

PCT

- WO 2012/056917 A1**



(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))

## 明細書

## 加熱装置

## 5 発明の属する技術分野

本発明は、半導体を加熱する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
- 10 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、Cl等の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Si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、
- 15 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)。
- 20 また、ウエハを加熱するために用いられるセラミックスヒーターが知られている。こうしたセラミックスヒーターにおいては、ウエハを均一に加熱できるよう、ヒーターの温度均一性が要求される。例えば、特許文献2 (特開平8-73280) には、抵抗発熱体を窒化アルミニウム質セラミックスプレートに埋設し、窒化アルミニウム質のシャフトをプレートに接合したセラミックスヒーターが開示されている。特許文
- 25 献3 (特開2003-288975号公報) においては、シャフト付きのヒーターにおいて、更に抵抗発熱体における金属炭化物の量を少なくすることで、抵抗発熱体の場所ごとの炭化物量のばらつきを少なくして加熱面の温度分布を小さくすることが記載されている。

## 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、  
5 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、AlN（窒化アルミニウム）製のセラミックヒータ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出来る。しかし、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  
10 度均一性が保てなくな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セラミック加熱装置において、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のパーティクルを少なくし、良好な温度均一性を長期間にわたって保持できるようにすることである。

本発明は、半導体を加熱する加熱面を有するサセプターを備えている加熱装置であ  
15 って、

サセプターが、板状本体部と加熱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からなり、このセラミックス材料が、CuK $\alpha$ 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  
20 ることを特徴とする。

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  
25 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事が可能となった。

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、ウエハ上温度均一性を、より一層向上させることが可能である。

#### 図面の簡単な説明

- 図 1 は、実験例 1 の X R D 解析チャートである。
- 5 図 2 は、実験例 1 , 4 の E P M A 元素マッピング像である。
- 図 3 は、実験例 7 の X R D 解析チャートである。
- 図 4 は、実験例 1 0 の X R D 解析チャートである。
- 図 5 は、参考形態に係る加熱装置を概略的に示す断面図である。
- 図 6 は、参考形態に係る加熱装置の外観を概略的に示す正面図である。
- 10 図 7 は、本発明の実施形態に係る加熱装置 1 1 A を概略的に示す断面図である。
- 図 8 は、本発明の実施形態に係る加熱装置 1 1 A の外観を概略的に示す正面図である。
- 図 9 は、本発明の実施形態に係る加熱装置 1 1 B を概略的に示す断面図である。
- 図 1 0 は、本発明の実施形態に係る加熱装置 1 1 C を概略的に示す断面図である。
- 15 図 1 1 は、本発明の実施形態に係る加熱装置 1 1 D を概略的に示す断面図である。
- 図 1 2 は、本発明の実施形態に係る加熱装置の製造方法を示すフローチャートである。

#### 発明を実施するための形態

- 20 以下、本発明で用いる新規なセラミックス材料を説明し、次いで加熱装置の構成を説明する。

##### [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
- 25 したところ、特定位置に X R D 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。

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、C u K  $\alpha$  線を用いたときの X R D ピ

## 4

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、  
5 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 $\alpha$ 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  
10 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、  
15 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  
20 固溶体は、CuK $\alpha$ 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  
25 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。

## 5

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、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、

5 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、

10 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

15 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。

20 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。

25 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、6～7ppm/Kである。そこで、副相成分のMgO－A 1 N固溶体（12～14ppm/K）や、スピネル（8～9ppm/K）、窒化アルミニウム（5～6ppm/K）の比率を変えることにより、高耐食性

## 6

を維持したまま、線熱膨張係数を  $5.5 \sim 10 \text{ ppm/K}$  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  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$  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、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 $0.3 \text{ ppm/K}$ 以下であり、
- 5 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]

- 10 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3
- 15 7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。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。
- 20 また、焼成温度は $1750^\circ\text{C}$ 以上とすることが好ましい。焼成温度が $1750^\circ\text{C}$ 未満では、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 $1850^\circ\text{C}$ とか $1900^\circ\text{C}$ 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
- 25 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。

## [加熱装置]

好適な実施形態においては、本発明の加熱装置は、半導体を加熱する加熱面を有するサセプターおよびこの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。第5図～第8図は、こうした加熱装置を概略的に例示するものである。第5図、第6図

5    の加熱装置1は参考例であり、第7図、第8図の加熱装置1 1 Aは実施例である。

サセプター2、1 2 Aはプレート状であり、サセプター2、1 2 Aの上面2 a、1 2 aは半導体加熱面である。半導体加熱面2 a、1 2 aは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。サセプターの下面（背面）2 b、1 2 bには支持部3が接合されている。本例では支持部は管状であり、支持部3中に電力供給部材5が収容されている。電力供給部材は、サセプター内に埋設された発熱体4に接続されている。

10

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、サセプターと支持部との接合部分の外径は、特に限定するものではないが、

15    直径として例えば60～120mmである。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3 a、反対側が小径部3 cとなっている。大径部3 aの端部及び小径部3 cの端部には、それぞれフランジ3 b、3 dが形成されている（ただし第5図の例にはフランジ3 bがない）。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。

20

ここで、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。

ここで、第5図、第6図の参考例では、サセプター2の全体が均質な材質からなる。

25    これに対して、第7図、第8図の実施例では、サセプター1 2 Aが、板状本体部1 3と、板状本体部1 3の表面1 3 aを被覆する表面耐食層1 4とを備えている。本例では、板状本体部1 3の側面1 3 c、背面1 3 bは耐食層によって被覆されていない。本発明では、表面耐食層1 4を前記セラミックス材料によって形成する。発熱体4は

板状本体部 1 3 内に埋設されている。

また、第 9 図に示す加熱装置 1 1 B においては、サセプター 1 2 B が、板状本体部 1 3 と、板状本体部 1 3 の表面 1 3 a を被覆する表面耐食層 1 4 とを備えている。本例では、板状本体部 1 3 の側面 1 3 c、背面 1 3 b は耐食層によって被覆されていない。本発明では、表面耐食層 1 4 を前記セラミックス材料によって形成する。これとともに、表面耐食層 1 4 と板状本体部 1 3 の表面 1 3 a との間に中間層 1 7 が設けられている。これによって、加熱と冷却とを反復したときにも、表面耐食層の板状本体部への剥離強度を維持する上で好ましい。

また、第 10 図に示す加熱装置 1 1 C においては、サセプター 1 2 C が、板状本体部 1 3、板状本体部 1 3 の表面 1 3 a を被覆する表面耐食層 1 4、および板状本体部 1 3 の側面 1 3 c を被覆する側面耐食層 1 5 を備えている。本例では、板状本体部 1 3 の背面 1 3 b は耐食層によって被覆されていない。本発明では、表面耐食層 1 4 および側面耐食層 1 5 を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、側面からの熱放射特性が変化することでウエハ上温度均一性にも悪影響がある。本実施形態では、ウエハ側だけでなく、側面における腐蝕も抑制できる。なお、表面耐食層 1 4 と板状本体部 1 3 の表面 1 3 a との間に、前記のような中間層 1 7 を設けることができる。また、側面耐食層 1 5 と板状本体部 1 3 の側面 1 3 c との間にも、前記のような中間層 1 7 を設けることができる。

また、第 11 図に示す加熱装置 1 1 D においては、サセプター 1 2 D が、板状本体部 1 3、板状本体部 1 3 の表面 1 3 a を被覆する表面耐食層 1 4、および板状本体部 1 3 の背面 1 3 b を被覆する背面被覆層 1 6 を備えている。本例では、板状本体部 1 3 の側面 1 3 c は耐食層によって被覆されていない。本発明では、表面耐食層 1 4 および背面被覆層 1 6 を前記セラミックス材料によって形成する。なお、表面耐食層 1 4 と板状本体部 1 3 の表面 1 3 a との間に、前記のような中間層 1 7 を設けることができる。また、背面被覆層 1 6 と板状本体部 1 3 の背面 1 3 b との間にも、前記のような中間層 1 7 を設けることができる。

