

(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
2012年5月3日(03.05.2012)



PCT



(10) 国際公開番号

WO 2012/056915 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/581 (2006.01) H01L 21/3065 (2006.01)
C04B 35/04 (2006.01) H01L 21/31 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/073768
- (22) 国際出願日: 2011年10月11日(11.10.2011)
- (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 2010-239000 2010年10月25日(25.10.2010) JP
特願 2011-135312 2011年6月17日(17.06.2011) JP
PCT/JP2011/069479 2011年8月29日(29.08.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 日本碍子株式会社(NGK Insulators, Ltd.) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 Aichi (JP).

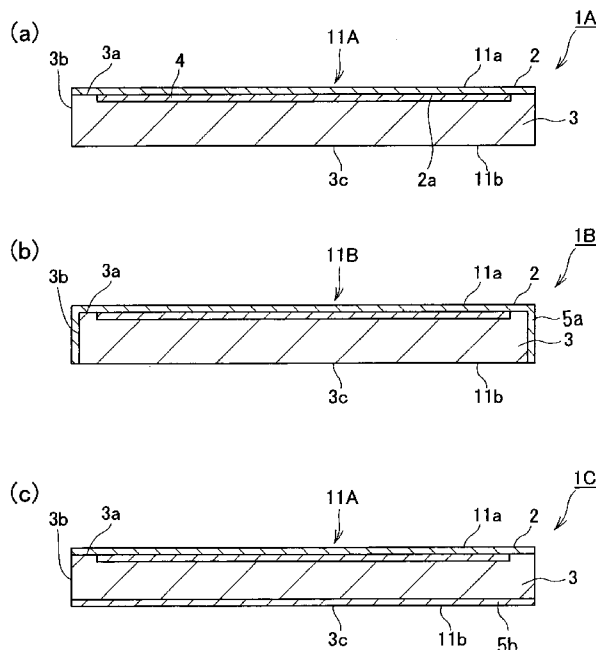
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 相川 賢一郎(AIKAWA, Kenichiro) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 渡邊 守道(WATANABE, Morimichi) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 神藤 明日美(JINDO, Asumi) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 勝田 祐司(KATSUDA, Yuji) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 佐藤 洋介(SATO, Yosuke) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 磯田 佳範(ISODA, Yoshinori) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

[続葉有]

(54) Title: ELECTROSTATIC CHUCK

(54) 発明の名称: 静電チャック

第5図



(57) Abstract: An electrostatic chuck (1A) comprises a susceptor (11A) having an attracting surface (11a) that attracts and holds semiconductors, and an electrostatic chuck electrode (4) that is embedded within this susceptor. The susceptor (11A) is provided with a plate-shaped main body (3) and a surface corrosion-resistant layer (2) that faces the attracting surface (11a). The surface corrosion-resistant layer (2) is made from a ceramic material having magnesium, aluminum, oxygen and nitrogen as main ingredients, this ceramic material having as a main phase a magnesium-aluminum oxynitride phase which manifests a XRD peak when using CuK alpha radiation of at least $2\theta = 47$ to 50° .

(57) 要約: 静電チャック 1Aは、半導体を吸着する吸着面 11a を有するサセプター 11A と、このサセプター内に埋設されている静電チャック電極 4 とを備える。サセプター 11A が、板状本体部 3 と、吸着面 11a に面する表面耐食層 2 とを備えている。表面耐食層 2 が、マグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料からなり、このセラミックス材料が、CuK α 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とする。

WO 2012/056915 A1



(74) 代理人: 細田 益稔, 外 (HOSODA, Masutoshi et al.); 〒1080074 東京都港区高輪一丁目 5 番 4 号 常和高輪ビル 7 階 Tokyo (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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

1

明細書

静電チャック

発明の属する技術分野

- 5 本発明は、半導体を吸着して処理する静電チャック装置に関するものである。

背景技術

- 半導体製造におけるドライプロセスやプラズマコーティングなどに用いられる半導体製造装置には、エッチング用やクリーニング用として、反応性の高いF、C l 等の
- 10 ハロゲン系プラズマが使用される。このため、そのような半導体製造装置に組み付けられる部材には、高い耐食性が要求され、一般的にはアルマイト処理を施したアルミニウムやハステロイ等の高耐食金属やセラミックス部材が使用される。特にS i ウエハを支持固定する静電チャック材やヒーター材には高耐食と低発塵性が必要なため、窒化アルミニウム、アルミナ、サファイア等の高耐食セラミックス部材が用いられて
- 15 いる。これらの材料では長期間の使用によって徐々に腐食が進行して発塵原因となるため、更なる高耐食材料が求められている。このような要求に応えるべく、材料としてアルミナ等より高耐食であるマグネシアやスピネル ($MgAl_2O_4$)、それらの複合材を用いることが検討されている(例えば特許文献1:特許第3559426号公報)。

- 半導体デバイスの製造工程においては、静電チャックのウエハ載置面に半導体ウエハ
- 20 ハを吸着保持し、その吸着保持した半導体ウエハに加熱処理やエッチング処理等の各種処理が施される。静電チャックは、ウエハ載置面が形成された円盤状のセラミックス基体に、ウエハ載置面に静電氣的な力を生じさせるための静電電極が埋設されたものであり、必要に応じてウエハ載置面を加熱するためのヒーター電極(抵抗発熱素子ともいう)が埋設されている。セラミックス基体は、アルミナ焼結体や窒化アルミニウム焼結体で形成されたもののほか、静電チャックがフッ素を含むガスと接触する環境下で使われることを考慮してフッ素に対する耐蝕性の高い材料、例えば、イットリ
- 25 ア焼結体やマグネシア焼結体で形成されたものも提案されている。例えば、特許文献2(特開2001-308167号公報)では、マグネシア(MgO)を主成分とす

2

るセラミックスを用いたジョンソンラーベック型の静電チャックが提案されている。

発明の開示

通常、半導体製造プロセスはウエハの汚染防止の為、ハロゲン系ガス等の腐食性の
5 強いガスを装置クリーニングに用いている。又、ウエハ上に均一に成膜を行う為、ウエハ上の温度均一性が求められる。

半導体製造装置内で Si ウエハを保持し更に加温する部材として、上述のように AlN
(窒化アルミニウム) 製のセラミック静電チャック付きヒーターが既存技術として広く用いられており、使用初期には良好なウエハ上温度均一性を示す事ができる。しか
10 し、腐食性ガスによるクリーニングによって、AlN が腐食され、ヒータ表面の形状や粗さが変化してしまう事により、使用期間が経過するに従って温度分布が変化し、温度均一性が保てなくなり、吸着力が劣化するという問題があった。

本発明の課題は、半導体処理に使用する静電チャックにおいて、ハロゲン系腐食性ガスまたそのプラズマ雰囲気下で使用したとき、良好な温度均一性を長期間にわたって保持でき、吸着力の劣化を防止できるようにすることである。
15

本発明は、半導体を吸着する吸着面を有するサセプターと、このサセプター内に埋設されている静電チャック電極とを備えている静電チャックであって、

サセプターが、板状本体部と、吸着面に面する表面耐食層とを備えており、表面耐食層がマグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料
20 からなり、このセラミックス材料が、CuK α 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とする。

本発明のセラミックス材料は、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相としているが、窒化アルミニウムと比較して、ハロゲン系ガス等の腐食性の強いガスに対する耐食性に優れている。このセラミックス材料によってサセプターの表面耐食層を形成すると、腐食環境下で長く使用されても、腐食による表面状態の変化を生じにくく、この結果として良好なウエハ上温度均一性および吸着力を長期間にわたって発現する事が可能となった。
25

3

また、板状本体部を前記セラミックス材料と別の熱伝導性のより高い材質で形成することが可能であり、これによって、サセプターの平面方向の熱伝導を促進することで、ウェハ上温度均一性を、より一層向上させることが可能である。

5 図面の簡単な説明

図1は、実験例1のXRD解析チャートである。

図2は、実験例1, 4のEPMA元素マッピング像である。

図3は、実験例7のXRD解析チャートである。

図4は、実験例10のXRD解析チャートである。

10 図5(a)、(b)および(c)は、それぞれ、本発明の実施形態にかかる静電チャック1A、1B、1Cを模式的に示す断面図である。

図6(a)、(b)および(c)は、それぞれ、本発明の実施形態にかかる静電チャック1D、1E、1Fを模式的に示す断面図である。

図7は、本発明の実施形態にかかる静電チャック1Gを模式的に示す断面図である。

15 図8(a)、(b)、(c)(d)は、静電チャックの好適な製造プロセスを説明するための図である。

発明を実施するための形態

以下、本発明で用いる新規なセラミックス材料を説明し、次いで静電チャックの構成を説明する。

20

[セラミックス材料]

本発明者らは、酸化マグネシウムとアルミナと窒化アルミニウムとの混合粉末を成形後ホットプレス焼成することにより得られるセラミックス材料の耐食性を鋭意検討したところ、特定位置にXRDピークを有するマグネシウム－アルミニウム酸窒化物を主相とするセラミックス材料が非常に高い耐食性を示すことを見いだした。

25

すなわち、本発明のセラミックス材料は、マグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料であって、CuK α 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム－アルミニウム酸窒化物

相を主相とするものである。

本発明のセラミックス材料は、耐食性がスピネルと同等かそれよりも高い。このため、本発明のサセプターは、半導体製造プロセスにおいて使用される反応性の高いF、C 1等のハロゲン系プラズマに長期間耐えることができ、この部材からの発塵量を低減することができる。しかも、腐食環境下で長く使用されても、腐食による表面状態の変化を生じにくく、この結果として良好なウエハ上温度均一性を長期間にわたって発現する。

本発明のセラミックス材料は、マグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とし、CuK α 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とするものである。このマグネシウム-アルミニウム酸窒化物は、ハロゲン系プラズマに対する耐食性がスピネルと同等かそれより高いため、この酸窒化物を主相とする本発明のセラミックス材料も耐食性が高くなったと考えられる。また、このマグネシウム-アルミニウム酸窒化物は、スピネルと同等の耐食性を持ちながらスピネルよりも線熱膨張係数が低いものとする

15 こともできる。

本発明のセラミックス材料は、酸化マグネシウムに窒化アルミニウムが固溶したMgO-AlN固溶体の結晶相を副相として含んでいてもよい。このMgO-AlN固溶体も耐食性が高いため、副相として含まれていても問題ない。このMgO-AlN固溶体は、CuK α 線を用いたときの(200)面及び(220)面のXRDピークが酸化マグネシウムの立方晶のピークと窒化アルミニウムの立方晶のピークとの間である $2\theta = 42.9 \sim 44.8^\circ$ 、 $62.3 \sim 65.2^\circ$ に現れるものとしてもよく、更に、(111)面のXRDピークが酸化マグネシウムの立方晶のピークと窒化アルミニウムの立方晶のピークとの間である $2\theta = 36.9 \sim 39^\circ$ に現れるものとしてもよい。(111)面のピークが他の結晶相のピークとの判別を行いにくい場合があること

20 ことから、(200)面及び(220)面のXRDピークのみ上記範囲に現れるものとしてもよい。同様に、(200)面または(220)面のピークも他の結晶相のピークとの判別を行いにくい場合がある。

本発明のセラミックス材料は、スピネルと同等かそれよりも高い耐食性を得るには、

5

副相としてA 1 N結晶相を含むと耐食性が低下する傾向があるため、A 1 N結晶相は少ないことが好ましく、含まないことがより好ましい。また、スピネルは、アルミナやA 1 N結晶よりも耐食性が高いため、少量を含有してもよい。但し、スピネルは、本発明のマグネシウム－アルミニウム酸窒化物相、及びMgO－A 1 N固溶体よりも耐食性が劣るため、より少ないことが好ましい。一方、スピネルと同等の耐食性を持ちながら線熱膨張係数を低くするには、スピネルやA 1 N結晶相を少量含有していてもよい。

本発明のセラミックス材料は、スピネルと同等かそれよりも高い耐食性を得るには、原料粉末中のマグネシウム／アルミニウムのモル比が0.20以上2以下であることが好ましいが、マグネシウム／アルミニウムのモル比が0.75以上2以下であることがより好ましい。マグネシウム／アルミニウムのモル比が0.20未満であると窒化アルミニウム、スピネル、酸化アルミニウムのいずれかの生成量が多くなり、高耐食な特徴が失われることが懸念される。マグネシウム／アルミニウムのモル比が2を超えるとMgO－A 1 N固溶体が主相になりやすい。一方、スピネルと同等の耐食性を持ちながら線熱膨張係数を低くするには、原料粉末中のマグネシウム／アルミニウムのモル比が0.05以上1.5以下であることが好ましいが、マグネシウム／アルミニウムのモル比が0.1以上1以下であることがより好ましい。

