(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 119731366 A
(43)申请公布日 2025.03.28

(21)申请号 202380060506.9
(22)申请日 2023.06.21
(30)优先权数据
2022-131021 2022.08.19 JP
2022-175428 2022.11.01 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2025.02.18
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2023/022986 2023.06.21
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2024/038674 JA 2024.02.22
(71)申请人 AGC株式会社
地址 日本
申请人 翼真空理研株式会社
(72)发明人 小川修平 小川朝敬 石川道夫 谷村径夫 冈田英一
(74)专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
专利代理师 李书慧
(51)Int.Cl.
C23C 14/08(2006.01)
C01F 17/218(2006.01)
C23C 14/22(2006.01)
C23C 14/48(2006.01)
C25D 11/18(2006.01)
H01L 21/3065(2006.01)
H01L 21/31(2006.01)

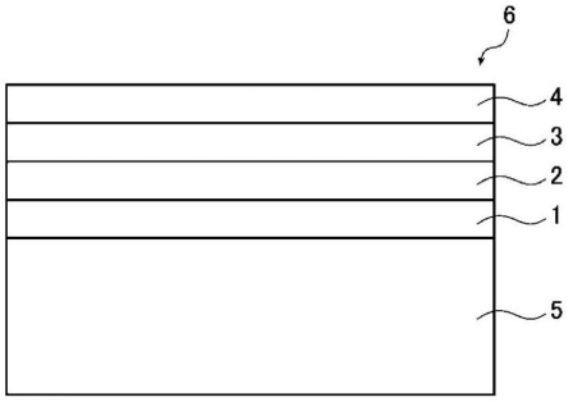
权利要求书2页 说明书16页 附图3页

(54)发明名称

钇质保护膜和其制造方法以及部件

(57)摘要

本发明提供一种耐等离子体性和外观优异的钇质保护膜。本发明提供一种钇质保护膜,含有氧化钇,气孔率小于0.5体积%,维氏硬度为800HV以上。该钇质保护膜优选厚度为0.3μm以上,微晶尺寸为40nm以下,Y_2O_3的(222)晶面的取向度为50%以上,氢原子数为5.0×10^{21}个/cm^3以下,压缩应力为100~1700MPa。



CN 119731366 A

1.一种钇质保护膜,含有氧化钇,气孔率小于0.5体积%,维氏硬度为800HV以上。

2.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,厚度为0.3μm以上。

3.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,厚度为15μm以下。

4.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,微晶尺寸为40nm以下。

5.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,微晶尺寸为6nm以上。

6.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,Y_2O_3的(222)晶面的取向度为50%以上。

7.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,氢原子数为5.0×10^{21}个/cm^3以下。

8.根据权利要求1所述的钇质保护膜,其中,压缩应力为100~1700MPa。

9.一种部件,具有:基材,以及配置于所述基材的表面即成膜面的权利要求1~8中任一项所述的钇质保护膜。

10.根据权利要求9所述的部件,其中,所述基材由选自碳、陶瓷和金属中的至少1种构成,

所述陶瓷为选自玻璃、石英、氧化铝、氮化铝、堇青石、氧化钇、碳化硅、Si含浸碳化硅、氮化硅、赛隆和氮氧化铝中的至少1种,

所述金属为选自铝和含有铝的合金中的至少1种。

11.根据权利要求9所述的部件,其中,所述基材由氧化铝构成。

12.根据权利要求9所述的部件,其中,所述基材由石英构成。

13.根据权利要求9所述的部件,其中,所述成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计小于1.0μm。

14.根据权利要求9所述的部件,其中,所述成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计为0.01μm以上。

15.根据权利要求9所述的部件,其中,所述成膜面的最大长度为30mm以上。

16.根据权利要求9所述的部件,其中,在所述基材与所述钇质保护膜之间具有1层以上的基底层,

所述基底层含有选自Al_2O_3、SiO_2、Y_2O_3、MgO、ZrO_2、La_2O_3、Nd_2O_3、Yb_2O_3、Eu_2O_3和Gd_2O_3中的至少1种氧化物。

17.根据权利要求16所述的部件,其中,在所述基材与所述钇质保护膜之间具有2层以上的所述基底层,

所述氧化物在邻接的所述基底层彼此之间相互不同。

18.根据权利要求9所述的部件,其中,所述基材具有规定最大长度的第一成膜面和与所述第一成膜面不同的第二成膜面作为所述成膜面,

所述第一成膜面与所述第二成膜面所成的角为20°~120°,

所述第二成膜面的面积相对于所述成膜面的总面积的比例为60%以下。

19.根据权利要求9所述的部件,其在等离子体蚀刻装置或等离子体CVD装置的内部使用。

20.一种钇质保护膜的制造方法,是制造权利要求1~8中任一项所述的钇质保护膜的方法,在真空中,一边照射选自氧、氩、氖、氮和氙中的至少1种元素的离子,一边使蒸发源蒸发而附着于基材,

作为所述蒸发源,使用Y_2O_3。

21.根据权利要求20所述的钇质保护膜的制造方法,其中,在使所述蒸发源附着于所述基材之前,以300℃以上对所述基材进行加热。

22.根据权利要求20所述的钇质保护膜的制造方法,其中,在使所述蒸发源附着于所述基材之前,在所述基材的表面形成1层以上的基底层,

所述基底层含有选自Al_2O_3、SiO_2、Y_2O_3、MgO、ZrO_2、La_2O_3、Nd_2O_3、Yb_2O_3、Eu_2O_3和Gd_2O_3中的至少1种氧化物。

钇质保护膜和其制造方法以及部件

技术领域

[0001] 本发明涉及钇质保护膜和其制造方法以及部件。

背景技术

[0002] 在制造半导体设备时,例如,在腔室内通过使用卤系气体的等离子体的干式蚀刻对半导体基板(硅晶片)的表面进行微细加工,或者在干式蚀刻后使用氧气的等离子体对取出半导体基板后的腔室内进行清洁。

[0003] 此时,在腔室内暴露于等离子体的部件有时发生腐蚀,且腐蚀部分从受腐蚀的部件呈粒子状脱落。脱落的粒子(颗粒)可能附着于半导体基板,成为给电路带来缺陷的异物。

[0004] 因此,以往,作为保护暴露于等离子体中的部件的保护膜,已知有含有氧化钇(Y_2O_3)的保护膜(钇质保护膜)。

[0005] 专利文献1中公开了一种通过喷镀而形成的含有氧化钇的喷镀被膜。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开2018—76546号公报

发明内容

[0009] 本发明人等进行了研究,结果可知以往的钇质保护膜存在耐等离子体性(对等离子体的耐腐蚀性)不充分的情况。

[0010] 另外,存在钇质保护膜的外观产生不良的情况(例如,钇质保护膜产生裂纹,或者产生皱褶的情况)。该情况下,根据用途,不适合将钇质保护膜直接使用。

[0011] 本发明是鉴于以上方面而作出的,其目的在于提供一种耐等离子体性和外观优异的钇质保护膜。

[0012] 本发明人等进行了深入研究,结果发现通过采用下述构成,可实现上述目的,从而完成了本发明。

[0013] 即,本发明提供以下的[1]~[22]。

[0014] [1]一种钇质保护膜,含有氧化钇,气孔率小于0.5体积%,维氏硬度为800HV以上。

[0015] [2]根据上述[1]所述的钇质保护膜,其中,厚度为0.3μm以上。

[0016] [3]根据上述[1]或[2]所述的钇质保护膜,其中,厚度为15μm以下。

[0017] [4]根据上述[1]~[3]中任一项所述的钇质保护膜,其中,微晶尺寸为40nm以下。

[0018] [5]根据上述[1]~[4]中任一项所述的钇质保护膜,其中,微晶尺寸为6nm以上。

[0019] [6]根据上述[1]~[5]中任一项所述的钇质保护膜,其中,Y_2O_3的(222)晶面的取向度为50%以上。

[0020] [7]根据上述[1]~[6]中任一项所述的钇质保护膜,其中,氢原子数为5.0×10^{21}个/cm^3以下。

[0021] [8]根据上述[1]~[7]中任一项所述的钇质保护膜,其中,压缩应力为100~

1700MPa。

[0022] [9]一种部件,具有:基材,以及配置于上述基材的表面即成膜面的上述[1]~[8]中任一项所述的钇质保护膜。

[0023] [10]根据上述[9]所述的部件,其中,上述基材由选自碳、陶瓷和金属中的至少1种构成,上述陶瓷为选自玻璃、石英、氧化铝、氮化铝、堇青石、氧化钇、碳化硅、Si含浸碳化硅、氮化硅、赛隆和氮氧化铝中的至少1种,上述金属为选自铝和含铝合金中的至少1种。