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

## 10

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 1 3 の背面 1 3 b 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。

本発明では、サセプターを前記セラミックス材料によって形成するが、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。

本出願のセラミックス材料、窒化アルミニウム、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、スピネル

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ってよい。

発熱体は、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。ここで「巻径」とは、発熱体を構成するコイルの内径を意味する。

発熱体の形状としては、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、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 1 2 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。発熱体 1 2 の材料としては、モリブデン（Mo）、タングステン（W）、ニオブ（Nb）等の高融点導電材料を好ましく使用できる。

加熱装置のサセプター内には、プラズマをサセプター上に発生させるための高周波電極を埋設することもできる。高周波電極の材質としては、前記の発熱体材料を転用できる。

〔板状本体部および中間層の材質〕

## 11

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）、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、酸化マグネシウム、窒化珪素、スピネルを例示でき、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。

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。

板状本体部と各耐食層、背面被覆層との接合方法は特に限定されない。両者は、例えば一体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。

こうした接着剤としては、シリコン系接着剤、アクリル系接着剤、Al合金接着剤を例示できる。

好適な実施形態においては、耐食層、背面被覆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、耐食層、背面被覆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。

前述したように、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。

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。

- 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  
5 によって、傾斜材料層を形成することができる。

[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。

- 10  $\text{NF}_3$ 、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{ClF}_3$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{HBr}$

## 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。 $\text{MgO}$ 原料、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 原料及び  
15  $\text{AlN}$ 原料は、純度99.9質量%以上、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の市販品を使用した。  
ここで、 $\text{AlN}$ 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、 $\text{MgO}$ 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。

- 20 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]

- 25 ・調合

$\text{MgO}$ 原料、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 原料及び $\text{AlN}$ 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 $110^\circ\text{C}$

## 13

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<sup>2</sup>の圧力で一軸加圧成形し、直径35 mm、厚さ15 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<sup>2</sup>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時間とした。

## [実験例4]

MgO原料及びAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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]

15 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料及びAlN原料を、表1に示す質量%となるように秤量し、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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料及びAlN原料を、表1に示す質量%となるように秤量し、焼成温度を、表1に示す温度とし、焼成雰囲気をN<sub>2</sub>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。

## 25 [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

- 5 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CuK $\alpha$ , 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ことにより各材料のエッチングレートを算出した。

ICP: 800 W、バイアス: 450 W、導入ガス: NF<sub>3</sub>/O<sub>2</sub>/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

- 15 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 °C)

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

- 20 JIS-R1601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

- JIS-C2141に準じた方法により、大気中、室温 (25 °C) にて測定した。試験片形状は、直径50 mm × (0.5 ~ 1 mm) とし、主電極は直径20 mm、ガード電極は内径30 mm、外径40 mm、印加電極は直径40 mmとなるよう各電極を銀で形成した。印加電圧は2 kV/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 (0.01 Pa 以下)、600 °Cにて測定した。試験片形状は直径50 mm × (0.5 ~ 1 mm) とし、主電極は直径20 mm、ガード電極は

内径 30 mm、外径 40 mm、印加電極は直径 40 mm となるよう各電極を銀で形成した。印加電圧は 500 V/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、「a E b」は  $a \times 10^b$  を表し、例えば「1 E 16」は  $1 \times 10^{16}$  を表す。

## 5 [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

## 16

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。

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MgO-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

## 17

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℃

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（212～270nm/h）であり、線熱膨張係数がスピネルより低かった（5.8～6.9ppm/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<br>との<br>関係 | 第一<br>成分<br>(MgO)<br>(質量%) | 第二<br>成分<br>(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )<br>(質量%) | 第三<br>成分<br>(AlN)<br>(質量%) | Mg/Al<br>mol比 | 焼成<br>温度<br>(°C) | 嵩密度<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | 開気<br>孔率<br>(%) | 結晶相                              |                                         | 線熱膨<br>張係数<br>@40~<br>1000°C<br>(ppm/K) | 強度<br>(MPa) | 体積<br>抵抗率<br>@25°C<br>(Ω・cm) | 体積<br>抵抗率<br>@600°C<br>(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  |                 | 28.2                       | 71.8                                                   | -                          | 0.5           | 1850             | 3.57                        | 0.01            | MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | なし                                      | 244                                     | 168         | >1E16                        | ---                           |
| 実験例5  | 比較例             | 51.6                       | 21.9                                                   | 26.5                       | 1.2           | 1650             | 3.47                        | 0.01            | MgO                              | MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , 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**                             | 181                                     | 236         | >1E16                        | ---                           |
| 実験例7  |                 | 27.6                       | 32.8                                                   | 39.6                       | 0.4           | 1800             | 3.30                        | 0.02            | Mg-Al-O-N*                       | MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>        | 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  | 実施例             | 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<br>MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | 219                                     | 387         | >1E16                        | ---                           |
| 実験例13 | 実施例             | 9.6                        | 11.0                                                   | 79.4                       | 0.1           | 1800             | 3.27                        | 0.01            | Mg-Al-O-N*                       | AIN<br>MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | 270                                     | 304         | >1E16                        | ---                           |
| 実験例14 |                 | 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 <sub>2</sub> O <sub>4</sub>        | 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<br>MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | 230                                     | 320         | >1E16                        | ---                           |
| 実験例17 | 比較例             | 33.3                       | 30.2                                                   | 36.4                       | 0.7           | 1700             | 3.28                        | 0.03            | MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | AIN                                     | 256                                     | 400         | ---                          | ---                           |
| 実験例18 |                 | 0                          | 100                                                    | 0                          | -             | 1700             | 3.94                        | 0.01            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | MgO<br>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Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>5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Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>50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

15 径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

## 21

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/cm<sup>2</sup>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/cm<sup>2</sup>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/cm<sup>2</sup>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

## 22

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  $200 \text{ kgf/cm}^2$  とし、焼成温度  $1800^\circ\text{C}$  で焼成し、焼成終了まで  $\text{Ar}$  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  $1750^\circ\text{C}$  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、 $\text{AlN}$  [1] を用いた積層体（実験例20、  
20-1）、 $\text{AlN}$  [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  $\text{AlN}$  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、  
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  
15 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  $\text{N}_2$  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  $\text{N}_2$  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 ( $\text{AlN}$  [1]) を第2構造体とし、中間層なしで  $\text{N}_2$  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22～2  
4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  $0.3 \text{ ppm/K}$  以

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

## [加熱装置の製造と評価]

本発明に係るセラミックスヒーターの製造方法について、第7図～第8図、第12図を参照しつつ説明する（実験No. 3～6）。

(イ) まず、サセプター（プレート）の材料調整を行う（S101）。表面耐食層14の材料については、具体的には、MgO原料、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料及びAlN原料を秤量し、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。混合方法としては、例えば、トロンメルと呼ばれる容器そのものが回転する大型のボールミル装置を用いて行う。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。

一方、板状本体部13の材料については、窒化アルミニウムセラミックス粉末を成形用バインダと混合する。トロンメルによる混合の時間は、例えば30分程度である。その後、スプレードライヤー（SD）などの造粒装置により、造粒を行い、造粒粉を得る。

(ロ) 次に、表面耐食層用の調合粉末を、機械プレスによって一軸加圧下で成形し、更に板状本体部用の造粒粉を加え、同じく機械プレスによって一軸加圧下で成形し、予備的な成形体を製造する（S102）。そして、この予備的な成形体内部に発熱体4及び電流導入端子部6を載置し、再び機械プレスによる成形を行う。

