

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 10 月 2 日(02.10.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/156543 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/683 (2006.01) *C04B 35/565* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/055813
- (22) 国際出願日: 2014 年 3 月 6 日(06.03.2014)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2013-061856 2013 年 3 月 25 日(25.03.2013) JP
- (71) 出願人: 日本碍子株式会社(NGK INSULATORS, LTD.) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 Aichi (JP).
- (72) 発明者: 神藤 明日美(JINDO, Asumi); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 井上 勝弘(INOUE, Katsuhiko); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 勝田 祐司(KATSUDA, Yuji); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 片居木 俊(KATAIGI, Takashi); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 天野 真

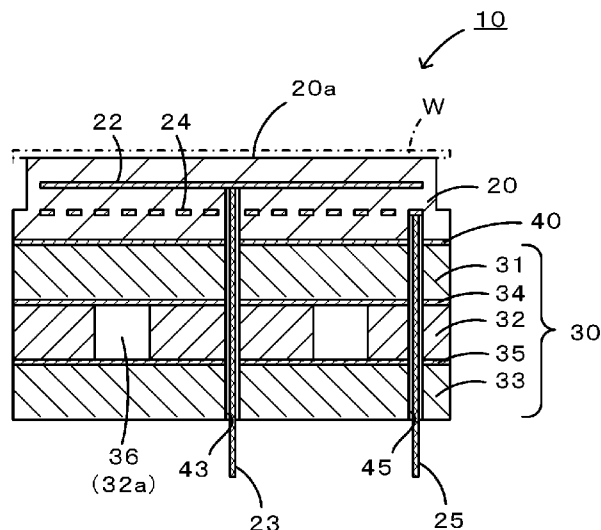
悟(AMANO, Shingo); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 杉本 博哉(SUGIMOTO, Hiroya); 〒4678530 愛知県名古屋市長区瑞穂区須田町 2 番 5 6 号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

- (74) 代理人: 特許業務法人アイテック国際特許事務所 (ITEC INTERNATIONAL PATENT FIRM); 〒4600003 愛知県名古屋市中区錦二丁目 1 6 番 2 6 号 S C 伏見ビル Aichi (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (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

[続葉有]

(54) Title: COOLING PLATE, METHOD FOR PRODUCING SAME AND MEMBER FOR SEMICONDUCTOR MANUFACTURING APPARATUS

(54) 発明の名称: 冷却板、その製法及び半導体製造装置用部材



(57) Abstract: A member (10) for a semiconductor manufacturing apparatus is provided with an electrostatic chuck (20) that is formed of AlN, a cooling plate (30) and a cooling plate-chuck bonding layer (40). The cooling plate (30) is provided with: first to third substrates (31-33), a first metal bonding layer (34) that is formed between the first and second substrates (31, 32), a second metal bonding layer (35) that is formed between the second and third substrates (32, 33), and a coolant passage (36). The first to third substrates (31-33) are formed of a dense composite material that contains SiC, Ti₃SiC₂ and TiC, said substances being listed in descending order of content. The metal bonding layers (34, 35) are formed by interposing an Al-Si-Mg bonding material between the first and second substrates (31, 32) and between the second and third substrates (32, 33) and bonding the substrates (31-33) by thermal compression.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2014/156543 A1



ア (AM, AZ, BY, KG, KZ, 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, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

半導体製造装置用部材 (10) は、AIN 製の静電チャック (20) と、冷却板 (30) と、冷却板—チャック接合層 (40) とを備えている。冷却板 (30) は、第 1～第 3 基板 (31～33) と、第 1 及び第 2 基板 (31, 32) の間に形成された第 1 金属接合層 (34) と、第 2 及び第 3 基板 (32, 33) の間に形成された第 2 金属接合層 (35) と、冷媒通路 (36) とを備えている。第 1～第 3 基板 (31～33) は、含有量の多いものから SiC, Ti_3SiC_2 及び TiC をこの順に含む緻密質複合材料で形成されている。金属接合層 (34, 35) は、第 1 及び第 2 基板 (31, 32) の間と第 2 及び第 3 基板 (32, 33) の間に Al—Si—Mg 系接合材を挟んで各基板 (31～33) を熱圧接合することにより形成されたものである。

明 細 書

発明の名称： 冷却板、その製法及び半導体製造装置用部材

技術分野

[0001] 本発明は、冷却板、その製法及び半導体製造装置用部材に関する。

背景技術

[0002] 半導体プロセス中で高温化する静電チャックには、放熱のために冷却板が接合されている。この場合、静電チャックの材料としては窒化アルミニウム、冷却板の材料としてはアルミニウム、接合材としては樹脂が用いられることがある。窒化アルミニウムとアルミニウムは線熱膨張係数差が非常に大きく、例えば、窒化アルミニウムの線熱膨張係数は 5.0 ppm/K ($RT-800^\circ\text{C}$: 内田老鶴圃 「セラミックの物理」)、アルミニウムの線熱膨張係数は 31.1 ppm/K ($RT-800^\circ\text{C}$: 日本熱物性学会編、「新編熱物性ハンドブック」) である。このような静電チャックでは、接合材として柔らかい樹脂を用いているため、その線熱膨張係数差によって生じる応力を緩和することができる。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2006-143580号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 上述した静電チャックでは、接合材として樹脂が用いられているが、樹脂は有機材料であるため、放熱性が低く、高温で分解しやすい。そのため、高温プロセスでは一般に使いにくい。そこで、樹脂に代わる高放熱な接合材として、金属が有効であることが確認されている。このように金属で接合する方法を金属接合という。金属接合の接合材としては、例えばアルミニウムなどが知られている。

