

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-155705
(P2016-155705A)

(43) 公開日 平成28年9月1日(2016.9.1)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 4 B 35/44 (2006.01)	C O 4 B 35/44	4 G O 3 1
C O 4 B 35/50 (2006.01)	C O 4 B 35/50	5 F O O 4
H O 1 L 21/3065 (2006.01)	H O 1 L 21/302 1 O 1 G	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2015-34139 (P2015-34139)	(71) 出願人	000183266 住友大阪セメント株式会社 東京都千代田区六番町6番地28
(22) 出願日	平成27年2月24日 (2015.2.24)	(74) 代理人	100078732 弁理士 大谷 保
		(74) 代理人	100153866 弁理士 滝沢 喜夫
		(74) 代理人	100154391 弁理士 鈴木 康義
		(72) 発明者	日▲高▼ 宣浩 東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内
		(72) 発明者	釘本 弘訓 東京都千代田区六番町6番地28 住友大阪セメント株式会社内

最終頁に続く

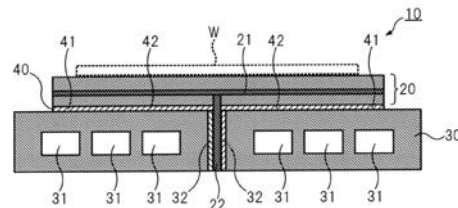
(54) 【発明の名称】 耐食性部材、その製造方法および静電チャック装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 静電チャック装置に使用した場合、電界を印加したときの吸着力を強くすることができる耐食性部材、前記耐食性部材の製造方法及び前記耐食性部材を使用した静電チャック装置の提供。

【解決手段】 $ReAlO_3$ (Reは希土類元素)と、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライド及び希土類アルミニウムオキシナイトライドから選択される少なくとも1種とを含む耐食性部材。耐食性部材を含むセラミック基材20を用いて静電的に板状試料Wを吸着し、セラミック基材20上に固定する静電チャック装置10。耐食性部材の製造方法は、 $ReAlO_3$ (Reは希土類元素)の複数の原料粉体を混合して作製した原料混合物の成形体を窒素雰囲気内で焼成する焼成工程を含む耐食性部材の製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ReAlO₃ (Reは希土類元素)と、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種とを含む耐食性部材。

【請求項 2】

前記耐食性部材が、複数の結晶粒と、隣接する2つの該結晶粒の間に存在する粒界とを含み、

前記希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種が、少なくとも前記粒界に存在する請求項1に記載の耐食性部材。

10

【請求項 3】

前記Reが、イットリウム(Y)、ランタン(La)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロピウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イッテルビウム(Yb)およびルテチウム(Lu)からなる群から選択される少なくとも1種である請求項1または2に記載の耐食性部材。

【請求項 4】

40Hz以下の周波数における比誘電率が45以上であり、損失正接(tanδ)が0.1以下である請求項1~3のいずれか1項に記載の耐食性部材。

20

【請求項 5】

前記結晶粒の平均粒径が2.0μm以上20μm以下である請求項1~4のいずれか1項に記載の耐食性部材。

【請求項 6】

請求項1~5のいずれか1項に記載の耐食性部材を含む静電チャック装置。

【請求項 7】

ReAlO₃ (Reは希土類元素)の複数の原料粉体を混合して作製した原料混合物の成形体を窒素雰囲気内で焼成する焼成工程を含む耐食性部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】

【0001】

本発明は、耐食性部材、その耐食性部材の製造方法およびその耐食性部材を使用した静電チャック装置に関し、さらに詳しくは、フッ素系腐食性ガス、塩素系腐食性ガスなどのハロゲン系腐食性ガスおよびこれらのプラズマに対して高い耐食性を有する耐食性部材、その耐食性部材の製造方法およびその耐食性部材を使用した静電チャック装置に関する。