[0024] [11]根据上述[9]所述的部件,其中,上述基材由氧化铝构成。

[0025] [12]根据上述[9]所述的部件,其中,上述基材由石英构成。

[0026] [13]根据上述[9]~[12]中任一项所述的部件,其中,上述成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计小于1.0μm。

[0027] [14]根据上述[9]~[13]中任一项所述的部件,其中,上述成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计为0.01μm以上。

[0028] [15]根据上述[9]~[14]中任一项所述的部件,其中,上述成膜面的最大长度为30mm以上。

[0029] [16]根据上述[9]~[15]中任一项所述的部件,其中,在上述基材与上述钇质保护膜之间具有1层以上的基底层,上述基底层含有选自Al_2O_3、SiO_2、Y_2O_3、MgO、ZrO_2、La_2O_3、Nd_2O_3、Yb_2O_3、Eu_2O_3和Gd_2O_3中的至少1种氧化物。

[0030] [17]根据上述[16]所述的部件,其中,在上述基材与上述钇质保护膜之间具有2层以上的上述基底层,上述氧化物在邻接的上述基底层彼此之间相互不同。

[0031] [18]根据上述[9]~[17]中任一项所述的部件,其中,上述基材具有规定最大长度的第一成膜面和与上述第一成膜面不同的第二成膜面作为上述成膜面,上述第一成膜面与上述第二成膜面所成的角为20°~120°,上述第二成膜面的面积相对于上述成膜面的总面积的比例为60%以下。

[0032] [19]根据上述[9]~[18]中任一项所述的部件,其在等离子体蚀刻装置或等离子体CVD装置的内部使用。

[0033] [20]一种钇质保护膜的制造方法,是制造上述[1]~[8]中任一项所述的钇质保护膜的方法,在真空中,一边照射选自氧、氩、氖、氮和氙中的至少1种元素的离子,一边使蒸发源蒸发而附着于基材,作为上述蒸发源,使用Y_2O_3。

[0034] [21]根据上述[20]所述的钇质保护膜的制造方法,其中,在使上述蒸发源附着于上述基材之前,以300℃以上对上述基材进行加热。

[0035] [22]根据上述[20]或[21]所述的钇质保护膜的制造方法,其中,在使上述蒸发源附着于上述基材之前,在上述基材的表面形成1层以上的基底层,上述基底层含有选自Al_2O_3、SiO_2、Y_2O_3、MgO、ZrO_2、La_2O_3、Nd_2O_3、Yb_2O_3、Eu_2O_3和Gd_2O_3中的至少1种氧化物。

[0036] 根据本发明,可以提供一种耐等离子体性和外观优异的钇质保护膜。

附图说明

[0037] 图1是示出部件的一个例子的示意图。

[0038] 图2是切去环状基材的一半而示出的示意图。

[0039] 图3是示出另一环状基材的截面的一部分的示意图。

[0040] 图4是示出又一环状基材的截面的一部分的示意图。

[0041] 图5是示出在钇质保护膜的制造中使用的装置的示意图。

[0042] 图6是例1的钇质保护膜的XRD图。

[0043] 图7是例1的钇质保护膜的表面SEM照片。

[0044] 图8是例1的钇质保护膜的截面SEM照片。

具体实施方式

[0045] 本发明中的术语的含义如下。

[0046] 使用“~”表示的数值范围是指包含“~”前后记载的数值作为下限值和上限值的范围。

[0047] [钇质保护膜]

[0048] 本实施方式的钇质保护膜含有氧化钇,气孔率小于0.5体积%,维氏硬度为800HV以上。

[0049] 以下,也将钇质保护膜简称为“保护膜”,也将本实施方式的钇质保护膜(保护膜)称为“本保护膜”。

[0050] 本保护膜的耐等离子体性和外观优异。

[0051] 以下,对本保护膜进行更详细的说明。

[0052] 〈维氏硬度〉

[0053] 出于本保护膜的耐等离子体性优异这样的理由,本保护膜的维氏硬度为800HV以上,优选为1000HV以上,更优选为1100HV以上,进一步优选为1200HV以上,特别优选为1250HV以上,最优选为1300HV以上。

[0054] 另一方面,本保护膜的维氏硬度例如为1800HV以下,优选为1600HV以下。

[0055] 为了使维氏硬度为上述范围,优选通过后述的方法(本制造方法)来制造保护膜。

[0056] 保护膜的维氏硬度依据JIS Z 2244而求出。

[0057] 更详细而言,本保护膜的维氏硬度为使用显微维氏硬度计(HM—220,三丰公司制)利用对面角136°的金刚石压头在负载试验力0.049N时求出的维氏硬度(HV0.005)。

[0058] 〈气孔率〉

[0059] 出于本保护膜的耐等离子体性和外观优异这样的理由,本保护膜的气孔率小于0.5体积%,优选为0.3体积%以下,更优选为0.2体积%以下,进一步优选为0.1体积%以下。

[0060] 为了使气孔率为上述范围,优选通过后述的方法(本制造方法)来制造保护膜。

[0061] 保护膜的气孔率如下求出。

[0062] 首先,使用聚焦离子束(FIB),从保护膜的表面朝向基材以52°的角度在厚度方向对保护膜和后述的基材的一部分实施倾斜加工,使截面露出。使用场发射扫描电子显微镜(FE—SEM)以20000倍的倍率对露出的截面进行观察,拍摄其截面图像。

[0063] 截面图像在多个部位进行拍摄。具体而言,例如,在保护膜和基材为圆形形状的情况下,在保护膜的表面(或基材的表面)的中央的1点和位于距外周10mm的位置的4点的合计5点进行拍摄,截面图像的大小为6μm×5μm。在保护膜的厚度为5μm以上的情况下,以能够在厚度方向对整个保护膜的截面进行观察的方式在多个拍摄部位分别拍摄截面图像。

[0064] 接着,通过使用图像解析软件(ImageJ,NationalInstitute of Health公司制)对得到的截面图像进行解析来确定截面图像中的气孔部分的面积。算出相对于保护膜的整个截面的面积的气孔部分的面积的比例,将其视为保护膜的气孔率(单位:体积%)。应予说明,对于无法利用图像解析软件检测的程度的微细的气孔(孔径为20nm以下的气孔),将其面积视为0。

[0065] 〈组成〉

[0066] 本保护膜含有氧化钇(Y_2O_3)。本保护膜的Y_2O_3含量优选为95质量%以上,更优选为98质量%以上,进一步优选为100质量%。

[0067] 利用后述的方法(本制造方法)而制造的保护膜实质上仅由Y_2O_3构成,其Y_2O_3含量满足上述范围。

[0068] 〈取向度〉

[0069] 在增大保护膜的面积的情况下,从抑制保护膜中产生裂纹(包括皱褶。以下同样)的观点出发,保护膜的Y_2O_3的(222)晶面的取向度(以下,也简称为"取向度")优选较高。