[0005] しかしながら、金属接合の接合材つまり金属には樹脂のような柔らかさが

ないため、静電チャックと冷却板との間の大きな線熱膨張係数差によって生じる応力を緩和することができない。こうしたことから、静電チャックとの金属接合に適する冷却板材料、つまり、窒化アルミニウムとの線熱膨張係数差が小さく、しかも冷却板として必要な特性を備えている新材料の開発が望まれていた。冷却板として必要な特性としては、放熱性を維持するため熱伝導率が高いこと、冷却液を通すため緻密性が高いこと、加工等に耐えるため強度が高いことなどが挙げられる。

[0006] 本発明はこのような課題を解決するためになされたものであり、内部に冷媒通路を有し、A I Nセラミック部材の冷却に用いられる冷却板において、A I Nとの線熱膨張係数差がきわめて小さく、熱伝導率、緻密性及び強度が十分高いものを提供することを主目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の冷却板は、

内部に冷媒通路が形成され、A I Nセラミック部材の冷却に用いられる冷却板であって、

含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料で作製された第1基板と、

前記緻密質複合材料で作製され、前記冷媒通路と同じ形状となるように打ち抜かれた打ち抜き部を有する第2基板と、

前記緻密質複合材料で作製された第3基板と、

前記第1基板と前記第2基板との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより両基板間に形成された第1金属接合層と、

前記第2基板と前記第3基板との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより両基板間に形成された第2金属接合層と、

を備えたものであるか、

又は、

含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料で作製された第1基板と、

前記緻密質複合材料で作製され、前記第1基板と向かい合う面に前記冷媒通路となる溝を有する第2基板と、

前記第1基板と前記第2基板のうち前記溝が設けられた面との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより形成された金属接合層と、
を備えたものである。

[0008] この冷却板は、金属接合層によって接合された各基板が上述した緻密質複合材料で作製されている。この緻密質複合材料は、AlNとの線熱膨張係数差がきわめて小さく、熱伝導率、緻密性及び強度が十分高い。このため、こうした冷却板とAlNセラミック部材とを接合した半導体製造装置用部材は、低温と高温との間で繰り返し使用したとしても冷却板とAlNセラミック部材とが剥がれることがなく、高い放熱性能を維持したまま、耐用期間が長くなる。また、上述した緻密質複合材料で作製された基板同士は、電子ビーム溶接などによる接合が難しく、樹脂接着材で接合すると冷却性能が低下してしまうが、ここでは、金属接合材を用いた熱圧接合（Thermal Compression Bonding, TCBと略す）により接合しているため、比較的容易に接合でき、しかも良好な冷却性能が得られる。

[0009] 本発明の冷却板において、前記金属接合層は、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合することにより形成されたものであることが好ましい。こうすれば、より良好な冷却性能が得られる。

[0010] 本発明の冷却板において、前記緻密質複合材料は、前記チタンシリコンカーバイドを23～40質量%、前記炭化チタンを4～12質量%含有することが好ましい。前記緻密質複合材料は、前記炭化珪素粒子同士の間隙に、前記チタンシリコンカーバイド及び前記炭化チタンの少なくとも1つが前記炭

化珪素粒子表面を覆うように存在していることが好ましい。前記緻密質複合材料は、AlNとの40℃～570℃の平均線熱膨張係数の差が0.5ppm/K以下であることが好ましい。前記緻密質複合材料は、40℃～570℃の平均線熱膨張係数が5.4～6.0ppm/Kであることが好ましい。前記緻密質複合材料は、熱伝導率が100W/m・K以上、4点曲げ強度が300MPa以上であることが好ましい。

[0011] 本発明の冷却板の製法は、

内部に冷媒通路が形成され、AlNセラミック部材の冷却に用いられる冷却板を製造する方法であって、

(a) 含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料を用いて、第1～第3基板を作製する工程と、

(b) 前記第2基板の一方の面から他方の面まで前記冷媒通路と同じ形状となるように打ち抜いて前記第2基板に打ち抜き部を形成する工程と、

(c) 前記第1基板と前記第2基板の一方の面との間および前記第3基板と前記第2基板の他方の面との間にそれぞれ金属接合材を挟んで前記第1～第3基板を熱圧接合する工程と、

を含むものであるか、

又は、

(a) 含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料を用いて、第1基板及び第2基板を作製する工程と、