本発明のセラミックス材料において、開気孔率は5%以下であることが好ましい。ここでは、開気孔率は、純水を媒体としたアルキメデス法により測定した値とする。開気孔率が5%を超えると、強度が低下するおそれや材料自身が脱粒によって発塵し易くなるおそれがあり、更に材料加工時等で気孔内に発塵成分がたまり易くなるため好ましくない。また、開気孔率は、できるだけゼロに近いほど好ましい。このため、特に下限値は存在しない。

本発明のセラミックス材料において、主相をなすマグネシウム－アルミニウム酸窒化物の40～1000℃の線熱膨張係数は、6～7 ppm/Kである。そこで、副相成分のMgO－A 1 N固溶体（12～14 ppm/K）や、スピネル（8～9 ppm/K）、窒化アルミニウム（5～6 ppm/K）の比率を変えることにより、高耐食性を維持したまま、線熱膨張係数を5.5～10 ppm/Kに制御することができる。

6

但し、スピネルや窒化アルミニウムは、マグネシウム－アルミニウム酸窒化物やMgO－AlN固溶体よりも耐食性が低いことから、より少ないことが好ましい。このような熱膨張の調整によって、酸化アルミニウム、酸化イットリウム及び窒化アルミニウムなど、半導体製造装置部材として用いられている材料との熱膨張を合わせる、または、熱膨張差を小さくすることができる。これによって、本発明のセラミックス材料と従来材料との積層や貼り合わせが可能となる。こうすれば、表面（第1構造体）のみを本発明の高い耐食性を有するセラミックス材料とし、下部（第2構造体）の基材に従来材料を使用することができる。特に、一体焼結においてこのような積層構造及び熱膨張調整は有効となる。なかでも、第2構造体の基材に窒化アルミニウムを主体とした材料を用いることにより、高熱伝導を維持することができ、高耐食であるセラミックス材料の表面温度を均一に保ちやすくなる。このような構成は、特にヒーター内蔵型の半導体製造装置において有効である。

本発明のセラミックス材料は、上述したセラミックス材料を利用した第1構造体と、窒化アルミニウム、酸化イットリウム及び酸化アルミニウムのうち少なくとも1種を主相とする第2構造体と、を有する積層体に用いるものとしてもよい。また、この第1構造体と第2構造体とが積層又は接合された構造を有するものとしてもよい。こうすれば、耐食性の高い第1構造体と、第1構造体と異なる特性（例えば伝熱性や機械的強度など）を有する第2構造体とにより、耐食性に加えて他の特性をより高めることができる。ここで、第1構造体は、上記セラミックス材料によって形成された薄膜や板状体、層状体としてもよい。また、第2構造体は、窒化アルミニウム、酸化イットリウム及び酸化アルミニウムを主相とする薄膜や板状体、層状体としてもよい。なお、接合はどのような態様で行われたものでもよく、例えば焼結により接合されていてもよいし、接着剤により接合されていてもよい。

このとき、第1構造体と第2構造体とが中間層を介して接合されていてもよい。こうすれば、中間層によって、例えば熱膨張率の違いによる第1構造体と第2構造体との剥離などをより抑制することができる。この中間層は、第1構造体と第2構造体との中間の性質を有する層としてもよい。この中間層は、例えば、第1構造体の主相と第2構造体の主相とを混合した層としてもよい。また、この中間層は、含有する成分、

7

若しくは成分比の異なる複数の層を含むものとしてもよい。こうすれば、傾斜材料的な特性とすることができる。

- また、第1構造体と第2構造体との線熱膨張係数差が 0.3 ppm/K 以下であり、第1構造体と第2構造体とが直接接合されていてもよい。こうすれば、第1構造体と
- 5 第2構造体との線熱膨張係数差が小さいため、両構造体を高温で接合（例えば焼結により接合）した際やこの積層体の高温－低温での使用を繰り返したりした際にクラックや剥離が生じるおそれがない。

[セラミックス材料の製造]

- 本発明のセラミックス材料は、酸化マグネシウムとアルミナと窒化アルミニウムとの混合粉末を、成形後焼成することにより製造することができる。例えば、スピネルと同等かそれよりも高い耐食性を得るには、酸化マグネシウムを15質量%以上66.2質量%以下、アルミナを63質量%以下、窒化アルミニウムを57.7質量%以下となるように混合した粉末を成形後焼成してもよい。更には、酸化マグネシウムを37質量%以上66.2質量%以下、アルミナを63質量%以下、窒化アルミニウムを
- 10 57.7質量%以下となるように混合した粉末を成形後焼成してもよい。一方、スピネルと同等の耐食性を持ちながら線熱膨張係数を低くして温度均一性を高くするには、酸化マグネシウムを5質量%以上60質量%以下、アルミナを60質量%以下、窒化アルミニウムを90質量%以下となるように混合した粉末を成形後焼成してもよい。
- また、焼成温度は 1750°C 以上とすることが好ましい。焼成温度が 1750°C 未満
- 15 では、目的とするマグネシウム－アルミニウム酸窒化物が得られないおそれがあるため好ましくない。なお、焼成温度の上限は、特に限定するものではないが、例えば 1850°C とか 1900°C としてもよい。また、焼成はホットプレス焼成を採用することが好ましく、ホットプレス焼成時のプレス圧力は、 $50 \sim 300 \text{ kgf/cm}^2$ で設定することが好ましい。焼成時の雰囲気は、酸化物原料の焼成に影響を及ぼさない雰
- 20 囲気であることが好ましく、例えば窒素雰囲気やアルゴン雰囲気、ヘリウム雰囲気などの不活性雰囲気であることが好ましい。成形時の圧力は、特に制限するものではなく、形状を保持することのできる圧力に適宜設定すればよい。

[静電チャック]

8

第5～7図を適宜参照しつつ、本発明の静電チャックを説明する。

- 第5図（a）の静電チャック1 Aにおいては、サセプター1 1 Aは、板状本体部3と誘電体層2とからなる。本例では、板状本体部3の背面3 cがサセプター1 1 Aの背面1 1 bをなしている。板状本体部の上面3 a側には誘電体層2が設けられており、
5 誘電体層2の上面が吸着面1 1 aをなしている。本例では、誘電体層2の板状本体部側の主面2 a上に静電チャック電極4が形成されている。本例では、板状本体部3の側面3 b、背面3 cは耐食層によって被覆されていない。

本例では、誘電体層2が表面耐食層をなしており、これを本発明の前記セラミックス材料によって形成する。

- 10 吸着面1 1 aは全面にわたって平坦である必要はなく、凹凸加工を行ったり、基板の大きさにあわせた溝を形成したり、パージガス用の溝を形成しても良い。

- 図5（b）の静電チャック1 Bにおいては、サセプター1 1 Bは、板状本体部3と誘電体層2とからなる。本例では、板状本体部3の背面3 cがサセプター1 1 Bの背面1 1 bをなしている。板状本体部の上面3 a側には誘電体層2が設けられており、
15 誘電体層2の上面が吸着面1 1 aをなしている。本例では、更に、板状本体部の側面3 bを被覆する側面耐食層5 aが設けられている。

- 本例では、誘電体層2が表面耐食層をなしており、これを本発明の前記セラミックス材料によって形成する。側面耐食層5 aも本発明の前記セラミックス材料によって形成する。サセプター側面が腐蝕すると、パーティクルの原因となるだけでなく、側
20 面からの熱放射特性が変化することでウェハ上温度均一性にも悪影響がある。本実施形態では、ウェハ側だけでなく、側面における腐蝕も抑制できる。

- 図5（c）の静電チャック1 Cにおいては、サセプター1 1 Cは、板状本体部3と誘電体層2とからなる。本例では、板状本体部3の背面3 cがサセプター1 1 Cの背面1 1 bをなしている。板状本体部の上面3 a側には誘電体層2が設けられており、
25 誘電体層2の上面が吸着面1 1 aをなしている。本例では、更に、板状本体部の背面3 cを被覆する背面被覆層5 bが設けられている。本例では、誘電体層2が表面被覆層をなしており、これを本発明の前記セラミックス材料によって形成する。背面被覆層5 bも本発明の前記セラミックス材料によって形成する。

9

板状本体部の材質として、熱伝導率が前記セラミックス材料よりも高い材料を使用した場合には、板状本体部全体の熱伝導によってウエハ上温度均一性は向上する。しかし、この場合には、板状本体部 3 の背面 3 c 側からの放熱量も大きくなるので、不均等な熱放射によってウエハ上温度均一性がかえって劣化する可能性がある。本実施
5 形態では、板状本体部の背面側に前記セラミックス材料からなる背面被覆層を設けているので、背面側の耐食を図れるだけでなく、サセプター背面側からの熱放射を全体に抑制し、ウエハ上温度均一性を一層改善できる。

図 6 (a) に示す静電チャック 1 D は、図 5 (a) の静電チャック 1 A と同様のものであるが、ただしサセプター 1 1 D の板状本体部 3 中に抵抗発熱体 6 が埋設されて
10 いる。

図 6 (b) に示す静電チャック 1 E は、図 5 (b) の静電チャック 1 B と同様のものであるが、ただしサセプター 1 1 E の板状本体部 3 中に抵抗発熱体 6 が埋設されている。

図 6 (c) に示す静電チャック 1 F は、図 5 (c) の静電チャック 1 C と同様のものであるが、ただしサセプター 1 1 F の板状本体部 3 中に抵抗発熱体 6 が埋設されて
15 いる。

発熱体は、サセプター内に埋設されていることが好ましいが、サセプターに取り付けられていても良い。また、発熱体は、サセプターから離れた位置に設けられた赤外線加熱素子のような外部発熱体であってよい。

また、図 7 に示すように支持部を設けることもできる。すなわち、サセプター 1 A の下面（背面） 3 c に支持部 9 が接合されている。本例では支持部は管状であり、支持部 9 中に電力供給部材 1 0 が収容されている。電力供給部材は、給電端子 8 を介して静電チャック電極 4 に接続されている。
20

支持部は、好ましくは途中に段差を有しており、段差を境にしてサセプター側が大径部 9 b、反対側が小径部 9 a となっている。大径部 9 b の端部にはフランジ 9 c が形成されている。そして、支持部はサセプターと中心軸が同軸となるように、大径部の端部がサセプターの背面に接合されている。
25

サセプターは盤状であり、好ましくは略円盤状である。サセプターの大きさは、特

に限定するものではないが、例えば直径 280～380mm、厚さ 8～20mmである。

また、支持部を設ける場合には、サセプターと支持部との接合部分の外径は、直径として例えば 40～120mmである。

上述の例では、誘電体層が一層の表面耐食層からなる。しかし、誘電体層が、表面
5 耐食層と一層以上の中間層とからなっていてよく、この場合には誘電体層と板状本体部との接着力を一層向上させることができる。

本実施形態の静電チャックの使用例について以下に簡単に説明する。この静電チャックの吸着面にウエハを載置し、電極 4 の給電端子を介して電極 4 に直流高電圧を印加することにより静電氣的な力を発生させ、それによってウエハを吸着面に吸着する。
10 また、抵抗発熱体の給電端子にヒーター電源を接続し、供給する電力を制御することによりウエハを所望の温度に調節する。この状態で、ウエハにプラズマ CVD 成膜を施したり、プラズマエッチングを施したりする。

[発熱体および静電チャック電極]

発熱体、静電チャック電極は、例えば線状の導体を屈曲させ、巻回体に加工したものを使用可能である。発熱体の線径は 0.3 mm～0.5 mm 程度であり、コイル形状の場合には巻径は 2 mm～4 mm 程度であり、ピッチは 1 mm～7 mm 程度である。
15 ここで「巻径」とは、コイルの内径を意味する。

発熱体、静電チャック電極の形状としては、コイル形状の他にも、リボン状、メッシュ状、コイルスプリング状、シート状、膜状、印刷電極等の種々の形態を採用することもできる。なお、リフトピン等やパージガス用に設けられた貫通孔に隣接する部分では、発熱体を迂回させたりするなど、必要に応じてパターンの変形を行うことが望ましい。
20

発熱体、静電チャック電極の材料としては、モリブデン (Mo)、タングステン (W)、ニオブ (Nb)、タングステン／モリブデン化合物等の高融点導電材料を好ましく使用できる。
25

また、タングステン、ニオブ、モリブデン、これらの合金、タングステン／モリブデン化合物、タングステンカーバイド等の高融点導電性材料粉末を含む印刷ペーストにアルミナ粉末を混合し、サーメットとすることができる。

[板状本体部の材質]