[0070] 具体而言,取向度优选为50%以上,更优选为65%以上,进一步优选为80%以上。

[0071] 为了使取向度为上述范围,优选通过后述的方法(本制造方法)来制造保护膜。

[0072] 取向度是在保护膜的XRD图(参照图6)中将Y_2O_3的各晶面的峰强度的合计设为100时的(222)晶面的峰强度的比例(单位:%)。

[0073] 保护膜的XRD图通过使用X射线衍射仪(D8 DISCOVER Plus,Bruker公司制)在下述条件下以微小部2D(二维)模式进行XRD测定而得到。

[0074] • X射线源:CuKα射线(输出:45kV,电流:120mA)

[0075] • 扫描范围:2θ=10°~80°

[0076] • 步进时间:0.2s/step

[0077] • 扫描速度:10°/min

[0078] • 步进宽度:0.02°

[0079] • 检测器:多模式检测器EIGER(2D模式)

[0080] • 入射侧光学系统:多层膜镜+1.0mmφ微狭缝+1.0mmφ准直器

[0081] • 受光侧光学系统:OPEN

[0082] 〈微晶尺寸〉

[0083] 如上所述,例如,从暴露于等离子体的部件脱落的粒子(颗粒)附着于半导体基板,可能成为给电路带来缺陷的异物。

[0084] 此时,颗粒的尺寸越小,越能够抑制缺陷的产生。

[0085] 因此,本保护膜的微晶尺寸优选为40nm以下,更优选为30nm以下,进一步优选为20nm以下,更进一步优选为15nm以下,特别优选为11nm以下,更特别优选为10nm以下,非常优选为9nm以下,最优选为8nm以下。

[0086] 另一方面,本保护膜的微晶尺寸优选为2nm以上,更优选为6nm以上,进一步优选为7nm以上。

[0087] 为了使微晶尺寸为上述范围,优选通过后述的方法(本制造方法)来制造保护膜。

[0088] 保护膜中的微晶尺寸基于由镜面研磨后的保护膜的XRD测定得到的XRD图的数据,使用谢乐公式而求出。

[0089] 〈厚度〉

[0090] 本保护膜的厚度例如为0.3μm以上,优选为1.0μm以上,更优选为1.5μm以上,进一步优选为5μm以上,特别优选为10μm以上,最优选为15μm以上。

[0091] 另一方面,本保护膜的厚度如为300μm以下,优选为200μm以下,更优选为100μm以下,进一步优选为50μm以下,特别优选为30μm以下。本保护膜的厚度可以为10μm以下。

[0092] 保护膜的厚度如下测定。

[0093] 使用扫描式电子显微镜(SEM)对保护膜的截面进行观察,在任意5点测定保护膜的厚度,将所测定的5点的平均值视为该保护膜的厚度(单位:μm)。

[0094] 〈氢原子数〉

[0095] 本保护膜的氢原子数优选较少。由此,本保护膜的耐等离子体性更优异。

[0096] 其理由推测如下。即,如果保护膜中的氢较多,则该氢容易与等离子体(或者用于产生等离子体的气体)中所含的氟反应,其结果,保护膜容易损伤。另一方面,如果保护膜中的氢较少,则相对地与氟的反应减少,保护膜的损伤得到抑制。

[0097] 具体而言,本保护膜的氢原子数(膜内氢原子数)优选为5.0×10^{21}个/cm^3以下,更优选为4.5×10^{21}个/cm^3以下,进一步优选为3.5×10^{21}个/cm^3以下,更进一步优选为3.0×10^{21}个/cm^3以下,特别优选为2.5×10^{21}个/cm^3以下,最优选为2.3×10^{21}个/cm^3以下。

[0098] 应予说明,保护膜中的氢受后述的基材中所含的水分的影响的可能性较高。

[0099] 特别是,在基材的材质为陶瓷的情况下,可以通过在保护膜的形成前对基材进行加热(预加热)来减少所形成的保护膜的氢原子数。

[0100] 此外,对于减少保护膜的氢原子数的方法,在下文进行叙述。

[0101] 另一方面,本保护膜的氢原子数优选为0.1×10^{21}个/cm^3以上,更优选为0.5×10^{21}个/cm^3以上。

[0102] 保护膜的氢原子数通过使用二次离子质谱仪(型号IMS—6f,AMETEK公司制)在一次离子种Cs^+、一次加速电压15.0kV、检测区域φ8μm、测定深度500nm的条件下求出。

[0103] 〈压缩应力〉

[0104] 本保护膜的应力(膜内应力、残余应力)并非拉伸应力,优选为压缩应力。

[0105] 本保护膜的压缩应力优选为100MPa以上,更优选为200MPa以上,进一步优选为300MPa以上。

[0106] 另一方面,本保护膜的压缩应力优选为1700MPa以下,更优选为1600MPa以下,进一步优选为1500MPa以下。

[0107] 保护膜的压缩应力如下求出。

[0108] 在石英玻璃制基板上形成保护膜,使用表面形状测定装置(Surfcom NEX 241SD2—13,东京精密公司制)对形成的保护膜的表面形状进行测定,由Stoney公式(下述式)求出保护膜的压缩应力(膜应力σ)。

[0109] Stoney公式如下表示。

[0110] $\sigma=Yd^2/6(1-\nu)t\times8h/c^2+4h2$

[0111] 上述式中,σ:膜应力,Y:基板的杨氏模量,d:基板的厚度,ν:基板的泊松比,t:保护膜的厚度,h:翘曲量,c:曲率半径。

[0112] [部件]

[0113] 图1是示出部件6的一个例子的示意图。

[0114] 部件6具有基材5和钇质保护膜4。

[0115] 如图1所示,在基材5与钇质保护膜4之间可以配置有基底层(基底层1、基底层2和基底层3)。但是,基底层并不限定于3层。

[0116] 本实施方式的部件(以下,也称为“本部件”)具有上述本保护膜作为钇质保护膜。

[0117] 本部件由于其表面由本保护膜覆盖,因此与本保护膜同样地,耐等离子体性优异。

[0118] 以下,对本部件所具备的各部进行详细说明。

[0119] 〈基材〉

[0120] 基材至少具有可形成钇质保护膜(或者后述的基底层)的表面。以下,为了方便起见,有时将该表面称为“成膜面”。

[0121] 《材质》

[0122] 基材的材质可根据部件的用途等而适当地选择。

[0123] 基材例如由选自碳(C)、陶瓷和金属中的至少1种构成。

[0124] 这里,陶瓷例如为选自玻璃(钠钙玻璃等)、石英、氧化铝(Al_2O_3)、氮化铝(AlN)、堇青石、氧化钇、碳化硅(SiC)、Si含浸碳化硅、氮化硅(SiN)、赛隆和氮氧化铝(AlON)中的至少1种。

[0125] Si含浸碳化硅通过将Si单质加热使其熔融并使其含浸于碳化硅(SiC)而得到。

[0126] 金属例如为选自铝(Al)和含有铝(Al)的合金中的至少1种。

[0127] 《形状》

[0128] 作为基材的形状,没有特别限定,例如,可举出平板状、环状、圆顶状、凹状或凸状,可根据部件的用途等而适当地选择。

[0129] 《成膜面的表面粗糙度》

[0130] 出于后述的理由,基材的成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计,优选小于1.0μm,更优选为0.6μm以下,进一步优选为0.3μm以下,更进一步优选为0.1μm以下,特别优选为0.08μm以下,更特别优选为0.05μm以下,非常优选为0.01μm以下,最优选为0.005μm以下。

