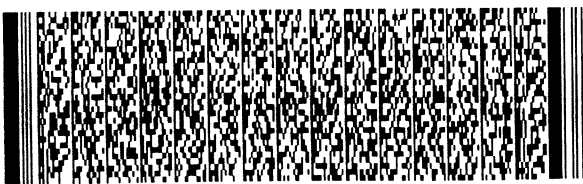
於專利文獻1，基於添加鈐以外的稀土元素之氮化鋁燒結體對體積電阻係數的效果並不成問題。

於專利文獻2，雖添加稀土元素於氮化鋁原料粉末，但其目的不過是得到高導熱係數的氮化鋁燒結體，並未著眼於體積電阻係數的變化。又於專利文獻2，將氧化鈐換算為稀土元素並添加3重量%，施行熱壓，而得到氮化鋁燒結體。然而對此燒結體的體積電阻係數之變化並未加以研討。

並且，於專利文獻3所述的氮化鋁燒結體揭露，為了得到 $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ 左右的室溫體積電阻係數，將鈐換算為氧化物並使含有0.04莫耳%以上是有其必要的，越是增加鈐添加量，室溫體積電阻係數更為下降。然而，例如如靜電吸盤基材般在半導體製造用途方面，由於必須儘量排除金屬污染，故最好儘可能降低除了氮化鋁以外的重金屬添加之比率。

本發明的課題在於提供一種在室溫下體積電阻係數低、且鈐含量較少的氮化鋁燒結體。

本發明係有關於一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈐含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈐-鋁氧化物相，此種鈐-鋁氧化物



五、發明說明 (3)

相的長度係 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以上。

本發明者發現，使在氮化鋁質陶瓷中含有鈔，於生成鈔-鋁氧化物相時，若鈔含量為最少，且鈔-鋁氧化物相的長度充分地成長至 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以上，則能夠充分地降低氮化鋁的室溫體積電阻係數，例如能夠低至 $10^{12}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ 以下。因而成功地提供一種鈔含量少、金屬污染的可能性小、甚且室溫體積電阻係數非常低的氮化鋁質陶瓷。

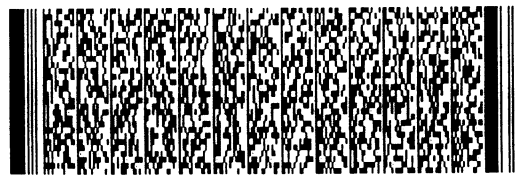
於專利文獻3並未揭露，對於如此少量的鈔含量，鈔-鋁氧化物相的長度成長至 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以上的精細結構。

並且，本發明係有關於一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，氮化鋁粒子的平均粒徑係 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上。

本發明者發現，使在氮化鋁質陶瓷中含有鈔，於生成鈔-鋁氧化物相時，若鈔含量為0.025莫耳%以上、0.060莫耳%以下，則能夠充分地降低氮化鋁的室溫體積電阻係數，例如能夠低至 $10^{12}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ 以下。因而成功地提供一種鈔含量少、金屬污染的可能性小、甚且室溫體積電阻係數非常低的氮化鋁質陶瓷。

又本發明係有關於一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，係藉由燒結所得到的氮化鋁質陶瓷，焙燒時的最高溫度係 1850°C 以上。

本發明者發現，使在氮化鋁質陶瓷中含有鈔，於生成



五、發明說明 (4)

鈔-鋁氧化物相時，若鈔含量少，藉由充分地提高燒結時的最高溫度達 1850°C 以上，則能夠充分地降低氮化鋁的室溫體積電阻係數，例如能夠低至 $10^{12}\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以下。因而成功地提供一種鈔含量少、金屬污染的可能性小、甚且室溫體積電阻係數非常低的氮化鋁質陶瓷。這種情形，一般認為藉由提高燒結時的最高溫度，有助於促進氮化鋁粒子的成長、以及導電相的鈔-鋁氧化物相之成長，而形成鈔-鋁氧化物相連續的導電通路。

實施方式：

於氮化鋁質陶瓷中的鋁含量係，儘可能以氮化鋁粒子為主相存在的量是有其必要的，35重量%以上較佳，而50重量%以上更佳。

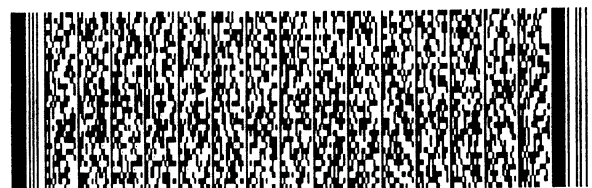
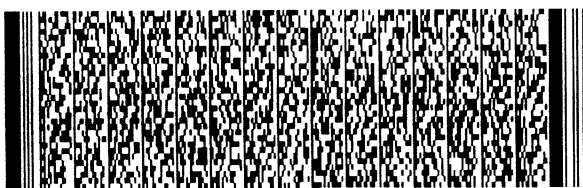
於本發明中，鈔-鋁氧化物相形成網目結構較佳。此處所謂網目結構係，沿著氮化鋁粒子的晶間存在著鈔-鋁氧化物相，意味著相鄰接的2個氮化鋁粒子的周圍的各鈔-鋁氧化物相連續著。這種結構可利用EPMA加以確認。

本發明的氮化鋁燒結體，碳含量為0.05重量%以下較佳。

氮化鋁燒結體的相對密度係95%以上較佳。

並且，由提供適用於半導體用途等高度忌避不純物之用途的高耐腐蝕性的燒結體之觀點看來，將除了鋁及稀土元素（包含鈔）以外的金屬元素的含量作成100ppm以下較佳、而50ppm以下則更佳。

鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相較佳，完全不含或僅包



五、發明說明 (5)

含少量 SmAlO_3 相則特佳。對於這些相，一邊參照相圖，一邊利用X射線繞射裝置而能夠以實施例所述的條件加以確認。

由此觀點，鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下。此比率係1%以下更佳、而0.5%以下最佳。

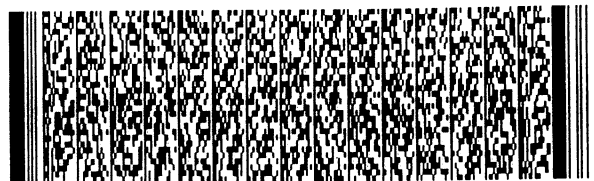
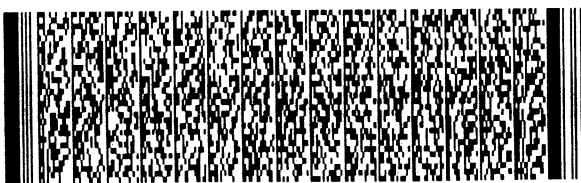
SmAlO_3 相的含有比率 = (SmAlO_3 相的最強射線峰值之積分強度 / 氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度) $\times 100$ [%]

如此，本實施方式的陶瓷，由於減少鈔的含量，且實質上僅能夠由導電相形成晶間相，故為高純度且低體積電阻係數之陶瓷。

對於適合的實施方式係，鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比 ($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) 為0.01~0.05。如此，藉由降低鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比 ($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$)，則能夠更為減低半導體等污染的可能性。鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比 ($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) 係0.048以下更佳。

此處，(Sm_2O_3 含量)係由氮化鋁燒結體中所包含的鈔量之分析值以 Sm_2O_3 計算出來。由燒結體中的全部氧量扣除 Sm_2O_3 所含氧量之剩餘的氧，假定係以 Al_2O_3 的形式存在，而算出 Al_2O_3 含量。

於本發明的氮化鋁質陶瓷中，亦可添加除了鈔以外的第二種稀土金屬元素。第二種稀土金屬元素推斷為固溶於



五、發明說明 (6)

鈔-鋁氧化物相內者。但是，基於組成，第二種稀土金屬元素生成鏷-鋁氧化物相，例如 $\text{Re}_3\text{Al}_{15}\text{O}_{12}$ 相。

除了鈔以外的第二種稀土金屬元素係指釷、釷、鐳、鈾、鐳、釷、鈾、鎢、鎢、鈾、鈾、鈾、鎢、鎢、鎢等十六種元素。

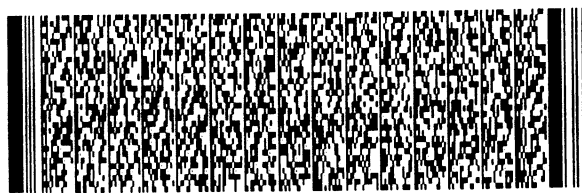
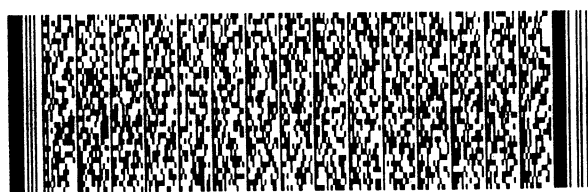
並且，氮化鋁粒子的平均粒徑，由本發明的觀點而言，係 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上較佳，而 $6\text{ }\mu\text{m}$ 以上則更佳。氮化鋁粒子的平均粒徑的上限並無特別限制，然可為例如 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下。

氮化鋁的原料可使用藉由直接氮化法、還原氮化法、來自烷基鋁的氣相合成法等各種製法所製得的原料。

對於氮化鋁的原料粉末，可添加氧化鈔。或是，對於氮化鋁的原料粉末，可添加硝酸鈔、硫酸鈔、草酸鈔等利用加熱而生成氧化鈔之化合物（氧化鈔先驅物）。氧化鈔先驅物可以粉末的狀態來添加。而且，可將硝酸鈔、硫酸鈔等的化合物溶於溶劑中而得到溶液，並可將此溶液添加於原料粉末中。如此，使氧化鈔先驅物溶於溶劑中的情形，可將鈔高度地分散於氮化鋁粒子之間。

燒結體的成型可應用乾式壓塑法、刮刀法、擠塑法、澆鑄法、帶材成型法等習知的方法。

而對於添加第二種稀土元素的情形，可添加第二種稀土金屬元素的氧化物，或是可將第二種稀土元素的硝酸鹽、硫酸鹽、烷氧基金屬等的化合物溶於對這些化合物為可溶性之適當溶劑中而得到溶液，並可對氮化鋁原料粉末添加此溶液。因而，即使第二種稀土元素的添加量係微



五、發明說明 (7)

量，然第二種稀土元素仍均勻地分散於燒結體的各部分。

於調合步驟方面，將氮化鋁原料粉末分散於溶劑中，並可將稀土元素化合物以前述氧化物粉末或溶液的形態添加於其中。施予混合時，雖可利用單純的攪拌，但對於必需粉碎前述原料粉末中的凝聚物時，可使用罐磨機、球磨機、磨碎機等的混合粉碎機。對於粉碎用的溶劑使用可溶性化合物作為添加物時，則進行混合粉碎步驟的時間，以將粉末粉碎所需要最小限度的短時間為較佳。並且，可添加聚乙烯醇等的黏結劑成分。

將此混合用溶劑加以乾燥的步驟係以噴霧乾燥法較佳。而在實施真空乾燥法之後，使乾燥粉末通過篩子來調整其粒度較佳。

在使粉末成型的步驟方面，對於製造圓盤狀的成型體時，可使用模具壓塑法。成型壓力雖設為 $100\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上較佳，但若能保型，則未特別加以限定。也可以粉末的狀態來填充於加熱壓塑模之中。

為了製造本發明的陶瓷，在適當的實施方式方面，對包含氮化鋁原料 Sm_2O_3 0.3重量%以上、0.5重量%以下；以及 Al_2O_3 0.9重量%以上之混合原料粉末施予成型，於 1600°C 以上，以 $50^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以上、 $1000^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以下（ $300^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以下特佳）進行昇溫，以 1850°C 以上的溫度施行0.5小時以上、4小時以下的焙燒。