前記セラミックス材料において、主相をなすマグネシウム－アルミニウム酸窒化物の40～1000℃の熱膨張係数は、6～7 ppm/Kである。そこで、副相成分のMgO－AlN固溶体（12～14 ppm/K）や、スピネル（8～9 ppm/K）、
5 窒化アルミニウム（5～6 ppm/K）の比率を変えることにより、高耐食性を維持したまま、線熱膨張係数を5.5～10 ppm/Kに制御することができる。但し、スピネルや窒化アルミニウムは、マグネシウム－アルミニウム酸窒化物やMgO－AlN固溶体よりも耐食性が低いことから、より少ないことが好ましい。このような熱膨張の調整によって、酸化アルミニウム、酸化イットリウム及び窒化アルミニウムな
10 ど、半導体製造装置部材として用いられている材料との熱膨張差を小さくすることができる。これによって、本発明のセラミックス材料と従来材料との積層や貼り合わせが可能となる。

具体的には、板状本体部の材質は、酸化アルミニウム、酸化イットリウム、窒化アルミニウム、炭化ケイ素を例示でき、酸化アルミニウム、酸化イットリウム、窒化アルミニウムが特に好ましい。
15

特に、窒化アルミニウムを主相とする材質によって板状本体部を形成することにより、高熱伝導を維持でき、高耐食である前記セラミックス材料の表面温度を均一に保ちやすくなる。

好適な実施形態においては、表面耐食層と板状本体部との線熱膨張係数差が0.3 ppm/K以下である。この場合には、表面耐食層と板状本体部とを高温で接合（例えば一体焼結により接合）した際やこの積層体の高温－低温での使用を繰り返したりした際に、クラックや剥離が生じるおそれがない。
20

板状本体部と各耐食層、背面被覆層とは、中間層を介して接合されていてもよい。こうすれば、例えば熱膨張率の違いによる耐食層、背面被覆層の剥離を、いっそう抑制することができる。この中間層は、耐食層、背面被覆層と板状本体部との中間の性質を有する層とする。
25

具体的には、中間層は、前記セラミックス材料と、板状本体部の材料との混合物を焼結した複合セラミックスであってよい。

12

また、中間層を複数層形成することができ、各中間層の組成を互いに異ならせることによって、傾斜材料層を形成することができる。

[支持部の材質]

支持部 3（いわゆるシャフト）の材質は必ずしも限定はされず、以下を例示できる。

5 窒化アルミニウム、アルミナ、スピネル、酸化マグネシウム

好ましくは、支持部 3 の材質も前記セラミックス材料とする。ただし、この場合にも、サセプターを形成する前記セラミックス材料と、支持部を形成する前記セラミックス材料とは、同一組成である必要はなく、前記の範囲で互いに異なる組成であつてよい。

- 10 本発明者らは、設計温度から外れると温度均一性が悪化する原因について考察した結果、高温では 3 種の熱伝導の形態のうち放射熱伝導による放熱への寄与が大きくなるためであると考えた。例えば、サセプターの中心部に支持部が接合されているため、低温で支配的な固体熱伝導が大きく寄与して、低温ではサセプター中心部からの熱の逃げが大きく、中心部の温度は高くない。しかし、高温では放射熱伝導の寄与が
- 15 相対的に大きく、サセプターの中央付近と比べて支持部がない外周付近の方が放射により熱が逃げやすいため、外周部の放射による放熱が相対的に大きくなり、外周部の温度が中心部に比較して低くなり、高温で温度均一性が悪化すると考えた。このため、支持部を前記セラミックス材料で形成すると、窒化アルミニウムなどに比べて熱伝導性が低いので、広い範囲の作動温度において良好な温度均一性が得られ易い。

20 [静電チャックの製造]

本発明の静電チャックの製法は限定されるものではないが、好適な製法について、図 8 を参照しつつ説明する。

- (a) 前記した製法に従い、酸化マグネシウムとアルミナと窒化アルミニウムとの混合粉末を焼成することにより、緻密な焼結体を作製する。すなわち、前述のような
- 25 調合粉末を一軸加圧成形し、板状の成形体を作製する。この成形体をホットプレス焼結することにより、誘電体層用のセラミック焼結体 2 A を得る。

(b) 次いで、図 8 (a) に示すように、焼結体 2 A の片面 2 a を研磨加工し、平坦面を得る。後述する工程では、板状本体部用の焼結体を製造するときの焼成温度が、

誘電体層用の焼結体の焼成温度に比べて、同程度若しくは低温である為、工程（b）で研磨した面の表面平坦度がほぼそのまま維持され则认为られる。このため、焼結体のうち電極を形成する主面2aの表面平坦度は、最終的にウェハ吸着面から平板電極までの厚みのバラツキである厚み変動度に大きく関与するパラメーターである。そして厚み変動度を100 μ m以下にする為には、工程（b）の段階で研磨した面2aの表面平坦度が10 μ m以下とすることが好ましく、5 μ m以下とすることがより好ましい。

（c） 次いで、図8（b）に示すように、焼結体2Aの研磨面2aに静電チャック電極4を形成する。

例えば、電極や抵抗発熱体は、焼結体表面にスクリーン印刷法等により、印刷することにより形成できる。この場合、タングステン、ニオブ、モリブデン、これらの合金、タングステンカーバイド等の高融点導電性材料粉末を含む印刷ペーストにアルミナ粉末を混合することが好ましい。これによれば、電極や抵抗発熱体と基体との密着性を向上できる。又、電極は、焼結体上にメッシュ状の高融点導電性材料のバルク体（金網）や、多数の穴が明けられた高融点導電性材料のバルク体（パンチングメタル）等を載置することによっても形成できる。又、抵抗発熱体は、焼結体上にコイル状線状の高融点導電性材料のバルク体や、メッシュ状の高融点導電性材料のバルク体（金網）を載置することによっても形成できる。

（d） 図8（c）に示すように、焼結体のうち電極ペーストを印刷した主面2a上に、窒化アルミニウムなどのセラミックスを主成分とする原料粉末を成型して、窒化アルミナ成型体14とする。そして、軸方向に加圧しながら、窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガス雰囲気中で、焼結する。

窒化アルミニウムの場合には、窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガス雰囲気中で、1400～2000℃で焼結することが好ましい。焼成温度が1400℃未満の場合、緻密化し難くなってしまう。焼成温度が2000℃を超えると、体積抵抗が低下してしまう。より好ましい温度は、1600～2000℃であり、得られる基体の特性をより安定化できる。また、最高温度までは、昇温速度200℃/時間以下で昇温することが好ましい。また、最高温度では1～10時間保持することが好ましい。

14

焼成方法は限定されないが、ホットプレス法を用いることが好ましい。緻密な窒化アルミニウム焼結体とすることができ、得られる窒化アルミニウム焼結体の体積抵抗率をより向上させることができるからである。この場合加える圧力は、10～30 MPaが好ましい。基体としてより緻密な焼結体を得ることができるからである。例えば、

5 形成された成形体に、プレス圧力20 MPa、最高温度1830℃で、2時間保持することにより焼成する。

(e) 次いで、図8(d)に示すように、焼結体2Aのうち窒化アルミニウム粉末焼結体3とは反対側の主面12を研磨してウエハ吸着面1aとする。これにより、該ウエハ吸着面から電極4までの厚みのバラツキを表す厚み変動度が100 μm以下のサ

10 セプターを得ることができる。

つまり電極4は窒化アルミナ焼結体の焼成温度でうねりが発生することがないため、ウエハ吸着面からその平板電極までの厚みバラツキを小さく抑えることができる。こうして得られたサセプターの板状本体部3の背面中央に平板電極に至る挿通穴をあけ、その挿通穴に円筒状の端子8(図7参照)を取り付け、この端子を介して平板電

15 極に電圧を印加できる様にする。

[ハロゲン系腐食性ガス]

本発明のサセプターは、ハロゲン系腐食性ガスおよびそのプラズマに対する耐蝕性に優れているが、特に以下のハロゲン系腐食性ガスまたはその混合物またはこれらのプラズマに対する耐蝕性が特に優れている。

20 NF_3 、 CF_4 、 ClF_3 、 Cl_2 、 BCl_3 、 HBr

実施例

[セラミックス材料の製造と評価]

以下に、本発明の好適な適用例について説明する。 MgO 原料、 Al_2O_3 原料及び

25 AlN 原料は、純度99.9質量%以上、平均粒径1 μm以下の市販品を使用した。ここで、 AlN 原料については1%程度の酸素の含有は不可避であるため、酸素を不純物元素から除いた純度である。なお、 MgO 原料は、純度99質量%以上のものを使用した場合でも純度99.9質量%以上のものを使用した場合と同等のセラミック

ス材料が作製できた。

1. セラミックス材料

まず、マグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料について説明する（実験例 1 ～ 19）。なお、実験例 1 ～ 3、6 ～ 16 が本発明の実
5 施例に相当し、実験例 4、5、17 ～ 19 が比較例に相当する。

[実験例 1 ～ 3]

・調合

MgO 原料、 Al_2O_3 原料及び AlN 原料を、表 1 に示す質量%となるように秤量
し、イソプロピルアルコールを溶媒とし、ナイロン製のポット、直径 5 mm のアルミ
10 ナ玉石を用いて 4 時間湿式混合した。混合後スラリーを取り出し、窒素気流中 110℃
で乾燥した。その後 30 メッシュの篩に通し、調合粉末とした。なお、この調合粉末
の Mg / Al のモル比は 1.2 である。

・成形

調合粉末を、 200 kgf/cm^2 の圧力で一軸加圧成形し、直径 35 mm、厚さ 1
15 0 mm 程度の円盤状成形体を作製し、焼成用黒鉛モールドに収納した。

・焼成

円盤状成形体をホットプレス焼成することによりセラミックス材料を得た。ホット
プレス焼成では、プレス圧力を 200 kgf/cm^2 とし、表 1 に示す焼成温度（最高
温度）で焼成し、焼成終了まで Ar 雰囲気とした。焼成温度での保持時間は 4 時間と
20 した。

[実験例 4]

MgO 原料及び Al_2O_3 原料を、表 1 に示す質量%となるように秤量した以外は、
実験例 1 と同様にしてセラミックス材料を得た。

[実験例 5]

25 焼成温度を 1650℃に設定した以外は、実験例 1 と同様にしてセラミックス材料
を得た。

[実験例 6 ～ 12]

MgO 原料、 Al_2O_3 原料及び AlN 原料を、表 1 に示す質量%となるように秤量

16

し、焼成温度を、表 1 に示す温度とした以外は、実験例 1 と同様にしてセラミックス材料を得た。

[実験例 13～19]

MgO 原料、 Al_2O_3 原料及び AlN 原料を、表 1 に示す質量%となるように秤量
5 し、焼成温度を、表 1 に示す温度とし、焼成雰囲気を N_2 にした以外は、実験例 1 と同様にしてセラミックス材料を得た。

[評価]

実験例 1～19 で得られた各材料を各種評価用に加工し、以下の評価を行った。各
評価結果を表 1 に示す。なお、実験例 1～19 では、直径 50 mm のサンプルも作製
10 したが、それらについても表 1 と同様の評価結果が得られた。

(1) 嵩密度・開気孔率

純水を媒体としたアルキメデス法により測定した。

(2) 結晶相評価

材料を乳鉢で粉碎し、X線回折装置により結晶相を同定した。測定条件は $Cu K\alpha$,
15 40 kV, 40 mA, $2\theta = 5 - 70^\circ$ とし、封入管式 X線回折装置 (ブルカー・エイ
エックスエス製 D8 ADVANCE) を使用した。

(3) エッチングレート

各材料の表面を鏡面に研磨し、ICP プラズマ耐食試験装置を用いて下記条件の耐
食試験を行った。段差計により測定したマスク面と暴露面との段差を試験時間で割る
20 ことにより各材料のエッチングレートを算出した。

ICP: 800W、バイアス: 450W、導入ガス: $NF_3/O_2/Ar = 75/35$
/ $100 sccm$ 0.05 Torr (6.67 Pa)、暴露時間: 10 h、試料温度:
室温

(4) 構成元素

25 EPMA を用いて、構成元素の検出及び同定と、各構成元素の濃度分析を行った。

(5) 平均線熱膨張係数 (40～1000℃)

ディラトメーター (ブルカー・エイエックスエス製) を用いてアルゴン雰囲気中で
測定した。

(6) 曲げ強度

J I S - R 1 6 0 1 に準拠した曲げ強度試験によって測定した。

(7) 体積抵抗率測定

J I S - C 2 1 4 1 に準じた方法により、大気中、室温（25℃）にて測定した。

- 5 試験片形状は、直径50mm×（0.5～1mm）とし、主電極は直径20mm、ガード電極は内径30mm、外径40mm、印加電極は直径40mmとなるよう各電極を銀で形成した。印加電圧は2kV/mmとし、電圧印加後1分時の電流値を読み取り、その電流値から室温体積抵抗率を算出した。また、実験例7と実験例19（MgO焼結体）について、真空下（0.01Pa以下）、600℃にて測定した。試験片形状は直径50mm×（0.5～1mm）とし、主電極は直径20mm、ガード電極は内径30mm、外径40mm、印加電極は直径40mmとなるよう各電極を銀で形成した。印加電圧は500V/mmとし、電圧印加後1時間時の電流値を読み取り、その電流値から体積抵抗率を算出した。なお、表1の体積抵抗率において、「aEb」は $a \times 10^b$ を表し、例えば「1E16」は 1×10^{16} を表す。