【背景技術】

【0002】

IC、LSI、VLSIなどの半導体装置の製造ラインには、フッ素系腐食性ガス、塩素系腐食性ガスなどのハロゲン系腐食性ガスおよびこれらのプラズマを用いる工程がある。これらの工程では、静電チャック装置により固定された半導体ウエハに対して、たとえば、ドライエッチング、プラズマエッチング、クリーニングなどの処理が実施される。これらの処理には、CF₄、SF₆、HF、NF₃、F₂などのフッ素系ガスや、Cl₂、SiCl₄、BCl₃、HClなどの塩素系ガス、それらのガスのプラズマなどが使用される。これらの腐食性ガスやプラズマは腐食性が高いため、これらの腐食性ガスやプラズマによる静電チャック装置の腐食が問題となっている。そこで、従来は、静電チャック装置に用いる耐食性材料として、イットリウム・アルミニウム・ガーネット(Y₃Al₅O₁₂、以下、YAGと略す)やイットリウム以外の希土類酸化物を添加したYAGが使用されていた(例えば、特許文献1および2参照)。

40

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開平10-236871号公報

【特許文献2】特開平11-157916号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

特許文献1および2に記載されている耐食性部材は、フッ素系腐食性ガス、塩素系腐食性ガスなどのハロゲン系腐食性ガスおよびこれらのプラズマに対して高い耐腐食性を有する。これらの耐食性部材は、とくに静電チャック装置に使用されるので、腐食性が高いのみならず、静電チャック装置に使用した場合、電界を印加したときの耐食性部材の吸着力が強いことが重要である。そこで、本発明は、静電チャック装置に使用した場合、電界を印加したときの吸着力を強くすることができる耐食性部材、その耐食性部材の製造方法およびその耐食性部材を使用した静電チャック装置を提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0005】

従来、ペロブスカイト型化合物の多くは、正方晶、斜方晶、三方晶などの立方格子から歪んだ構造を有しているため、強誘電性を示し、強い電界が印加される静電チャック装置の用途には不相当であると考えられていた。しかし、本発明者らは、 $ReAlO_3$ (Re は希土類元素)は、斜方晶ペロブスカイト型構造($LaAlO_3$ 型構造)であるにも関わらず、静電チャック装置の用途に好適であることを見出した。さらに、本発明者らは、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種を、 $ReAlO_3$ (Re は希土類元素)に含有させることによって、静電チャック装置に使用した場合、電界を印加したときの吸着力をさらに強くすることができることを見出し、本発明を完成させた。すなわち、本発明は以下のとおりである。

20

[1] $ReAlO_3$ (Re は希土類元素)と、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種とを含む耐食性部材。

[2] 耐食性部材が、複数の結晶粒と、隣接する2つの該結晶粒の間に存在する粒界とを含み、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種が、少なくとも粒界に存在する上記[1]に記載の耐食性部材。

30

[3] Re が、イットリウム(Y)、ランタン(La)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロピウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イッテルビウム(Yb)およびルテチウム(Lu)からなる群から選択される少なくとも1種である上記[1]または[2]に記載の耐食性部材。

[4] 40Hz以下の周波数における比誘電率が45以上であり、損失正接($\tan \delta$)が0.1以下である上記[1]~[3]のいずれか1つに記載の耐食性部材。

40

[5] 結晶粒の平均粒径が2.0 μm 以上20 μm 以下である上記[1]~[4]のいずれか1つに記載の耐食性部材。

[6] 上記[1]~[5]のいずれか1つに記載の耐食性部材を含む静電チャック装置。

[7] $ReAlO_3$ (Re は希土類元素)の複数の原料粉体を混合して作製した原料混合物の成形体を窒素雰囲気内で焼成する焼成工程を含む耐食性部材の製造方法。

【発明の効果】

【0006】

本発明によれば、静電チャック装置に使用した場合、電界を印加したときの吸着力を強くすることができる耐食性部材、その耐食性部材の製造方法およびその耐食性部材を使用

50

した静電チャック装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1】図1は、本発明の静電チャック装置の一例を示す概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0008】

[耐食性部材]

本発明の耐食性部材は、 $ReAlO_3$ と、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種とを含む。ここで、 Re は希土類元素を示す。これにより、本発明の耐食性部材の比誘電率は高くなる。なお、本発明の耐食性部材中の希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種は、結晶質でも非結晶質でもよい。