本發明的燒結體，係利用加熱壓塑焙燒較佳，而在 $50\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上的壓力下對受焙燒體進行加熱壓塑燒結為較



五、發明說明 (8)

佳。

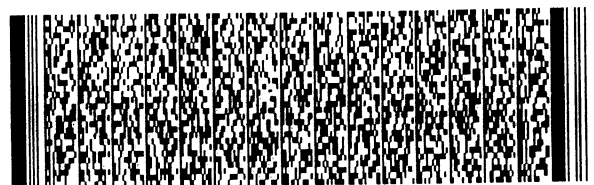
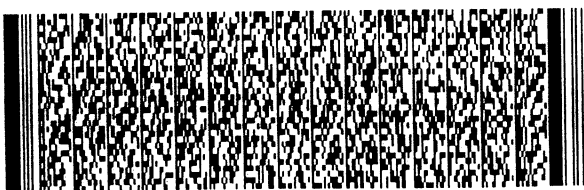
燒結時的最高溫度，由本發明的觀點而言，係設為 1850°C 以上較佳、而 1900°C 以上更佳。其上限雖無特別限定，但可為例如 2200°C 以下。

於燒結時的最高溫度之保持時間雖可為1分鐘以上，但由促進導電相的生成之觀點而言，係0.5小時以上較佳、而2小時以上更佳。

冷卻速度係 $150^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 以上較佳、而 $450^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 以上更佳、 $700^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 以上則最佳。其原因一般認為係，隨著冷卻速度增大，特別是作為靜電吸盤來使用時，晶圓脫附後的表面剩餘電位變小，其衰變速度亦加快。例如，對於以 $150^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 來冷卻的材料，外加500V後，使矽晶圓剝離的3秒鐘後之表面電位係49V，而回復到0V卻需50秒鐘，相對於此，以 $700^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 來冷卻的材料則各別為42V、20秒鐘。並且，若觀察精細結構，以 $150^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 來冷卻的材料，則有晶間相多的部分與少的部分，產生若干不均勻的分布，而以 $700^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 來冷卻的材料，晶間相分布得非常均勻，此晶間相的分布影響到表面剩餘電位。甚且，以 $450^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ 來冷卻的材料，晶間相也分布得非常均勻。

本發明的氮化鋁質陶瓷能夠適用作為像矽晶圓的處理裝置或液晶顯示製造裝置之半導體製造裝置內的各種元件。

所謂半導體製造裝置係指，擔心半導體受到金屬污染而在龐雜的半導體製程中所使用的裝置。對此，除了成膜



五、發明說明 (9)

裝置之外，包含蝕刻裝置、清潔裝置、檢查裝置。本發明的半導體製造用元件係可使用於半導體製造裝置用的各種元件，例如可舉出：感受器、環、圓頂罩。在感受器中可埋設電阻加熱元件、靜電吸盤電極、高頻產生電極。

又由於本發明的氮化鋁燒結體之電阻值低，對於靜電吸盤的基材特別有用。於此靜電吸盤的基材之內部，除了靜電吸盤電極之外，更且可埋設電阻加熱元件、電漿產生電極等。

以下係實際製造氮化鋁燒結體，並評詁其特性。

(1) 氮化鋁/氧化釷混合粉末之調製

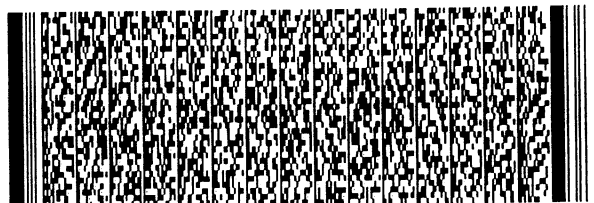
氮化鋁粉末係使用市售的還原氮化粉末。氧化釷粉末係使用市售的純度99.9%以上、平均粒徑 $1.1\ \mu\text{m}$ 的粉末。

將各種粉末加以稱量使成為如第1、4表所示的莫耳比，以異丙醇作為溶劑，使用尼龍製的鍋子及球石進行濕混4小時。取出混合後漿料，以 110°C 加以乾燥。再於 450°C 、大氣環境下對乾燥粉末施行5小時熱處理，燒除於濕混中所混入的碳成分，而製得原料粉末。再者，調合粉末的比率（莫耳%）係表示忽略 AlN 、 Sm_2O_3 粉末等的不純物含量所算出的比率。

(2) 成型、焙燒

將經由(1)所得到的原料粉末，以 $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ 的壓力進行單軸加壓成型，以製作 $\Phi 100\text{mm}$ 或 $\Phi 50\text{mm}$ 、厚度 20mm 左右的圓盤狀成型體，收納於焙燒用石墨塑模中。

焙燒係使用加熱壓塑法。壓塑壓力為 $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ ，環



五、發明說明 (10)

境係由室溫至通常 1000°C 、視情形可至 1550°C ，作成真空，由 1000°C 或 1550°C 至最高溫度導入 1.5 kgf/cm^2 的氮氣。燒結時的最高溫度係如第1、3表所示加以改變，於最高溫度的保持時間設為1分鐘~4小時。

(3) 評估

將所得到的燒結體加工，進行以下的評估。

(Sm_2O_3 換算量) 由基於感應耦合電漿 (ICP) 發射光譜分析之Sm定量值換算為 Sm_2O_3 量。

(Al_2O_3 換算量) 由燒結體含氧量扣除 Sm_2O_3 含氧量，剩餘的氧量全部作為 Al_2O_3 計算出來。

($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 莫耳比) 由上述的(Sm_2O_3 換算量)、(Al_2O_3 換算量)計算出來。

(氧量) 利用惰性氣體熔融紅外線吸收法加以定量。

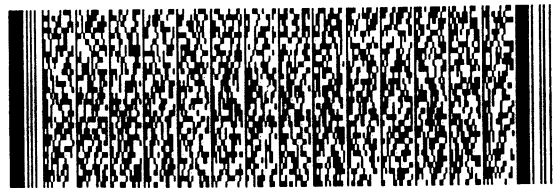
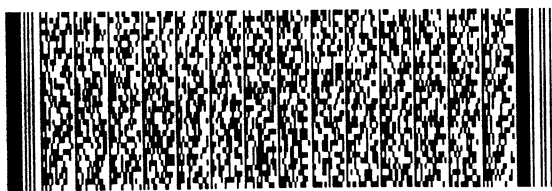
(TiN換算量) 由基於感應耦合電漿發射光譜分析之Ti定量值換算為TiN量。

(MgO換算量) 由基於感應耦合電漿發射光譜分析之Mg定量值換算為MgO量。

(開孔率、表觀密度) 利用以純水作為介質之阿基米德法來測定。

(燒結體組成) 利用上述方法所算出的 Sm_2O_3 、 Al_2O_3 、TiN、MgO含量除以100，剩餘當作AlN含量。 $\text{AlN} + \text{Sm}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiN} + \text{MgO} = 100$ (莫耳%)。

(體積電阻係數) 藉由依照JIS C2141的方法，於真空環境下由室溫至 400°C 左右加以測定。試片形狀作成 Φ



五、發明說明 (11)

50mm×1mm或50×50×1mm，利用銀來製成各種電極使成為主電極直徑20mm、保護電極內徑30mm、保護電極外徑40mm、外加電極直徑40mm。將外加電壓設為500V/mm，電壓外加後1分鐘讀取電流，算出體積電阻係數。

(導熱係數) 利用激光閃爍法加以測定。

(AlN粒子的平均粒徑) 研磨燒結體，利用電子顯微鏡進行精細結構觀察，將30個粒徑加以平均。

(結晶相) 藉由X射線繞射裝置加以確認。測定條件為CuK α 、50kV、300mA、 $2\theta = 10 \sim 70^\circ$ ：旋轉式對陰極靶型X射線繞射裝置「理學電機製「RINT」」。

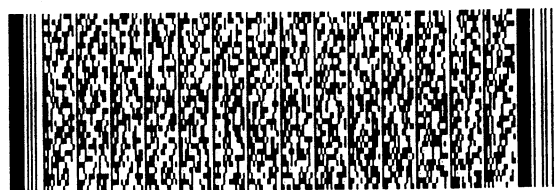
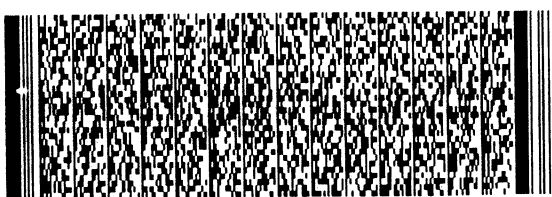
(SmAl₁₁O₁₈相的確認與強度測定) 對於未與其他的結晶相之峰值重疊的SmAl₁₁O₁₈相峰值($2\theta = 18.8^\circ$)、SmAlO₃相(110)、以及AlN相(200)之峰值分布圖各別以Pseudo-Voigt函數來進行分布圖嵌合，導出積分強度。

SmAl₁₁O₁₈相、SmAlO₃相、以及AlN相的最強射線，由於與其他結晶相重疊，故將各別的最強射線之積分強度換算如下。

(SmAlO₃相的最強射線之積分強度的換算) 藉由JCPDS卡，以最強射線(112)、與所採用的峰值(110)之強度比來換算。

(AlN相的最強射線之積分強度的換算) 藉由JCPDS卡，以最強射線(100)、與所採用的峰值(200)之強度比來換算。

(SmAl₁₁O₁₈相的最強射線之積分強度的換算)



五、發明說明 (12)

$\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相係，相圖雖被確認，但JCPDS卡卻不存在。因此，由 Sm_2O_3 與 Al_2O_3 來製作 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ ，由基於X射線繞射裝置所測定的峰值分布圖而導出最強峰值（ $2\theta = 34^\circ$ 附近）與 $2\theta = 18.8^\circ$ 的峰值之積分強度。使用該比值來換算為AlN燒結體中的 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相之最強射線。

再者，於各例的燒結體， $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相、 SmAlO_3 相含量非常少，利用與AlN相相同的條件並無法檢測出。因此，將測定時的計數時間增為10倍。因而，對於AlN相的計數時間，由於係 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 、 SmAlO_3 的各計數時間的1/10，故將AlN的峰值強度換算成10倍（記為「換算值」）。

（鈔-鋁氧化物相的長度）

使用SOFT：Pranetron公司製ImageProPlus（Ver4.5）

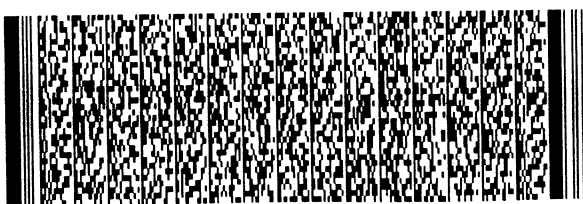
於下列步驟中的「」所包含的部分係SOFT內的指令名稱。

（1）取得AlN剖面圖像檔（3000倍，利用解像度 $\square 0.56 \mu\text{m}/1$ 畫素的GreyScale圖像來取得 $40 \times 25 \mu\text{m}$ 以上的範圍）。

（2）實施測定範圍的截取（ 712×465 畫素），施予2次「 5×5 高斯」濾波器之過濾以去除微小的雜訊。

（3）以 $\square 75 \sim 100$ 畫素的範圍來截取被認為是AlN的部分，進行GreyScale值的「表示頻率分布圖」，取得平均值與標準偏差。

（4）晶間係存在著未計數而極為明亮的區域時，亦施行「表示頻率分布圖」以確認GreyScale分布。



五、發明說明 (13)