15 [評価結果]

- 図1に実験例1のXRD解析チャートを示す。なお、実験例2、3のXRD解析チャートは実験例1とほぼ同じだったため、図示を省略する。また、実験例1～19で検出された結晶相をまとめて表1に示す。図1に示すように、実験例1～3のセラミックス材料のXRD解析チャートは、同定不能な複数のピーク（図1中□）と酸化マグネシウムに窒化アルミニウムが固溶したMgO-AlN固溶体のピーク（図1中○）で構成されていた。同定不能ピーク（□）はマグネシア、スピネル、窒化アルミニウムのいずれにも合致しない $2\theta = 47 \sim 49^\circ$ （ $47 \sim 50^\circ$ ）にピークを有しており、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物と推定された。なお、これらのマグネシウム-アルミニウム酸窒化物のピークは、例えば、参考文献1（J. Am. Ceram. Soc., 93[2] 322-325(2010)）や参考文献2（特開2008-115065）に示されているMgAlON（又はマグアロン）のピークとは一致しない。一般に、これらのMgAlONはスピネルにN成分が固溶したものとして知られており、本発明のマグネシウム-アルミニウム酸窒化物とは異なる結晶構造を有すると考えられる。

MgO-AlN固溶体の(111)面、(200)面及び(220)面のXRDピークは、酸化マグネシウムの立方晶のピークと窒化アルミニウムの立方晶のピークとの間である $2\theta = 36.9 \sim 39^\circ$ 、 $42.9 \sim 44.8^\circ$ 、 $62.3 \sim 65.2^\circ$ に現れた。図2に実験例1のEPMA元素マッピング像を示す。図2より、実験例1は

5 図1に示したマグネシウム-アルミニウム酸窒化物(x部)とMgO-AlN固溶体(y部)の2相で構成されることが確認され、前者が主相であることが分かった。ここで、主相とは、体積割合において50%以上を有する成分をいい、副相とは、主相以外でXRDピークが同定された相をいう。断面観察における面積比は体積割合を反映すると考えられるため、主相はEPMA元素マッピング像で50%以上の面積を有

10 する領域とし、副相は主相以外の領域とする。図2より、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物の面積比は約66%であり、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物が主相であることがわかった。なお、x部がマグネシウム-アルミニウム酸窒化物であると特定した根拠は、Mg、Al、O、Nの4成分で構成され、実験例4のスピネル材(z部)と比較してMg、N濃度は高く、Al濃度は同程度、O濃度は低かったからであ

15 る。すなわち、このマグネシウム-アルミニウム酸窒化物はスピネルよりも多くのMgを含む特徴がある。その他の実験例についても同様の解析を行い、例えば実験例10のマグネシウム-アルミニウム酸窒化物の面積比は約87%であり、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物が主相であることがわかった。また、ここでは、一例として、主相と副相との判定をEPMA元素マッピングにて行うものとしたが、各相の体積割合を識別できる方法であれば、他の方法を採用してもよい。

20

なお、EPMA元素マッピング像は、濃度に応じて、赤・橙・黄・黄緑・緑・青・藍に色分けされており、赤が最も高濃度、藍が最も低濃度、黒はゼロを表す。しかし、図2はモノクロで表示されているため、以下に図2の本来の色について説明する。実験例1では、Mgはx部が黄緑でy部が赤、Alはx部が橙でy部が青、Nはx部が

25 橙でy部が青、Oはx部が水色でy部が橙だった。実験例4では、Mgは全体(z部)が緑、Alは全体が橙、Nは全体が黒、Oは全体が赤だった。

また、実験例4では、窒化アルミニウムを用いなかったため、上述したマグネシウム-アルミニウム酸窒化物が生成せず、そのセラミックス材料は、主相としてスピネ

ル (MgAl_2O_4) を含むものであった。実験例 5 では、焼成温度が低かったため、上述したマグネシウム-アルミニウム酸窒化物が生成せず、そのセラミックス材料は、主相として酸化マグネシウム、副相としてスピネルや窒化アルミニウムを含むものであった。図 3 に実験例 7 の XRD 解析チャートを示し、図 4 に実験例 10 の XRD 解析チャートを示す。図 3、4 より、実験例 7、10 共に $2\theta = 47 \sim 49^\circ$ (又は $47 \sim 50^\circ$) にピークを有するマグネシウム-アルミニウム酸窒化物 (図中□) が主として検出され、実験例 7 はスピネル (図中△)、実験例 10 は $\text{MgO}-\text{AlN}$ 固溶体 (図中○) を副相とすることが分かった。なお、実験例 6、8、9、11、12 については、XRD 解析チャートの図示を省略し、主相と副相を表 1 に示した。

そして、実験例 1～3、6～8 のセラミックス材料のエッチングレートは、実験例 4 の 80% 以下、実験例 9～12 のエッチングレートは、実験例 4 の 90% 以下という低い値であり、耐食性が非常に高いものであることがわかった。実験例 5 は耐食性が低いスピネルや窒化アルミニウムを多く含むため、エッチングレートが高くなった。なお、実験例 18 に示したアルミナのエッチングレートは、実験例 4 のセラミックス材料 (スピネル) よりも更に高い値である。また、実験例 1～3、6～8 のセラミックス材料は、曲げ強度や体積抵抗率も十分高い値を持つものである。

また、高温でのエッチングレートも測定した。ここでは、実験例 2 及び実験例 10 のセラミックス材料について、各材料の表面を鏡面に研磨し、ICP プラズマ耐食試験装置を用いて下記条件の高温での耐食試験を行った。そして、段差計により測定したマスク面と暴露面との段差を試験時間で割ることにより、各材料のエッチングレートを算出した。その結果、各材料のエッチングレートは、アルミナの $1/3$ 倍以下、窒化アルミニウムの $1/5$ 倍以下、スピネルと同レベルであり、高温下でのプラズマ耐食性も良好であった。

ICP : 800W、バイアス : なし、導入ガス : $\text{NF}_3/\text{Ar} = 300/300 \text{ sccm}$ 、0.1 Torr、暴露時間 : 5h、試料温度 : 650°C

実験例 12～16 のセラミックス材料では、エッチングレートが実験例 4 のスピネルとほぼ同等 ($212 \sim 270 \text{ nm/h}$) であり、線熱膨張係数がスピネルより低かった ($5.8 \sim 6.9 \text{ ppm/K}$)。つまり、実験例 12～16 のセラミックス材料は、

スピネルと同等の耐食性を持ちながら線熱膨張係数が低いものであるといえ、静電チャック材やヒーター材、特にヒーター材として有用といえる。なお、実験例 17 は、原料組成を実験例 6 と同一としたが、焼成温度が低かったため、マグネシウム-アルミニウム酸窒化物ではなくスピネルが主相となったため、実験例 6 に比べて耐食性が低
5 くなると共に線熱膨張係数が高くなった。また、実験例 12 ～ 16 のセラミックス材料は、曲げ強度や体積抵抗率も十分高い値を持つものである。

また、実験例 7 と実験例 19 の 600℃での体積抵抗率はそれぞれ $5 \times 10^8 \Omega \text{ cm}$ 、 $2 \times 10^{12} \Omega \text{ cm}$ であり、XRD ピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 49^\circ$ （又は $47 \sim 50^\circ$ ）に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とするセラミックス
10 材料は MgO に比べて低い電気抵抗を有することがわかった。

以上のことから、実験例 1 ～ 3，6 ～ 16 で作製したセラミックス材料も、酸化マグネシウムより低い電気抵抗を有すると予測される。

表1

	本発明 との 関係	第一 成分 (MgO) (質量%)	第二 成分 (Al ₂ O ₃) (質量%)	第三 成分 (AlN) (質量%)	Mg/Al mol比	焼成 温度 (°C)	嵩密度 (g/cm ³)	開気 孔率 (%)	結晶相		線熱膨 張係数 @40~ 1000°C (ppm/K)	強度 (MPa)	体積 抵抗率 @25°C (Ω・cm)	体積 抵抗率 @600°C (Ω・cm)
									主相	副相				
実験例1	実施例	51.6	21.9	26.5	1.2	1850	3.40	0.04	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	176	240	>1E16	---
実験例2		51.6	21.9	26.5	1.2	1800	3.37	0.03	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	177	291	>1E16	---
実験例3		51.6	21.9	26.5	1.2	1750	3.38	0.03	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	179	320	>1E16	---
実験例4	比較例	28.2	71.8	-	0.5	1850	3.57	0.01	MgAl ₂ O ₄	なし	244	168	>1E16	---
実験例5		51.6	21.9	26.5	1.2	1650	3.47	0.01	MgO	MgAl ₂ O ₄ 、AIN	224	350	>1E16	---
実験例6		33.3	30.2	36.4	0.7	1775	3.28	0.02	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss** MgAl ₂ O ₄	181	236	>1E16	---
実験例7	実施例	27.6	32.8	39.6	0.4	1800	3.30	0.02	Mg-Al-O-N*	MgAl ₂ O ₄	191	242	>1E16	5E8
実験例8		33.9	22.3	43.8	0.6	1800	3.28	0.01	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	195	272	>1E16	---
実験例9		28.1	24.3	47.7	0.4	1850	3.25	0.02	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	210	233	>1E16	---
実験例10		28.1	24.3	47.7	0.4	1800	3.26	0.02	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	209	257	>1E16	---
実験例11		28.1	24.3	47.7	0.4	1750	3.26	0.03	Mg-Al-O-N*	MgO-AINss**	211	265	>1E16	---
実験例12		18.6	27.5	54.0	0.3	1800	3.33	0.02	Mg-Al-O-N*	AIN MgAl ₂ O ₄	219	387	>1E16	---
実験例13		9.6	11.0	79.4	0.1	1800	3.27	0.01	Mg-Al-O-N*	AIN MgAl ₂ O ₄	270	304	>1E16	---
実験例14	実施例	9.6	11.0	79.4	0.1	1850	3.27	0.08	Mg-Al-O-N*	AIN	255	304	>1E16	---
実験例15		24.2	25.5	50.2	0.4	1800	3.27	0.12	Mg-Al-O-N*	MgAl ₂ O ₄	212	283	>1E16	---
実験例16		9.4	19.4	71.2	0.1	1900	3.27	0.02	Mg-Al-O-N*	AIN MgAl ₂ O ₄	230	320	>1E16	---
実験例17		33.3	30.2	36.4	0.7	1700	3.28	0.03	MgAl ₂ O ₄	AIN	256	400	---	---
実験例18	比較例	0	100	0	-	1700	3.94	0.01	Al ₂ O ₃	MgO なし	623	290	---	---
実験例19		100	0	0	-	1500	3.57	0.30	MgO	-	---	240	>1E16	2E12

*: Mg-Al-O-N: マグネシウム-アルミニウム酸窒化物(XRD: 2θ = 47-49° にピークあり)

**: MgO-AINss: MgO-AIN固溶体

「---」は未測定

2. 積層焼結

次に、上述したセラミックス材料を利用した第1構造体と第2構造体とを積層焼結した積層体について説明する（実験例20～26）。なお、実験例20～24が本発明の実施例に相当し、実験例25、26が比較例に相当する。

5 [実験例20、21]

実験例4、6～12のセラミックス材料は、40～1000℃の平均線熱膨張係数が7～9 ppm/Kであった。実験例20、21では、表2に示すように、実験例10のセラミックス材料を第1構造体とすると共に、窒化アルミニウムを第2構造体とし、第1及び第2構造体を積層し直径50mmに成形した試料にて積層焼結を行った。

10 この窒化アルミニウムには酸化イットリウムを焼結助剤として外配で5質量%添加したもの（つまりAlN100質量部に対してY₂O₃5質量部の割合で添加したもの、AlN[1]という）、または50質量%添加したもの（つまりAlN100質量部に対してY₂O₃50質量部の割合で添加したもの、AlN[2]という）を用いた。窒化アルミニウム、酸化イットリウム原料は、それぞれ純度99.9質量%以上、平均粒径