(b) 前記第2基板の一方の面に前記冷媒通路となる溝を形成する工程と、

(c) 前記第1基板と前記第2基板のうち前記溝が設けられた面との間に金

属接合材を挟んで両基板を熱圧接合する工程と、
を含むものである。

[0012] この冷却板の製法によれば、上述した冷却板を容易に製造することができる。特に、上述した緻密質複合材料で作製された基板同士は、電子ビーム溶接などによる接合が難しく、樹脂接着材で接合すると冷却性能が低下してしまうが、ここでは、金属接合材を用いた熱圧接合により接合しているため、比較的容易に接合でき、しかも良好な冷却性能が得られる。

[0013] 本発明の冷却板の製法において、前記工程（c）では、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合するのが好ましい。こうすれば、より良好な冷却性能を持つ冷却板が得られる。

[0014] 本発明の半導体製造装置用部材は、
静電電極及びヒータ電極を内蔵したAlN製の静電チャックと、
上述したいずれかの冷却板と、
前記冷却板の前記第1基板の表面と前記静電チャックとの間に金属接合材を挟んで両者を熱圧接合することにより形成された冷却板－チャック接合層と、
を備えたものである。

[0015] この半導体製造装置用部材によれば、低温と高温との間で繰り返し使用したとしても冷却板とAlNセラミック部材とが剥がれることがなく、高い放熱性能を維持したまま、耐用期間が長くなる。また、静電チャックの熱を効率よく冷却板へ逃がすことができる。

[0016] 本発明の半導体製造装置用部材において、前記冷却板－チャック接合層は、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合することにより形成されたものであることが好ましい。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]半導体製造装置用部材10の平面図。

[図2]図1のA-A断面図。

[図3]半導体製造装置用部材10の製造工程図。

[図4]半導体製造装置用部材10の製造工程図。

[図5]第2基板32の説明図。

[図6]半導体製造装置用部材110の断面図。

[図7]半導体製造装置用部材110の製造工程図。

[図8]第2基板132の説明図。

[図9]実験例5で得られた緻密質複合材料のSEM像（反射電子像）。

[図10]実験例5で得られた緻密質複合材料のXRDプロファイル。

[図11]実験例15で得られた緻密質複合材料のSEM像（反射電子像）。

[図12]実験例15で得られた緻密質複合材料のXRDプロファイル。

発明を実施するための形態

[0018] [半導体製造装置用部材－第1実施形態]

以下に、第1実施形態の半導体製造装置用部材10について説明する。図1は半導体製造装置用部材10の平面図、図2は図1のA-A断面図である。

[0019] 半導体製造装置用部材10は、プラズマ処理を施すシリコン製のウエハWを吸着可能なAlN製の静電チャック20と、線熱膨張係数がAlNと同程度の緻密質複合材料で作製された冷却板30と、静電チャック20と冷却板30とを接合する冷却板－チャック接合層40と、を備えている。

[0020] 静電チャック20は、外径がウエハWの外径よりも小さい円盤状のAlNプレートであり、静電電極22とヒータ電極24とを内蔵している。静電電極22は、棒状の給電端子23を介して図示しない外部電源により直流電圧を印加可能な平面状の電極である。この静電電極22に直流電圧が印加されるとウエハWはジョンソン・ラーベック力によりウエハ載置面20aに吸着固定され、直流電圧の印加を解除するとウエハWのウエハ載置面20aへの吸着固定が解除される。ヒータ電極24は、静電チャック20の全面にわたって配線されるように例えば一筆書きの要領でパターン形成され、電圧を

印加すると発熱してウエハWを加熱する。ヒータ電極24には、冷却板30の裏面からヒータ電極24の一端及び他端にそれぞれ到達する棒状の給電端子25によって電圧を印加可能である。

[0021] 冷却板30は、外径が静電チャック20と同等かやや大きい円盤状のプレートであり、第1基板31と、第2基板32と、第3基板33と、第1基板31と第2基板32との間に形成された第1金属接合層34と、第2基板32と第3基板33との間に形成された第2金属接合層35と、冷媒が流通可能な冷媒通路36と、を備えている。第1～第3基板31, 32, 33は、緻密質複合材料で形成されている。この緻密質複合材料は、含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下であるが、詳しくは後述する。また、第2基板32には、打ち抜き部32aが形成されている。この打ち抜き部32aは、第2基板32の一方の面から他方の面までを冷媒通路36と同じ形状となるように打ち抜いたものである。第1及び第2金属接合層34, 35は、第1基板31と第2基板32の一方の面との間と、第2基板32の他方の面と第3基板33との間に、Al-Si-Mg系の金属接合材を挟んで各基板31～33を熱圧接合することにより形成されたものである。冷却板30には、静電チャック20が接合された面とは反対側の面からウエハ載置面20aと直交する方向に延びて冷媒通路36の入口36a及び出口36bにそれぞれ繋がる冷媒供給孔46a及び冷媒排出孔46bが形成されている。また、冷却板30には、静電チャック20が接合された面とその反対側の面とを貫通する端子挿通孔43, 45が形成されている。端子挿通孔43は、静電電極22の給電端子23を挿通するための孔であり、端子挿通孔45は、ヒータ電極24の給電端子25を挿通するための孔である。