10

【0009】

本発明の耐食性部材における $ReAlO_3$ の Re は、イットリウム(Y)、ランタン(La)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロピウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イッテルビウム(Yb)およびルテチウム(Lu)からなる群から選択される少なくとも1種である。耐食性部材の比誘電率および体積抵抗率が高くなる点および誘電損失が低くなる点から好ましい Re は、ランタン(La)、ネオジウム(Nd)およびサマリウム(Sm)からなる群から選択される少なくとも1種である。

20

【0010】

本発明の耐食性部材は、複数の結晶粒と、隣接する2つの結晶粒の間に存在する粒界とを含み、本発明の耐食性部材中の希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種は、好ましくは、少なくとも粒界に存在する。これにより、粒界部分の自発分極率を向上させることができ、耐食性部材の比誘電率をさらに高くすることができる。また、本発明の耐食性部材中の希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも1種は、結晶粒内の $ReAlO_3$ に固溶していてもよい。

30

【0011】

本発明の耐食性部材は多結晶体であり、多結晶体における結晶粒の平均粒径は、好ましくは $2.0\mu m$ 以上 $20\mu m$ 以下であり、より好ましくは $2.0\mu m$ 以上 $10\mu m$ 以下であり、さらに好ましくは $3.0\mu m$ 以上 $6.0\mu m$ 以下である。結晶粒の平均粒径が $2.0\mu m$ 以上 $20\mu m$ 以下であると、耐食性部材を緻密にすることができるとともに、耐食性部材の比誘電率を向上させるのに十分な割合の粒界相を耐食性部材に形成させることができる。また、クラックの伝播が不規則になるので耐食性部材の破壊靱性を高くなる。なお、結晶粒の平均粒径は、走査型顕微鏡を使用して、 1000 倍スケールで $100\mu m \times 70\mu m$ の長方形の範囲を 10 箇所観察し、それぞれの長方形の範囲内にある結晶粒の最大粒径を測定し、測定した結晶粒の最大粒径の平均値を算出することによって測定する。

40

【0012】

本発明の耐食性部材における $ReAlO_3$ の割合は、好ましくは 25 質量%以上 99 質量%以下であり、より好ましくは 50 質量%以上 99 質量%以下であり、さらに好ましくは 75 質量%以上 99 質量%以下である。耐食性部材における $ReAlO_3$ の割合が 25 質量%以上 99 質量%以下であると、耐食性部材の比誘電率を高くすることができる。

【0013】

本発明の耐食性部材の $40Hz$ の周波数における比誘電率は、好ましくは 45 以上であり、より好ましくは 47 以上であり、さらに好ましくは 48 以上である。本発明の耐食性部材における比誘電率が 45 以上であると、電界を印加したときの耐食性部材の吸着力を

50

強くすることができる。

【0014】

本発明の耐食性部材の40Hzの周波数における損失正接(tan δ)は、好ましくは0.1以下であり、より好ましくは0.05以下であり、さらに好ましくは0.01以下である。耐食性部材の40Hzの周波数における損失正接(tan δ)が0.1以下であると、電界を除去したときの静電チャック装置の脱離特性を良好にすることができる。

【0015】

本発明の耐食性部材の固有体積抵抗値は、好ましくは 1×10^{13} $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、より好ましくは 1×10^{14} $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、さらに好ましくは 1×10^{15} $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上である。耐食性部材の 1×10^{13} $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上であると、電界を除去したときの静電チャック装置の脱離特性を良好にすることができる。

10

【0016】

本発明の耐食性部材の曲げ強度は、好ましくは160MPa以上であり、より好ましくは180MPa以上であり、さらに好ましくは200MPa以上である。ここで、曲げ強度は、JIS R1601に準拠して、4点曲げ試験により測定した値である。耐食性部材の曲げ強度が160MPa以上であると、耐食性部材を静電チャック装置に使用した場合、強度に関して実用上の問題は生じない。