15 1μm以下の市販品を使用した。ここで、AlN原料については1質量%程度の酸素の含有は不可避であるため、酸素を不純物元素から除いた純度である。また、40～1000℃の平均線熱膨張係数は、AlN[1]が5.7 ppm/K、AlN[2]が6.2 ppm/Kであることから、第1構造体と第2構造体との間には熱膨張差が生じる。このため、第1構造体と第2構造体との間に、AlN[1]あるいはAlN

20 [2]と実験例10の原料とを混合した中間層を設けた。この中間層により、熱膨張差を緩和することができる。中間層は、AlN[1]を用いた実験例20では、質量比25：75、50：50、75：25で混合した3層とし、AlN[2]を用いた実験例21では質量比40：60、60：40で混合した2層とした。以下、調合、成形、焼成の各工程について詳説する。

25 ・調合

第1構造体の原料は、上記の実験例10と同様の手法で作製した調合粉末を用いた。第2構造体の原料は、窒化アルミニウムを主相とし、以下のように調合した。第2構造体のAlN[1]では、まず、窒化アルミニウム粉末、酸化イットリウム粉末を1

23

00質量%、5.0質量%の割合で秤量し、イソプロピルアルコールを溶媒とし、ナイロン製のポット、ナイロン製玉石を用いて4時間湿式混合した。混合後スラリーを取り出し、窒素気流中110℃で乾燥した。その後、30メッシュの篩に通し、調合粉末とした。さらに、得られた調合粉末を450℃で5時間以上、大気雰囲気中で熱処理し、湿式混合中に混入したカーボン成分を焼失除去した。A1N[1]を用いた積層体の中間層は、以下のように調合した。まず、実験例10の調合粉末と上記の窒化アルミニウムの調合粉末とを質量比75:25(中間層1)、50:50(中間層2)、25:75(中間層3)の割合で秤量し、イソプロピルアルコールを溶媒とし、ナイロン製のポット、ナイロン製玉石を用いて4時間湿式混合した。混合後スラリーを取り出し、窒素気流中110℃で乾燥した。その後30メッシュの篩に通し、調合粉末とした。第2構造体のA1N[2]では、窒化アルミニウム粉末、酸化イットリウム粉末を100質量%、50質量%の割合で秤量した他はA1N[1]と同様の方法で調合した。また、A1N[2]を用いた積層体の中間層は、実験例10の調合粉末と上記の窒化アルミニウムの調合粉末を質量比60:40(中間層1)、40:60(中間層2)の割合で秤量した他はA1N[1]の場合と同様の方法で調合した。

・成形

最初に第2構造体の原料である窒化アルミニウム調合粉末を直径50mmの金型内に充填し、200kgf/cm²の圧力で一軸加圧成形した。窒化アルミニウム成形体は型抜きせず、その上部に窒化アルミニウム比が多い順に中間層の調合粉末を充填し、200kgf/cm²の圧力で充填毎に一軸加圧成形した。最後に第1構造体の原料である実験例10の調合粉末を充填し、200kgf/cm²にて加圧成形を行った。A1N[1]を用いた積層体については、第2構造体の窒化アルミニウム層が10mm、中間層が各1mm×3層、第1構造体の実験例10の層が10mmからなる計23mmの円盤状成形体とした。また、A1N[2]を用いた積層体については、第2構造体の窒化アルミニウム層が10mm、中間層が各1mm×2層、第1構造体の実験例10の層が10mmからなる計22mmの円盤状成形体とし、これら積層した円盤状成形体を焼成用黒鉛モールドに収納した。

・焼成

24

焼成用黒鉛モールドに収納した円盤状成形体をホットプレス焼成することにより、一体焼成したセラミックス材料を得た。ホットプレス焼成では、プレス圧力を 200 kgf/cm^2 とし、焼成温度 1800°C で焼成し、焼成終了まで Ar 雰囲気とした。焼成温度での保持時間は4時間とした。なお、実験例20、21については焼成温度

5 1750°C での焼成も実施した（実験例20-1、21-1）。

上述の製造方法で得られた焼結体は、 AlN [1] を用いた積層体（実験例20、20-1）、 AlN [2] を用いた積層体（実験例21、21-1）共に、上部が高耐食なマグネシウム-アルミニウム酸窒化物、焼結体の下部が高熱伝導な窒化アルミニウムを主とする焼結体で構成され、その中間に中間層が配置されていた。中間層は、

10 第1構造体から第2構造体に近づくにつれて AlN の含有量が高くなるように傾斜させたものである。これらの焼結体には、各層間のクラック、ヒビ等はなかった。これは、第1構造体と第2構造体との間に中間層を有することで焼成中の熱応力が回避されたと考えられた。また、基材である窒化アルミニウムの熱膨張率を制御することで、

15 基材とマグネシウム-アルミニウム酸窒化物間に生じる熱応力が小さくなり、中間層を薄くすることができた。このような焼結体は、例えば、静電チャックやサセプター、ヒーター、プレート、内壁材、監視窓、マイクロ波導入窓、マイクロ波結合用アンテナなどの半導体製造装置用部材に好適に用いられると推察された。

[実験例22～24]

実験例22では、表2に示すように、実験例6のセラミックス材料を第1構造体、

20 酸化アルミニウムを第2構造体とし、中間層なしで N_2 雰囲気で積層焼結したこと以外は、実験例20と同様にして積層体を得た。実験例23では、表2に示すように、実験例6のセラミックス材料を第1構造体、酸化イットリウムを第2構造体とし、中間層なしで N_2 雰囲気で積層焼結したこと以外は、実験例20と同様にして積層体を得た。実験例24では、表2に示すように、実験例13のセラミックス材料を第1構造体、

25 窒化アルミニウム（ AlN [1]）を第2構造体とし、中間層なしで N_2 雰囲気で積層焼結したこと以外は、実験例20と同様にして積層体を得た。実験例22～24のいずれにおいても、層間にクラックやヒビ等はみられなかった。また、実験例22～24では、いずれも第1構造体と第2構造体との線熱膨張係数差が 0.3 ppm/K 以

25

下と小さかったため、中間層なしでクラックやヒビ等の発生を防止することができた。これらの積層体も、実験例 20, 21 と同様、静電チャックやサセプター、ヒーター、プレート、内壁材、監視窓、マイクロ波導入窓、マイクロ波結合用アンテナなどの半導体製造装置用部材に好適に用いられると推察された。なお、実験例 22～24 においても、実験例 20, 20-1, 21, 21-1 のように中間層を設けても構わない。

[実験例 25, 26]

実験例 25 では、表 2 に示すように、アルミナを第 1 構造体、窒化アルミニウム (AlN [1]) を第 2 構造体とし、 N_2 雰囲気で積層焼結したこと以外は実験例 20 と同様にして積層体を得た。実験例 26 では、表 2 に示すように、スピネルを第 1 構造体、窒化アルミニウム (AlN [1]) を第 2 構造体とし、 N_2 雰囲気で積層焼結したこと以外は実験例 20 と同様にして積層体を得た。実験例 25, 26 のいずれにおいても、層間にクラックが発生した。これは、第 1 構造体と第 2 構造体との線熱膨張係数差が大き過ぎ、その結果、中間層を設けたにもかかわらず、熱膨張差によるクラックを防止しきれなかったと考えられる。

表2

	本発明との 関係	第1構造体		第2構造体		中間層		焼成温度		クラック の有無
		材料	線熱膨張係数 @40~1000℃ (ppm/K)	材料	線熱膨張係数 @40~1000℃ (ppm/K)	有無	内記	℃		
実験例20	実施例	実験例10	7.1	AlN (AlN[1])	5.7	あり	3層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=75/25、50/50、25/75)	1800	なし	
実験例20-1		実験例10	7.1	AlN (AlN[1])	5.7	あり	3層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=75/25、50/50、25/75)	1750	なし	
実験例21		実験例10	7.1	AlN (AlN[2])	6.2	あり	2層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=60/40、40/60)	1800	なし	
実験例21-1		実験例10	7.1	AlN (AlN[2])	6.2	あり	3層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=75/25、50/50、25/75)	1750	なし	
実験例22		実験例6	7.7	Al ₂ O ₃	8.0	なし	—	1800	なし	
実験例23		実験例6	7.7	Y ₂ O ₃	7.9	なし	—	1800	なし	
実験例24		実験例13	5.8	AlN (AlN[1])	5.7	なし	—	1800	なし	
実験例25	比較例	アルミナ	8.0	AlN (AlN[1])	5.7	あり	3層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=75/25、50/50、25/75)	1800	あり	
実験例26		スピネル	8.6	AlN (AlN[1])	5.7	あり	3層(各層の第1構造体/第2構造体 (質量比)=75/25、50/50、25/75)	1800	あり	

[静電チャックの製造と評価]

図5 (a) にタイプの静電チャックを、図8を参照しつつ述べた製法によって作製した。ただし、具体的には以下のように実施した。

(a) MgO 原料、Al₂O₃ 原料、AlN 原料を、前記表1の各実験例1、8、12に示す質量%になるように秤量し、イソプロピルアルコールを溶媒とし、ナイロン製のポット、直径5mmのアルミナ玉石を用いて4時間湿式混合した。混合後スラリーを取り出し、窒素気流中110℃で乾燥した。その後30メッシュの篩に通し、調合粉末とした。次いで、調合粉末を、200kgf/cm²の圧力で一軸加圧成形し、円盤状成形体を得た。この成形体をホットプレス焼結することによりセラミック焼結体2Aを得た。ホットプレス焼結は、プレス圧力を200kgf/cm²とし、表1に示す各温度で焼成し、焼成終了までAr雰囲気とした。焼成温度での保持時間は4時間とした。工程(a)では平均粒径1μm以下の市販品を使用した。

(b) 焼結体2Aの主面2aを、表面平坦度が10μmとなるように研磨する。

(c) タングステンカーバイド粉末とアルミナ粉末とを混合し、テルピネオールを加えてペーストとする。このペーストを研磨面2a上に印刷する。

(d) 焼結体2Aの主面2a上に、イットリアを5重量%含む窒化アルミニウム粉末(純度99.5%)を成型して、窒化アルミニウム成型体14とする。軸方向に加圧しながら、窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガス雰囲気中で、1830℃で焼結する。また、最高温度までは、昇温速度100℃/時間で昇温し、最高温度では2時間保持する。圧力は20MPaとする。

(e) 焼結体2Aの主面12を研磨して吸着面1aを形成することにより、厚み変動度が100μm以下のサセプターを得る。得られたサセプターの板状支持部3の背面中央に電極4に至る挿通穴をあけ、その挿通穴に円筒状の端子8を取り付け、この端子を介して電極4に電圧を印加できる様にする。

なお、表3の実験No.1、2、3において誘電体層(表面耐食層)を形成した材質は、前記実施例(表1)における実験例1、8、12のものである。

(実験No. 4)

実験No. 4として、上述の誘電体層2を、イットリアを5重量%含む窒化アルミ

28

ニウム粉末（純度 99.5%）の焼結によって形成した。他は実験 No. 1～3 と同様にして静電チャックを製造した。

[試験条件]

・耐食試験： ICP: 800W, バイアス: 450W, 導入ガス: NF₃/O₂/Ar=75/35/100sccm,

5 0.05Torr, 暴露時間: 100hrs., 試料温度: 500°C

・評価特性： 上記の耐食試験前後における、ウエハ上温度均一性、吸着力、表面粗度を測定する。

均熱性測定

- Si ウエハを静電チャックの載置面に置き、±500V の直流電圧を静電電極に印
- 10 加して Si ウエハを吸着させた。チャンバー真空度: 1E-4Torr に設定し、抵抗発熱体にパワーを印加することにより昇温速度 10°C/min で評価温度 400°C まで加熱した。入熱パワーが一定になったことを確認し、IR カメラ(日本電子製: 6100, 21pts)にて温度を確認し、ウエハ上の温度の最大値と最小値の差 ΔT を均熱性 (単位: °C) とした。均熱性 ΔT の値が小さい方が良好な均熱性を示し、例えば、ウエハのエッチング処理な
- 15 どにおいて均質なエッチングを可能とする。

吸着力

- Si プローブ(5cm²)を製品上にセッティングし、真空状態(1E-4Torr)で±500V の直流電圧を静電電極に印加して Si プローブを吸着させた。1min 後プローブを引き上げて離脱時の力を測定した。測定ポイントは面内の 4 箇所
- 20 (-40,40)(-40,-40)(40,40)(40,-40)である。このとき、製品外径の任意の 3 点を通る円の中心を(0, 0)とする。