[0022] 冷却板ーチャック接合層40は、冷却板30の第1基板31と静電チャック20との間にAl-Si-Mg系又はAl-Mg系の金属接合材を挟んで

両者を熱圧接合することにより形成されたものである。なお、各給電端子 23, 25 は、冷却板 30 や第 1 及び第 2 金属接合層 34, 35、冷却板—チャック接合層 40 と直接接触しないように構成されている。

[0023] なお、半導体製造装置用部材 10 には、ウエハ W の裏面に He ガスを供給するためのガス供給孔やウエハ W をウエハ載置面 20a から持ち上げるリフトピンを挿通するためのリフトピン挿通孔を、ウエハ載置面 20a と直交する方向に半導体製造装置用部材 10 を貫通するように設けてもよい。

[0024] 次に、半導体製造装置用部材 10 の使用例について説明する。まず、図示しない真空チャンバ内に半導体製造装置用部材 10 を設置した状態で、ウエハ W をウエハ載置面 20a に載置する。そして、真空チャンバ内を真空ポンプにより減圧して所定の真空度になるように調整し、静電電極 22 に直流電圧をかけてジョンソナーベック力を発生させ、ウエハ W をウエハ載置面 20a に吸着固定する。次に、真空チャンバ内を所定圧力（例えば数 10 ～ 数 100 Pa）の反応ガス雰囲気とし、この状態で、プラズマを発生させる。そして、発生したプラズマによってウエハ W の表面のエッチングを行う。図示しないコントローラは、ウエハ W の温度が予め設定された目標温度となるように、ヒータ電極 24 へ供給する電力を制御する。

[0025] 次に、半導体製造装置用部材 10 の製造例について説明する。図 3 及び図 4 は半導体製造装置用部材 10 の製造工程図である。図 5 は第 2 基板 32 の説明図であり、(a) は平面図、(b) は (a) の B—B 断面図である。

[0026] まず、上述した緻密質複合材料を用いて、円盤状の薄型プレートである第 1 ～第 3 基板 31 ～33 を作製する（図 3 (a) 参照）。次に、第 2 基板 32 の一方の面から他方の面まで冷媒通路 36 と同じ形状となるように打ち抜いて、第 2 基板 32 に打ち抜き部 32a を形成する（図 3 (b) 及び図 5 参照）。打ち抜き部 32a は、マシニングセンタ、ウォータジェット、放電加工などにより形成することができる。次に、第 1 基板 31 と第 2 基板 32 の一方の面との間に金属接合材 51 を挟むと共に、第 2 基板 32 の他方の面と第 3 基板 33 との間に金属接合材 52 を挟み（図 3 (c) 参照）、第 1 ～第

3基板31～32を熱圧接合する（図3（d）参照）。これにより、打ち抜き部32aが冷媒通路36になり、第1基板31と第2基板32との間に第1金属接合層34が形成され、第2基板32と第3基板33との間に第2金属接合層35が形成され、冷却板30が完成する。このとき、金属接合材51, 52としては、Al-Si-Mg系又はAl-Mg系接合材を使用するのが好ましい。これらの接合材を用いた熱圧接合（TCB）は、真空雰囲気下、固相線温度以下に加熱した状態で各基板を0.5～2.0 kg/mm²の圧力で1～5時間かけて加圧することにより行う。その後、冷却板30の裏面側から冷媒通路36の入口36aに至る冷媒供給孔46aと、冷却板30の裏面側から冷媒通路36の出口36bに至る冷媒排出孔46bとを形成すると共に、冷却板30の表裏を貫通する端子挿通孔43, 45を形成する（図3（e）参照、図3（e）には、冷媒通路36の入口36aや出口36b、冷媒供給孔46a、冷媒排出孔46bは現れていないが、これらについては図1を参照）。

[0027] 一方、静電電極22及びヒータ電極24が埋設され、給電端子23, 25が取り付けられた静電チャック20を作製する（図4（a）参照）。こうした静電チャック20は、例えば特開2006-196864号公報の記載にしたがって用意することができる。そして、静電チャック20のウエハ載置面20aとは反対側の面と冷却板30の第1基板31の表面との間に金属接合材28を挟み、給電端子23, 25をそれぞれ端子挿通孔43, 45に挿通し、静電チャック20と冷却板30とを熱圧接合する（図4（a）参照）。これにより、静電チャック20と冷却板30の間には冷却板-チャック接合層40が形成され、半導体製造装置用部材10が完成する（図4（b）参照）。金属接合材28としては、上述したようにAl-Si-Mg系又はAl-Mg系接合材を使用してTCBを行うのが好ましい。