【0017】

本発明の耐食性部材における相対密度は、好ましくは98%以上であり、より好ましくは98.5%以上であり、さらに好ましくは99%以上である。耐食性部材における相対密度が98%以上であると、耐食性部材の強度を高くし、耐食性部材の比誘電率を高くすることができる。

20

【0018】

1mmの厚さを有し、ウエハ載置面の温度が25℃である本発明の耐食性部材に2.0kVの電圧60秒間を印加して、1インチのシリコンウエハを、耐食性部材に吸着させたときの吸着力は、好ましくは60torr以上であり、より好ましくは100torr以上であり、さらに好ましくは120torr以上であり、とくに好ましくは130torr以上である。吸着力が60torr以上であると、シリコンウエハなどの基板を耐食性部材に確実に固定させることができる。

【0019】

1mmの厚さを有し、ウエハ載置面の温度が25℃である本発明の耐食性部材に2.0kVの電圧を60秒間印加して、1インチのシリコンウエハを耐食性部材に吸着させた後、電圧の印加を止めたときの残留吸着力は、好ましくは15torr以下であり、より好ましくは10torr以下であり、さらに好ましくは8torr以下であり、特に好ましくは6torr以下である。残留吸着力が15torr以下であると、シリコンウエハなどの基板の処理が終わった後、基板を耐食性部材から容易に取り外すことができる。

30

【0020】

[耐食性部材の製造方法]

本発明の耐食性部材の製造方法は、以下の焼成工程および熱処理工程を含む。

【0021】

(焼成工程)

焼成工程は、 ReAlO_3 (Reは希土類元素)の複数の原料粉体を混合して作製した原料混合物の成形体を窒素雰囲気内で焼成する。

40

【0022】

ReAlO_3 (Reは希土類元素)の複数の原料粉体を混合して作製した原料混合物はたとえば、以下のようにして作製する。酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末と溶媒とを混合して、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末を含むスラリーを作製する。酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末の平均粒子径は、それぞれ、好ましくは0.01 μm 以上1.0 μm 以下であり、より好ましくは0.05 μm 以上0.5 μm 以下であり、さらに好ましくは0.1 μm 以上0.25 μm 以下である。酸化アルミニ

50

ウム粉末および希土類酸化物粉末の平均粒子径が $0.01\mu\text{m}$ 以上 $1.0\mu\text{m}$ 以下であると、粉末原料のコストを低減できるとともに、相対密度が高い耐食性部材を得ることができる。また、耐食性部材中のアルミニウムおよび希土類酸化物の偏析を抑制できる。原料として用いられる酸化アルミニウムには、 γ -酸化アルミニウム、 β -酸化アルミニウム、 α -酸化アルミニウムおよび δ -酸化アルミニウムなどが挙げられる。焼結性を考慮すると、これらの酸化アルミニウムの中で、 β -酸化アルミニウムが好ましい。なお、平均粒子径は、1次粒子の平均粒子径であり、レーザー回折・散乱法により測定した体積平均粒子径である。

【0023】

スラリーの作製で使用する溶媒には、たとえば、水、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、トルエン、キシレン、アセトン、塩化メチレン、酢酸エチル、ジメチルホルムアミド、ジエチルエーテルなどが挙げられる。好ましい溶媒は、水、メタノール、エタノール、プロパノールおよびブタノールからなる群から選択される少なくとも1種である。溶媒を用いて酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末を混合するので、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末を均一に混合することができる。

10

【0024】

酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末と溶媒とを混合するとき、分散剤を添加してもよい。分散剤は、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末の表面に吸着して、溶媒中の酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末の分散効率を上げるものであれば、とくに限定されない。しかし、耐食性部材中の金属不純物の含有量をできるだけ低減させるために、分散剤は金属イオンを含まないものが好ましい。異粒子同士のヘテロ凝集を防止する観点から、分散剤を添加することが好ましい。