表面粗度

- 製品表面の粗さをテラーホブソン粗さ測定器にて測定した。測定箇所は面内の内
- 25 側と外側の任意の二箇所である。

表3

実験No	誘電体層 の材質	ウエハ上温度均一性(℃)			吸着力(kPa)			表面粗さ(μm)		
		耐食 試験 前	50RF 時間 後	100RF 時間後	耐食 試験前	50RF 時間後	100RF 時間後	耐食 試験前	50RF 時間後	100RF 時間後
1	実験例1	3.2	3.2	3.3	15	15	14	0.5	0.5	0.6
2	実験例8	3	3.3	3.6	15	14	13	0.6	0.7	0.8
3	実験例12	2.8	3.1	3.4	16	15	13	0.7	0.8	1.0
4	比較例1	2.5	4.8	7.8	17	14	12	0.7	0.9	1.3

実験N o. 1、2、3 では、耐食試験前のウエハ上温度均一性が比較的良好であり、耐食試験後におけるウエハ上温度均一性の劣化が非常に少なく、かつ吸着力の低下が非常に少ない。

実験N o. 4 では、初期のウエハ上温度均一性は非常に良好であるが、耐食試験後
5 のウエハ上温度均一性、吸着力ともに著しく劣化していた。

これらの作用効果は、半導体処理装置分野において画期的であり、産業上多大な利用を期待できることが明らかである。

[支持部9付きの静電チャックの製造]

10 前述の(a)～(e)のように静電チャックを作製した後、その背面に支持部9（シャフト）を取り付けた。

(f) 窒化アルミニウム粉末に0.5重量%のイットリア粉末を混合した混合粉を金型を用いて冷間静水圧成形（CIP成形）により、筒のシャフト状に成形し、常圧の窒素中で焼成して、研削加工し、筒状シャフトを得た。次にセラミックスプレート
15 の電極露出面側の中央に筒状シャフトを接合した。接合にあたっては、接合する表面の平坦度を10 μ m以下にした。次に、シャフトの接合面に、接合剤の量が14g/cm²となるように均一に塗布した。セラミックスプレートと筒状シャフトとの接合面同士を貼り合わせ、窒素ガス中で、接合温度1450℃で2時間保持した。昇温速度は3.3℃/分とし、窒素ガス（N₂ 1.5atm）は1200℃から導入した。
20 又、接合面と垂直な方向から窒化アルミニウム焼結体同士を押しつけるように加圧した。加圧は、圧力4MPaで行い、1200℃から開始し、接合温度1450℃で保持している間続け、700℃に冷却した時点で終了した。接合材は54重量%CaO－46重量%Al₂O₃の組成比となるように炭酸カルシウムとアルミナ粉末を少量の水に混合してペースト状にしたものを用いた。なお、接合部の直径は72mmであ
25 る。こうして、セラミックスプレートと筒状シャフトとを接合したのち、セラミックスプレートの電極露出部に金ロウを用いて、ニッケル製の給電ロッドをコバル金属を介在させて接続端子にロウ付け接合した。

31

本発明の特定の実施形態を説明してきたけれども、本発明はこれら特定の実施形態に限定されるものではなく、請求の範囲の範囲から離れることなく、種々の変更や改変を行いながら実施できる。

請求の範囲

1. 半導体を吸着する吸着面を有するサセプターと、このサセプター内に埋設されている静電チャック電極とを備えている静電チャックであって、
- 5 前記サセプターが、板状本体部と、前記吸着面に面する表面耐食層とを備えており、前記表面耐食層がマグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料からなり、このセラミックス材料が、CuK α 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とすることを特徴とする、静電チャック。
- 10 2. 前記静電チャック電極に高周波電圧を印加可能であることを特徴とする、請求項1記載の静電チャック。
3. 前記表面耐食層の前記板状本体部側の主面上に前記静電チャック電極が設けられていることを特徴とする、請求項1または2記載の静電チャック。
4. 前記板状本体部の内部に埋設されている発熱体を備えていることを特徴とする、
- 15 請求項1～3のいずれか一つの請求項に記載の静電チャック。
5. 前記サセプターの背面に接合されている支持部を備えていることを特徴とする、請求項1～4のいずれか一つの請求項に記載の静電チャック。
6. 前記支持部が前記セラミックス材料からなることを特徴とする、請求項5記載の静電チャック。
- 20 7. 前記支持部の内側空間に收容されており、前記静電チャック電極に電氣的に接続されている電力供給部材を備えていることを特徴とする、請求項5または6記載の静電チャック。
8. 前記 2θ は $47 \sim 49^\circ$ である、請求項1～7のいずれか一つの請求項に記載の静電チャック。
- 25 9. 前記セラミックス材料が、酸化マグネシウムに窒化アルミニウムが固溶したMgO-AlN固溶体の結晶相を副相とする、請求項1～8のいずれか一つの請求項に記載の静電チャック。
10. 前記MgO-AlN固溶体は、CuK α 線を用いたときの(200)面及び

(2 2 0) 面の X R D ピークが酸化マグネシウムの立方晶のピークと窒化アルミニウムの立方晶のピークとの間である $2\theta = 42.9 \sim 44.8^\circ$, $62.3 \sim 65.2^\circ$ に現れる、請求項 9 記載の静電チェック。

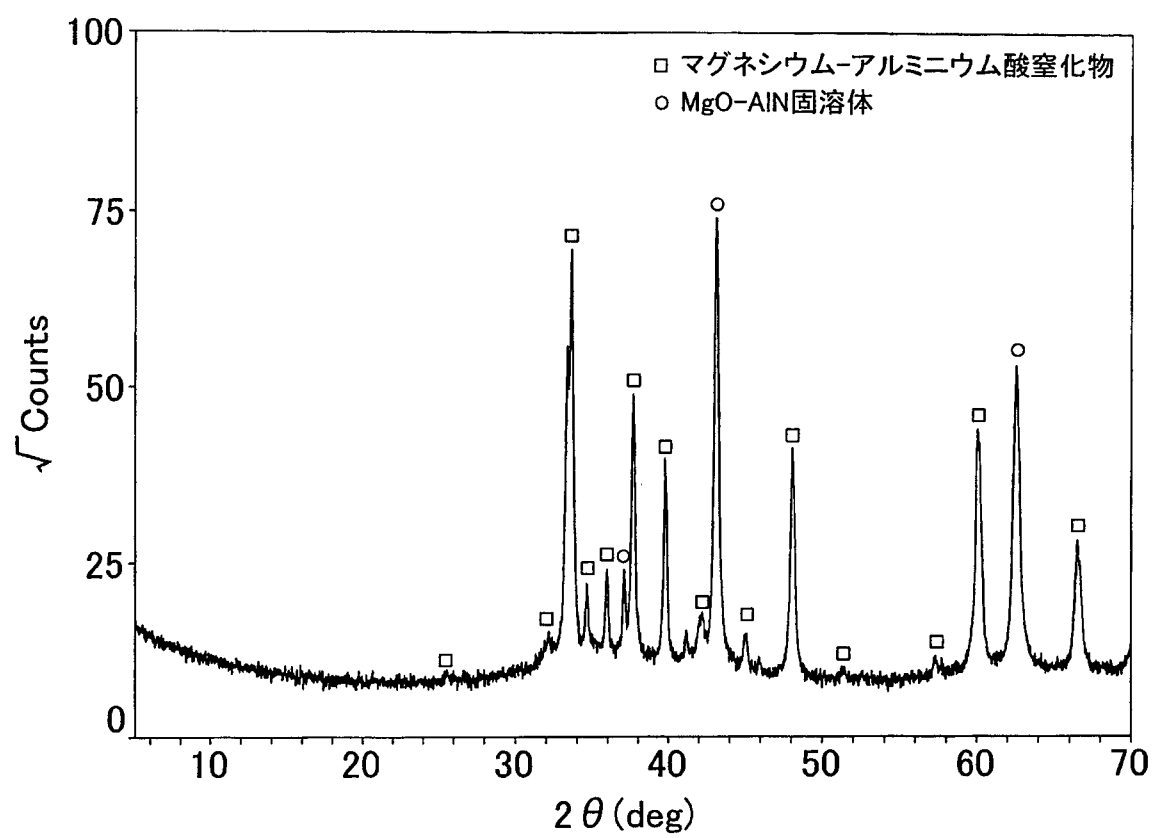
11. 前記 MgO-AlN 固溶体は、CuK α 線を用いたときの (1 1 1) 面の X
5 R D ピークが酸化マグネシウムの立方晶のピークと窒化アルミニウムの立方晶のピークとの間である $2\theta = 36.9 \sim 39^\circ$ に現れる、請求項 10 記載の静電チェック。

12. 前記セラミックス材料が AlN 結晶相を含まない、請求項 1 ~ 11 のいずれか一つの請求項に記載の静電チェック。

13. 前記板状本体部が、窒化アルミニウム、酸化イットリウムまたは酸化アルミ
10 ニウムを主相とするセラミックスからなることを特徴とする、請求項 1 ~ 12 のいずれか一つの請求項に記載の静電チェック。