(5) 以 (3) 項的平均值 +10 ($0.5 \leq \sigma < 1.0$)、20 ($1.0 \leq \sigma < 1.5$)、30 ($1.5 \leq \sigma < 2.0$) 為下限值，而以 (4) 項的分布的下限值作為上限值，對圖像作「二值化」處理。

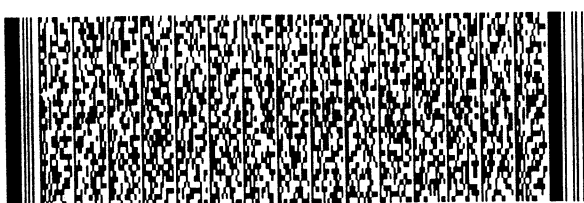
(6) 於 (5) 項的圖像規定白色的部分為晶間相，藉由「細線化」濾波器來抽出中心線。

(7) 使用「計數/尺寸」處理，對所抽出的中心線的「分枝長度」加以測定，作成中心線長度。於中心線有複數個分歧/合流的情形，則以「分枝/端點」濾波器抽出僅「分枝」與「端點」，找出分歧部分之中「分枝長度」較長者加以合計作為中心線長度。而成為圓環狀的情形，則測定「周長」作為中心線長度。並且，於 (4) 項所抽出的區域之輪廓的部分係使用「對象除外」而不列入計數對象。

(8) 於各個中心線所測定的中心線長度之中，使每1畫素的解像度 ($0.57 \mu\text{m}/\text{畫素}$) 成為最大值，作為評估對象的晶間長度。

(晶格常數)

由基於X射線繞射裝置所測定的XRD分布圖，使用WPPF (Whole-Power-Pattern Fitting) 程式算出晶格常數。具體而言，對實施例中的燒結體施予粉碎的粉末，將晶格常數為已知的 Al_2O_3 粉末以重量比1:1加以混合作為內標，以藉由單色器去除CuK β 射線的CuK α 射線來照射試樣，以測定分布圖，測定條件係，50kV、300mA、 $2\theta = 30-120^\circ$ 。：旋轉式對陰極靶型X射線繞射裝置「理學電機製



五、發明說明 (14)

「RINT-2000 Series」。

更且，使用能以選擇性附屬的程式「WPPF」於該裝置，進行分布圖嵌合，導出晶格常數。對於WPPF，若知道內標的晶格常數與AlN的晶格常數之近似值，則可作精密化計算。

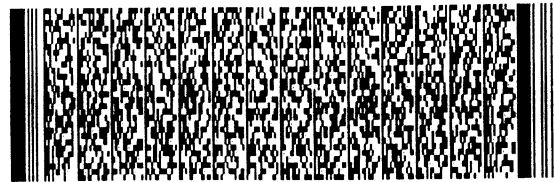
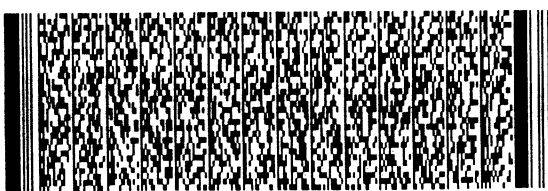
具體而言，建立WPPF，由測定的分布圖來指定嵌合範圍(2q)。其後，以半自動來進行嵌合之後，再以手動轉移到嵌合。手動的精密化計算係對於背景強度、峰值強度、晶格常數、半值寬度、峰值的不對稱性參數、低角側的分布圖強度之衰減率、高角側的分布圖強度之衰減率，對每個參數每次指定「固定」或「可變」，進行精密化計算以達計算分布圖與測定分布圖為一致的(R_{wp} (標準偏差) $=0.1$ 以下)。藉由該精密化計算而得到高可靠性的晶格常數。

再者，有關WPPF係以下述論文詳加敘明。

H. Toraya,

"Whole-Powder-Pattern Fitting Without Reference to a Structural Model: Application to X-ray Powder Diffractometer Data", J. Appl.

Cryst. 19, 440-447 (1986)。



五、發明說明 (15)

【第1表】

	原料粉末	焙燒條件				化學分析值					
	AlN 粉末含有量重量%	Sm ₂ O ₃ 莫耳%	最高溫度℃	昇溫速度℃/小時	保持時間小時	降溫速度℃/小時	Sm 含量重量%	O 含量重量%	Ti 含量重量%	Mg 含量重量%	C 含量重量%
實施例 1	0.87	0.035	1900	1000	4	300	0.23	1.11	0.00	0.00	0.027
實施例 2	0.87	0.035	1900	1000	4	300	0.23	1.15	0.03	0.00	0.026
實施例 3	0.87	0.035	1900	1000	4	300	0.23	1.12	0.00	0.00	0.026
實施例 4	0.87	0.035	2000	1000	4	300	0.24	1.00	0.00	0.00	0.027
實施例 5	0.87	0.035	2000	1000	4	300	0.23	1.11	0.03	0.00	0.028
實施例 6	0.87	0.035	2000	1000	4	300	0.26	1.08	0.00	0.00	0.027
實施例 7	0.87	0.046	1850	50	2	150	0.35	1.40	0.00	0.05	0.031
實施例 8	0.87	0.046	1850	50	2	150	0.36	1.30	0.13	0.02	0.038
實施例 9	0.87	0.046	1900	1000	4	300	0.32	1.37	0.13	0.00	0.039
實施例 10	0.87	0.046	1900	1000	4	300	0.34	1.39	0.00	0.02	0.032
實施例 11	0.87	0.046	1900	1000	4	300	0.35	1.26	0.13	0.02	0.038
實施例 12	0.87	0.059	1900	1000	4	300	0.39	1.37	0.00	0.00	0.029



五、發明說明 (16)

【第2表】

	Sm ₂ O ₃ 換算量 莫耳%	Al ₂ O ₃ 換算量 莫耳%	Sm ₂ O ₃ / Al ₂ O ₃ 莫耳比	TiN 換算量 莫耳%	MgO 換算量 莫耳%	晶間相 的長度 nm	開口率 %	表觀 密度 g/cm ³	體積 電阻係數 Ω·cm	導熱係數 W/mK	ALN的 平均粒 徑μm	結晶相 (除了ALN相之外)
實施例 1	0.032	0.931	0.034	0.00	0.00	23	0.01	3.26	3.1E+11	81	6	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N
實施例 2	0.032	0.967	0.033	0.02	0.00	19	0.02	3.26	2.8E+11	80	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N
實施例 3	0.032	0.940	0.034	0.00	0.00	27	0.01	3.26	2.9E+11	81	6	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N
實施例 4	0.029	0.837	0.035	0.00	0.00	17	0.01	3.27	7.2E+10	74	10	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃ , Al ₅ O ₆ N
實施例 5	0.028	0.935	0.030	0.02	0.00	11	0.01	3.26	1.0E+11	75	10	同上
實施例 6	0.030	0.906	0.034	0.00	0.00	20	0.02	3.25	6.1E+10	75	11	同上
實施例 7	0.049	1.146	0.043	0.00	0.02	25	0.01	3.27	9.4E+10	81	5	同上
實施例 8	0.050	1.120	0.045	0.09	0.02	31	0.00	3.27	1.6E+11	80	5	同上
實施例 9	0.045	1.149	0.039	0.09	0.00	13	0.00	3.27	1.3E+11	78	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N
實施例 10	0.047	1.146	0.041	0.00	0.02	12	0.00	3.27	1.6E+11	78	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃ , Al ₅ O ₆ N
實施例 11	0.049	1.042	0.047	0.09	0.02	30	0.02	3.27	8.9E+10	77	5	同上
實施例 12	0.054	1.140	0.048	0.00	0.00	18	0.02	3.27	9.9E+10	81	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N



【第3表】

	XRD		SmAlO ₃					AlN		SmAlO ₃ / AlN		晶格常数	
	SmAl ₁₁ O ₁₈		SmAlO ₃	(110)	(112)	(200)	(100)	換算值*	SmAlO ₃ / AlN		a (Å)	c (Å)	
	2θ =	最強射線							(%) (112)	/(100)			
	18.8°												
實施例 1	567.5	2101.9	0.0	0.0	0.0	1299.0	25980.5	259805.4	0.0		3.11145	4.97909	
實施例 2	553.3	2049.4	0.0	0.0	0.0	1330.3	26606.3	266063.4	0.0		3.11138	4.97922	
實施例 3	580.2	2148.9	0.0	0.0	0.0	1364.7	27293.3	272933.4	0.0		3.11149	4.97893	
實施例 4	257.5	953.7	398.7	643.0	1356.2	27123.9	271239.0	271239.0	0.2		3.11140	4.97911	
實施例 5	394.8	1462.2	119.1	192.1	1374.0	27480.9	274809.4	274809.4	0.1		3.11141	4.97913	
實施例 6	515.9	1910.7	166.9	269.2	1354.2	27084.1	270841.0	270841.0	0.1		3.11135	4.97918	
實施例 7	725.8	2688.1	385.4	621.6	1356.6	27132.1	271321.0	271321.0	0.2		3.11149	4.97939	
實施例 8	750.4	2779.3	498.8	804.4	1387.6	27752.1	277521.0	277521.0	0.3		—	—	
實施例 9	808.7	2995.0	0.0	0.0	1351.9	27038.8	270388.2	270388.2	0.0		3.11148	4.97892	
實施例 10	695.7	2576.5	405.3	653.8	1378.9	27578.8	275788.2	275788.2	0.2		3.11151	4.97912	
實施例 11	720.2	2667.5	533.6	860.6	1287.0	25740.8	257408.0	257408.0	0.3		3.11141	4.97922	
實施例 12	1225.2	4537.7	0.0	0.0	1308.6	26172.0	261720.0	261720.0	0.0		3.11139	4.97877	



五、發明說明 (18)

【第 4 表】

	原料粉末		焙燒條件				化學分析值					
	AlN粉末含有量重量%	Si ₃ N ₄ 重量%	最高溫度℃	昇溫速度℃/小時	保持時間 小時	降溫速度℃/小時	Si 含量重量%	O 含量重量%	Ti 含量重量%	Mg 含量重量%	C 含量重量%	
實施例 13	0.87	0.046	1900	50	2	150	0.34	1.46	0.13	0.00	0.036	
實施例 14	0.87	0.046	1900	50	2	150	0.39	1.39	0.00	0.05	0.026	
實施例 15	0.87	0.046	1900	50	2	150	0.32	1.15	0.13	0.02	0.031	
實施例 16	0.87	0.059	1900	50	2	150	0.46	1.50	0.00	0.00	0.025	
實施例 17	0.87	0.046	1900	50	2	150	0.30	1.22	0.10	0.01	0.026	
實施例 18	0.87	0.046	1900	50	1分鐘	150	0.30	1.21	0.10	0.01	0.033	
實施例 19	0.87	0.046	1900	50	0.5	150	0.34	1.19	0.10	0.01	0.027	
實施例 20	0.87	0.046	1900	50	2	700	0.31	1.16	0.10	0.01	0.028	
實施例 21	0.87	0.046	1900	1000	4	350	0.28	1.15	0.10	0.01	0.033	
比較例 1	0.97	0.020	1800	1000	4	300	0.16	0.80	0.00	0.00	0.031	
比較例 2	0.87	0.230	1800	1000	4	300	1.43	1.06	0.00	0.00	0.030	
比較例 3	0.87	0.120	1800	1000	4	300	0.70	0.85	0.00	0.00	0.030	



五、發明說明 (19)