(ハ) 上記のようにして作られた積層成形体をホットプレス方式などの焼成炉に入れ、焼成を行う（S103）。ホットプレスは、カーボン治具内に原料粉末や成形体を充填、あるいは挿入し、30～50MPaの一軸加圧下で焼成するもので、通常の常圧焼結では、緻密化が困難なセラミックス材料の焼成に適する。このときの焼成条件は、焼成温度1600℃～2000℃、圧力100～300kg/cm<sup>2</sup>、焼成時間2～5時間である。

(ニ) 一方、支持部3（いわゆるシャフト）部分は、サセプターとは別途に製造される。まず、シャフトの材料調整を行う（S104）。具体的には、前記板状本体部の材料調整（S101）と同じようにして調合粉末を得る。得られた調合粉末を冷間等圧プレス（冷間静水圧プレス：Cold Isostatic Pressing, CIP）などの焼成炉に入れ、

## 26

焼成を行い、成形体を製造する（S 1 0 5）。C I Pとは、金型成形法により得られる一軸成形体に等方圧の成形処理を施す方法であり、成形体密度の向上とむらをなくすることができる。金型成形せずに、直接、ゴム型に原料粉末を充填しC I P処理を行い、成形体を得ることも可能である。こうして得られたシャフトの成形体を常圧焼成炉などにより焼成を行う（S 1 0 6）。このときの焼成条件は、焼成温度1 6 0 0℃～2 0 0 0℃、圧力1～3 0 k g / c m<sup>2</sup>、焼成時間1～5時間である。そして、シャフトの外周やラッピングの加工を行う（S 1 0 7）。

（ホ） 上記の手順で得られたサセプターとシャフトは、ダイレクトボンド法により、焼成炉内で接合される（S 1 0 8）。このときの焼成条件は、焼成温度1 4 0 0℃～2 0 0 0℃、圧力1 0 0～3 0 0 k g / c m<sup>2</sup>、焼成時間2～5時間である。接合後のセラミックスヒータは、側面加工が施され、接合炉によって端子の接合が行われる。その後、洗浄処理や温度均一性の評価などが行われる。

なお、表3の実験 No. 3、4、5、6において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10のものである。

## 15 （比較例1の加熱装置）

比較例1（実験No. 1）として、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%）からサセプター2および支持部3を形成し、接合し、加熱装置を製造した。

## （比較例2の加熱装置）

20 比較例2（実験No. 2）として、表3の実験 No. 3、4、5、6において表面耐食層を形成した材質によって、サセプターを形成した。この材質は、前記実施例（表1）における実験例12のものである。支持部3は、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%）によって形成した。

## [試験条件]

25 ・耐食試験： ICP: 800W, バイアス: 450W, 導入ガス:NF3/O2/Ar=75/35/100sccm, 0.05Torr, 暴露時間: 100hrs., 試料温度: 600℃

・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、パーティクル量、表面粗度

・温度均一性測定

各例の加熱装置を真空チャンバー内に設置し、温度測定用の黒体ウエハを加熱装置上に設置し、550℃に加熱し、各温度での黒体ウエハ表面の温度分布をチャンバー外部から赤外線放射温度計（IRカメラ）で測定した。得られた温度分布から温度の  
5 最大値と最小値との差 $\Delta T$ を算出した。なお、ヒーターの各温度への加熱は、サセプターの背面に取り付けられた図示しない熱電対による温度制御により行った。

・パーティクル量

各例のセラミックヒータを真空チャンバー内に設置し、Si ウエハをセラミックヒータ上に設置し、550℃に加熱した。加熱後のSi ウエハのセラミックヒータ設置面側  
10 表面のパーティクル量をパーティクルカウンタを用いて測定した。なお、ヒーターの各温度への加熱は、セラミックスプレートの背面に取り付けられた図示しない熱電対による温度制御により行った。

・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  
15 側と外側の任意の二箇所である。

表 3

| 実験<br>No. | 材質        | 形態   | 評価温<br>度(°C) | ウェハ上温度均一性(°C) |             |              | パーティクル量(個) |             |              | 表面粗さRa(μm) |             |              |
|-----------|-----------|------|--------------|---------------|-------------|--------------|------------|-------------|--------------|------------|-------------|--------------|
|           |           |      |              | 耐食試<br>験前     | 50RF時<br>間後 | 100RF時<br>間後 | 耐食試<br>験前  | 50RF時<br>間後 | 100RF<br>時間後 | 耐食試<br>験前  | 50RF時<br>間後 | 100RF時<br>間後 |
| 1         | AlN       | 比較例1 | 550          | 2.5           | 4.8         | 7.8          | 2,000      | 5,500       | 8,200        | 0.7        | 1.0         | 1.2          |
| 2         | Mg-Al-O-N | 比較例2 | 550          | 4.0           | 3.8         | 4.1          | 1,500      | 1,600       | 1,600        | 0.7        | 0.7         | 0.7          |
| 3         | ハイブリッド    | 実施例1 | 550          | 2.5           | 2.5         | 2.4          | 1,600      | 1,600       | 1,500        | 0.7        | 0.7         | 0.7          |
| 4         | ハイブリッド    | 実施例2 | 550          | 2.4           | 2.5         | 2.5          | 1,400      | 1,300       | 1,400        | 0.7        | 0.7         | 0.7          |
| 5         | ハイブリッド    | 実施例3 | 550          | 2.6           | 2.6         | 2.6          | 1,200      | 1,200       | 1,300        | 0.7        | 0.7         | 0.7          |
| 6         | ハイブリッド    | 実施例4 | 550          | 1.9           | 2.0         | 1.9          | 1,600      | 1,500       | 1,500        | 0.7        | 0.7         | 0.7          |

実験No. 1では、耐食試験前のウエハ上温度均一性は良好であるが、耐食試験後はパーティクルが増え、表面粗さが劣化するため、ウエハ上温度均一性が劣化する。実験No. 2では、耐食試験後もウエハ上温度均一性が劣化しない点で極めて優れている。実験No. 3～6では、耐食試験後にウエハ上温度均一性が劣化しないという  
5 だけでなく、耐食試験前の初期のウエハ上温度均一性も実験No. 2よりも優れている。

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。

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  
10 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

