

【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 $2\ \mu\text{m}$ 以下の Y_2O_3 原料を用いた成形物を水素雰囲気中で 1780 ~ 1850 で焼成し、 Y_2O_3 焼結体中に平均結晶粒径が $10 \sim 800\ \mu\text{m}$ の Y_2O_3 結晶を形成させたことを特徴とする Y_2O_3 焼結体。

【請求項 2】

前記 Y_2O_3 焼結体の平均結晶粒径が $50 \sim 500\ \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項 1 記載の Y_2O_3 焼結体。

【請求項 3】

前記 Y_2O_3 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_2O_3 焼結体。

【請求項 4】

純度が 99 重量 % 以上で平均粒径が $2\ \mu\text{m}$ 以下の Y_2O_3 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 $10 \sim 800\ \mu\text{m}$ の Y_2O_3 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_2O_3 焼結体の製造方法。

【請求項 5】

前記 Y_2O_3 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_2O_3 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 $2\ \mu\text{m}$ 以下の Y_2O_3 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 $10 \sim 800\ \mu\text{m}$ の Y_2O_3 結晶を形成させたことを特徴とする Y_2O_3 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2 μm 以下の Y_2O_3 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10～800 μm の Y_2O_3 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_2O_3 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_2O_3 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2 μm 以下の Y_2O_3 原料を用いた成形物を水素雰囲気中で1780～1850 で焼成し、 Y_2O_3 焼結体中に平均結晶粒径が10～800 μm の Y_2O_3 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50 MPa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_2O_3 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_2O_3 焼結体の平均結晶粒径30 μm 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30 μm 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 μm で、焼成温度は 1850 以下の条件となる。従って、 Y_2O_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 μm 、純度 99.9% の Y_2O_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 × 200 × 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 m³ / hr の流量の H₂ 雰囲気で、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 (μm)	曲げ強度 (MPa)	透光性	密度 (g/cm ³)
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鋳込み成形（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鋳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 kg f / 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 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 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 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 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 g / cm^3 であり透光性がなかった。