【第 5 表】

	Sm ₂ O ₃ 換算量 莫耳 %	Al ₂ O ₃ 換算量 莫耳 %	Sm ₂ O ₃ / Al ₂ O ₃ 莫耳比	TiN 換算量 莫耳 %	MgO 換算量 莫耳 %	晶間相的 長度 nm	開孔率 %	表面密度 g/cm ²	體積電阻 係數 Ω · cm	導熱係數 W/mK	AlN 平均 粒徑 μm	結晶相 (除了 AlN 相之外)
實施例 13	0.040	1.233	0.033	0.09	0.00	37	0.04	3.27	5.3E+10	83	6	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃ , Al ₅ O ₆ N
實施例 14	0.047	1.146	0.041	0.00	0.05	27	0.02	3.27	6.9E+10	82	6	同上
實施例 15	0.039	0.955	0.041	0.09	0.02	28	0.02	3.27	6.6E+10	80	5	同上
實施例 16	0.056	1.254	0.044	0.00	0.00	24	0.00	3.27	4.4E+10	83	6	同上
實施例 17	0.042	1.014	0.041	0.09	0.01	32	0.01	3.26	5.0E+10	79	6	同上
實施例 18	0.042	1.005	0.041	0.09	0.02	39	0.00	3.26	6.8E+10	80	5	同上
實施例 19	0.047	0.983	0.048	0.09	0.01	37	0.00	3.28	5.8E+10	79	5	同上
實施例 20	0.043	0.960	0.045	0.09	0.01	25	0.00	3.27	8.1E+10	79	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , Al ₅ O ₆ N
實施例 21	0.039	0.955	0.041	0.09	0.02	27	0.01	3.27	2.2E+11	75	5	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃ , Al ₅ O ₆ N
比較例 1	0.022	0.669	0.033	0.00	0.00	4	0.04	3.26	4.0E+15	96	4	SmAl ₁₁ O ₁₈
比較例 2	0.200	0.729	0.274	0.00	0.00	14	0.02	3.30	3.0E+11	105	4	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃
比較例 3	0.097	0.641	0.151	0.00	0.00	12	0.04	3.28	2.0E+11	98	4	SmAl ₁₁ O ₁₈ , SmAlO ₃



五、發明說明 (20)

【第 6 表】

	XRD		SmAlO ₃				AlN		SmAlO ₃ / AlN		
	SmAl ₁₁ O ₁₈		最強射線	(110)	(112)	(200)	(100)	換算值*	SmAlO ₃ / AlN		
	2θ =	18.8°							(%) (112) / (100)	a (Å)	c (Å)
實施例 13	678.3	2512.3	184.6	297.7	1282.9	25657.8	256578.4	0.1	3.11149	4.97912	
實施例 14	747.3	2767.6	238.4	384.5	1296.5	25930.4	259304.2	0.1	3.11145	4.97929	
實施例 15	690.4	2557.0	244.9	395.0	1288.7	25774.0	257740.0	0.2	3.11142	4.97930	
實施例 16	1000.8	3706.6	227.7	367.3	1287.1	25741.4	257413.6	0.1	3.11149	4.97929	
實施例 17	902.2	3341.6	302.2	487.5	1353.2	27063.1	270631.4	0.2	3.11147	4.97970	
實施例 18	753.2	2789.7	209.1	337.2	1328.8	26575.9	265759.4	0.1	3.11148	4.97942	
實施例 19	665.9	2466.2	313.3	505.3	1226.8	24536.6	245366.2	0.2	3.11146	4.97945	
實施例 20	899.9	3332.9	0.0	0.0	1232.1	24641.8	246417.8	0.0	3.11150	4.97951	
實施例 21	714.9	2647.9	501.9	809.5	1456.9	29138.5	291384.6	0.3	3.11148	4.97905	
比較例 1	553.4	2049.6	0.0	0.0	1328.1	26562.0	265620.0	0.0	3.11161	4.97920	
比較例 2	234.1	867.0	8249.5	13305.6	1298.5	25970.0	259700.0	5.1	3.11162	4.97938	
比較例 3	258.5	957.5	4334.6	6991.4	1238.3	24765.4	247654.0	2.8	3.11164	4.97965	



五、發明說明 (21)

以下，記述各例的評估結果。

[實施例1 (第1表、第2表、第3表)]

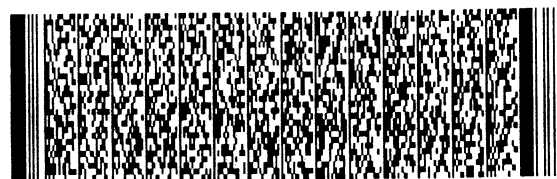
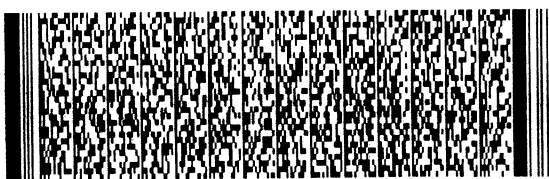
對於添加 Sm_2O_3 粉末0.035莫耳%的原料粉末在 1900°C 下進行焙燒，得到密度 $3.26\text{g}/\text{cm}^3$ 、開孔率0.01%的緻密體。 Sm_2O_3 換算量為0.032莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量(莫耳比)係0.034。氮化鋁粒子的平均粒徑為 $6\mu\text{m}$ ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度)係0.0%。燒結體在室溫(25°C)下的體積電阻係數為 3.1×10^{11} (於第2表中記為「 $3.1\text{E} + 11$ 」)。以下採用相同的記法) $\Omega \cdot \text{cm}$ 。

第1圖係表示實施例1的燒結體之精細結構照片(倍率3000倍)、第2圖係表示該圖像處理後的照片。對比上黑暗處係氮化鋁粒子，白亮處係晶間相。晶間相的長度係 $23\mu\text{m}$ 。其他的晶間相，若以三維觀之，顯然大致為連續、生成網目結構。

[實施例2~10：第1表、第2表、第3表]

於實施例2，對於添加 Sm_2O_3 粉末0.035莫耳%的原料粉末在 1900°C 下進行焙燒，得到密度 $3.26\text{g}/\text{cm}^3$ 的緻密體。 Sm_2O_3 換算量為0.032莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.033。氮化鋁粒子的平均粒徑為 $5\mu\text{m}$ ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度)係0.0%。燒結體在室溫(25°C)下的體積電阻係數為 $2.8 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 。晶間相的長度係 $19\mu\text{m}$ 。若以三維觀之，則大致為連續、生成網目結構。

於實施例3，對於添加 Sm_2O_3 粉末0.035莫耳%的原料粉末在 1900°C 下進行焙燒，得到密度 $3.26\text{g}/\text{cm}^3$ 的緻密體。



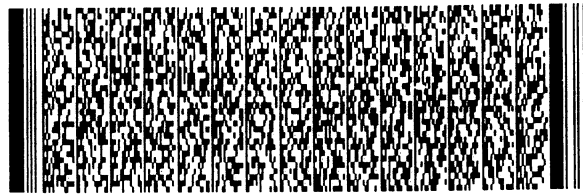
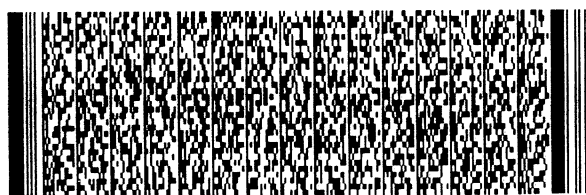
五、發明說明 (22)

Sm_2O_3 換算量為0.032 莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.034。氮化鋁粒子的平均粒徑為6 μm ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ （峰值強度）係0.0%。燒結體在室溫（25℃）下的體積電阻係數為 $2.9 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 。晶間相的長度係27 μm 。若以三維觀之，則大致為連續、生成網目結構。

第11圖係實施例3的燒結體之X射線繞射分布圖。將 $2\theta = 10 \sim 30^\circ$ 放大20倍，並加以記入。 SmAlO_3 峰值未鑑定出來，實質上晶間相僅為 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 。再者，由於 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 並不存在於JCPDS卡，故以 $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相的JCPDS卡來代用並加以鑑定。亦即，於第11圖中，由於對應於除AlN相（JCPDS No. 25-1133）以外的多相之峰值位置，大致和 $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相（JCPDS No. 48-0055）一致，故可確認為具有和 $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相相同結構的 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相。再者， $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相於 Sm_2O_3 - Al_2O_3 系的相圖中證實其存在（Phase Diagrams for Ceramists 1975 Supplement, Fig. 4369）。

於實施例4~12，燒結體的 Sm_2O_3 換算量為0.028~0.054 莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.030~0.048。氮化鋁粒子的平均粒徑為5 μm 以上， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ （峰值強度）係0.3%以下。燒結體在室溫（25℃）下的體積電阻係數為 $1.6 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。晶間相的長度係11~31 μm ，若以三維觀之，則大致為連續、生成網目結構。

第3圖係實施例6的精細結構照片（倍率3000倍），第4圖係表示該圖像處理後的照片。並且，第12圖係表示實施例12的燒結體之X射線繞射分布圖。將 $2\theta = 10 \sim 30^\circ$ 放



五、發明說明 (23)

大20倍，並加以記入。 SmAlO_3 峰值未鑑定出來，實質上晶間相僅為 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 相。

[實施例13~21：第4表、第5表、第6表]

於實施例13~21，燒結體的 Sm_2O_3 換算量為0.039~0.056 莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.033~0.048。氮化鋁粒子的平均粒徑為 $5\ \mu\text{m}$ 或 $6\ \mu\text{m}$ ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度) 係0.2%以下。燒結體在室溫(25°C)下的體積電阻係數為 $6.9 \times 10^{10}\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。晶間相的長度係 $24\sim 37\ \mu\text{m}$ 。若以三維觀之，則大致為連續、生成網目結構。

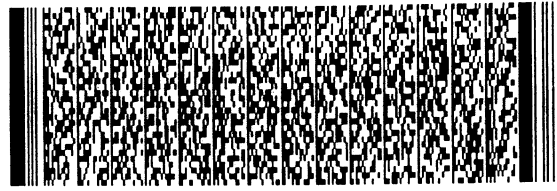
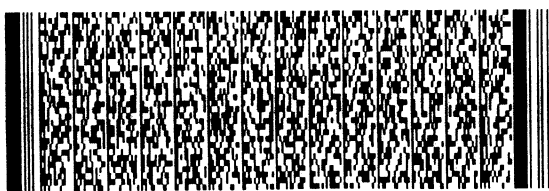
第5圖係實施例11的精細結構照片(倍率3000倍)，第6圖係表示該圖像處理後的照片。第7圖係實施例14的精細結構照片(倍率3000倍)，第8圖係表示該圖像處理後的照片。

[比較例1~3：第4表、第5表、第6表]

於比較例1，對於添加 Sm_2O_3 粉末0.020 莫耳%的原料粉末在 1800°C 下進行焙燒，得到密度 $3.26\text{g}/\text{cm}^3$ 、開孔率0.04%的緻密體。燒結體的 Sm_2O_3 換算量為0.022 莫耳%， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.033。氮化鋁粒子的平均粒徑為 $4\ \mu\text{m}$ ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度) 係0.0%。燒結體在室溫(25°C)下的體積電阻係數為 $4.0 \times 10^{15}\ \Omega \cdot \text{cm}$ 。

第9圖係比較例1的精細結構照片(倍率3000倍)，第10圖係表示該圖像處理後的照片。晶間相孤立著，並未延伸成細長狀，非連續成三維狀態。晶間相的長度係 $4\ \mu\text{m}$ 。