[0131] 另一方面,基材的成膜面的表面粗糙度以算术平均粗糙度Ra计,优选为0.01μm以上,更优选为0.05μm以上,进一步优选为0.1μm以上。

[0132] 成膜面的表面粗糙度(算术平均粗糙度Ra)依据JISB0601:2001进行测定。

[0133] 《成膜面的最大长度》

[0134] 基材的成膜面的最大长度优选为30mm以上,更优选为100mm以上,进一步优选为200mm以上,更进一步优选为300mm以上,特别优选为500mm以上,非常优选为800mm以上,最优选为1000mm以上。

[0135] 应予说明,“最大长度”是指成膜面所具有的最大长度。具体而言,例如,在成膜面俯视为圆的情况下为其直径,在俯视为环的情况下为其外径,在俯视为四边形的情况下为最大对角线的长度。

[0136] 另一方面,成膜面的最大长度例如为2000mm以下,优选为1500mm以下。

[0137] 图2是切去环状的基材5的一半而示出的示意图。

[0138] 对于图2所示的基材5,例如,在外径D_1为100mm、内径D_2为90mm、厚度t为5mm的情况

下,其最大长度为100mm。

[0139] 基材5虽然具有成膜面7,但如图2所示,也可以具有规定最大长度(外径D_1)的第一成膜面7a和与第一成膜面7a不同的第二成膜面7b。

[0140] 第二成膜面7b的面积相对于成膜面7的总面积的比例例如为60%以下。

[0141] 图3是示出另一环状基材5的截面的一部分的示意图。

[0142] 如图3所示,基材5可以具有多个第二成膜面7b。

[0143] 图4是示出又一环状基材5的截面的一部分的示意图。

[0144] 第一成膜面7a与第二成膜面7b所成的角例如为20°~120°。在图4所示的基材5中,第一成膜面7a与第二成膜面7b所成的角约为30°,该第二成膜面7b与第一成膜面7a连接。

[0145] 〈基底层〉

[0146] 如上所述,在基材与钇质保护膜之间可以配置有1层以上的基底层。

[0147] 通过形成基底层,钇质保护膜的拉伸应力得到缓和并产生压缩应力,或者使钇质保护膜相对于基材的密合性增加。

[0148] 基底层的层数的上限没有特别限定,优选为5层以下,更优选为4层以下,进一步优选为3层以下,特别优选为2层以下,最优选为1层。

[0149] 基底层优选为非晶膜或微晶膜。

[0150] 基底层优选含有选自Al_2O_3、SiO_2、Y_2O_3、MgO、ZrO_2、La_2O_3、Nd_2O_3、Yb_2O_3、Eu_2O_3和Gd_2O_3中的至少1种氧化物。

[0151] 在基材与钇质保护膜之间配置2层以上的基底层的情况下,基底层的氧化物优选在邻接的基底层彼此之间相互不同。

[0152] 所谓在邻接的基底层彼此之间氧化物相互不同的情况,具体而言,例如,可举出基底层1的氧化物为“SiO_2”、基底层2的氧化物为“Al_2O_3+SiO_2”、基底层3的氧化物为“Al_2O_3”的情况。

[0153] 基底层的厚度分别优选为0.1μm以上,更优选为0.4μm以上,进一步优选为0.8μm以上。

[0154] 另一方面,基底层的厚度例如分别为15μm以下,优选为10μm以下,更优选为7μm以下,进一步优选为3μm以下。

[0155] 基底层的厚度与钇质保护膜的厚度同样地进行测定。

[0156] 〈部件的用途〉

[0157] 本部件例如在半导体设备制造装置(等离子体蚀刻装置、等离子体CVD装置等)的内部用作顶板等部件。

[0158] 但是,本部件的用途并不限定于此。

[0159] [钇质保护膜和部件的制造方法]

[0160] 接下来,对制造本实施方式的钇质保护膜的方法(以下,也称为“本制造方法”)进行说明。本制造方法也为制造上述本部件的方法。

[0161] 本制造方法为所谓的离子辅助蒸镀(IAD)法。

[0162] 概略而言,在真空中,一边照射离子,一边使蒸发源(Y_2O_3)蒸发而附着于基材,由此形成含有Y_2O_3的钇质保护膜。

[0163] 根据本制造方法,能够非常致密地形成钇质保护膜。即,得到的钇质保护膜的气孔

率小。另外,微晶尺寸也小。

[0164] 但是,钇质保护膜的厚度越增加,越容易产生裂纹。

[0165] 另外,通过增大成膜面的面积,形成于该成膜面的钇质保护膜的面积也增大。该情况下,也容易在钇质保护膜上产生裂纹。

[0166] 但是,根据本制造方法,可得到致密且硬的钇质保护膜。

[0167] 进而,在形成基底层的情况下,钇质保护膜的拉伸应力得到缓和。

[0168] 因此,由本制造方法得到的钇质保护膜即便厚度增加,或者面积增大,也不易产生裂纹。

[0169] 另外,基材的成膜面的表面粗糙度(算术平均粗糙度Ra)优选为上述范围。由此,形成的钇质保护膜变得更致密且硬,且不易产生裂纹。

[0170] 应予说明,利用喷镀法、气溶胶沉积(AD)法、离子镀覆(IP)法等方法时,得到的钇质保护膜上容易残留许多气孔。

[0171] 〈装置构成〉

[0172] 基于图5对本制造方法进行更详细的说明。

[0173] 图5是示出钇质保护膜的制造中使用的装置的示意图。

[0174] 图5所示的装置具有腔室11。腔室11的内部可以通过驱动真空泵(未图示)进行排气而形成真空。

[0175] 在腔室11的内部配置有坩埚12和坩埚13、以及离子枪14,在它们的上方配置有支架17。

[0176] 支架17与支撑轴16一体化,随着支撑轴16的旋转而旋转。在支架17的周围配置有加热器15。

[0177] 上述的基材5以其成膜面朝向下方的状态保持于支架17。保持于支架17的基材5一边由加热器15加热,一边随着支架17的旋转而旋转。

[0178] 进而,在腔室11安装有水晶式膜厚监测仪18和水晶式膜厚监测仪19。

[0179] 〈钇质保护膜的形成〉

[0180] 对图5所示的装置中在基材5上形成钇质保护膜(图5中未图示)的情况进行说明。

[0181] 首先,向坩埚12和坩埚13中的一者或两者填充蒸发源Y_2O_3。

[0182] 使基材5保持于支架17后,对腔室11的内部进行排气而形成真空。

[0183] 接下来,一边驱动加热器15,一边旋转支架17。由此,一边对基材5加热一边使其旋转。

[0184] 在该状态下实施离子辅助蒸镀而在基材5上进行成膜。

[0185] 即,一边由离子枪14照射离子(离子束),一边使填充于坩埚12和坩埚13中的一者或两者的蒸发源Y_2O_3蒸发。

[0186] 离子枪14所照射的离子优选为选自氧、氩、氖、氮和氙中的至少1种元素的离子。

[0187] 蒸发源通过照射电子束(未图示)而熔融和蒸发。

[0188] 由此,在基材5(的成膜面)上附着蒸发的蒸发源,形成钇质保护膜。

[0189] 《腔室内压力》

[0190] 成膜在真空中实施,具体而言,腔室11的内部的压力优选为6×10^{-2}Pa以下,更优选为5×10^{-2}Pa以下,进一步优选为3×10^{-2}Pa以下。