20

【0025】

酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末と溶媒との混合に使用する装置は、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末を均一に含むスラリーを作製できれば、とくに限定されない。酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末と溶媒との混合に使用する装置には、たとえば、ボールミル、ビーズミル、ディスパーミル、ホモジナイザー、振動ミル、サンドグランドミル、アトライター、超音波分散機、高圧分散機などが挙げられる。たとえば、直径が 1mm 以上 5mm 以下の酸化アルミニウム製のメディアを用いたボールミルを使用することができる。このボールミルを使用することにより、耐食性部材の固有体積抵抗値を改善することができる。メディアの直径が小さくなればなるほど、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末の混合および分散の効率が高くなり、耐食性部材の固有体積抵抗値を向上させることができる。また、超音波分散機および高圧分散機などのメディアレス分散機を、酸化アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末と溶媒との混合に使用した場合、メディアから発生する不純物を低減できる。このため、半導体製造装置用の耐食性部材を作製するときには、メディアレス分散機を使用することが好ましい。

30

【0026】

原料混合物の成形体は、たとえば、以下のようにして作製することができる。アルミニウム粉末および希土類酸化物粉末を含む原料混合物は、原料混合物の成形を容易にするために、顆粒状であることが好ましい。したがって、スラリーの乾燥は、スラリーを乾燥するとともに、顆粒を形成する方法で実施されることが好ましい。スラリーの乾燥には、たとえば、噴霧乾燥機、気流乾燥機、流体層などが使用される。混合粉末の顆粒を形成するために、ポリアクリル酸塩などの分散剤、ポリエチレングリコール系消泡剤などの消泡剤、ステアリン酸などの潤滑剤、ポリビニルアルコールなどの結合材、ポリエチレングリコールなどの可塑剤などをスラリーに添加してもよい。そして、得られた原料混合物を金型中で一軸プレスするか、またはゴム型中で静水圧プレスすることにより成形体を得る。

40

【0027】

原料混合物の成形体を焼成するときの焼成温度は、好ましくは 1400 以上 1600 以下であり、より好ましくは 1420 以上 1500 以下であり、さらに好ましくは 1430 以上 1450 以下である。焼成温度が 1400 以上 1600 以下である

50

と、異常粒成長を抑制して緻密な焼結体を得ることができるとともに焼結体が溶融することを抑制することができる。上記焼成における焼成時間は、好ましくは1時間以上10時間以下であり、より好ましくは2時間以上6時間以下であり、さらに好ましくは3時間以上5時間以下である。また、焼結体中の希土類酸化物、酸化アルミニウムおよび希土類アルミネートの少なくとも1種の一部を窒化して希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドの少なくとも1種を生じさせるために、原料混合物の焼成は、窒素雰囲気内で行う。

【0028】

成形体の焼成は、常圧焼成でもよいが、より緻密な焼結体を得ることができるという点で加圧焼成であることがより好ましい。加圧焼成には、たとえば熱間静水圧(HIP)焼成、ホットプレス(HP)一軸加圧焼成、超高压プレス(UHP)多軸加圧焼成などが挙げられる。加圧焼成により成形体を焼成するときの成形体への圧力は、たとえば10MPa以上40MPa以下である。

10

【0029】

なお、成形体を焼成する前に成形体を仮焼してもよい。これにより、希土類酸化物および酸化アルミニウムの少なくとも1種の一部が反応せずに焼結体にそのまま残留することを抑制できる。成形体を仮焼するときの仮焼温度は、好ましくは700以上1300以下であり、より好ましくは800以上1100以下であり、さらに好ましくは900以上1000以下である。上記仮焼温度の仮焼における仮焼時間は、好ましくは1時間以上10時間以下であり、より好ましくは2時間以上8時間以下であり、さらに好ましくは3時間以上5時間以下である。

20

【0030】

また、焼成工程で焼成した成形体をさらにアニール処理してもよい。これにより、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドの少なくとも1種が焼結体に生じるときに発生する格子欠陥を減少させ、焼結体の損失正接を低減させたり、焼結体の固有体積抵抗値を向上させたりすることができる。アニール処理温度は、900以上1500以下であり、好ましくは1100以上1400以下である。また、上記アニール処理温度によるアニール処理の処理時間は5時間以上30時間以下であり、好ましくは10時間以上30時間以下である。