於比較例2，燒結體的 Sm_2O_3 換算量為0.200 莫耳%，比

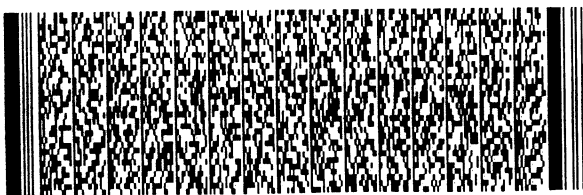


五、發明說明 (24)

實施例多， Sm_2O_3 換算量/ Al_2O_3 換算量係0.274。氮化鋁粒子的平均粒徑為4 μm ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度) 係5.1%。燒結體在室溫 (25 $^{\circ}\text{C}$) 下的體積電阻係數低至 $3.0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 。於比較例2， Sm_2O_3 的含量較多，而偏離了以少量的 Sm_2O_3 來減低體積電阻係數之本發明的目的。

於比較例3，燒結體的 Sm_2O_3 換算量為0.097 莫耳%，比實施例多，氮化鋁粒子的平均粒徑為4 μm ， $\text{SmAlO}_3/\text{AlN}$ (峰值強度) 係2.8%。燒結體在室溫 (25 $^{\circ}\text{C}$) 下的體積電阻係數為 $2.0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 。晶間相的長度為12 μm 。於比較例3， Sm_2O_3 的含量較多。

如上述，若依據本發明，則能夠提供一種在室溫下的體積電阻係數低，且鈔含量較少的氮化鋁燒結體。



圖式簡單說明

- 第1圖表示實施例1的燒結體之精細結構照片。
- 第2圖表示將第1圖的照片施予圖像處理後的照片。
- 第3圖係實施例6的精細結構照片（圖像處理後）。
- 第4圖表示將第3圖的照片施予圖像處理後的照片。
- 第5圖係實施例13的精細結構照片（圖像處理後）。
- 第6圖表示將第5圖的照片施予圖像處理後的照片。
- 第7圖係實施例16的精細結構照片（圖像處理後）。
- 第8圖表示將第7圖的照片施予圖像處理後的照片。
- 第9圖係比較例1的精細結構照片（圖像處理後）。
- 第10圖表示將第9圖的照片施予圖像處理後的照片。
- 第11圖表示實施例3的燒結體之X射線繞射分布圖。
- 第12圖表示實施例12的燒結體之X射線繞射分布圖。



四、中文發明摘要 (發明名稱：氮化鋁質陶瓷、半導體製造用元件、以及氮化鋁燒結體之製造方法)

〔課題〕 提供一種在室溫下體積電阻係數低、且鈔含量較少的氮化鋁燒結體。

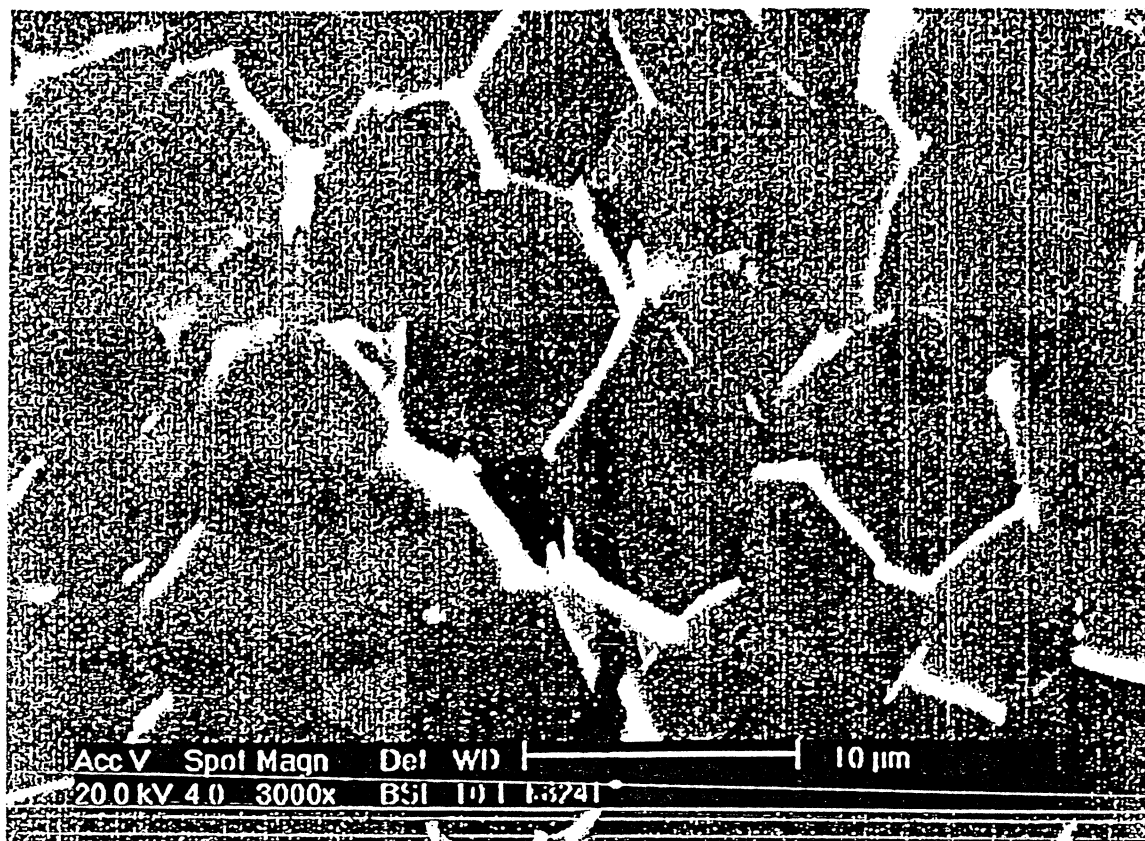
〔解決手段〕 氮化鋁質陶瓷係以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，此種鈔-鋁氧化物相的長度係 $7\mu\text{m}$ 以上。或是氮化鋁質陶瓷係以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，前述氮化鋁粒子的平均粒徑係 $5\mu\text{m}$ 以上。

伍、(一)、本案代表圖為：第___2___圖

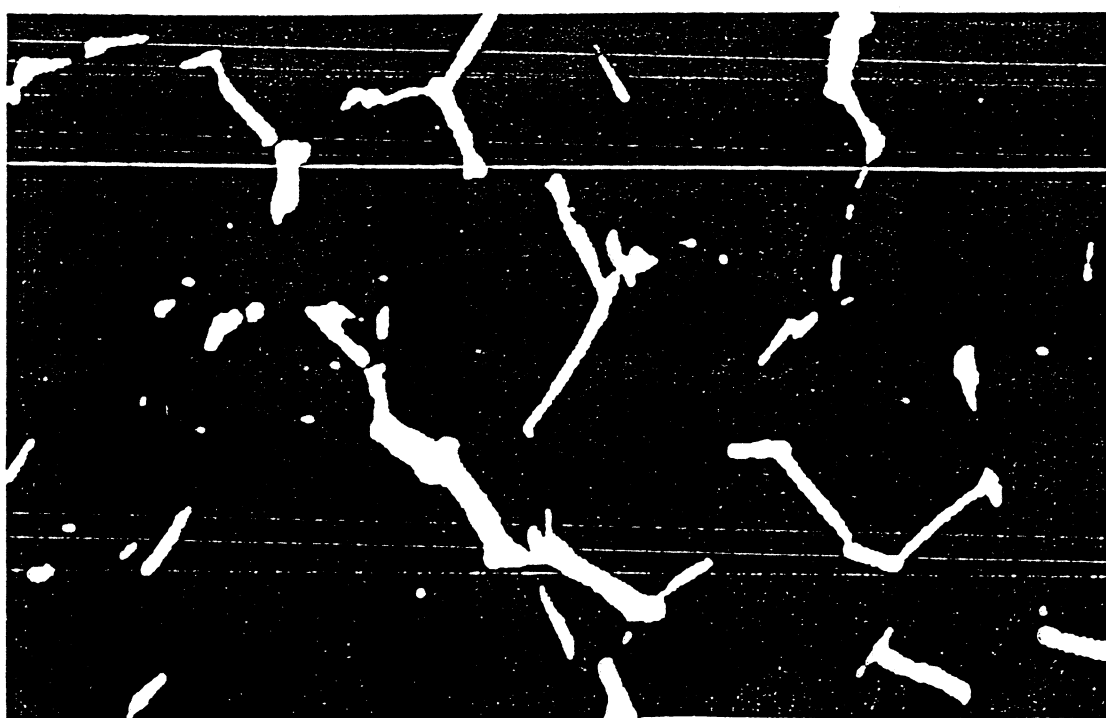
(二)、本案代表圖之元件代表符號簡單說明：無

六、英文發明摘要 (發明名稱：)