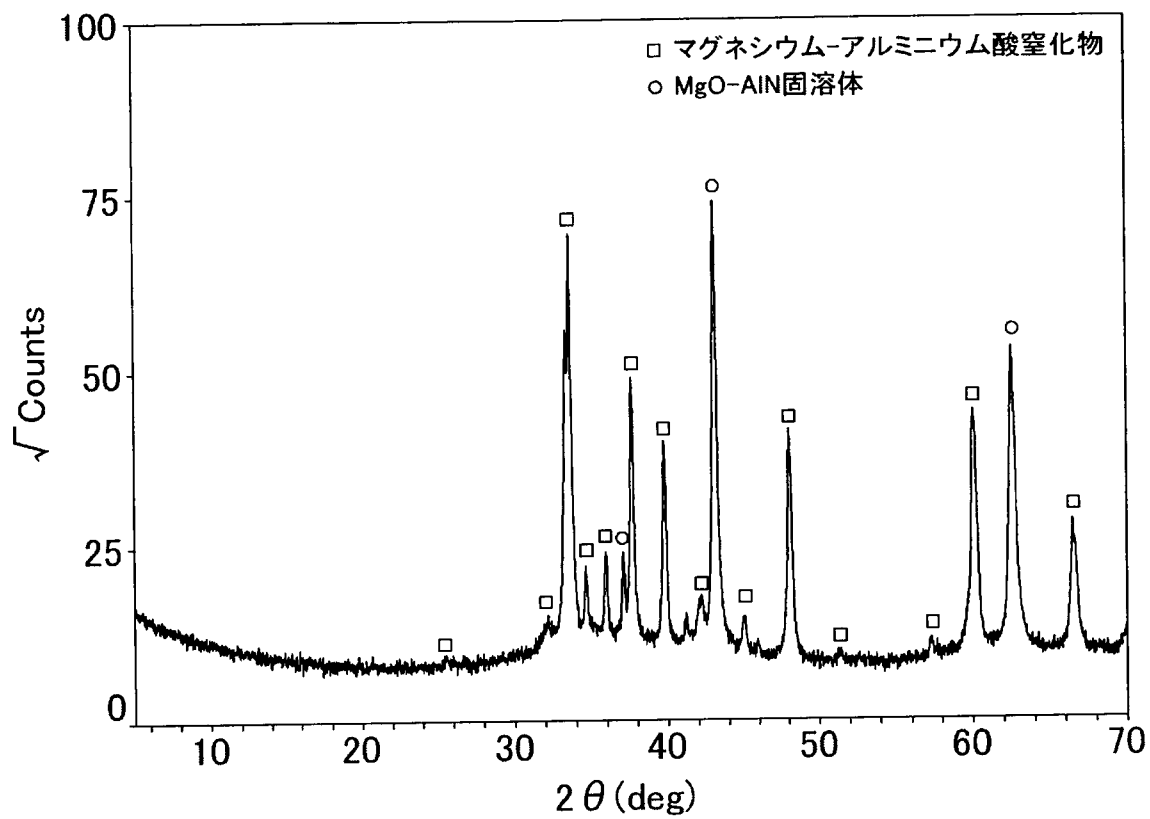
1. 半導体を加熱する加熱面を有するサセプターを備えている加熱装置であって、  
前記サセプターが、板状本体部と前記加熱面に面する表面耐食層とを備えており、  
5 前記表面耐食層がマグネシウム、アルミニウム、酸素及び窒素を主成分とするセラミックス材料からなり、このセラミックス材料が、CuK $\alpha$ 線を用いたときのXRDピークが少なくとも $2\theta = 47 \sim 50^\circ$ に現れるマグネシウム-アルミニウム酸窒化物相を主相とすることを特徴とする、加熱装置。
2. 前記サセプターが、前記板状本体部の背面を被覆する背面被覆層を備えており、  
10 この背面被覆層がマグネシウム、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 $\alpha$ 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、請求項1記載の加熱装置。
3. 前記サセプターが、前記板状本体部の側面を被覆する側面耐食層を備えており、  
15 この側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 $\alpha$ 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、請求項1または2記載の加熱装置。
4. 前記表面耐食層、前記背面被覆層および前記側面耐食層のうち少なくとも一つ  
20 と前記板状本体部との間に設けられる中間層を備えていることを特徴とする、請求項1～3のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。
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加熱装置。
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  
25 の加熱装置。
7. 前記板状本体部の内部に埋設されている発熱体、および前記支持部の内側空間に收容されており、前記発熱体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記載の加熱装置。

## 31

8. 前記  $2\theta$  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加熱装置。
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  $\text{MgO}-\text{AlN}$  固溶体の結晶相を副相とする、請求項 1 ～ 7 のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。
10. 前記  $\text{MgO}-\text{AlN}$  固溶体は、 $\text{CuK}\alpha$  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、請求項 9 記載の加熱装置。
- 10 11. 前記  $\text{MgO}-\text{AlN}$  固溶体は、 $\text{CuK}\alpha$  線を用いたときの  $(111)$  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、請求項 10 記載の加熱装置。
12. 前記セラミックス材料が  $\text{AlN}$  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加熱装置。
- 15 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加熱装置。