[0191] 另一方面,腔室11的内部的压力优选大于1×10^{-6}Pa,优选为1×10^{-5}Pa以上,更优选为1×10^{-4}Pa以上。

[0192] 《基材的温度》

[0193] 成膜中,由加热器15加热的基材5的温度优选为200℃以上,更优选为250℃以上。

[0194] 另一方面,该温度优选为400℃以下,更优选为350℃以下。

[0195] 《成膜速度》

[0196] 预先使用水晶式膜厚监测仪18和水晶式膜厚监测仪19分别对坩埚12和坩埚13的蒸发源蒸发而形成膜的速度(成膜速度)进行监测。

[0197] 成膜速度通过控制照射至蒸发源的电子束的条件、离子枪14的离子束的条件(电流值、电流密度等)来进行调整。

[0198] 钇质保护膜的成膜中,将各蒸发源的成膜速度(单位:nm/min)调整为期望的值。

[0199] 蒸发源Y_2O_3的成膜速度优选为1nm/min以上,更优选为1.5nm/min以上,进一步优选为2nm/min以上。

[0200] 蒸发源Y_2O_3的成膜速度优选为20nm/min以下,更优选为15nm/min以下,进一步优选为10nm/min以下。

[0201] 《离子照射的条件》

[0202] 离子枪14与基材5的距离优选为700mm以上,更优选为900mm以上。另一方面,该距离优选为1500mm以下,更优选为1300mm以下。

[0203] 离子束的电流值优选为1000mA以上,更优选为1500mA以上。另一方面,离子束电流值优选为3000mA以下,更优选为2500mA以下。

[0204] 出于得到的钇质保护膜变得更硬的理由,离子束电流密度优选为40μA/cm^2以上,更优选为65μA/cm^2以上,进一步优选为75μA/cm^2以上,特别优选为77μA/cm^2以上。

[0205] 另一方面,离子束电流密度优选为140μA/cm^2以下,更优选为120μA/cm^2以下,进一步优选为100μA/cm^2以下。

[0206] 〈基底层的形成〉

[0207] 优选在形成钇质保护膜之前在基材5的成膜面上形成上述的基底层(例如,基底层1、基底层2和基底层3)。

[0208] 基底层与钇质保护膜同样地实施离子辅助蒸镀而形成。

[0209] 例如,在形成由Al_2O_3构成的基底层的情况下,向坩埚12和坩埚13中的一者或两者填充Al_2O_3作为蒸发源,一边由离子枪14照射离子(离子束),一边使蒸发源蒸发让他附着于基材5的成膜面。

[0210] 形成基底层时的条件依据形成钇质保护膜时的条件。

[0211] 但是,基材有时包含结晶水。

[0212] 例如,如果将氧化铝(Al_2O_3)制基材从室温升温,则在520℃附近观测到由作为氧化铝的低温稳定相(例如勃姆石γ氧化铝)的水合物引起的结晶水的产生。

[0213] 如果在所形成的钇质保护膜中包含由基材的结晶水产生的水分,则钇质保护膜的氢原子数容易增加。

[0214] 因此,在使蒸发源Y_2O_3附着于基材的成膜面(即,形成钇质保护膜)之前,在基材的成膜面上形成基底层。

[0215] 由此,基材的至少成膜面被覆盖,因此,在所形成的钇质保护膜中不易包含基材的结晶水,进而钇质保护膜的氢原子数减少,因而优选。

[0216] 〈基材的预加热〉

[0217] 与基底层的形成同样,出于在钇质保护膜中不易包含基材的结晶水的理由,优选在使蒸发源Y_2O_3附着于基材的成膜面(即,形成钇质保护膜)之前将基材以高温进行加热(预加热)。

[0218] 预加热的温度优选为300℃以上,更优选为400℃以上,进一步优选为450℃以上,特别优选为500℃以上。

[0219] 另一方面,预加热的温度例如为800℃以下,优选为750℃以下,更优选为700℃以下。

[0220] 预加热的时间优选为60分钟以上,更优选为120分钟以上,进一步优选为240分钟以上,特别优选为480分钟以上。

[0221] 另一方面,预加热的时间优选为1200分钟以下,更优选为1000分钟以下,进一步优选为800分钟以下,特别优选为600℃以下。

[0222] 预加热的气氛例如为大气气氛。

[0223] 实施例

[0224] 以下,举出实施例对本发明进行具体说明。但是,本发明并不限定于以下说明的实施例。

[0225] 以下,例1～例27、例30～例31和例39～例42为实施例,例28～例29、例32～例33和例37～例38为比较例,例34～例36为参考例。

[0226] 〈例1〉

[0227] 使用基于图5说明的装置,以下述表1所示的条件来制造钇质保护膜(保护膜)。

[0228] 作为基材,使用由氧化铝(Al_2O_3)构成且具有直径(最大长度)为下述表1所示的值的成膜面的圆形形状的基材(厚度:10mm)。

[0229] 将该基材以保持于腔室内的支架的状态,在大气气氛下进行预加热。预加热的温度为下述表1所示的温度(单位:℃),预加热的时间为600分钟。在未对基材进行预加热的情况下,在预加热的温度的栏中记载“—”。

[0230] 接下来,以下述表1所示的制造条件在基材的成膜面形成下述表1所示的基底层和钇质保护膜(保护膜)。

[0231] 作为未记载于下述表1中的制造条件,由离子枪照射氧(O)离子,离子枪与基材的距离为1100mm,离子束的电流值为2000mA。

[0232] 图6是例1的钇质保护膜的XRD图。

[0233] 如图6所示,可知在例1的钇质保护膜中,立方晶结构的最密排晶面即(222)晶面优先取向。

[0234] 使用SEM以50000倍的倍率对例1的钇质保护膜进行观察。

[0235] 图7是例1的钇质保护膜的表面SEM照片。图8是例1的钇质保护膜的截面SEM照片。

[0236] 如图7和图8所示,可知例1的钇质保护膜非常致密,平滑性优异。另外,也可知粒径均匀。

[0237] 〈例2～例33〉

[0238] 例2～例33中,从例1中变更1个或2个以上的条件。除此以外,与例1同样地制造钇质保护膜(保护膜)。

[0239] 概略而言,例如如下所述。应予说明,在各例中,除了以下的记载以外,也存在由例1进行了变更的情况。

[0240] 例2中,从例1中变更了离子束电流密度。

[0241] 例3～例6中,从例1中变更了基底层的层数和/或组成。

[0242] 例7～例10中,未形成基底层。

[0243] 例11～例20中,从例1中变更了基材和/或基底层。

[0244] 应予说明,例13中,使用市售品的钠钙玻璃作为基材(玻璃)。

[0245] 例15中,对由铝单晶构成的基材的一面侧进行耐酸铝处理,然后,进行研磨处理,由此制成由Al_2O_3构成的基底层。将该基底层在下述表1中记载为“耐酸铝层”。

[0246] 例16中,将铝制的基材的一面侧使用草酸进行阳极氧化,由此制成由Al_2O_3构成的基底层。将该基底层在下述表1中记载为“阳极氧化层”。

[0247] 例21～例22中,从例1中变更了保护膜的厚度。

[0248] 例23～例24中,从例1中变更了成膜面的面积。

[0249] 例25～例29中,从例1中变更了腔室内压力。应予说明,例28的保护膜为非晶(因此,在“取向度”的栏中记载了“—”)。

[0250] 例30～例31中,从例1中变更了成膜速度。

[0251] 例32～例33中,从例1中变更了成膜面的表面粗糙度(Ra)。

[0252] 〈例34～例36〉

[0253] 例34中,将蓝宝石制成保护膜。

[0254] 例35中,将金属铝制成保护膜。

[0255] 例36中,将石英制成保护膜。

[0256] 〈例37～例38〉

[0257] 例37中,不使用IAD法,使用IP法来形成Y_2O_3的保护膜。

[0258] 例38中,不使用IAD法,使用CVD法来形成Y_2O_3的保护膜。

[0259] 〈例39～例42〉

[0260] 例39～例42中,不对基材进行预加热,除此以外,分别与例7、例1、例3和例26同样地形成保护膜。

[0261] 〈保护膜的物性〉

[0262] 对于各例的保护膜,基于上述方法求出氢原子数、维氏硬度、气孔率、微晶尺寸、取向度、厚度和压缩应力。将结果示于下述表1。

[0263] 应予说明,压缩应力以负数形式记载数值。

[0264] 〈蚀刻量〉

[0265] 对各例的保护膜实施离子蚀刻和/或自由基蚀刻来评价耐等离子体性。

[0266] 具体而言,首先,对保护膜中的10mm×5mm的面进行镜面加工,在镜面加工后的面(称为“试验面”)的一部分上贴上Kapton胶带进行遮蔽。

[0267] 接下来,使用CCP型的等离子体蚀刻装置在压力10Pa,RF功率600W的条件下在后述的气体中进行放电,由此生成等离子体,实施将试验面暴露于生成的等离子体中的试验(曝