[0028] 以上詳述した第1実施形態によれば、冷却板30は、第1及び第2金属接合層34, 35によって接合された第1～第3基板31～33が上述した緻密質複合材料で作製されており、この緻密質複合材料は、AlNとの線熱膨

張係数差がきわめて小さく、熱伝導率、緻密性及び強度が十分高い。このため、こうした冷却板30とAlNセラミック部材である静電チャック20とを接合した半導体製造装置用部材10は、低温と高温との間で繰り返し使用したとしても冷却板30と静電チャック20とが剥がれることがなく、高い放熱性能を維持したまま、耐用期間が長くなる。また、上述した緻密質複合材料で作製された第1～第3基板31～33は、電子ビーム溶接などによる接合が難しく、樹脂接着材で接合すると冷却性能が低下してしまうが、ここでは、金属接合材を用いたTCBにより接合しているため、比較的容易に接合でき、しかも良好な冷却性能が得られる。

[0029] また、第1～第3基板31～33は緻密性が十分高いため、冷却板30の内部に冷却液や冷却ガスを通過させることができ、冷却効率が一層向上する。更に、第1～第3基板31～33は、強度が十分高いため、半導体製造装置用部材10を製造する際の加工や接合に耐えることができるし、使用時の温度変化によって生じる応力にも十分耐えることができる。

[0030] [半導体製造装置用部材－第2実施形態]

以下に、第2実施形態の半導体製造装置用部材110について説明する。
図6は半導体製造装置用部材110の断面図である。

[0031] 半導体製造装置用部材110は、プラズマ処理を施すシリコン製のウエハWを吸着可能なAlN製の静電チャック20と、線熱膨張係数がAlNと同程度の緻密質複合材料で作製された冷却板130と、冷却板130と静電チャック20とを接合する冷却板－チャック接合層40と、を備えている。

[0032] 静電チャック20は、第1実施形態と同じであるため、第1実施形態と同じ符号を付し、説明を省略する。冷却板130は、外径が静電チャック20と同等かやや大きい円盤状のプレートであり、第1基板131と、第2基板132と、第1基板131と第2基板132との間に形成された金属接合層134と、冷媒が流通可能な冷媒通路136と、を備えている。第1及び第2基板131、132は、第1実施形態で用いた緻密質複合材料と同じ材料で形成されている。第2基板132は、第1基板131と向かい合う面に冷

媒通路 136 となる溝を有している。金属接合層 134 は、第 1 基板 131 と第 2 基板 132 のうち溝 132a が設けられた面との間に、Al-Si-Mg 系又は Al-Mg 系の金属接合材を挟んで両基板 131, 132 を熱圧接合することにより形成されたものである。冷却板 130 には、第 1 実施形態と同様、冷媒通路 136 の入口及び出口にそれぞれ繋がる冷媒供給孔及び冷媒排出孔が形成されているが、これらの図示は省略する。また、冷却板 130 には、第 1 実施形態と同様、端子挿通孔 43, 45 が形成されている。冷却板-チャック接合層 40 は、第 1 実施形態と同じであるため、説明を省略する。

[0033] 半導体製造装置用部材 110 の使用例は、第 1 実施形態と同じであるため、説明を省略する。

[0034] 次に、半導体製造装置用部材 110 の製造例について説明する。図 7 は半導体製造装置用部材 110 の製造工程図、図 8 は第 2 基板 132 の説明図であり、(a) は平面図、(b) は C-C 断面図である。まず、上述した緻密質複合材料を用いて、円盤状の薄型プレートである第 1 及び第 2 基板 131, 132 を作製する (図 7 (a) 参照)。次に、第 2 基板 132 のうち第 1 基板 131 と向かい合う面に冷媒通路 136 となる溝 132a を形成する (図 7 (b) 及び図 8 参照)。溝 132a は、マシニングセンタ、ウォータージェット、放電加工などにより形成することができる。次に、第 1 基板 131 と第 2 基板 132 の溝 132a が形成された面との間に金属接合材 61 を挟み (図 7 (c) 参照)、第 1 及び第 2 基板 131, 132 を熱圧接合する (図 7 (d) 参照)。これにより、溝 132a が冷媒通路 36 になり、第 1 基板 131 と第 2 基板 132 との間に金属接合層 134 が形成され、冷却板 130 が完成する。このとき、金属接合材 61 としては、上述したように Al-Si-Mg 系又は Al-Mg 系接合材を使用して TCB を行うのが好ましい。この後の工程すなわち静電チャック 20 と冷却板 130 との接合工程は、第 1 実施形態と同様であるため、その説明を省略する。