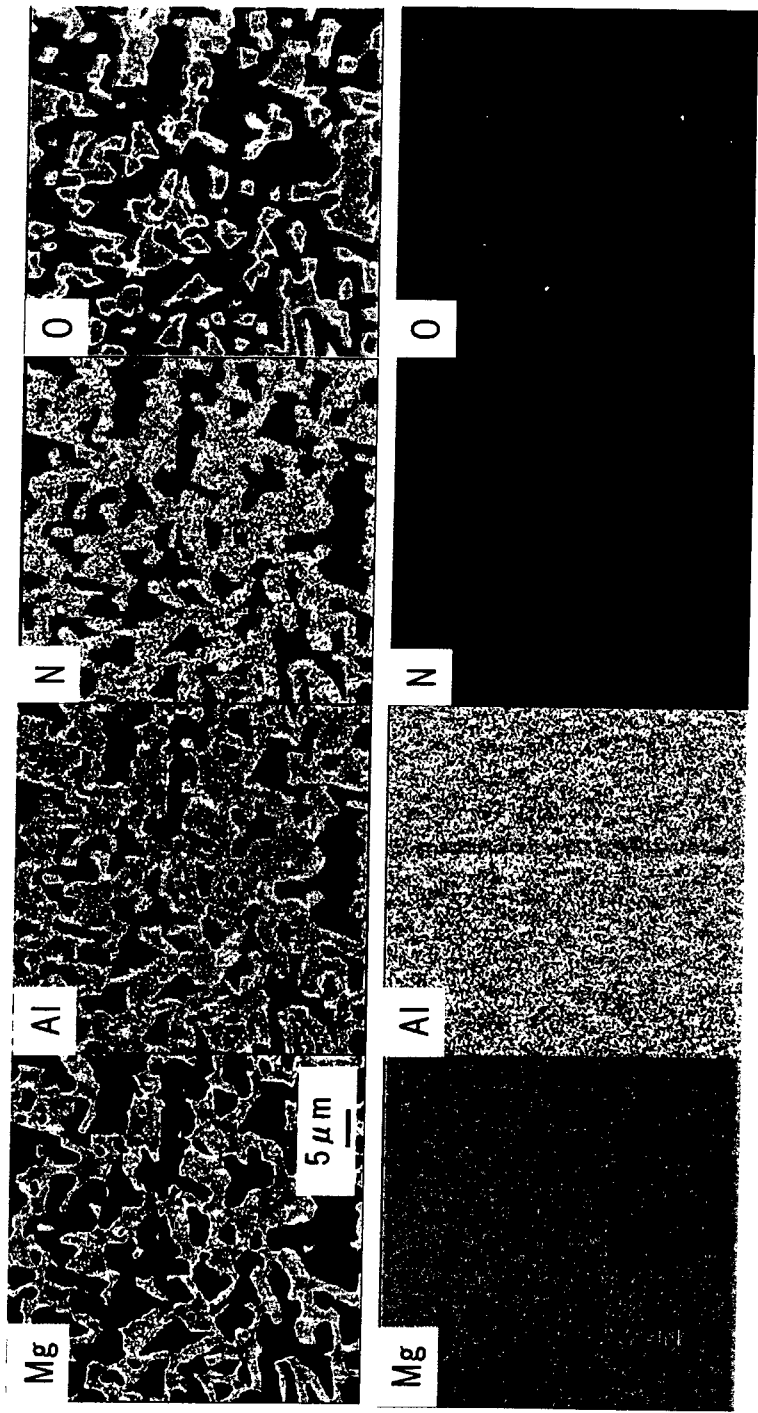
1/12

## 第 1 図



2/12  
第 2 図

濃度 高 低



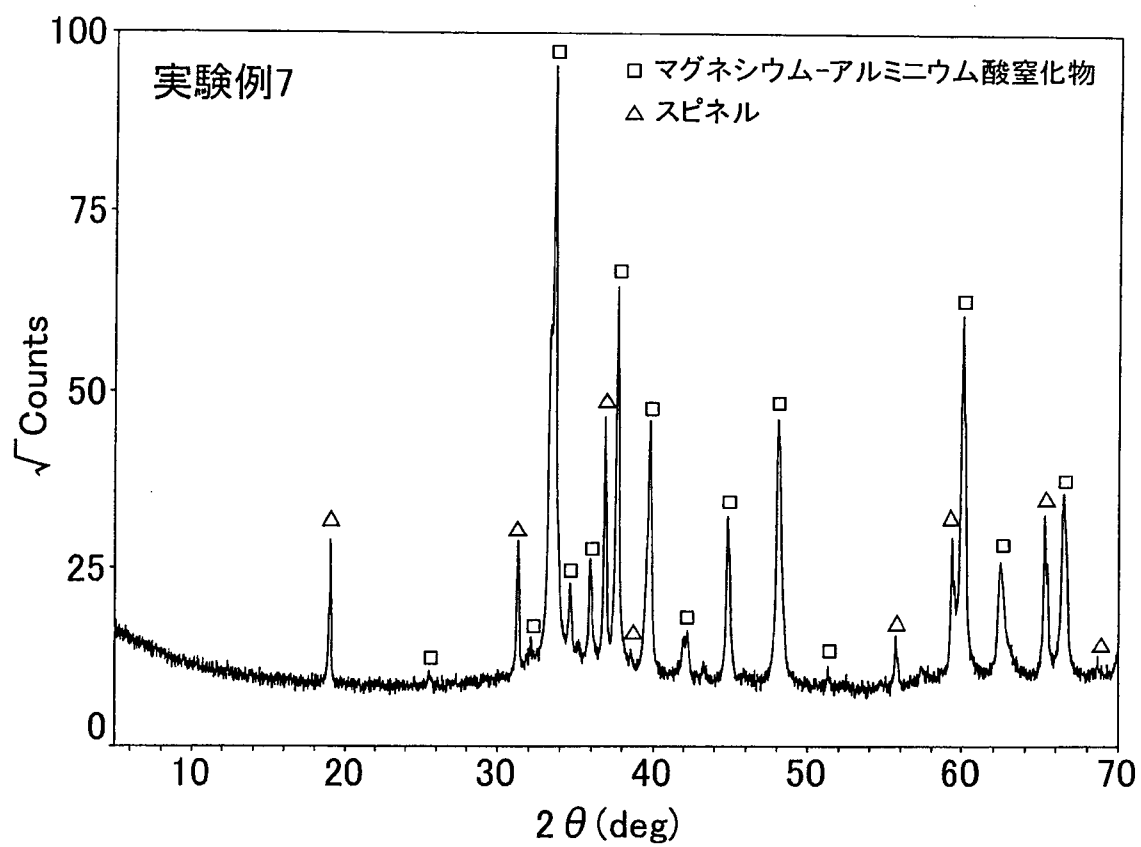
実験例1

実験例4

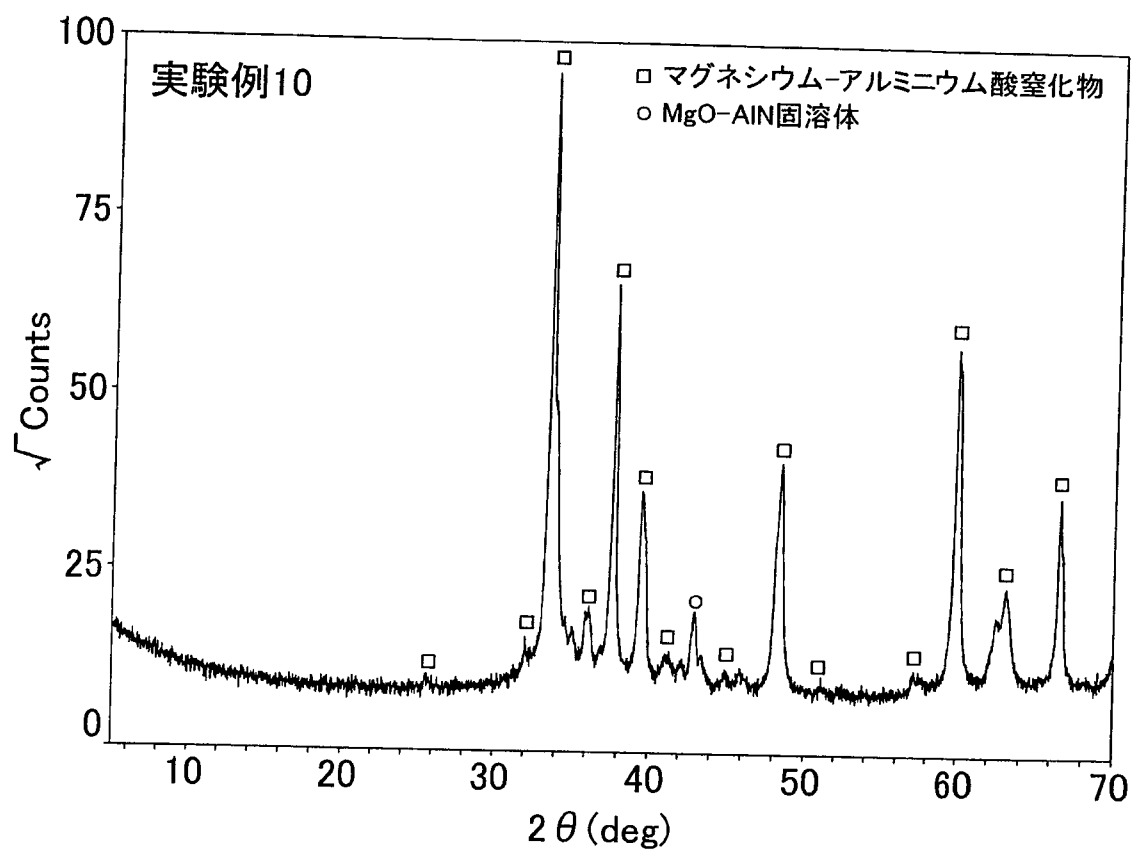
x: マグネシウム-アルミニウム酸窒化物  
y: MgO-AIN固溶体  
z: スピネル材