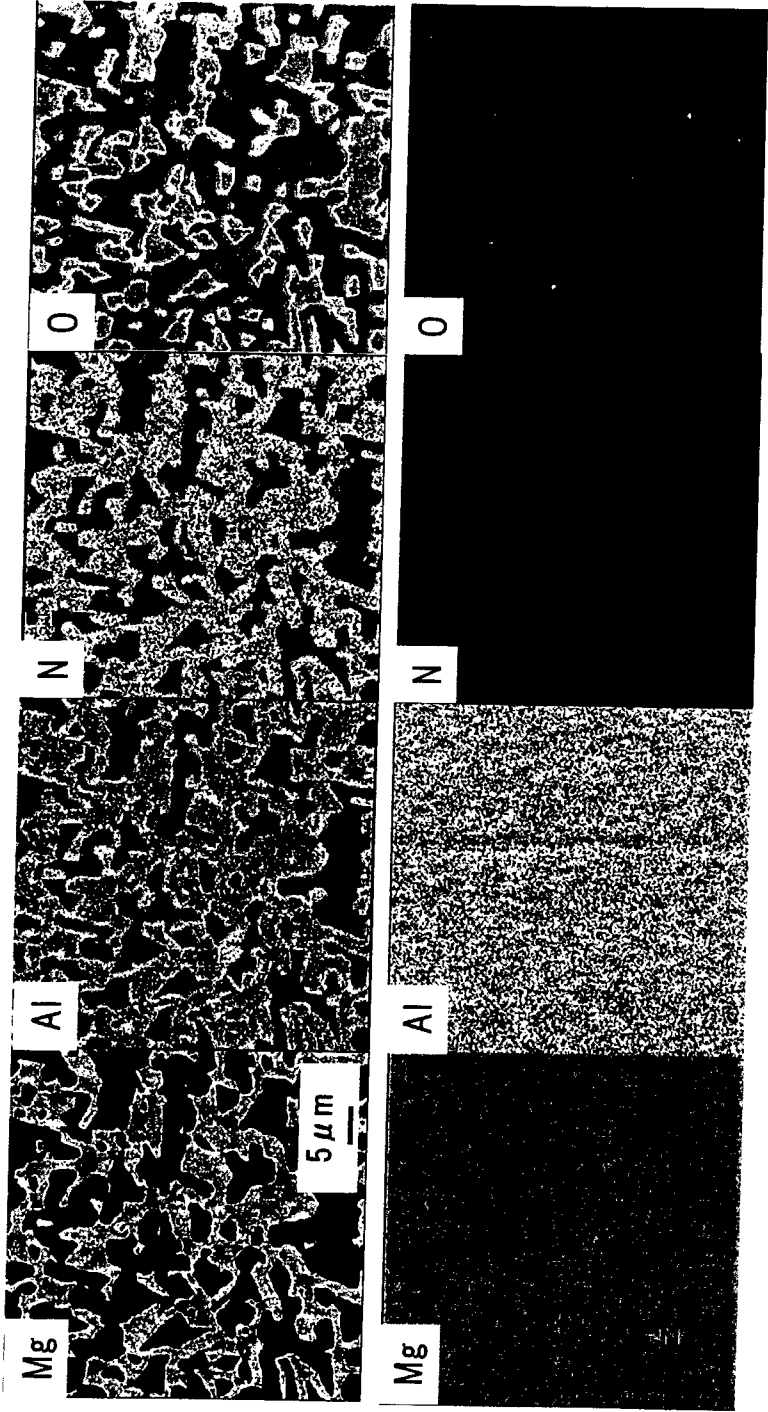
1/8

第 1 図



2/8
第 2 図

濃度 高 低

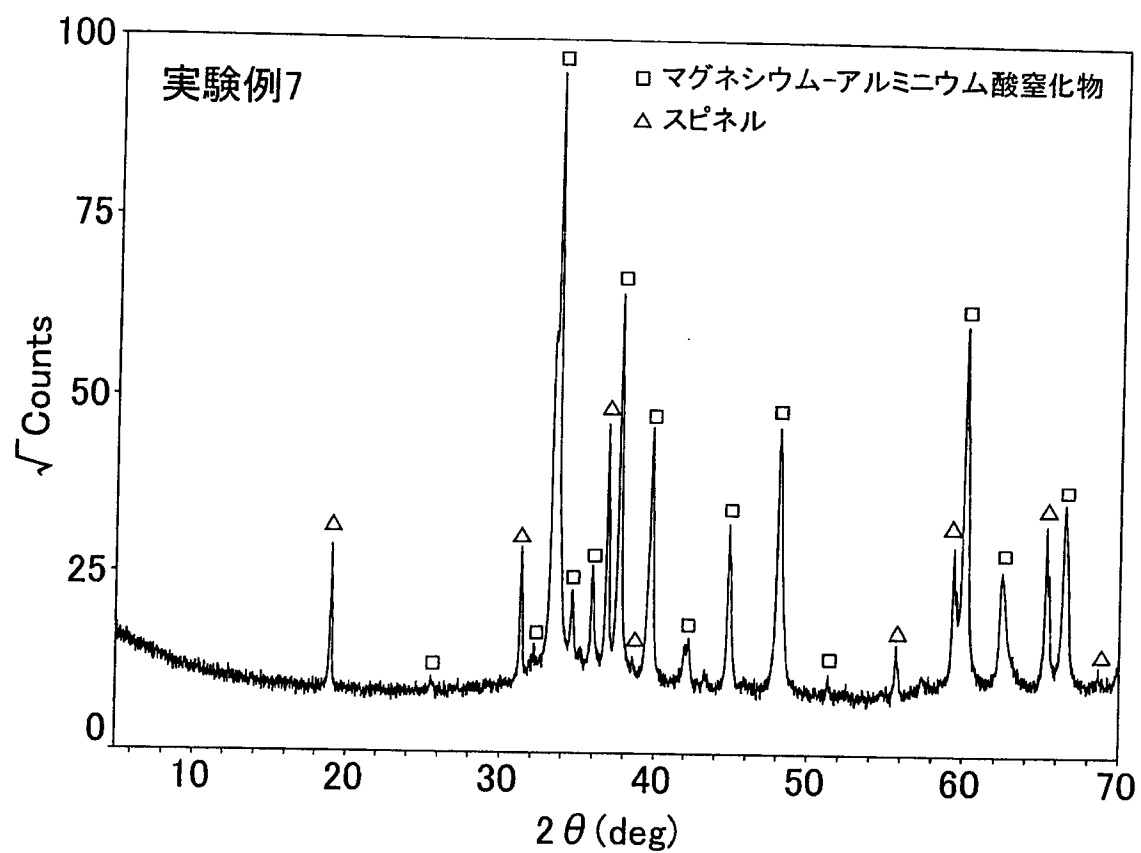


実験例1

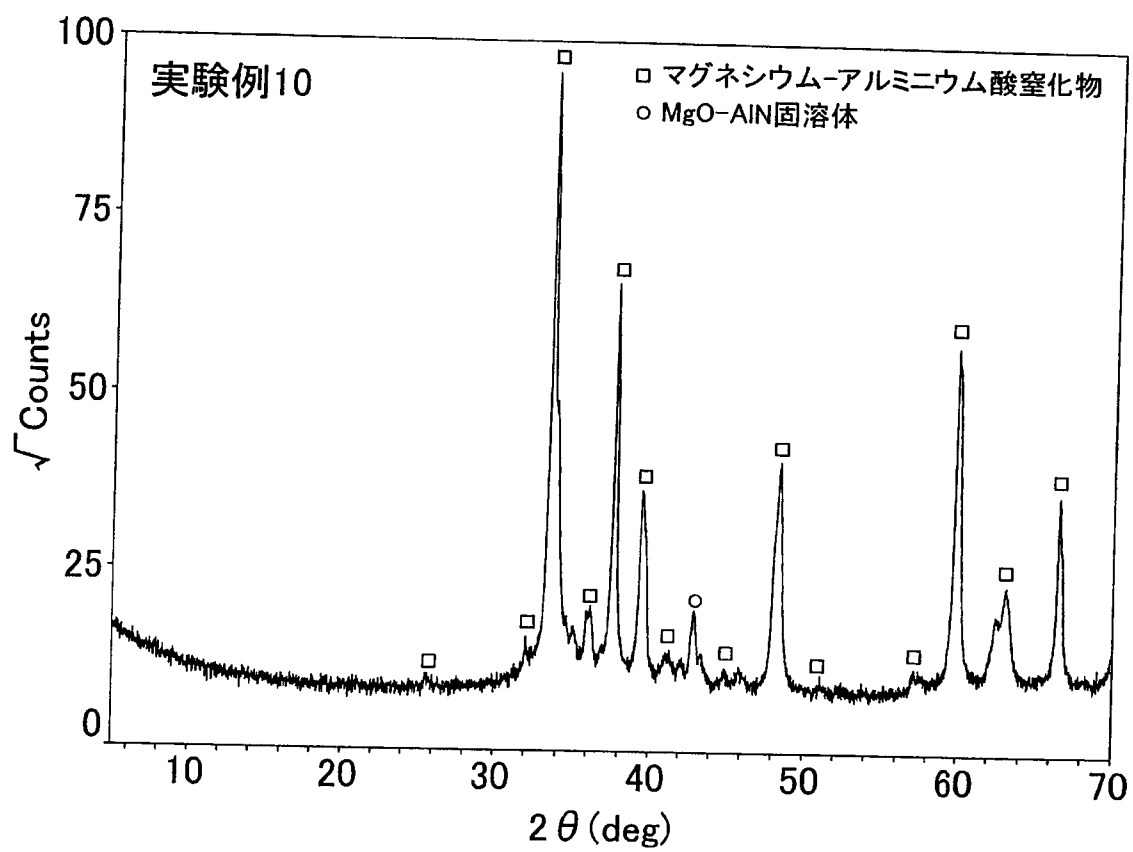
実験例4

x: マグネシウム-アルミニウム酸窒化物
y: MgO-AIN固溶体
z: スピネル材

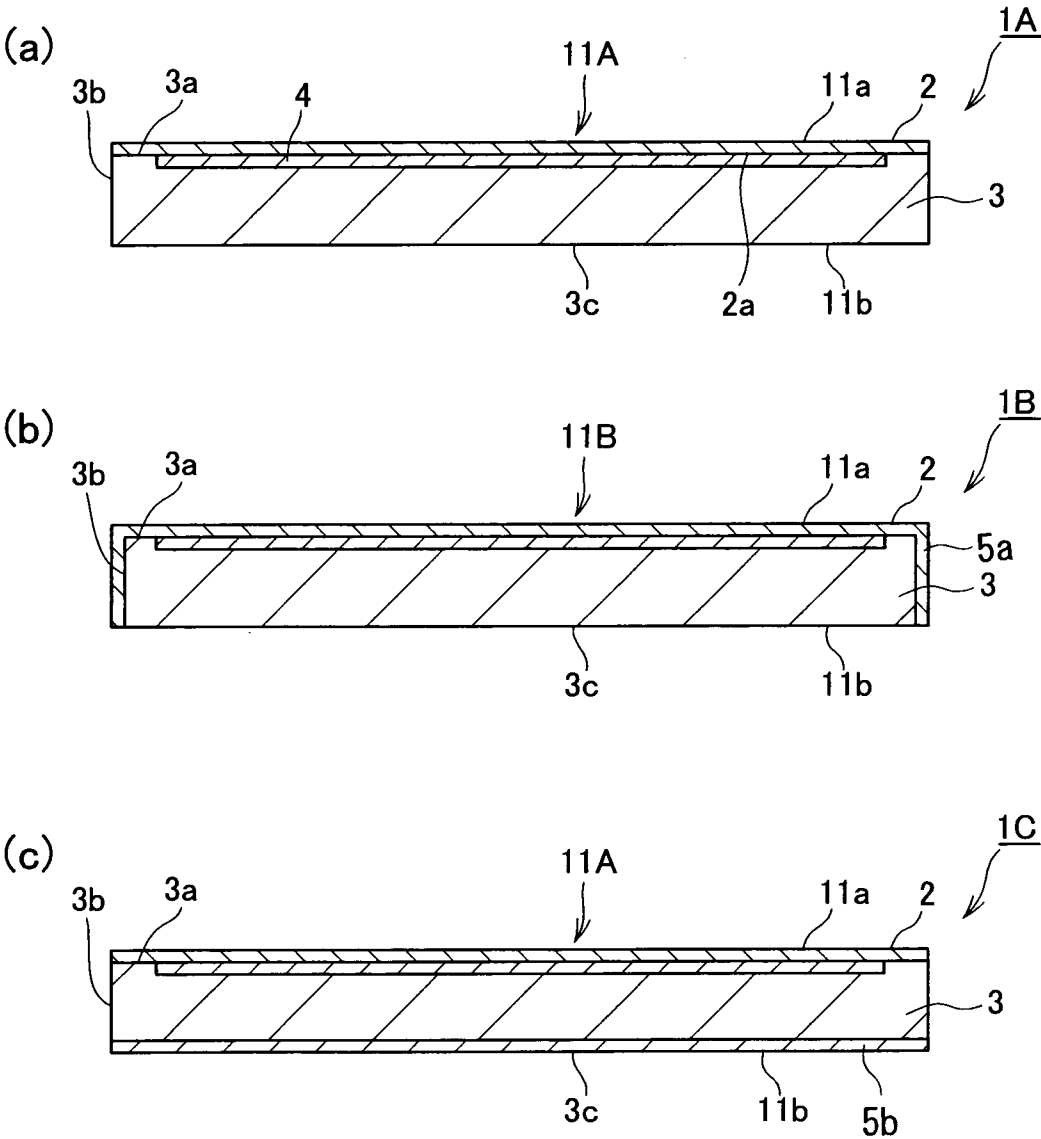
第 3 図



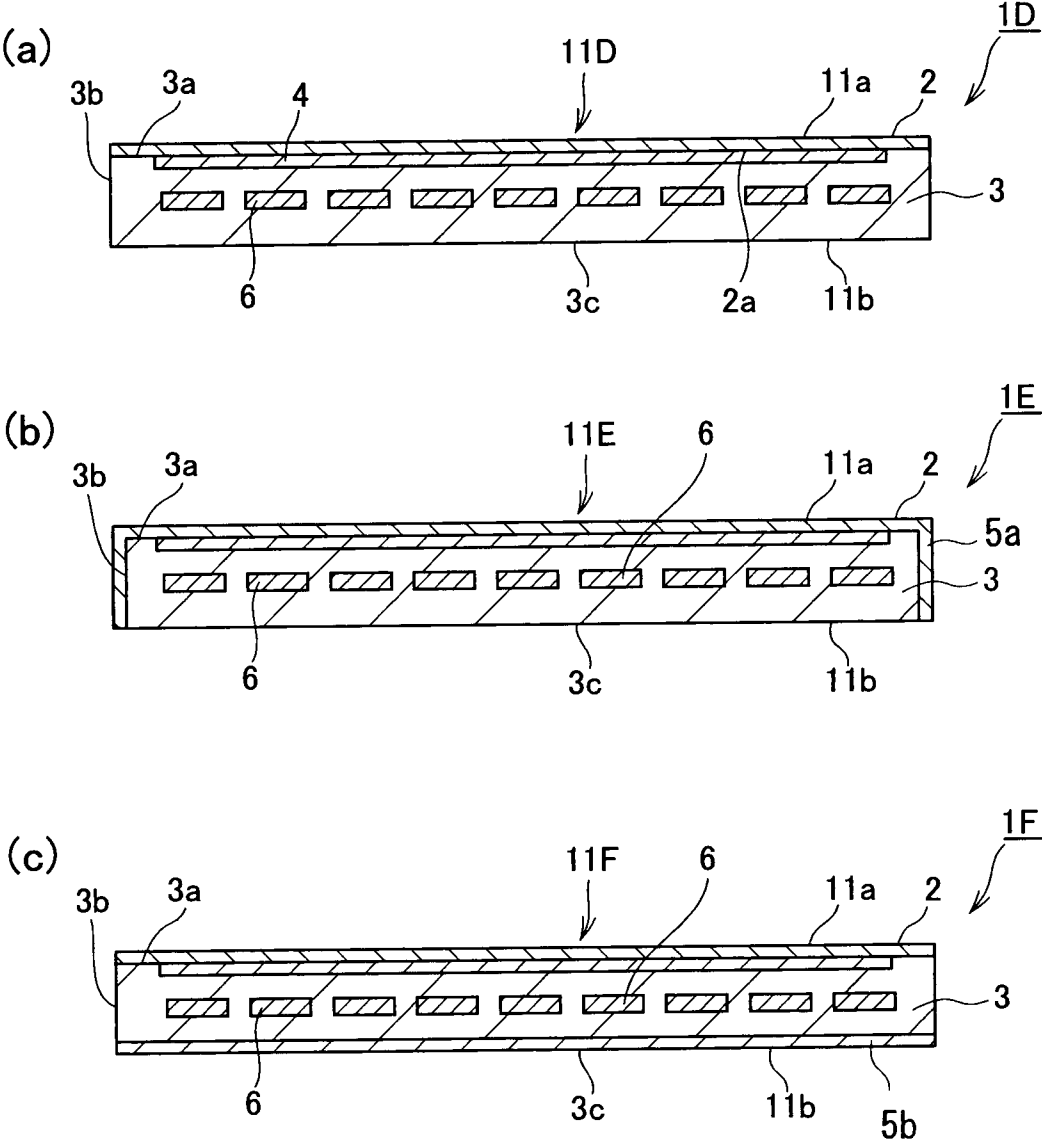
第 4 図



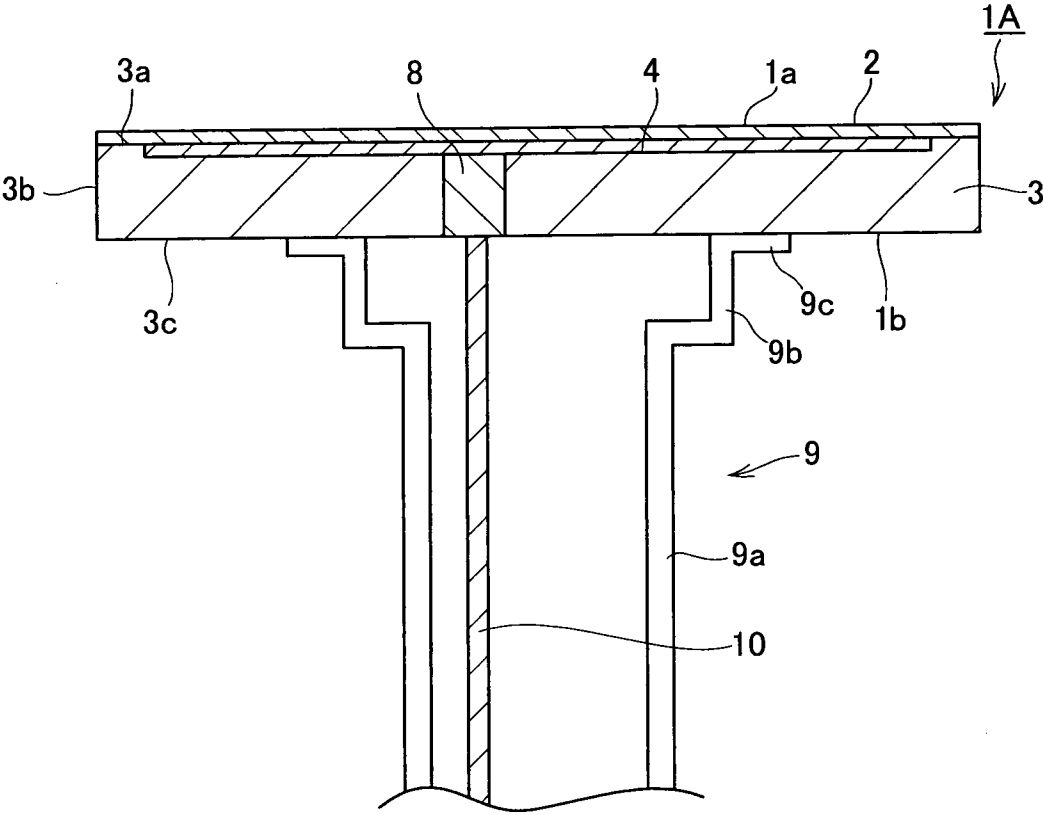
第 5 図



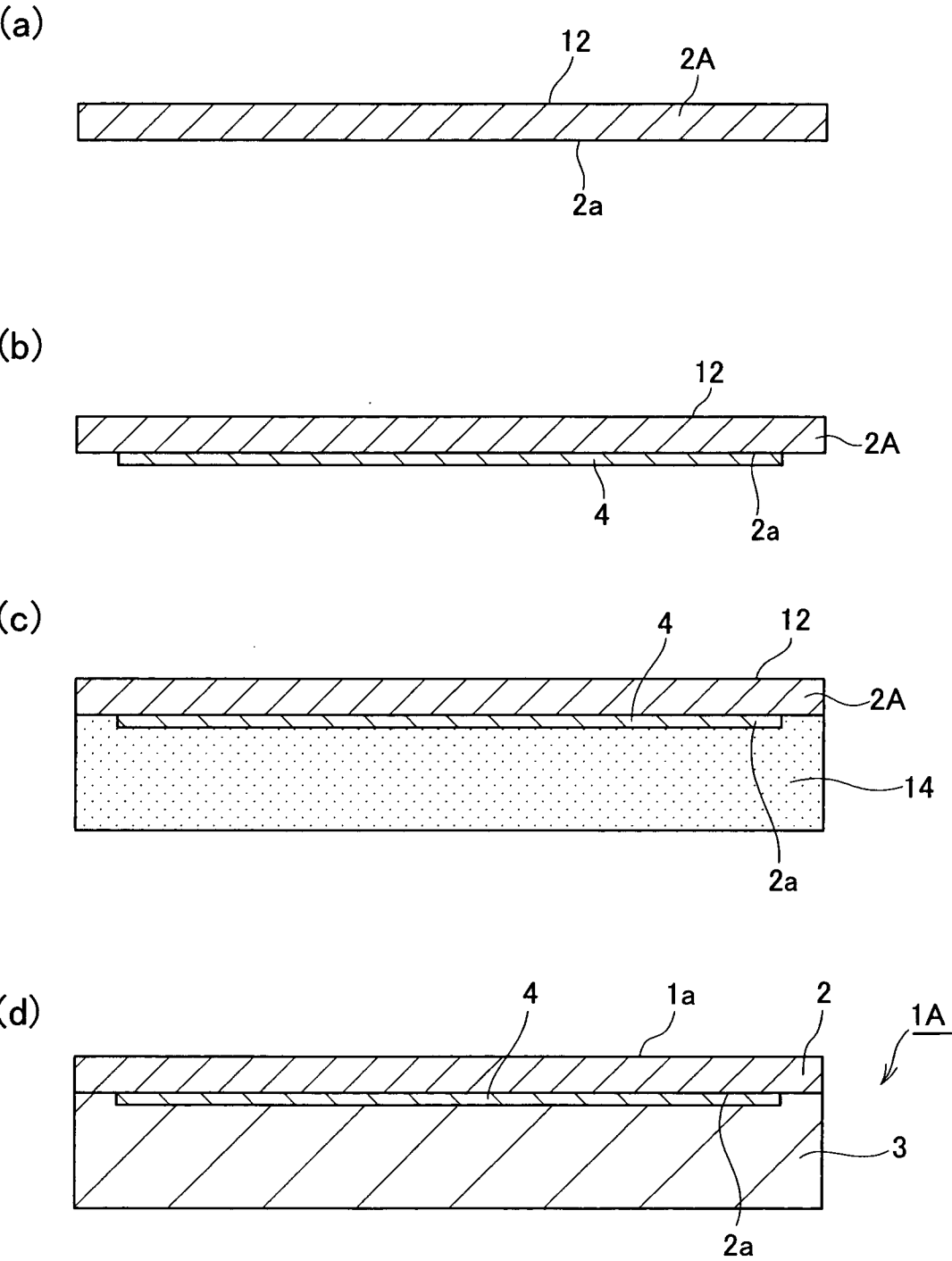
第 6 図



第 7 図



第 8 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/073768

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/581(2006.01)i, C04B35/04(2006.01)i, H01L21/3065(2006.01)i,
H01L21/31(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)

C04B35/581, C04B35/04, H01L21/3065, H01L21/31

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	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

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.
Y	JP 2000-44345 A (NGK Insulators, Ltd.), 15 February 2000 (15.02.2000), claims; paragraphs [0022], [0032] to [0036], [0043], [0095] to [0101]; fig. 1, 10 & US 6239402 B1	1-13
Y	JP 2007-84367 A (Matsushita Electric Works, Ltd.), 05 April 2007 (05.04.2007), claims; paragraphs [0018], [0025], [0032], [0034] (Family: none)	1-13
A	JP 5-319937 A (Toshiba Corp.), 03 December 1993 (03.12.1993), claims; paragraphs [0010], [0013], [0014] (Family: none)	1-13

☒ 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
08 November, 2011 (08.11.11)

Date of mailing of the international search report
15 November, 2011 (15.11.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/073768

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 2007-300079 A (Hitachi, Ltd.), 15 November 2007 (15.11.2007), paragraphs [0002], [0017], [0034], [0038], [0070] & US 2007/0258281 A1 & EP 1852874 A1 & DE 602006013948 D & KR 10-2007-0108052 A & CN 101067967 A	1-13
A	JP 4-304359 A (Pechiney Electrometallurgie), 27 October 1992 (27.10.1992), claims; paragraphs [0022], [0032], [0033] & US 5314675 A & EP 494129 A1 & DE 69200351 C & FR 2671339 A & ES 2060460 T & ZA 9200013 A & AU 1000792 A & CA 2058682 A & BR 9200009 A & KR 10-0235522 B & CA 2058682 A1	1-13
A	JP 2005-203456 A (NGK Insulators, Ltd.), 28 July 2005 (28.07.2005), claims; paragraph [0016] & US 2005/0173412 A1 & TW 251895 B & KR 10-2005-0074930 A	1-13