【0031】

30

[静電チャック装置]

図1を参照して、本発明の静電チャック装置の一例を説明する。図1は、本発明の静電チャック装置の一例を示す概略図である。本発明の静電チャック装置の一例である静電チャック装置10は、本発明の耐食性部材を含み、セラミックス基材20と、セラミックス基材20に対して、セラミックス基材20の厚さ方向に配置され、セラミックス基材20を支持する支持体30と、セラミックス基材20および支持体30の間に配置された接着層40を含む。

【0032】

たとえば、セラミックス基材20における板状試料Wを載置する部分が本発明の耐食性部材で構成される。セラミックス基材20は、静電吸着用電極21を備えている。静電吸着用電極21は給電用端子22と接続しており、給電用端子22を通じて静電吸着用電極21に直流電圧が印加される。静電吸着用電極21に直流電圧が印加されると、セラミックス基材20における板状試料Wを載置する面に静電力が発生する。これにより、板状試料Wはセラミックス基材20に吸着し、板状試料Wはセラミックス基材20に固定される。

40

【0033】

支持体30はセラミックス基材20を支持する。支持体30は、水および有機溶媒などの冷却媒体を流通させる流路31を内部に備える。水および有機溶媒などの冷却媒体を流路31に流通させることにより、セラミックス基材20に載置された板状試料Wを冷却することができる。給電用端子22および支持体30の間を絶縁するために、支持体30に

50

おける給電用端子 2 2 周りに絶縁碍子 3 2 が設けられている。

【 0 0 3 4 】

本発明の耐食性部材の比誘電率は高いので、板状試料 W をセラミックス基材 2 0 に吸着させるときの吸着力を強くすることができる。

【 実施例 】

【 0 0 3 5 】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例によってなんら限定されるものではない。

【 0 0 3 6 】

後述の実施例および比較例における測定および評価は以下のように行った。

10

(1) 耐食性部材の相対密度

アルキメデス法により、実施例および比較例で得られた耐食性部材の密度を測定し、下記式により求めた理論密度で、測定した密度を割り算して相対密度を算出した。

単位胞重量 (g) = 酸化サマリウムアルミニウム結晶相の各単位胞重量 (g) × 各結晶相の m o l %

単位胞体積 (c m ³) = 酸化サマリウムアルミニウム結晶相の各単位胞体積 (c m ³) × 各結晶相の m o l %

理論密度 (g / c m ³) = 単位胞重量 (g) / 単位胞体積 (c m ³)

なお、酸化サマリウムアルミニウムの各結晶相 % の m o l % は、原料粉体の仕込み量から算出した。

20

(2) 耐食性部材の結晶相の同定

粉末 X 線回折法により、実施例および比較例で得られた耐食性部材の結晶相の同定を行った。粉末 X 線回折には、X 線回折装置 (P A N a l y t i c a l 社製、X ' P e r t P R O M P D) を使用した。

(3) 耐食性部材の粒界相の同定

透過型電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製、型番 : J E M - 2 1 0 0 F) を使用して実施例および比較例の耐食性部材の粒界相の電子線回折像および結晶格子像を撮影し、結晶構造解析により実施例および比較例の耐食性部材の粒界相を同定した。

(4) 耐食性部材の比誘電率および損失正接 (t a n)

実施例および比較例の耐食性部材を 6 0 × 1 m m に加工した後、4 0 M H z における耐食性部材の比誘電率および損失正接 (t a n) を、プレシジョン・インピーダンス・アナライザ (A g i l e n t 社製、型番 : 4 2 9 4 A) を使用して測定した。

30

(5) 耐食性部材の固有体積抵抗値

実施例および比較例の耐食性部材を 6 0 × 1 m m に加工した後、耐食性部材の固有体積抵抗値を、3 端子法にて、デジタル超高抵抗 / 電流計 ((株) アドバンテスト製、R 8 3 0 4 0 A) を使用して、5 0 0 V の印加電圧および 6 0 秒の保持時間で測定した電流値から換算して算出した。