3/12

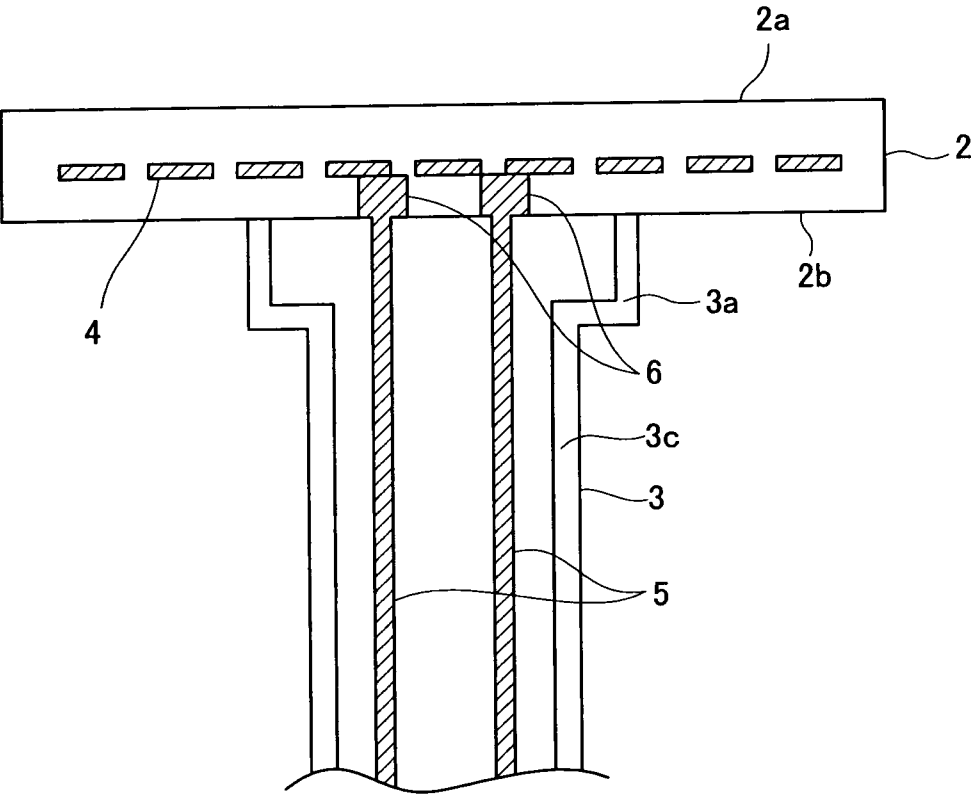
## 第 3 図



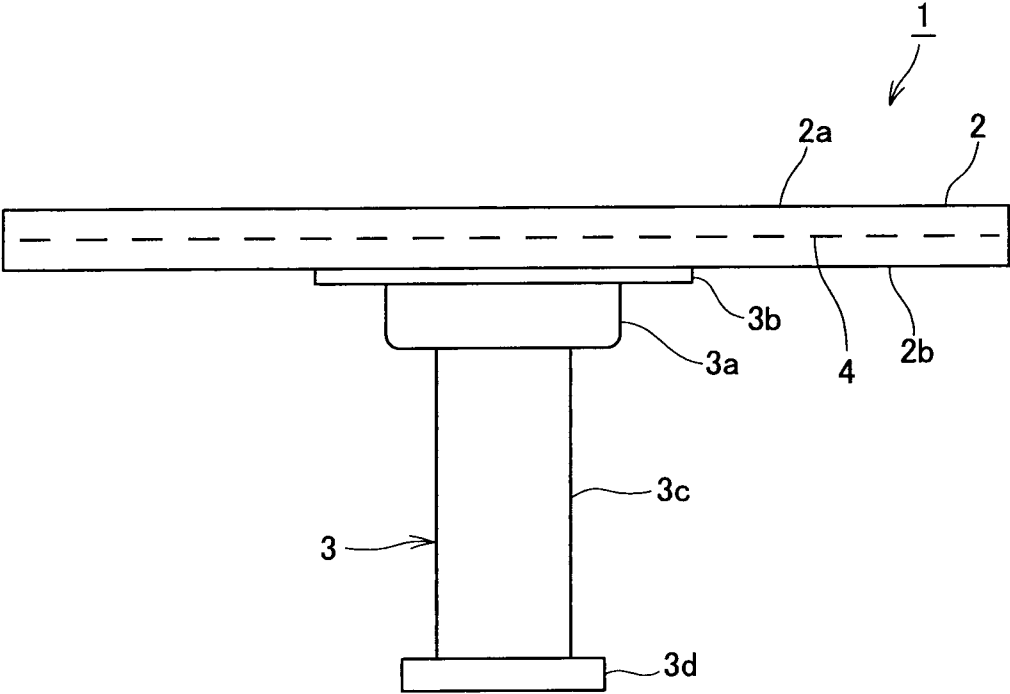
## 第 4 図



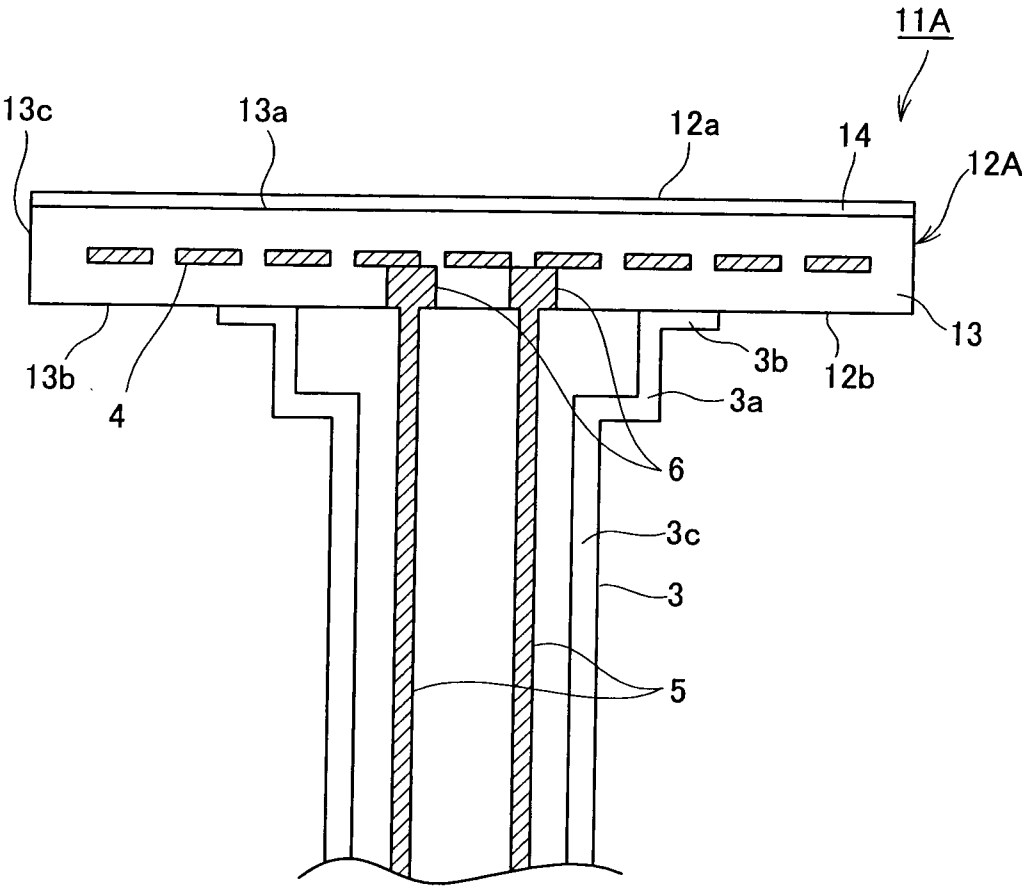
第 5 図



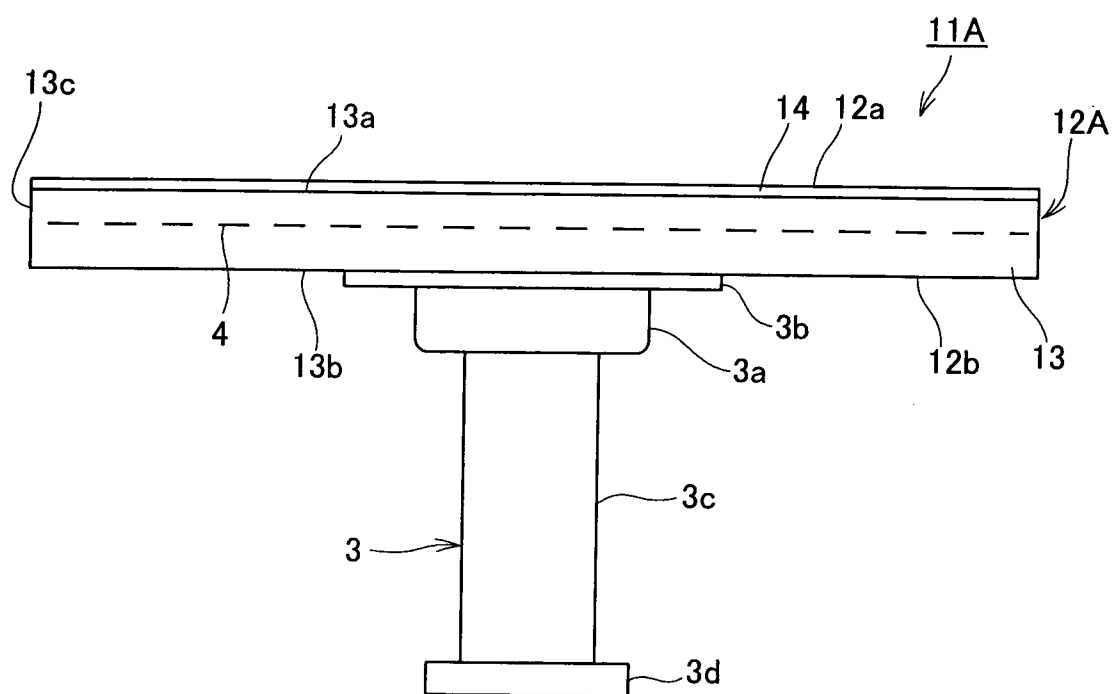
第 6 図



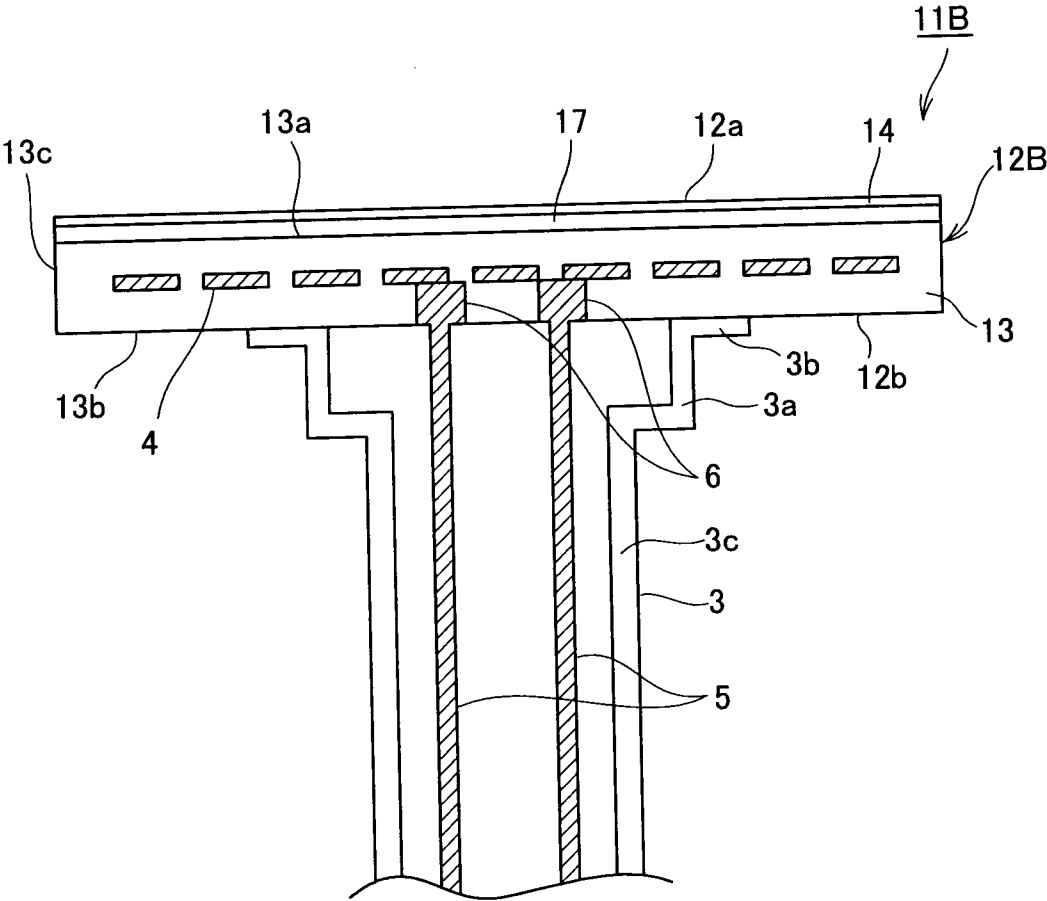
第 7 図



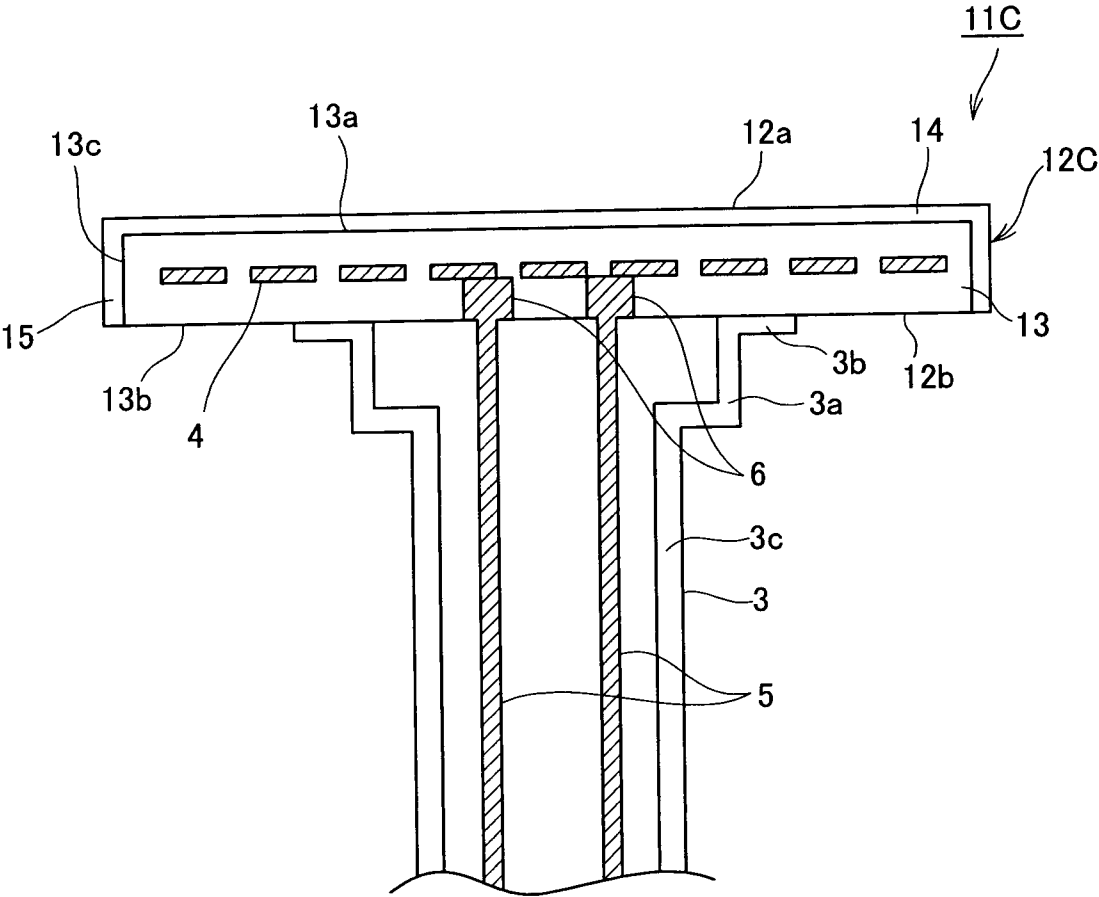
第 8 図



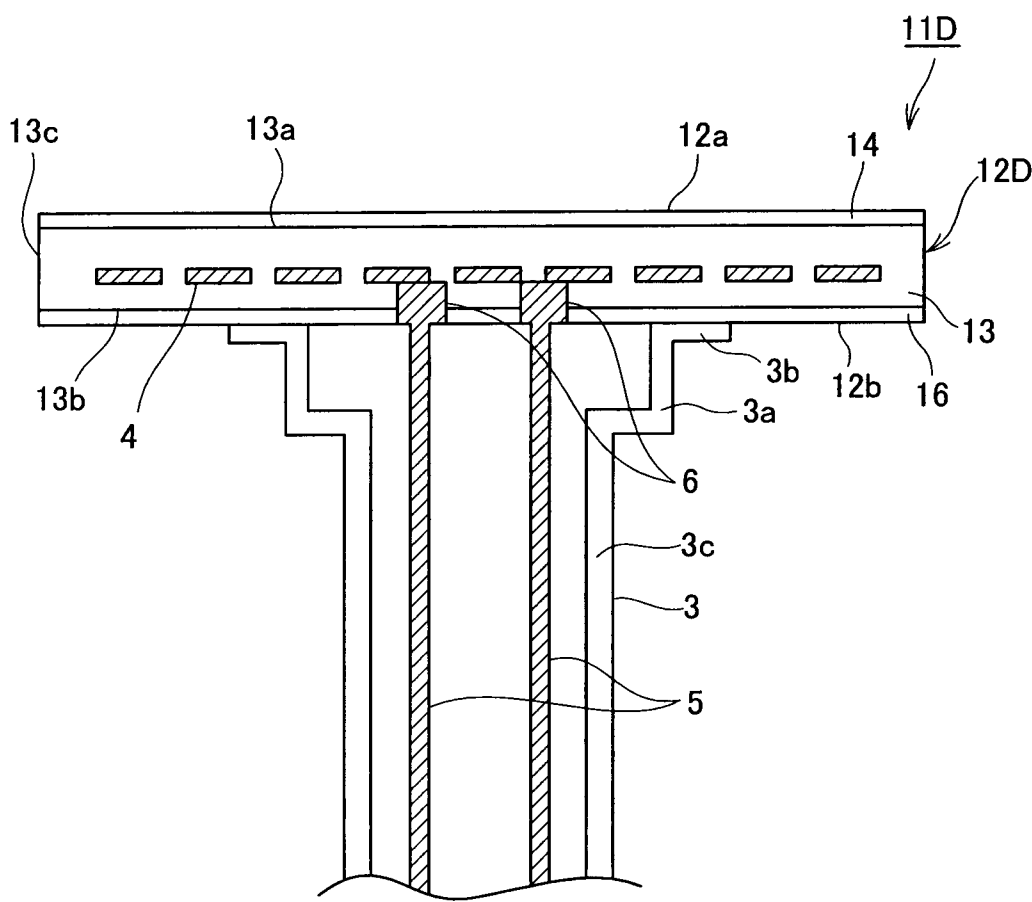
第 9 図



第 10 図

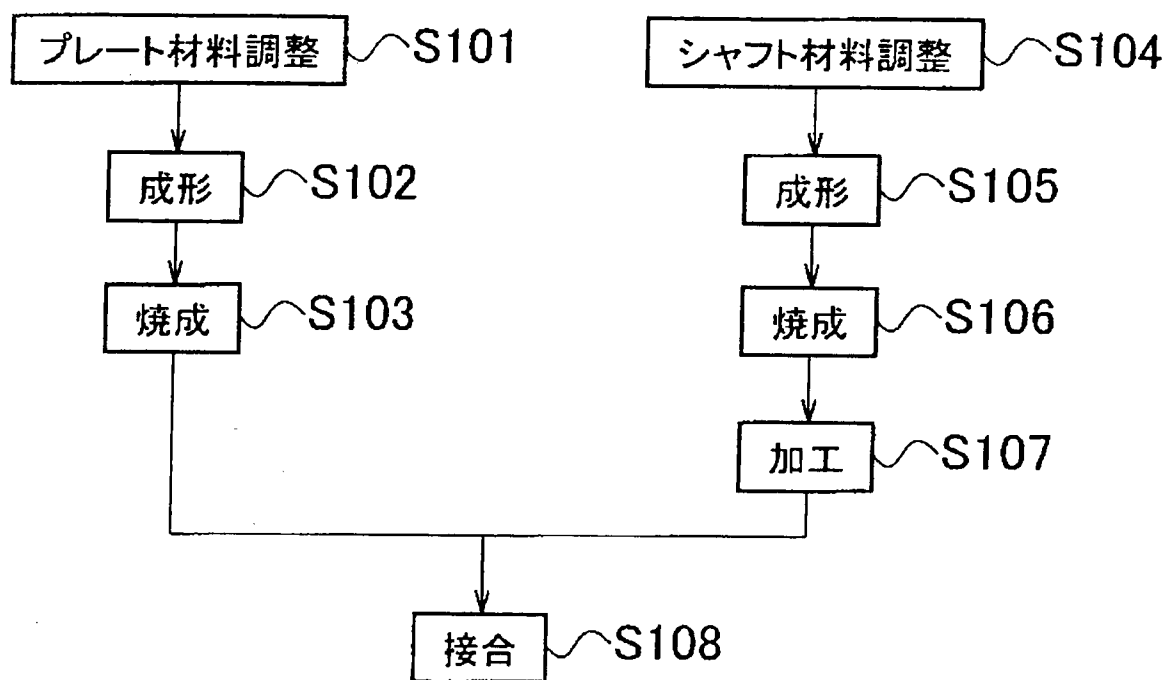


第11図



12/12

## 第12図



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/073770

## 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.),<br>15 February 2000 (15.02.2000),<br>claims; paragraphs [0022], [0032] to [0036],<br>[0043], [0095] to [0101]; fig. 1, 10<br>& US 6239402 B1 | 1-13                  |
| Y         | JP 2007-84367 A (Matsushita Electric Works,<br>Ltd.),<br>05 April 2007 (05.04.2007),<br>claims; paragraphs [0018], [0025], [0032],<br>[0034]<br>(Family: none)                       | 1-13                  |
| Y         | JP 5-319937 A (Toshiba Corp.),<br>03 December 1993 (03.12.1993),<br>claims; paragraphs [0010], [0013], [0014]<br>(Family: none)                                                      | 4                     |

☒ 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  
07 November, 2011 (07.11.11)

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/JP2011/073770