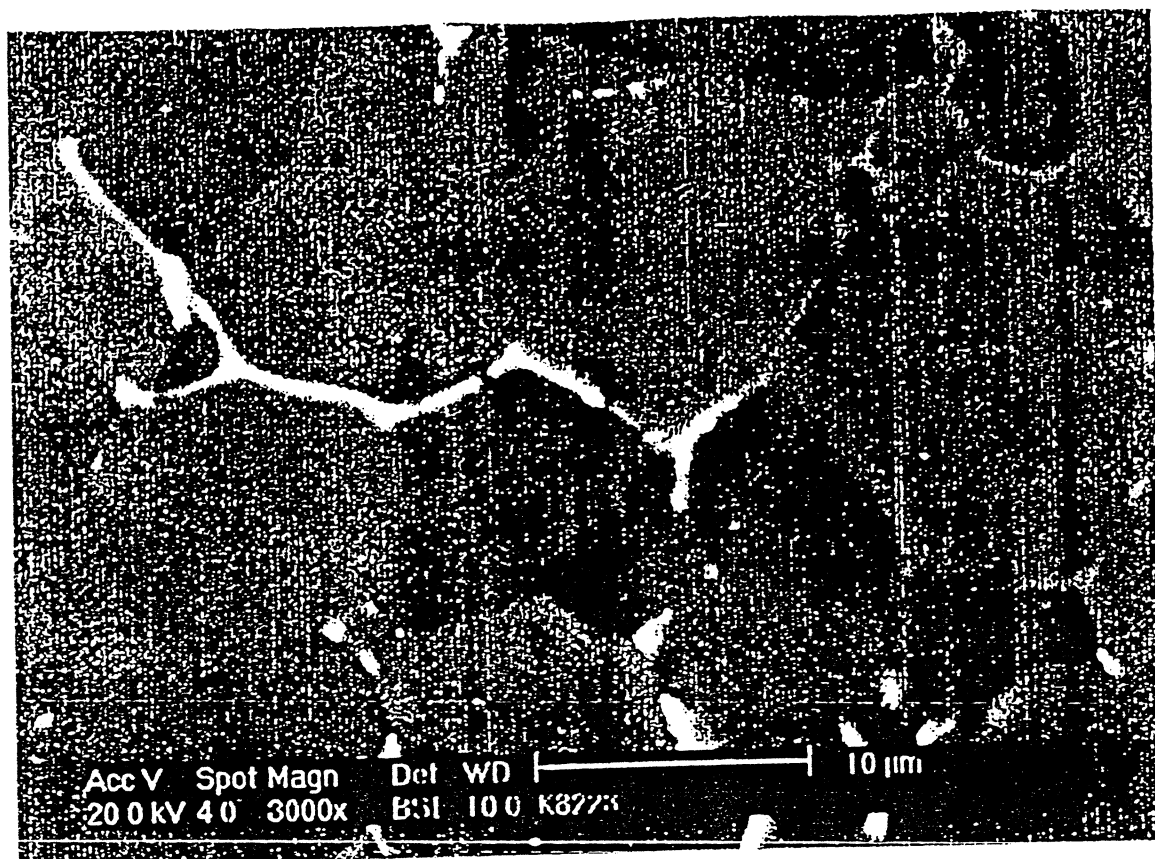




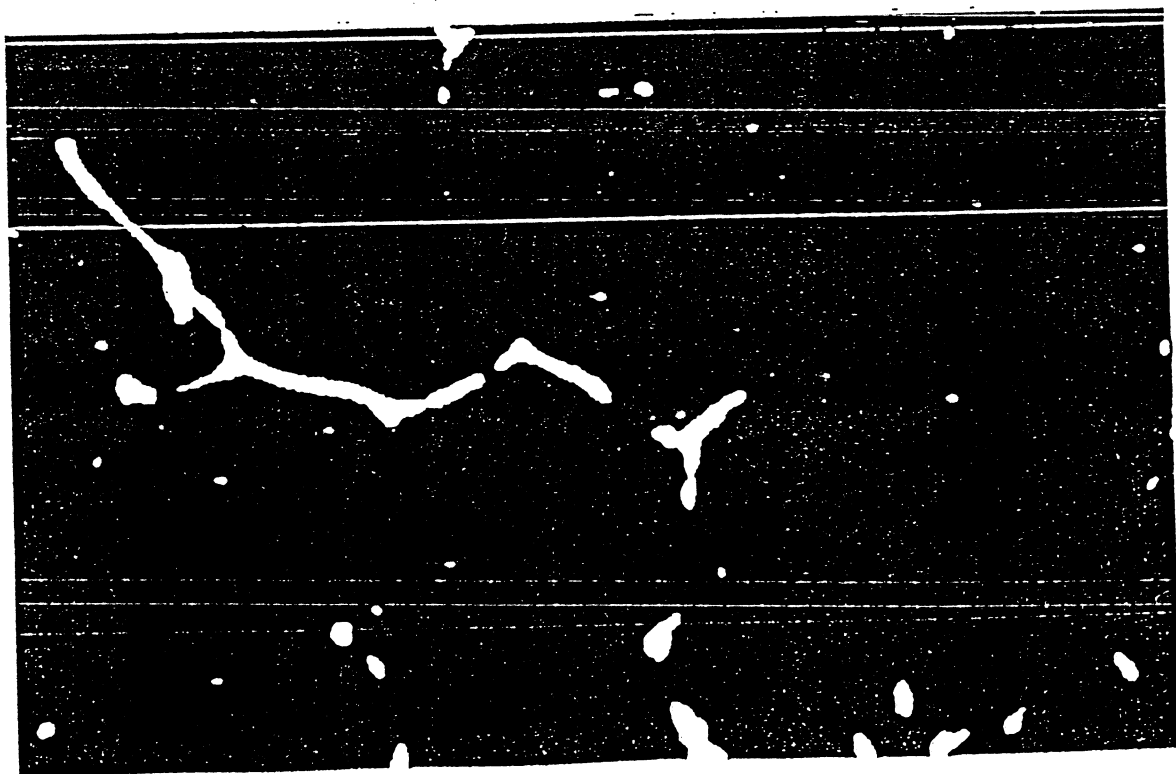
第 1 圖



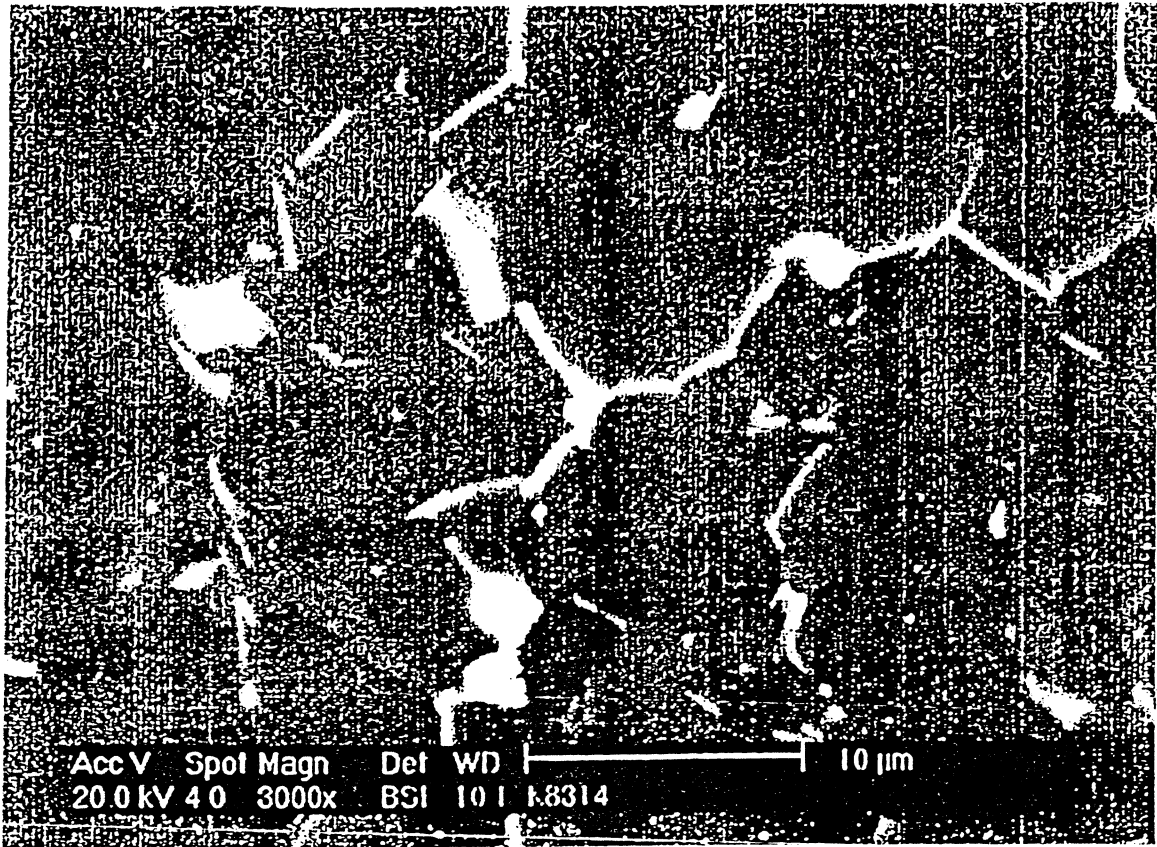
第 2 圖



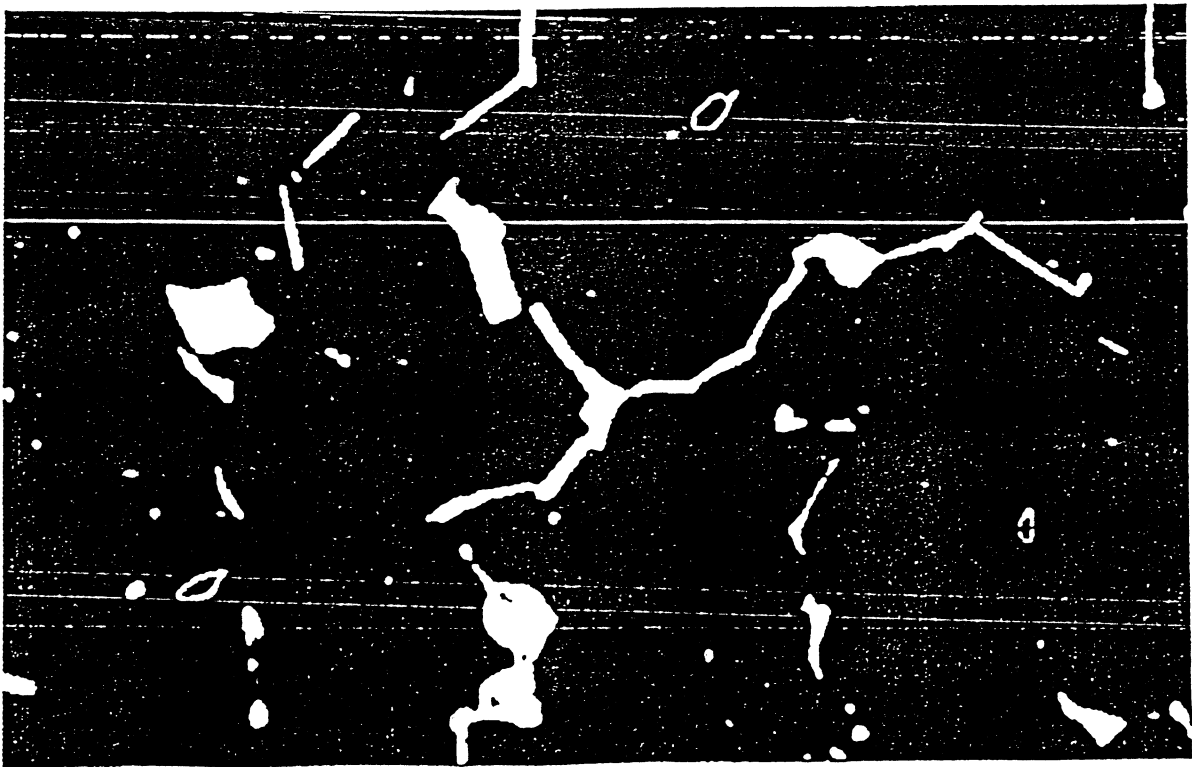
第 3 圖



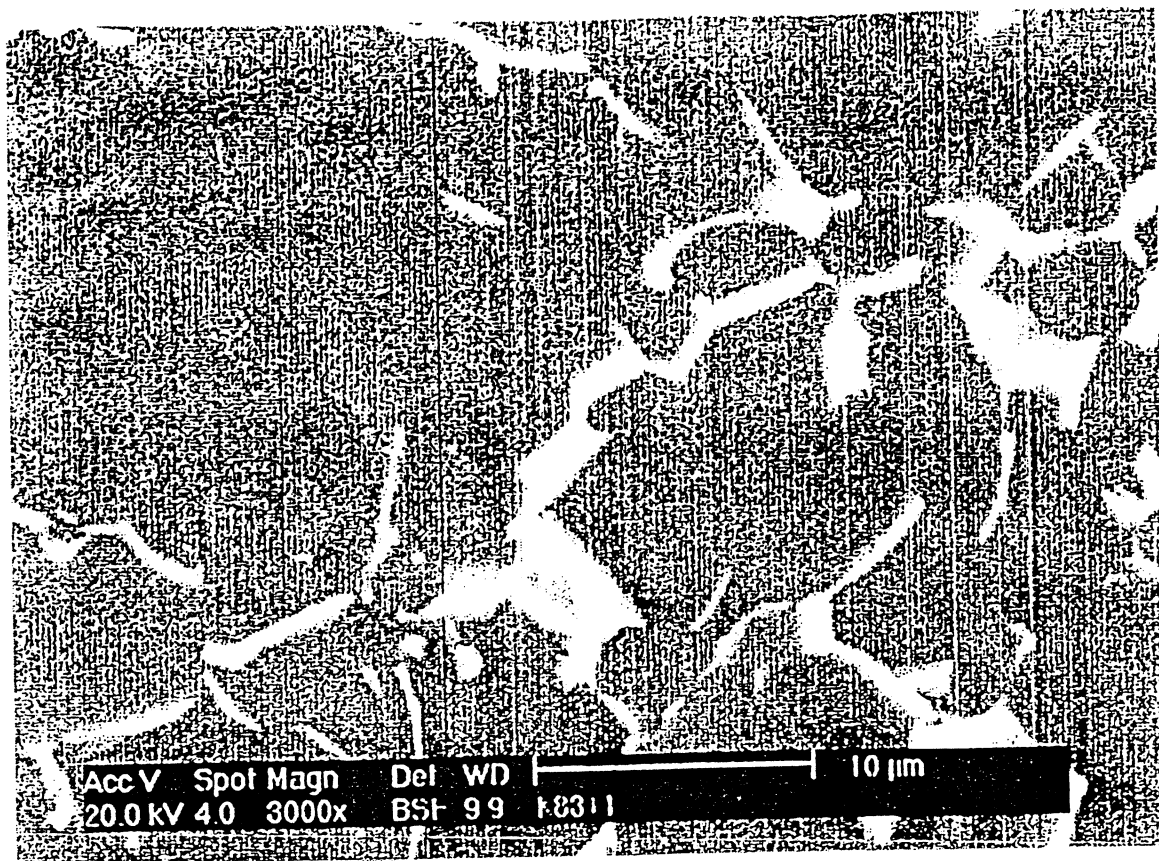
第 4 圖



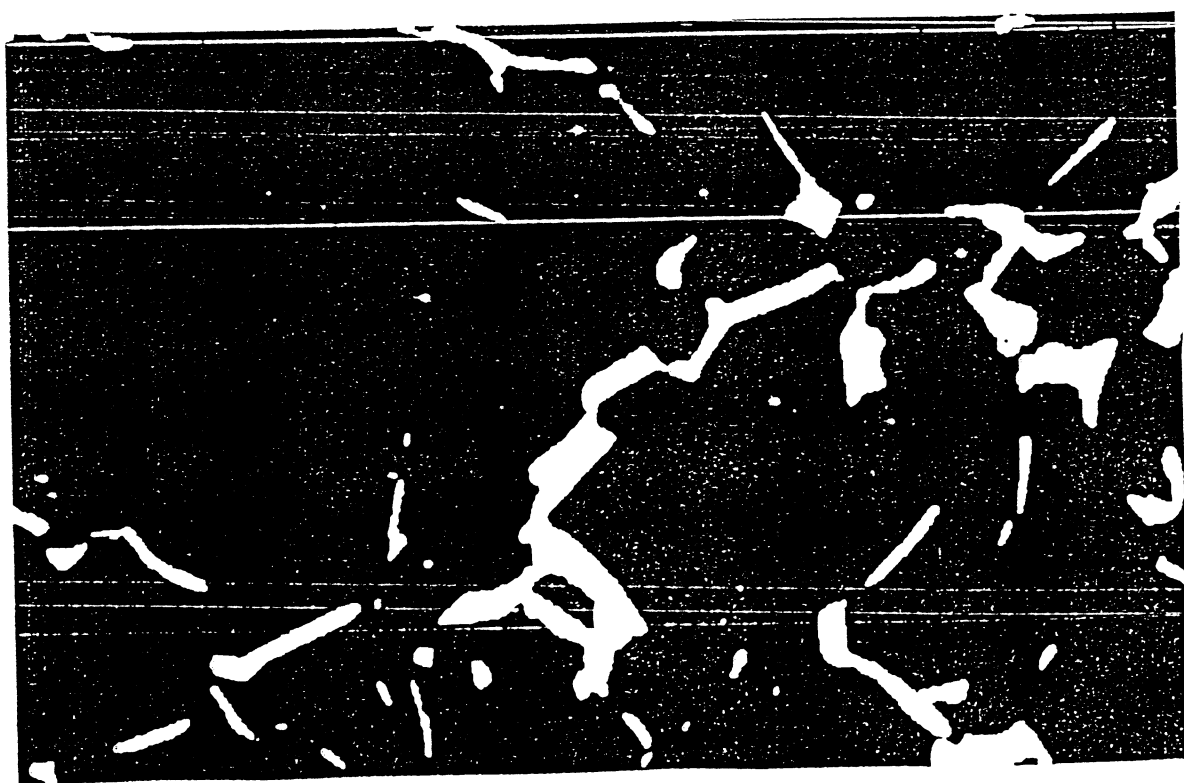
第 5 圖



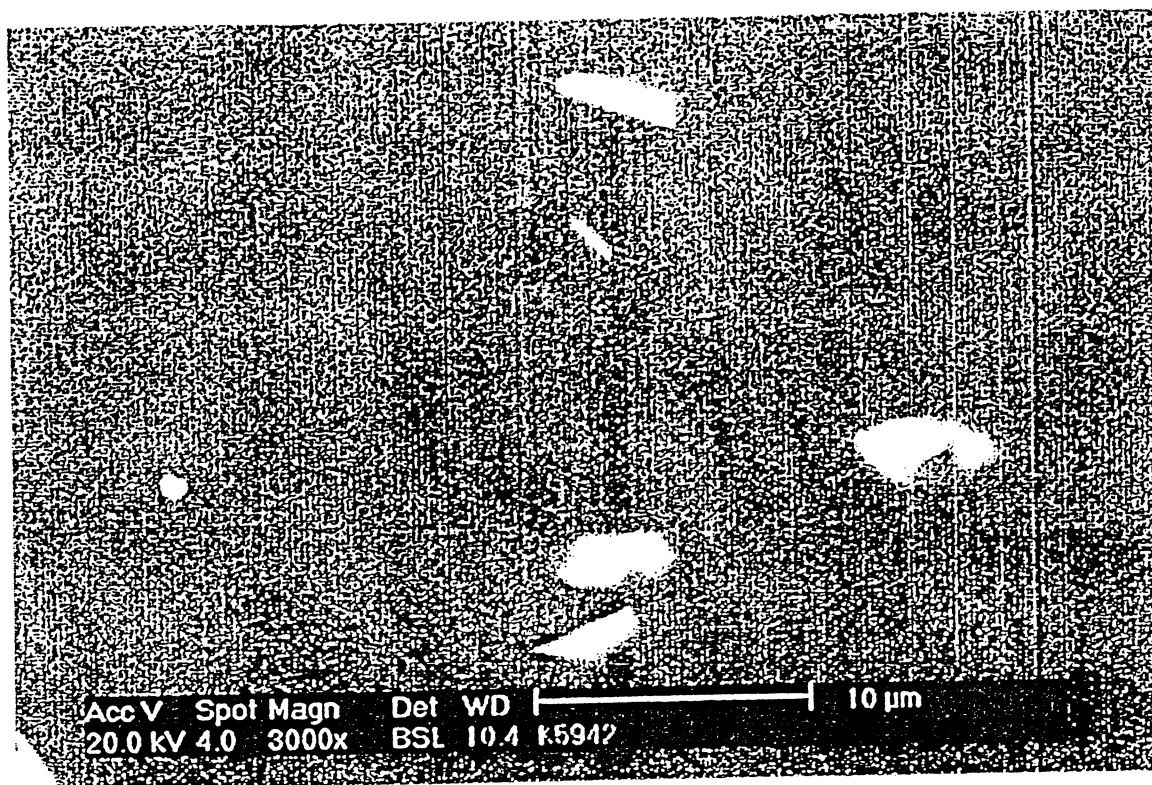
第 6 圖



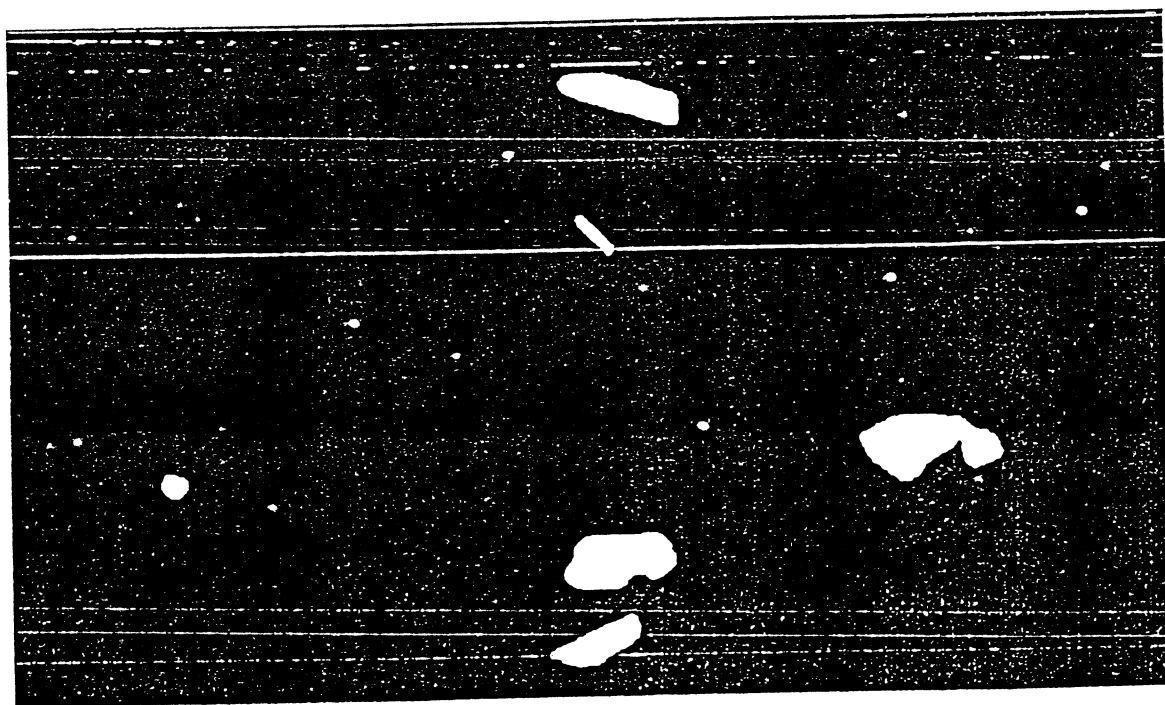
第 7 圖



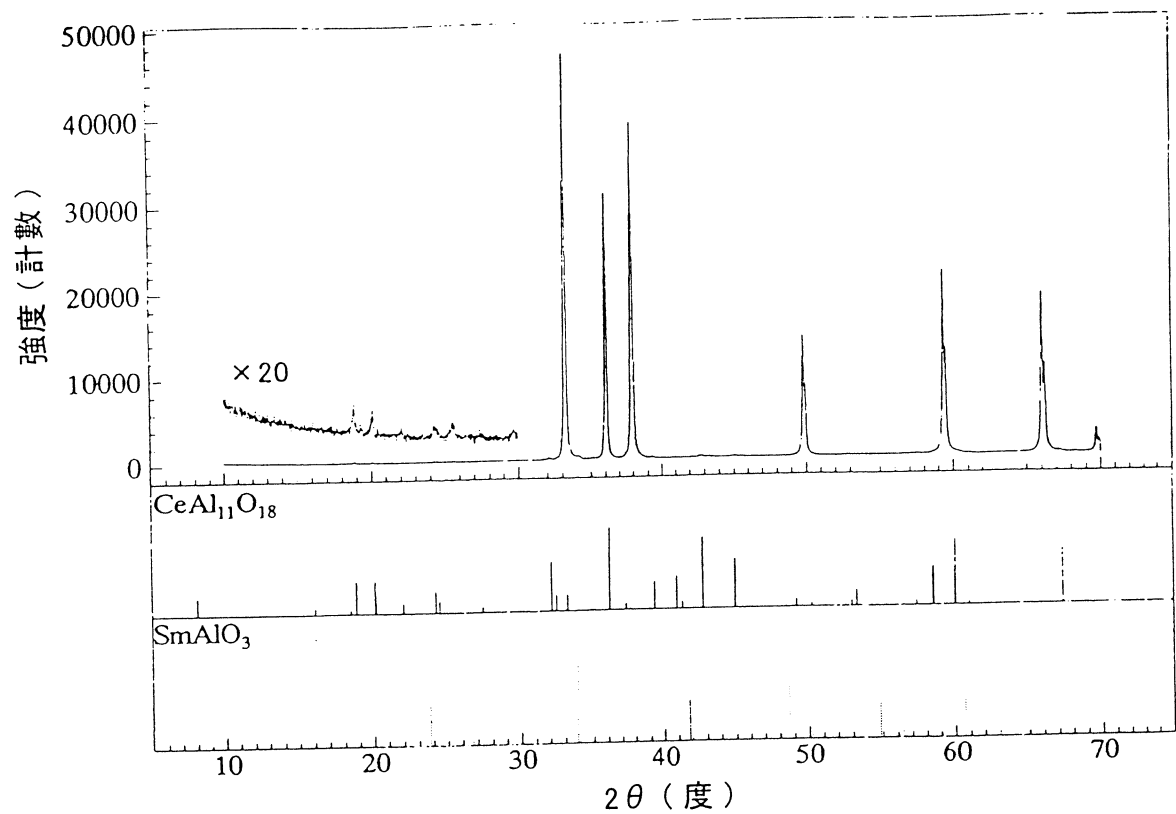
第 8 圖



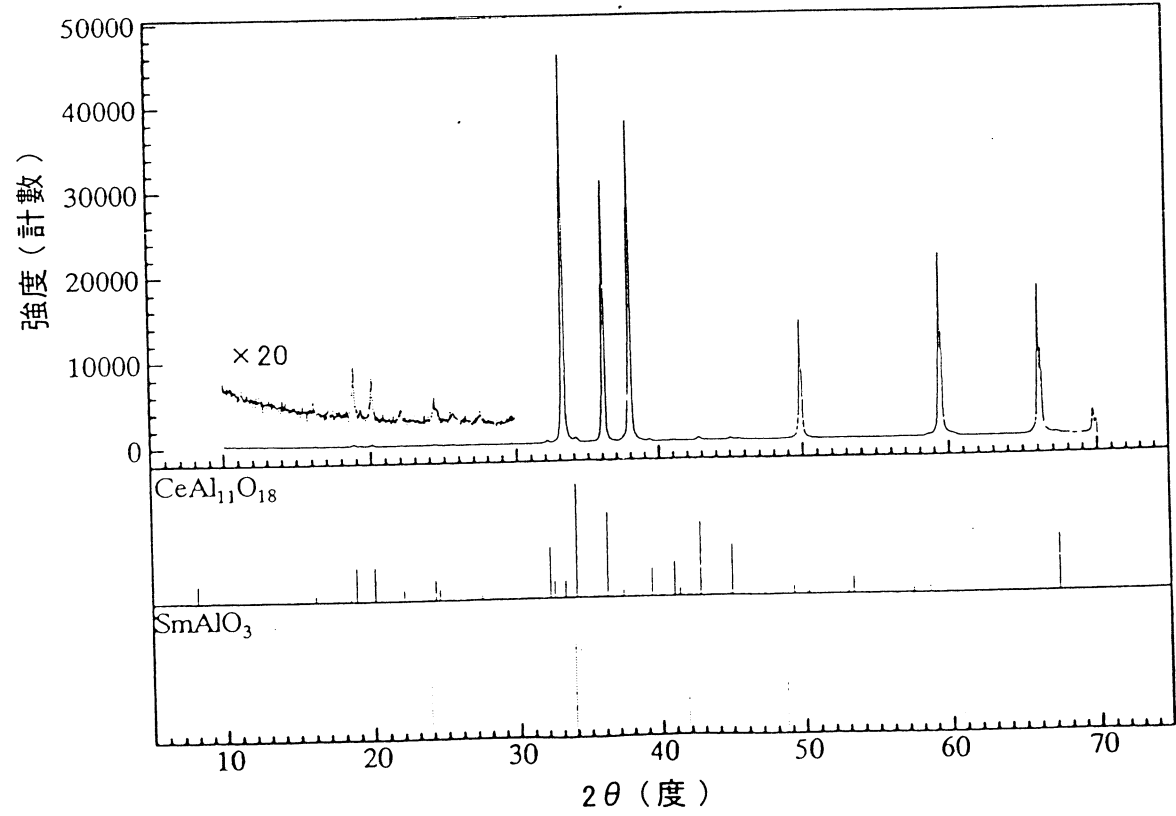
第 9 圖



第 10 圖



第 11 圖



第 12 圖

四、中文發明摘要 (發明名稱：氮化鋁質陶瓷、半導體製造用元件、以及氮化鋁燒結體之製造方法)

〔課題〕 提供一種在室溫下體積電阻係數低、且鈇含量較少的氮化鋁燒結體。

〔解決手段〕 氮化鋁質陶瓷係以氮化鋁為主要成分，鈇含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈇-鋁氧化物相，此種鈇-鋁氧化物相的長度係 $7\mu\text{m}$ 以上。或是氮化鋁質陶瓷係以氮化鋁為主要成分，鈇含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈇-鋁氧化物相，前述氮化鋁粒子的平均粒徑係 $5\mu\text{m}$ 以上。

伍、(一)、本案代表圖為：第___2___圖

(二)、本案代表圖之元件代表符號簡單說明：無

六、英文發明摘要 (發明名稱：)



六、申請專利範圍

1. 一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，此種鈔-鋁氧化物相的長度係 $7\mu\text{m}$ 以上，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ ，且鈔換算為氧化物含量相對於氧化鋁含量之莫耳比 $(\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3)$ 係0.01~0.05。

2. 如申請專利範圍第1項所述的氮化鋁質陶瓷，其中在室溫下的體積電阻係數為 $1 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。

3. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

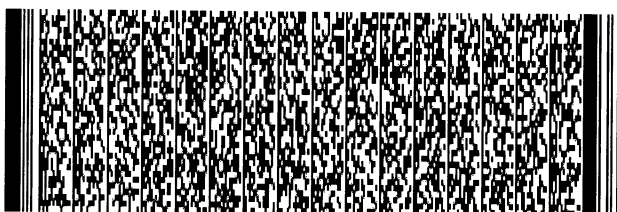
SmAlO_3 相的含有比率 = $(\text{SmAlO}_3 \text{ 相的最強射線峰值之積分強度} / \text{氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度}) \times 100$ [%]。

4. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

SmAlO_3 相的含有比率 = $(\text{SmAlO}_3 \text{ 相的最強射線峰值之積分強度} / \text{氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度}) \times 100$ [%]。

5. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

SmAlO_3 相的含有比率 = $(\text{SmAlO}_3 \text{ 相的最強射線峰值之}$



六、申請專利範圍

積分強度/氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度) $\times 100$