[0035] 以上詳述した第 2 実施形態によれば、冷却板 130 は、金属接合層 134

によって接合された第1及び第2基板131, 132が上述した緻密質複合材料で作製されており、この緻密質複合材料は、AlNとの線熱膨張係数差がきわめて小さく、熱伝導率、緻密性及び強度が十分高い。このため、こうした冷却板130とAlNセラミック部材である静電チャック20とを接合した半導体製造装置用部材110は、低温と高温との間で繰り返し使用したとしても冷却板130と静電チャック20とが剥がれることがなく、高い放熱性能を維持したまま、耐用期間が長くなる。また、上述した緻密質複合材料で作製された第1及び第2基板131, 132は、電子ビーム溶接などによる接合が難しく、樹脂接着材で接合すると冷却性能が低下してしまうが、ここでは、金属接合材を用いたTCBにより接合しているため、比較的容易に接合でき、しかも良好な冷却性能が得られる。

[0036] また、第1及び第2基板131, 132は緻密性が十分高いため、冷却板130の内部に冷却液や冷却ガスを通過させることができ、冷却効率が一層向上する。更に、第1及び第2基板131, 132は、強度が十分高いため、半導体製造装置用部材110を製造する際の加工や接合に耐えることができるし、使用時の温度変化によって生じる応力にも十分耐えることができる。

[0037] [緻密質複合材料]

上述した実施形態で使用する緻密質複合材料は、含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下のものである。ここでは、含有量は、X線回折のピークに基づいて求めた値とする。また、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。

[0038] 炭化珪素は、51～68質量%含有されている。51質量%未満しか含有されていない場合には、窒化アルミニウムとの熱膨張係数差が大きくなるため、好ましくない。また、68質量%を超えると、開気孔率が大きくなった

り強度が十分高くならなかったりするため、好ましくない。

[0039] チタンシリコンカーバイドは、炭化珪素より少量含有されており、炭化チタンは、チタンシリコンカーバイドより少量含有されている。チタンシリコンカーバイドとしては、 Ti_3SiC_2 (TSC) が好ましく、炭化チタンとしては、 TiC が好ましい。例えば、チタンシリコンカーバイドを 27～40 質量%含有し、炭化チタンを 4～12 質量%含有していることが好ましい。

[0040] 炭化珪素粒子同士の間隙には、チタンシリコンカーバイド及び炭化チタンの少なくとも 1 つが炭化珪素粒子表面を覆うように存在していることが好ましい。炭化珪素粒子が高頻度に分散している場合、炭化珪素粒子間に気孔が残存しやすくなるが、上述したように炭化珪素粒子表面が他の粒子で覆われていると、その気孔が埋まりやすくなり、緻密且つ高強度な材料となりやすいため、好ましい。

[0041] 上述した実施形態で使用する緻密質複合材料は、線熱膨張係数が窒化アルミニウムと同程度である。そのため、この緻密質複合材料で作製された部材と窒化アルミニウムで作製された部材とを接合（例えば金属接合）した場合、低温と高温との間で繰り返し使用したとしても剥離しにくい。具体的には、この緻密質複合材料は、窒化アルミニウムとの 40～570℃の平均線熱膨張係数の差が 0.5 ppm/K 以下であることが好ましい。また、この緻密質複合材料の 40～570℃の平均線熱膨張係数は 5.4～6.0 ppm/K であることがより好ましい。なお、この緻密質複合材料と同じ条件で、窒化アルミニウムに焼結助剤として Y_2O_3 を 5 重量%添加した窒化アルミニウム焼結体の 40～570℃の平均線熱膨張係数を測定したところ、5.7 ppm/K であり、焼結助剤なしの窒化アルミニウム焼結体の平均線熱膨張係数を測定したところ、5.2 ppm/K であった。よって、本発明では両者の間の値である、線熱膨張係数 5.5 ppm/K (40～570℃) を中心値とし、平均線熱膨張係数の差が 0.5 ppm/K 以下である窒化アルミニウム焼結体の提供を目的とした。

[0042] 上述した実施形態で使用する緻密質複合材料は、熱伝導性に優れているが

、具体的には熱伝導率が $100\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上であることが好ましい。こうすれば、この緻密質複合材料で作製された部材と窒化アルミニウムで作製された部材とを金属接合した場合、窒化アルミニウムが持つ熱を効率よく逃がすことができる。

[0043] 上述した実施形態で使用する緻密質複合材料は、強度に優れているが、具体的には4点曲げ強度が 300 MPa 以上であることが好ましい。こうすれば、この緻密質複合材料で作製された部材を冷却板等に適用しやすくなる。

[0044] 上述した実施形態で使用する緻密質複合材料の製法は、例えば、(a)炭化珪素を43～52質量%、炭化チタンを33～45質量%含有し、残部が、珪化チタンを18質量%以下、及び／又は、シリコンを13質量%以下含有する粉体混合物を作製する工程と、(b)前記粉体混合物を不活性雰囲気下ホットプレスで焼結させることにより、上述した緻密質複合材料を得る工程と、を含むものとしてもよい。