露试验)。

[0268] 离子蚀刻中,使用CF_4气体(流量:100sccm)和O_2气体(流量:100sccm)来实施放电(等离子体的生成),在等离子体中产生CF_4的离子。

[0269] 自由基蚀刻中,使用CF_4气体(流量:100sccm)、Ar气体(流量:50sccm)和O_2气体(流量:100sccm)实施放电(等离子体的生成),在等离子体中产生F的自由基。

[0270] 重复5次15分钟的放电(等离子体的生成),实施合计150分钟的曝露试验。由此,对试验面的非遮蔽部进行蚀刻。

[0271] 然后,使用触针式表面形状测定机(ULVAC公司制,Dectak150)测定在试验面的遮蔽部和非遮蔽部产生的阶差,由此求出蚀刻量。将结果示于下述表1。

[0272] 应予说明,在未实施离子蚀刻或自由基蚀刻的情况下,在下述表1中记载“—”。

[0273] 蚀刻量(单位:nm)越小,可以评价为耐等离子体性越优异。

[0274] 具体而言,如果蚀刻量(离子蚀刻量、自由基蚀刻量)为200nm以下,则可以评价为耐等离子体性优异。

[0275] 〈外观〉

[0276] 目视观察所形成的保护膜的外观,确认有无裂纹(包括皱褶。以下同样)产生。

[0277] 在下述表1中,产生1.0mm以上的裂纹的情况记载为“有”,产生小于1.0mm的裂纹的情况记载为“轻微”,未产生裂纹的情况记载为“无”。如果为“轻微”或“无”,则可以评价为外观优异。

[0278] 应予说明,在“轻微”的情况下,虽然在保护膜的边缘面产生了微细裂纹,但保护膜的中央部未产生裂纹。

[0279] [表1]

[0280]

表1（其一）

		例1	例2	例3	例4	例5	例6	例7	例8	例9	例10	例11	例12	例13	例14
制造条件	腔室内压力 [Pa]	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}
	基材温度 [℃]	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	270	300
	Y_2O_3 蒸镀源成膜速度 [nm/min]	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	3.42	6.78	3.42	3.42
	离子束电流密度 [μA/cm^2]	80	70	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
基材	坯材	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	石英	石英	玻璃	Al
	预加热温度 [℃]	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550
成膜面	Ra [μm]	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.05	0.22	0.5	0.02	0.02	0.02	0.09
	面积 [cm^2]	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2
	最大长度 [mm]	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
基底层 1	组成	Al_2O_3	Al_2O_3	SiO_2	SiO_2	SiO_2	SiO_2	--	--	--	--	SiO_2	SiO_2	SiO_2	Al_2O_3
	厚度 [μm]	1	1	0.5	0.5	0.5	0.5	--	--	--	--	0.5	0.5	0.5	1
基底层 2	组成	--	--	Al_2O_3 +SiO_2	Al_2O_3 +SiO_2	ZrO_2	MgO	--	--	--	--	Al_2O_3 +SiO_2	Al_2O_3 +SiO_2	Al_2O_3 +SiO_2	--
	厚度 [μm]	--	--	1	1	1	1	--	--	--	--	1	1	1	--
基底层 3	组成	--	--	--	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	--	--	--	--	--	--	Al_2O_3	--
	厚度 [μm]	--	--	--	1	1	1	--	--	--	--	--	--	1	--
保护膜	氢原子数 [$\times10^{21}$个/cm^3]	1.9	2.0	1.9	1.8	2.1	2.1	2.8	2.6	2.8	2.6	1.5	1.7	1.6	2.1
	维氏硬度 [HV]	1482	902	1481	1322	1324	1326	1453	1426	1233	852	1412	873	1022	982
	气孔率 [体积%]	0.04	0.28	0	0.06	0.05	0.07	0.41	0.01	0.19	0.49	0.01	0.23	0	0.16
	微晶尺寸 [nm]	7.9	5.2	8.3	8.2	8.8	8.4	8.3	10.5	11.3	11.2	9.1	9.6	12.2	11.9
	取向度 [%]	90.8	90.9	91.4	92.1	90.2	90.4	87.4	84.6	66.8	50.9	90.7	88.6	92.2	80.4
	厚度 [μm]	15.3	10.6	15.3	15.4	15.4	15.2	13.3	15.2	0.9	12.8	10.5	10.4	15.5	4.4
	压缩应力 [MPa]	-1244	-942	-1246	-1241	-1240	-1233	-1152	-1171	-1127	-1085	-1213	-749	-767	-1043
	离子蚀刻量 [nm]	73	126	73	72	74	75	115	122	186	193	72	87	85	97
	自由基蚀刻量 [nm]	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	外观	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无

[0281]

表1（其二）

			例15	例16	例17	例18	例19	例20	例21	例22	例23	例24	例25	例26	例27	例28
制造条件	腔室内压力 [Pa]		1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-3}	1×10^{-4}	1×10^{-5}	1×10^{-6}
	基材温度 [℃]		300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
	Y_2O_3 蒸镀源成膜速度 [nm/min]		2.1	3.42	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	1.9	2.1	2.5	4.0
	离子束电流密度 [μA/cm²]		80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	78	75
基材	坯材		Al	Al	AlN	AlN	AlN	ヨーシェライト	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3
	成膜面	预加热温度 [℃]	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550	550
		Ra [μm]	0.03	0.09	0.03	0.05	0.1	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.11	0.11	0.19	0.02
		面积 [cm²]	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	9503.0	314.2	314.2	17670.9	9503.0	314.2	314.2	314.2	314.2
		最大长度 [mm]	200	200	200	200	200	1100	200	200	1500	1100	200	200	200	200
基底层	1	组成	耐酸铝层	阳极氧化层	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	–	Al_2O_3	–	Al_2O_3	Al_2O_3
		厚度[μm]	1	1	1	1	1	1	1	1	1	–	1	–	1	1
	2	组成	–	Al_2O_3	–	–	–	–	–	Al_2O_3 +SiO_2	–	–	–	–	–	–
		厚度[μm]	–	1	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
	3	组成	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		厚度[μm]	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
保护膜	氢原子数 [$\times10^{21}$个/cm³]		2.1	2.2	2.0	2.0	2.0	0.2	0.8	2.1	2.1	2.6	1.2	2.6	1.5	2.2
	维氏硬度 [HV]		1322	1187	1267	1234	1189	1326	1330	1222	1315	1283	1250	1310	1364	420
	气孔率[体积%]		0.05	0.33	0.05	0.11	0.18	0.05	0.08	0.07	0.18	0.44	0.06	0.05	0.05	0
	微晶尺寸 [nm]		8.8	13.6	12.3	12.1	12.4	8.8	18.2	7.8	12.1	8.8	8.8	12	14	7.9
	取向度[%]		88.2	79.6	84.9	80.1	74.8	84.8	82.7	95.2	88.9	87.9	78.4	77.5	67.3	–
	厚度[μm]		15.2	11.1	10.3	10.2	10.3	15.3	204.1	1.4	10.4	10.4	15.2	15.2	15.4	12.4
	压缩应力 [MPa]		-1216	-1173	-1091	-1044	-1032	-1211	-1442	-1034	-1275	-1422	-1275	-1688	-1620	-411
	离子蚀刻量 [nm]		77	83	69	69	73	75	65	70	66	103	71	106	69	234
	自由基蚀刻量 [nm]		–	–	95	97	102	94	97	94	97	121	82	89	86	–
	外观		无	无	无	无	无	无	无	无	无	轻微	无	无	无	有