**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.),<br>15 November 2007 (15.11.2007),<br>paragraphs [0002], [0017], [0034], [0038],<br>[0070]<br>& US 2007/0258281 A1 & EP 1852874 A1<br>& DE 602006013948 D & KR 10-2007-0108052 A<br>& CN 101067967 A                                                                                  | 1-13                  |
| A         | JP 4-304359 A (Pechiney Electrometallurgie),<br>27 October 1992 (27.10.1992),<br>claims; paragraphs [0022], [0032], [0033]<br>& US 5314675 A & EP 494129 A1<br>& DE 69200351 C & FR 2671339 A<br>& ES 2060460 T & ZA 9200013 A<br>& AU 1000792 A & CA 2058682 A<br>& BR 9200009 A & KR 10-0235522 B<br>& CA 2058682 A1 | 1-13                  |
| A         | JP 2005-203456 A (NGK Insulators, Ltd.),<br>28 July 2005 (28.07.2005),<br>claims; paragraph [0016]<br>& US 2005/0173412 A1 & TW 251895 B<br>& KR 10-2005-0074930 A                                                                                                                                                     | 1-13                  |
| A         | JP 62-28917 A (Hitachi, Ltd.),<br>06 February 1987 (06.02.1987),<br>claims; example 1; page 4, lower right column,<br>lines 3 to 4<br>(Family: none)                                                                                                                                                                   | 1-13                  |
| A         | JP 2008-115065 A (Okayama Ceramics Research<br>Foundation),<br>22 May 2008 (22.05.2008),<br>claims; paragraph [0017]; fig. 1<br>(Family: none)                                                                                                                                                                         | 1-13                  |
| A         | JP 6-37207 A (Ibiden Co., Ltd.),<br>10 February 1994 (10.02.1994),<br>claims; paragraphs [0028] to [0031]; fig. 1<br>(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   | 1 9 2 2 - 1 9 9 6 年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1 9 7 1 - 2 0 1 1 年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1 9 9 6 - 2 0 1 1 年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1 9 9 4 - 2 0 1 1 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<br>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<br>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,<br>【0022】、【0032】 - 【0036】、【0043】、【0095】<br>- 【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,<br>【0018】、【0025】、【0032】、【0034】 (ファミリー<br>なし)                               | 1-13           |
| Y               | JP 5-319937 A (株式会社東芝) 1993.12.03, 特許請求の範囲, 【0<br>010】、【0013】、【0014】 (ファミリーなし)                                             | 4              |

☒ 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

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 7 . 1 1 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

1 5 . 1 1 . 2 0 1 1

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 1 0 0 - 8 9 1 5

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

9 2 7 0

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 5

## C (続き) . 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>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<br>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           |