[0045] 工程(a)では、炭化珪素の原料粉末の粒径は特に限定されないが、平均粒径が $2\sim35\text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましい。また、粗粒(例えば平均粒径 $15\sim35\text{ }\mu\text{m}$)のみを用いてもよいし、細粒(例えば平均粒径 $2\sim10\text{ }\mu\text{m}$)のみを用いてもよいし、粗粒と細粒とを混合して用いてもよい。 SiC の平均粒径が $2\text{ }\mu\text{m}$ よりも小さい場合、原料中の SiC 比が多い組成では SiC 粒子の表面積が増加する為に焼結性が低下し、緻密な焼結体を得られにくい。一方、 SiC の平均粒径が $35\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きい場合は、焼結性には問題無いが、強度が低下することが懸念される。また、工程(a)では、上述したように、原料粉末として炭化珪素、炭化チタン、珪化チタンを用いてもよいが、炭化珪素、炭化チタン、珪化チタン、チタン、シリコンの中から適宜選択して用いてもよい。

[0046] 工程(b)では、不活性雰囲気とは、例えば真空雰囲気、窒素ガス雰囲気、アルゴンガス雰囲気などが挙げられる。また、ホットプレス条件は、上述した緻密質複合材料が得られるように設定すればよい。例えば、ホットプレス時の圧力は $100\sim400\text{ kgf/cm}^2$ が好ましく、 $200\sim300\text{ kg}$

f / cm^2 がより好ましい。ホットプレス時の温度は $1550 \sim 1800^\circ\text{C}$ が好ましく、 $1600 \sim 1750^\circ\text{C}$ がより好ましい。圧力と温度との関係は、粉体混合物の組成や原料粉の粒径などにより、この範囲内で適宜設定すればよい。例えば、粉体混合物中の炭化珪素の含有率が低い場合には、粉体混合物は焼結しやすいため、比較的穏やかなホットプレス条件で緻密化する。一方、粉体混合物中の炭化珪素の含有率が高い場合には、粉体混合物は焼結しにくいいため、比較的厳しいホットプレス条件で緻密化する。また、炭化珪素が粗粒のみを用いる場合には、比較的厳しいホットプレス条件で緻密化するが、粗粒と細粒を混合して用いる場合には、比較的穏やかなホットプレス条件で緻密化する。なお、焼成時間は、ホットプレス条件に応じて適宜設定すればよいが、例えば $1 \sim 10$ 時間の間で適宜設定すればよい。但し、粗粒のみを用いる場合に比べて、粗粒と細粒とを混合して用いた場合の方が、穏やかなホットプレス条件で緻密化する傾向があるため、好ましい。

- [0047] 工程 (b) のホットプレス条件は、例えば、粉体混合物中の炭化珪素が 43 質量%以上 47 質量%未満の場合、炭化珪素が粗粒か細粒かにかかわらず、 $1600 \sim 1800^\circ\text{C}$ で $200 \sim 400 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ という条件が好ましい。また、粉体混合物中の炭化珪素が 47 質量%以上 52 質量%以下の場合、炭化珪素が粗粒か細粒かにかかわらず、 $1650 \sim 1800^\circ\text{C}$ で $300 \sim 400 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ という条件か、 $1750 \sim 1800^\circ\text{C}$ で $250 \sim 400 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ という条件が好ましいが、炭化珪素が粗粒と細粒の混合粒であれば、 $1650 \sim 1800^\circ\text{C}$ で $300 \sim 400 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ という条件か、 $1700 \sim 1800^\circ\text{C}$ で $250 \sim 400 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ という条件が好ましい。

実施例

- [0048] [半導体製造装置用部材]

実施例の半導体製造装置用部材10は、静電チャック20として、AIN製のジョンソーラーベックタイプで、直径が 297 mm 、厚み 5 mm 、誘電体膜厚（静電電極22からウエハ載置面20aまでの厚み）が 0.35

mm、ヒータ電極24がNbコイルのものを用いた。また、冷却板30として、後述する実験例15の緻密質材料で作製した第1～第3基板31～33を、Al-Si-Mg系接合材（88.5重量%のAl、10重量%のSi、1.5重量%のMgを含有し、固相線温度が約560℃）を用いてTCBにより接合した。TCBは、真空雰囲気下、540～560℃に加熱した状態で各基板を1.5kg/mm²の圧力で5時間かけて加圧することにより行った。得られた冷却板30は、直径が340mm、厚みが32mmであった。静電チャック20と冷却板30との接合も、同じ接合材を用いてTCBにより行った。冷却板-チャック接合層40の厚みは0.12mmであった。一方、比較例の半導体製造装置用部材は、アルミニウム製の第1～第3基板をアクリル樹脂（熱伝導率0.2W/mK）により接合した冷却板を用いた以外は、上述した実施例と同様にして作製した。

[0049] そして、実施例の半導体製造装置用部材10の冷却板30の冷媒通路36に温度25℃の純水（冷媒）を流量13L/minを流し、ヒータ電極24に所定の電力を投入してヒータ電極24を発熱させたときのウエハ載置面20aの温度を表面温度計でモニターした。比較例の半導体製造装置用部材についても、同様にしてモニターした。その結果を表1に示す。表1から、投入電力にかかわらず、実施例の方が比較例よりも冷却性能が優れていることがわかる。

[0050] [表1]