(6) 耐食性部材の吸着力

実施例および比較例で得られた耐食性部材を厚さ 1 . 0 m m に加工し、加工した耐食性部材とアルミナセラミックスとの間に電極を埋設した接着層を形成して静電チャックを製作した。静電チャックの試料載置面温度を 2 5 にし、2 . 0 k V の電圧を電極に 6 0 秒間印加して、1 インチのシリコンウエハを静電チャックに真空中 (< 0 . 5 P a) で吸着させた。そして、1 インチのシリコンウエハに対する吸着力を測定した。測定はロードセルを用いた引き剥がしにより行い、そのとき発生した最大引き剥がし応力を吸着力とした。

40

(7) 耐食性部材の残留吸着力

実施例および比較例で得られた耐食性部材を厚さ 1 . 0 m m に加工し、加工した耐食性部材とアルミナセラミックスとの間に電極を埋設した接着層を形成して静電チャックを製作した。静電チャックの試料載置面温度を 2 5 にし、2 . 0 k V の電圧を電極に 6 0 秒間印加して、1 インチのシリコンウエハを静電チャックに真空中 (< 0 . 5 P a) で吸着

50

させた。その後、電圧の印加を停止し、電圧の印加を停止した直後の1インチのシリコンウエハに対する残留吸着力を測定した。測定はロードセルを用いた引き剥がしにより行い、そのとき発生した最大引き剥がし応力を残留吸着力とした。

(8) 耐食性部材の結晶粒の平均粒径

実施例および比較例の耐食性部材を鏡面研磨した後、1400 で5時間のサーマルエッチングを施し、走査型電子顕微鏡((株)日立製作所製、型番:S-4000)を用いて1000倍スケールで100 μ m \times 70 μ mの長方形の範囲を10箇所観察し、それぞれの長方形の範囲内にある結晶粒の最大径を測定した。そして、測定した結晶粒の最大径の平均値を算出し、その平均値を結晶粒の平均粒径とした。

【0037】

(実施例1)

1次粒子の平均粒径が0.1 μ mの酸化アルミニウム(Al_2O_3)粉末(大明化学工業(株)製、型番:TM-5D)および1次粒子の平均粒径が0.1 μ mの酸化サマリウム(Sm_2O_3)粉末(日本イットリウム(株)製、型番:N-Sm3CP)を表1に示す組成となるようにそれぞれ秤量した。秤量した酸化アルミニウム粉末、酸化サマリウム粉末および水を、直径1mmのアルミナボールが入ったボールミルに投入し、酸化アルミニウム粉および酸化サマリウム粉を16時間混合し、酸化アルミニウム粉末および酸化サマリウム粉末の混合原料のスラリーを作製した。

【0038】

スプレードライヤー((株)日本プリス製、型番:TR160)を使用してこのスラリーを乾燥および造粒して、混合原料の顆粒を作製した。次いで、この混合粉末を所定形状に成形した。そして、ホットプレス機(富士電波工業(株)製、型番:ハイマルチ5000)を使用して、1600の焼成温度で、2時間の焼成時間、20MPaの圧力および窒素雰囲気中で成形体を加圧焼成し、実施例1の焼結体を作製した。そして、1400のアニール温度で、大気中で10時間アニール処理を行い、実施例1の耐食性部材を作製した。

【0039】

(実施例2)

酸化サマリウム(Sm_2O_3)粉末の代わりに1次粒子の平均粒径が0.1 μ mの酸化ランタン(La_2O_3)粉末(日本イットリウム(株)製、型番:N-La3CP)を使用した以外は、実施例1と同様の方法で、実施例2の耐食性部材を作製した。

【0040】

(実施例3)

焼成温度を1600から1400に変更した以外は、実施例1と同様の方法で、実施例3の耐食性部材を作製した。

【0041】

(実施例4)

1600の焼成温度まで成形体を昇温させる過程で、600までは焼成雰囲気を真空にし、600からは焼成雰囲気を窒素雰囲気とした以外は、実施例1と同様の方法で、実施例4の耐食性部材を作製した。