A	JP 62-28917 A (Hitachi, Ltd.), 06 February 1987 (06.02.1987), claims; example 1; page 4, lower right column, lines 3 to 4 (Family: none)	1-13
A	JP 2008-115065 A (Okayama Ceramics Research Foundation), 22 May 2008 (22.05.2008), claims; paragraph [0017]; fig. 1 (Family: none)	1-13
A	JP 6-37207 A (Ibiden Co., Ltd.), 10 February 1994 (10.02.1994), claims; paragraphs [0028] to [0031]; fig. 1 (Family: none)	1-13

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C04B35/581 (2006.01)i, C04B35/04 (2006.01)i, H01L21/3065 (2006.01)i, H01L21/31 (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（I P C））

Int.Cl. C04B35/581, C04B35/04, H01L21/3065, H01L21/31

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	1971-2011年
日本国実用新案登録公報	1996-2011年
日本国登録実用新案公報	1994-2011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
Y	JP 2000-44345 A（日本碍子株式会社）2000.02.15, 特許請求の範囲, 【0022】、【0032】－【0036】、【0043】、【0095】 －【0101】、図1、図10& US 6239402 B1	1-13
Y	JP 2007-84367 A（松下電工株式会社）2007.04.05, 特許請求の範囲, 【0018】、【0025】、【0032】、【0034】（ファミリー なし）	1-13
A	JP 5-319937 A（株式会社東芝）1993.12.03, 特許請求の範囲, 【0 010】、【0013】、【0014】（ファミリーなし）	1-13

☒ 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

08.11.2011

国際調査報告の発送日

15.11.2011

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

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）

小川 武

4 T

9270

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

C (続き) . 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
A	JP 2007-300079 A (株式会社日立製作所) 2007. 11. 15, 【0002】, 【0017】, 【0034】, 【0038】, 【0070】 & US 2007/0258281 A1 & EP 1852874 A1 & DE 602006013948 D & KR 10-2007-0108052 A & CN 101067967 A	1-13
A	JP 4-304359 A (ペシネ・エレクトロメタルルジ) 1992. 10. 27, 特許請求の範囲, 【0022】, 【0032】, 【0033】 & US 5314675 A & EP 494129 A1 & DE 69200351 C & FR 2671339 A & ES 2060460 T & ZA 9200013 A & AU 1000792 A & CA 2058682 A & BR 9200009 A & KR 10-0235522 B & CA 2058682 A1	1-13
A	JP 2005-203456 A (日本碍子株式会社) 2005. 07. 28, 特許請求の範囲, 【0016】 & US 2005/0173412 A1 & TW 251895 B & KR 10-2005-0074930 A	1-13
A	JP 62-28917 A (株式会社日立製作所) 1987. 02. 06, 特許請求の範囲, 実施例 1, 4 頁右下欄 3 ~ 4 行 (ファミリーなし)	1-13
A	JP 2008-115065 A (岡山セラミックス技術振興財団) 2008. 05. 22, 特許請求の範囲, 【0017】, 図 1 (ファミリーなし)	1-13
A	JP 6-37207 A (イビデン株式会社) 1994. 02. 10, 特許請求の範囲, 【0028】 ~ 【0031】, 図 1 (ファミリーなし)	1-13