[%]。

6. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。

7. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。

8. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。

9. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中鈔含量換算為氧化物係0.025莫耳%以上。

10. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中鈔含量換算為氧化物係0.025莫耳%以上。

11. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中鈔含量換算為氧化物係0.025莫耳%以上。

12. 如申請專利範圍第1或2項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述氮化鋁粒子的平均粒徑係5 μm 以上。

13. 一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.025莫耳%以上、0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ ，且鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$)係0.01~0.05。

14. 一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，前述氮化鋁粒子的平均粒徑



六、申請專利範圍

係 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ ，且鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比

($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) 係 $0.01\sim 0.05$ 。

15. 如申請專利範圍第13或14項所述的氮化鋁質陶瓷，其中在室溫下的體積電阻係數為 $1\times 10^{12}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ 以下。

16. 如申請專利範圍第15項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 。

17. 如申請專利範圍第13或14項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

SmAlO_3 相的含有比率 = (SmAlO_3 相的最強射線峰值之積分強度 / 氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度) $\times 100$ [%]。

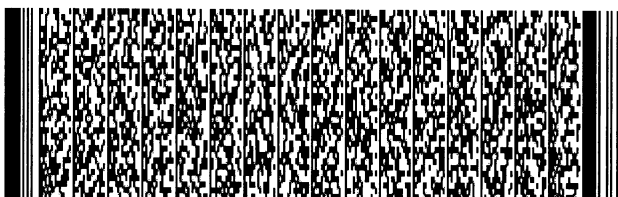
18. 如申請專利範圍第16項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

SmAlO_3 相的含有比率 = (SmAlO_3 相的最強射線峰值之積分強度 / 氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度) $\times 100$ [%]。

19. 如申請專利範圍第15項所述的氮化鋁質陶瓷，其中鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比

($\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) 係 $0.01\sim 0.05$ 。

20. 如申請專利範圍第13或14項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。



