

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成17年11月4日(2005.11.4)

【公開番号】特開2004-269350(P2004-269350A)

【公開日】平成16年9月30日(2004.9.30)

【年通号数】公開・登録公報2004-038

【出願番号】特願2004-36986(P2004-36986)

【国際特許分類第7版】

C 0 4 B 35/50

【F I】

C 0 4 B 35/50

【手続補正書】

【提出日】平成17年9月8日(2005.9.8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

純度が99重量%以上で平均粒径2μm以下のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を用いた成形物を水素雰囲気中で1780～1850で焼成し、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体中に平均結晶粒径が10～800μmのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を形成させたことを特徴とするY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体。

【請求項2】

前記Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の平均結晶粒径が50～500μmであることを特徴とする請求項1記載のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体。

【請求項3】

前記Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体が透光性を有するものであることを特徴とする請求項2記載のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体。

【請求項4】

純度が99重量%以上で平均粒径が2μm以下のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を成形する工程と、得られた成形体を、水素雰囲気中で1780～1850で焼成し、平均結晶粒径が10～800μmのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を形成させる工程を少なくとも備えたことを特徴とするY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の製造方法。

【請求項5】

前記Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を成形する工程が、鋳込み成形による成形工程であることを特徴とする請求項4記載のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

第1の本発明は、純度が99重量%以上で平均粒径2μm以下のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を用いた成形物を水素雰囲気中で1780～1850で焼成し、平均結晶粒径が10～800μmのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を形成させたことを特徴とするY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体である。

**【手続補正3】****【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0009**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0009】**

第2の本発明は、純度が99重量%以上で平均粒径が2μm以下のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を成形する工程と、

得られた成形体を、水素雰囲気中で1780~1850で焼成し、平均結晶粒径が10~800μmのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を形成させる工程を少なくとも備えたことを特徴とするY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の製造方法である。

このような本発明の製造方法によって透光性を有し、緻密なY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を有する焼結体を実現することができた。

**【手続補正4】****【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0012**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0012】****[焼結体]**

本発明の焼結体は、純度が99重量%以上で平均粒径2μm以下のY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料を用いた成形物を水素雰囲気中で1780~1850で焼成し、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体中に平均結晶粒径が10~800μmのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶を形成させたものである。この焼結体は、高純度で、緻密であり、かつ曲げ強度も高いので、半導体処理装置、特にプラズマ処理を行うための装置の部材として優れている。

**【手続補正5】****【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0022**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0022】**

本工程の焼成温度は、前述したとおり、1780~1850の範囲が好ましい。焼成温度が、1700以下では曲げ強度が50MPa未満と不十分である。一方、焼成温度を1850を超える値とするためには、焼成炉の部材をより耐熱性の優れたものを採用する必要があるが、得られるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体は、それに見合った特性改善を期待することができず、経済的でない。

**【手続補正6】****【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0023**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0023】**

前記焼成温度は、1780~1850の範囲で任意に選択できるが、焼成温度が、1780~1780までは、得られるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の平均結晶粒径30μm未満で透光性が乏しい。焼成温度が、1780を超えると平均結晶粒径が30μm以上となり透光性が発現され、焼成温度が高いほど平均結晶粒径が大きくなり透光性も高くなる。しかしながら、焼結体の機械的強度は焼成温度が高いほど低下し、半導体用部材として必要な曲

げ強度 50 MPa 以上を達成するためには、平均結晶粒径が 400  $\mu\text{m}$  で、焼成温度は 1850 以下の条件となる。従って、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  の焼成温度は、1780 ~ 1850 が好ましい。

### 【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

(実施例 1 ~ 3、比較例 1 ~ 3)

平均粒径 1  $\mu\text{m}$ 、純度 99.9% の  $\text{Y}_2\text{O}_3$  原料粉末 100 重量部に対して、バインダーとして PVA を 2 重量部添加し、適量の水を添加して湿式で混合しスラリーを形成した。ついで、このスラリーを、石膏型に流し込み、型中で乾燥して、 $200 \times 200 \times 10$  mm の板状体を成形した。この成形体を、900 に加熱して脱脂した後、 $1\text{m}^3/\text{hr}$  の流量の  $\text{H}_2$  霧囲気で、1700、1720、1750、1780、1800、及び 1850 で 6 時間焼成し、焼結体を作成した。得られた 6 種の成形体の平均結晶粒径、曲げ強度、透光性、及び密度を評価した。なお、透光性の有無は、厚さ 10 mm の試料について、可視光の透過率が 10% を超えるものを透過性ありとした。

その結果を表 1 に示す。

### 【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

【表 1】

実施例番号	焼成温度 (°C)	焼成雰囲気	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	曲げ強度 (MPa)	透光性	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
比較例 1	1700	大気中	5	145	なし	4.98 未満
比較例 2	1720	水素	10	135	なし	4.99 以上
比較例 3	1750	水素	24	127	なし	4.99 以上
実施例 1	1780	水素	34	98	あり	4.99 以上
実施例 2	1800	水素	87	76	あり	4.99 以上
実施例 3	1850	水素	400	50	あり	4.99 以上

### 【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

(実施例 4、比較例 4)

成型法の差異によって生ずる焼結体の特性を比較するために、樹脂型を用いた加圧鉄込み成形(実施例 4)、及び CIP 成形(比較例 4)によって、作成した成形体を水素雰囲気中で焼成した例を示す。まず、樹脂型を用いた加圧鉄込み成形である実施例 4 の方法は

、前記実施例 1 と同様にして、スラリーを作成した後、これを合成樹脂で形成した型中に充填し、圧力  $1 \text{ kgf/cm}^2$  で加圧して、 $200 \times 200 \times 10 \text{ mm}$  の板状体を成形した。これを乾燥後、実施例 1 と同様にして脱脂し、 $1780^\circ\text{C}$  で焼成した。また、CIP 成形による比較例 4 の方法は、スプレードライヤーで造粒した造粒粉を用い、冷間静水圧プレス (CIP) で、 $100 \text{ MPa}$  の圧力で、 $200 \times 200 \times 10 \text{ mm}$  の板状体を成形した。これを実施例 1 と同様にして脱脂し、水素雰囲気下で  $1780^\circ\text{C}$  で 6 時間焼成した。

これらの試料の密度を測定したところ、鋳込み成形によって作成した実施例 4 の試料は、密度が  $4.99 \text{ g/cm}^3$  以上であり透光性があったのに対して、CIP 成形によって作成した比較例 4 の試料は、密度が、 $4.98 \text{ g/cm}^3$  であり透光性がなかった。