[0282]

表1（其三）

			例29	例30	例31	例32	例33	例34	例35	例36	例37	例38	例39	例40	例41	例42
制造条件	腔室内压力 [Pa]		7×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-3}	1×10^{-4}	1×10^{-5}	--	--	--	--	--	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-2}	1×10^{-4}
	基材温度 [℃]		300	300	300	300	300	--	--	--	--	--	300	300	300	300
	Y_2O_3 蒸镀源成膜速度 [nm/min]		2.1	3.6	1.9	2.1	2.1	--	--	--	--	--	3.42	3.42	3.42	2.1
	离子束电流密度 [μA/cm^2]		70	80	80	85	80	--	--	--	--	--	80	80	80	80
基材	坯材		Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	--	--	--	Al_2O_3	石英	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3
	预加热温度 [℃]		550	550	550	550	550	--	--	--	550	550	--	--	--	--
成膜面	Ra [μm]		0.02	0.11	0.11	1.0	1.5	--	0.091	--	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.11
	面积 [cm^2]		314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2	314.2
	最大长度 [mm]		200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
基底层	1	组成	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	Al_2O_3	--	--	--	--	--	--	Al_2O_3	SiO_2	--
		厚度[μm]	1	1	1	1	1	--	--	--	--	--	--	1	0.5	--
	2	组成	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	Al_2O_3 +SiO_2	--
		厚度[μm]	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	1	--
	3	组成	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		厚度[μm]	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
保护膜	氢原子数 [$\times10^{21}$个/cm^3]		3.0	2.4	1.9	2.2	2.1	--	--	--	5.2	6.7	4.4	3.2	3.1	3.9
	维氏硬度 [HV]		685	1145	1288	494	494	--	--	--	780	560	1410	1432	1429	1298
	气孔率[体积%]		1.2	0.05	0.05	1.57	1.57	0	0	0	0.21	0.87	0.38	0.09	0.08	0.09
	微晶尺寸 [nm]		10	8.8	8.6	11.2	11.8	--	--	--	7.1	7.9	8.5	7.9	8.4	11.6
	取向度[%]		67.2	75.6	77.3	33.1	23.8	--	--	--	48.3	55.2	86.9	90.4	91.2	77.6
	厚度[μm]		18.5	14.3	14.6	12.2	12.2	--	--	--	9.4	7.1	13.3	15.3	15.3	15.2
	压缩应力 [MPa]		-587	-412	-1591	-1547	-1682	--	--	--	-1560	-569	-1139	-1239	-1244	-1567
	离子蚀刻量 [nm]		224	99	97	135	168	781	845	1620	247	256	174	139	131	178
	自由基蚀刻量 [nm]		--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	109
	外观		无	无	轻微	有	有	--	--	--	无	有	无	无	无	无

[0283] 〈评价结果总结〉

[0284] 如上述表1所示,可知例1～例27和例30～例31的钇质保护膜的耐等离子体性和外

观优异。与此相对,例28～例29、例32～例33和例37～例38的钇质保护膜的耐等离子体性和外观中的至少一者不充分。

[0285] 以下,对几个例子进行解说。

[0286] 例2:通过减小离子束电流密度,保护膜的压缩应力降低。

[0287] 例8～例10:随着成膜面的表面粗糙度变大,保护膜的压缩应力降低。

[0288] 例12:由于提高了成膜速度,因此离子照射的效果变小,保护膜的压缩应力降低。

[0289] 例13:的使用钠钙玻璃作为基材的例子,通过降低基材的温度,保护膜的压缩应力降低。

[0290] 例26～例27:由于降低了成膜时的腔室内压力,因此平均自由行程变长,由照射离子与粒子(蒸发源)的碰撞产生的动能变大,因而保护膜的压缩应力增大。

[0291] 例28:由于提高了成膜速度,因此离子照射的效果变小,保护膜的压缩应力降低。

[0292] 例29:通过减小离子束电流密度,保护膜的压缩应力降低。

[0293] 例30:由于降低了蒸镀源的温度,因此晶体生长变慢,保护膜的压缩应力降低。

[0294] 例31:由于降低了成膜时的腔室内压力,进而降低了成膜速度,因此离子照射的效果变大,保护膜的压缩应力增大。

[0295] 例32～例33:由于降低了成膜时的腔室内压力,因此平均自由行程变长,由照射离子与粒子(蒸发源)的碰撞产生的动能变大,因此保护膜的压缩应力增大。

[0296] 例39～例42:由于未对基材进行预加热,因此分别与对基材进行了预加热的例7、例1、例3和例26相比,保护膜的氢原子数增大。

[0297] 应予说明,将2022年8月19日申请的日本专利申请2022－131021号和2022年11月1日申请的日本专利申请2022－175428号的说明书、专利请求的范围、附图和摘要的全部内容引用于此,并作为本发明的公开而引入。