六、申請專利範圍

21. 如申請專利範圍第15項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。

22. 一種氮化鋁質陶瓷，其特徵在於：以氮化鋁為主要成分，鈔含量換算為氧化物係0.060莫耳%以下，含有氮化鋁粒子與鈔-鋁氧化物相，藉由燒結所得到的氮化鋁質陶瓷，燒結時的最高溫度係1850℃以上，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ ，且鈔換算為氧化物的含量相對於氧化鋁含量之莫耳比（ $\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ）係0.01~0.05。

23. 如申請專利範圍第22項所述的氮化鋁質陶瓷，其中在室溫下的體積電阻係數為 $1 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。

24. 如申請專利範圍第22或23項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相的長度係 $7 \mu\text{m}$ 以上。

25. 如申請專利範圍第22或23項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述氮化鋁粒子的平均粒徑係 $5 \mu\text{m}$ 以上。

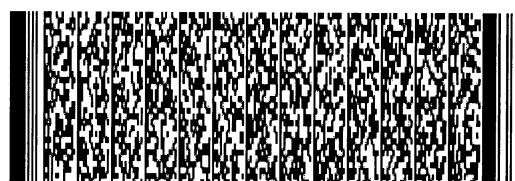
26. 如申請專利範圍第24項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述氮化鋁粒子的平均粒徑係 $5 \mu\text{m}$ 以上。

27. 如申請專利範圍第24項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相含有 $\text{SmAl}_{11}\text{O}_{18}$ 。

28. 如申請專利範圍第22或23項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

$$\text{SmAlO}_3 \text{ 相的含有比率} = (\text{SmAlO}_3 \text{ 相的最強射線峰值之積分強度} / \text{氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度}) \times 100$$

〔%〕。



六、申請專利範圍

29. 如申請專利範圍第27項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相之中，藉由X射線繞射分布圖以下式所算出的 SmAlO_3 相的含有比率係2%以下：

SmAlO_3 相的含有比率 = (SmAlO_3 相的最強射線峰值之積分強度 / 氮化鋁相的最強射線峰值之積分強度) $\times 100$ [%]。

30. 如申請專利範圍第22或23項所述的氮化鋁質陶瓷，其中前述鈔-鋁氧化物相形成網目結構。

31. 一種半導體製造用元件，其特徵在於：基於如申請專利範圍第1、2、13、14、22、23項所述的氮化鋁質陶瓷至少一部分係由此種氮化鋁質陶瓷所構成。

32. 如申請專利範圍第31項所述的元件，其中具有由前述氮化鋁燒結體所製成的基材、與埋設於此基材中的金屬元件。

33. 一種氮化鋁燒結體之製造方法，其特徵在於：對包含氮化鋁原料 Sm_2O_3 0.3重量%以上、0.5重量%以下；以及 Al_2O_3 0.9重量%以上之混合粉末加以成型，於 1600°C 以上，利用 $50^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以上、 $1000^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以下進行昇溫，以 1850°C 以上的溫度施行0.5小時以上、4小時以下的焙燒。

34. 如申請專利範圍第33項所述的方法，其中前述焙燒係加熱壓塑焙燒。

35. 如申請專利範圍第33項所述的方法，其中前述焙燒時的冷卻速度係 $450^\circ\text{C}/\text{小時}$ 以上。