【0042】

(比較例1)

窒素雰囲気中で加圧焼成する代わりにアルゴン雰囲気中で加圧焼成した以外は、実施例1と同様の方法で、比較例1の耐食性部材を作製した。

【0043】

(比較例2)

窒素雰囲気中で加圧焼成する代わりに大気中で加圧焼成した以外は、実施例1と同様の方法で、比較例2の耐食性部材を作製した。

【0044】

(評価結果)

10

20

30

40

50

実施例 1 ~ 4 および比較例 1、2 で得られた耐食性部材の評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 5 】

【 表 1 】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2
原料組成 / モル比	0.50Sm ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃	0.50La ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃	0.50Sm ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃	0.50Sm ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃	0.50Sm ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃	0.50Sm ₂ O ₃ ・ 0.50Al ₂ O ₃
焼成温度 / (°C)	1600	1600	1400	1600	1600	1600
焼成雰囲気	窒素	窒素	窒素	真空+窒素	7MPa	大気
アニール温度 / (°C)	1400	1400	1400	1400	1400	1400
アニール時間 / (時間)	10	10	10	30	10	10
相対密度 / (%)	98.5	98.4	98	98.8	98	98.1
結晶構造	ペロブスカイト Al ₂ O ₃ N Sm ₂ O ₂ N SmAlON	ペロブスカイト Al ₂ O ₃ N La ₂ O ₂ N LaAlON	ペロブスカイト Al ₂ O ₃ N Sm ₂ O ₂ N SmAlON	ペロブスカイト SmAlON	ペロブスカイト SmAlO ₃	ペロブスカイト SmAlO ₃
粒界相	Al ₂ O ₃ N Sm ₂ O ₂ N SmAlON	Al ₂ O ₃ N La ₂ O ₂ N LaAlON	Al ₂ O ₃ N Sm ₂ O ₂ N SmAlON	SmAlON	SmAlO ₃	SmAlO ₃
比誘電率 / 40MHz	46	47	45	48	32	28
tan δ / 40MHz	0.02	0.01	0.03	0.05	0.05	0.05
固有体積抵抗値 / Ω・cm	2.30E+15	3.20E+15	1.90E+15	1.80E+15	1.10E+14	2.00E+15
吸着力 / (torr)	130	132	126	135	82	75
残留吸着力 / (torr)	4	6	6	5	5	4
平均粒子径 / (μm)	12.5	8.9	5.4	15.6	10.6	12.5

表 1

【 0 0 4 6 】

表 1 の実施例 1 ~ 4 と比較例 1 および 2 とを比較することにより、希土類オキシナイトライド、アルミニウムオキシナイトライドおよび希土類アルミニウムオキシナイトライドからなる群から選択される少なくとも 1 種を粒界に存在させることによって耐食性部材の比誘電率を向上させることができることがわかった。また、実施例 1、3、4 と実施例 2 とを比較することにより、ReAlO₃ の Re がサマリウム以外の希土類元素においても、ReAlO₃ の Re がサマリウムの場合と同様に比誘電率が高くなることがわかった。

10

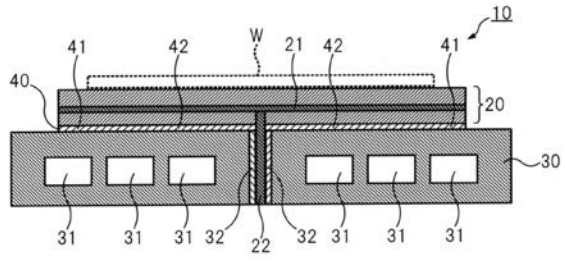
20

30

40

50

【 図 1 】



フロントページの続き

(72)発明者 大友 恵

東京都千代田区六番町 6 番地 2 8 住友大阪セメント株式会社内

Fターム(参考) 4G031 AA07 AA08 AA09 AA29 AA38 BA09 BA26 CA04 CA05 GA08
5F004 BB22 BB29 DA00 DA01 DA04 DA11 DA13 DA17 DA18 DA20