[0298] 符号说明

[0299] 1、2、3:基底层

[0300] 4:钇质保护膜

[0301] 5:基材

[0302] 6:部件

[0303] 7:成膜面

[0304] 7a:第一成膜面

[0305] 7b:第二成膜面

[0306] 11:腔室

[0307] 12、13:坩埚

[0308] 14:离子枪

[0309] 15:加热器

[0310] 16:支撑轴

[0311] 17:支架

[0312] 18、19:水晶式膜厚监测仪

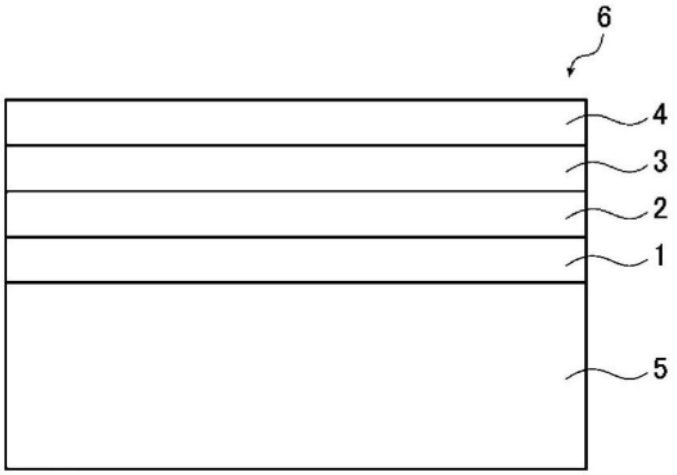


图1

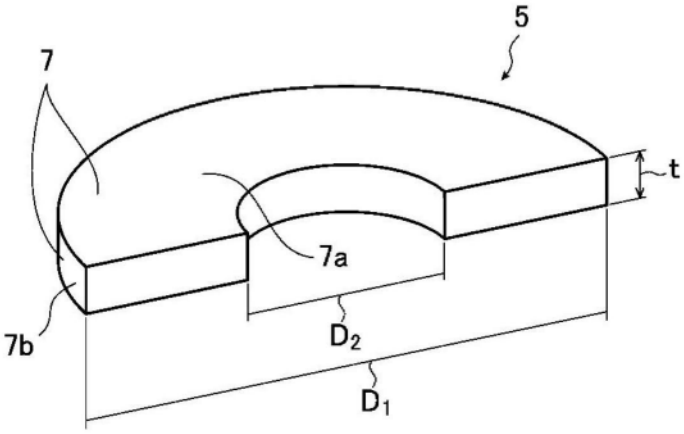


图2

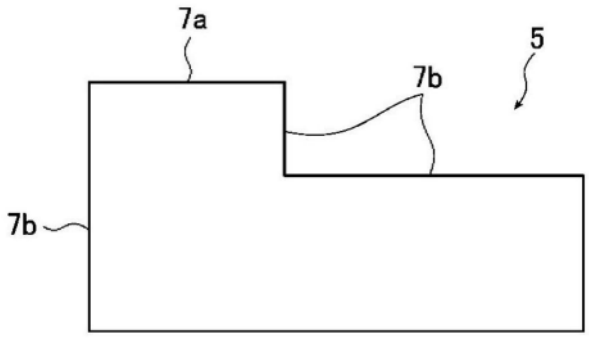


图3

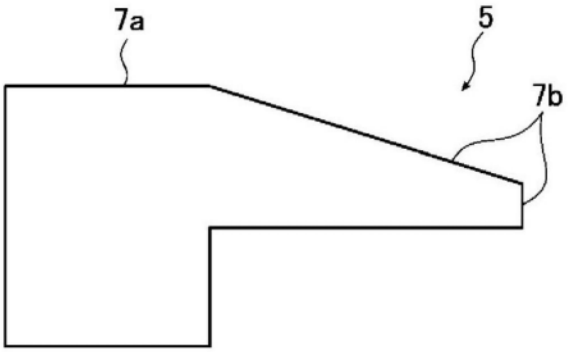


图4

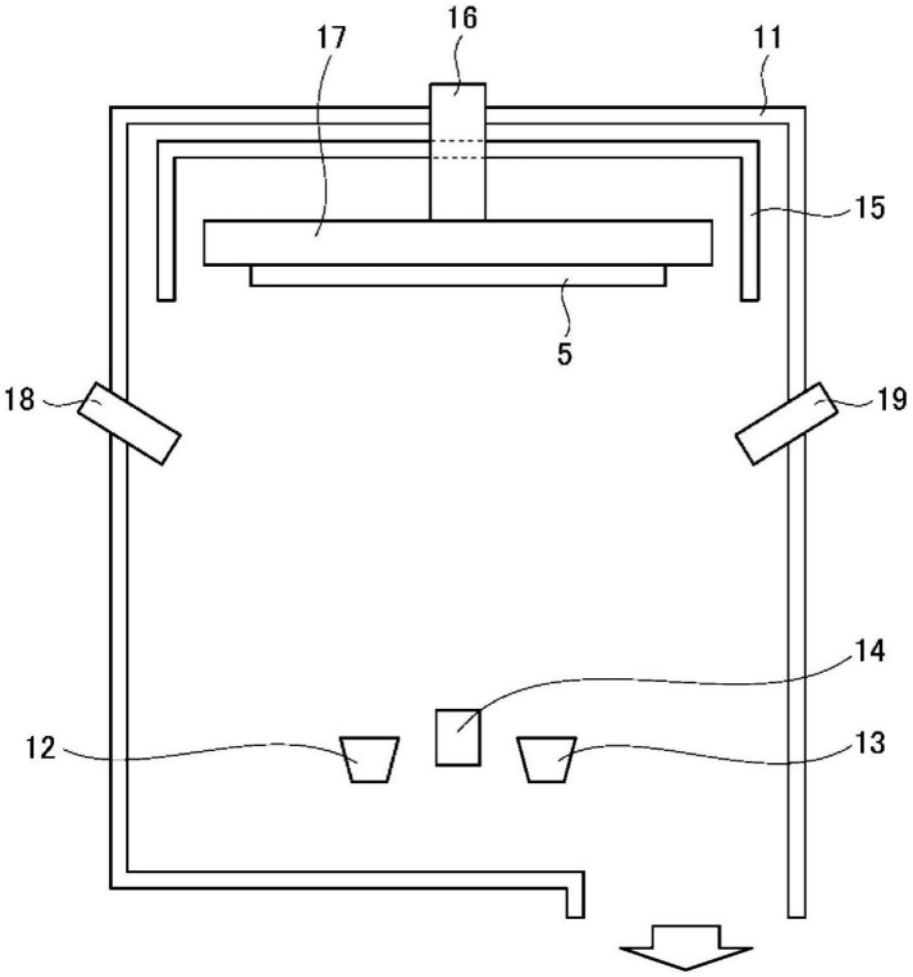


图5

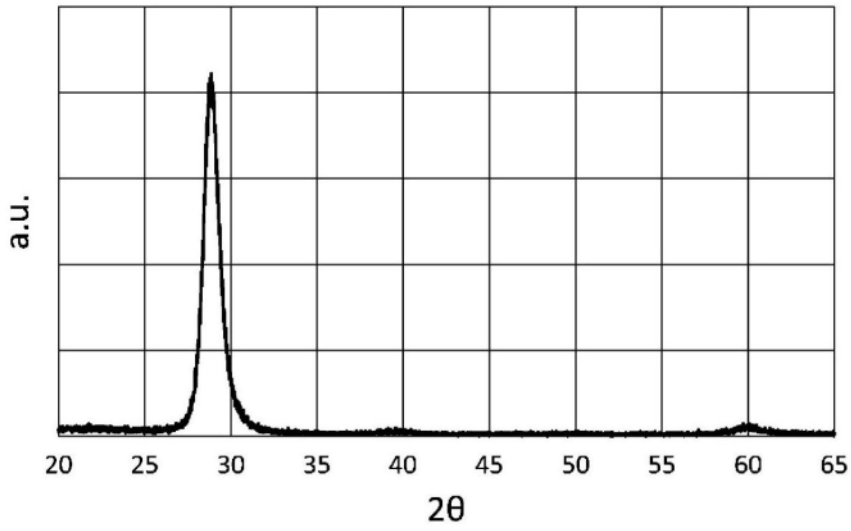

a.u.
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
2θ

图6

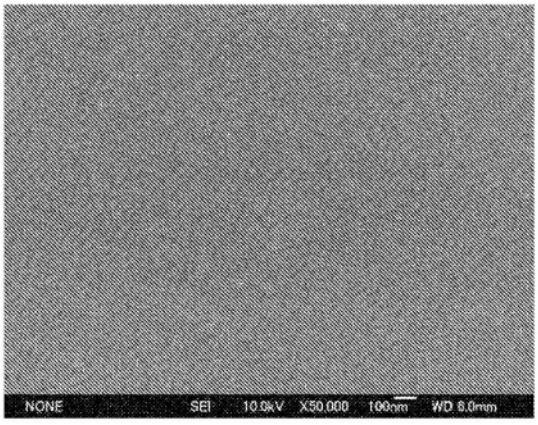

NONE
SEI
10.0kV X50,000 100nm WD 6.0mm

图7

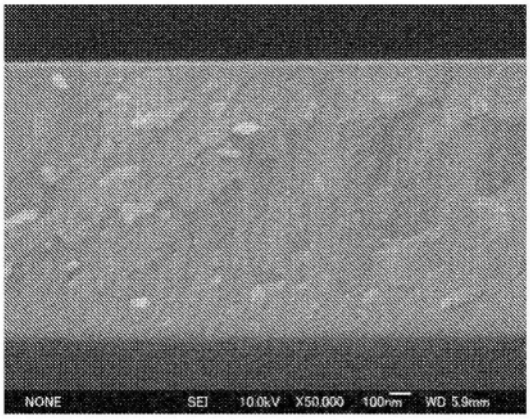

NONE
SEI
10.0kV X50,000 100nm WD 5.9mm

图8