投入電力 (W)	ウエハ載置面の温度(℃)	
	比較例	実施例
2000	30	7
4000	65	15
6000	100	20

[0051] [緻密質複合材料]

以下に、上述した実施形態で使用する緻密質複合材料の好適な適用例について説明する。SiC原料は、純度96.0%以上、平均粒径32.3μm

或いは、 $16.4\ \mu\text{m}$ 或いは、 $2.9\ \mu\text{m}$ の市販品を使用した。 TiC 原料は、純度 94.5% 以上、平均粒径 $4.3\ \mu\text{m}$ の市販品を使用した。 TiSi_2 原料は、純度 96.0% 以上、平均粒径 $6.9\ \mu\text{m}$ の市販品を使用した。 Si 原料は、純度 97.0% 以上、平均粒径 $2.1\ \mu\text{m}$ の市販品を使用した。

[0052] 1. 製造手順

・調合

SiC 原料、 TiC 原料及び TiSi_2 原料、あるいは、 SiC 原料、 TiC 原料及び Si 原料を、表 2, 3 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 10mm の鉄芯入りナイロンボールを用いて 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°C 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。尚、秤量した原料約 300g を高速流動混合機（粉体投入部の容量 1.8L ）に投入し、攪拌羽根の回転数 1500rpm で混合した場合にも湿式混合と同様の材料特性が得られることを確認した。

・成形

調合粉末を、 $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ の圧力で一軸加圧成形し、直径 50mm 、厚さ 15mm 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緻密質焼結材料を得た。ホットプレス焼成では、表 2, 3 に示す焼成温度（最高温度）及びプレス圧力で焼成し、焼成終了まで真空雰囲気とした。焼成温度での保持時間は 4 時間とした。なお、以下では、ホットプレスを HP と略す。

[0053] 2. 各実験例

表 2, 3 には、各実験例の出発原料組成（質量%）、 SiC 原料の粒径とその割合、HP 焼成条件、XRD 測定結果から求めた焼結体の構成相とその量比（簡易定量結果）、焼結体の基本特性（開気孔率、嵩密度、4 点曲げ強度、線熱膨張係数、熱伝導率）を示した。なお、実験例 1～36 のうち、実

験例 3 ～ 7, 10, 12, 13, 15, 16, 18 ～ 21, 23, 24、26, 33 ～ 36 が上述した実施形態で使用するのに適した緻密質複合材料であり、残りは適さない材料である。

[0054]

[表2]

No.: 実験例 ○: 適 ×: 不適	原料組成: 質量%				SiC割合			HP焼成条件		XRD構成相(質量%)					焼結体の基本特性						
	SiC	TiC	TiSi ₂	Si	合計	32.3 μm の割合	16.4 μm の割合	2.9 μm の割合	焼成 温度 (°C)	プレス 圧力 (kg/cm ²)	SiC	TSC	TiC	TiSi ₂	合計	開気孔率 (%)	嵩密度 (g/cm ³)	4点曲げ 強度 (MPa)	線熱膨 張係数 (ppm/K)	熱伝導率 (W/mK)	
No.1 (×)	41.2	41.0	17.8	—	100	0	100	0	1700	200	50.1	41.9	8	—	*1	100	0.0	3.80	359	6.2	102
No.2 (×)	41.2	41.0	17.8	—	100	0	0	100	1700	200	47.9	40.5	11.6	—	—	100	0.0	3.80	370	6.1	98
No.3 (○)	43.1	39.6	17.2	—	100	0	100	0	1600	200	51.1	39.3	9.6	—	—	100	0.0	3.75	368	6.0	105
No.4 (○)	43.1	39.6	17.2	—	100	0	100	0	1650	200	52.8	36.1	11.1	—	—	100	0.0	3.74	371	6.0	104
No.5 (○)	43.1	39.6	17.2	—	100	0	100	0	1700	200	51.5	39.1	9.4	—	—	100	0.0	3.74	350	5.9	107
No.6 (○)	43.1	39.6	17.2	—	100	0	0	100	1700	200	52.9	38.1	9	—	—	100	0.0	3.75	375	6.0	102
No.7 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1650	300	63.5	29.2	7.3	—	—	100	0.9	3.55	310	5.8	120
No.8 (×)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1700	200	64.1	29.8	6.1	—	—	100	7.0	3.34	199	5.8	110
No.9 (×)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1700	250	63.7	30.1	6.2	—	—	100	1.9	3.52	313	5.8	115
No.10 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1700	300	63.4	30.4	6.2	—	—	100	0.2	3.58	346	5.8	123
No.11 (×)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1750	200	60.6	31.5	7.9	—	—	100	6.8	3.35	205	5.8	109
No.12 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	100	0	1750	250	59.4	33.1	7.5	—	—	100	0.0	3.72	375	5.8	119
No.13 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1650	300	62.9	29.1	8.0	—	—	100	0.9	3.62	330	5.8	121
No.14 (×)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1700	200	64.3	29.3	6.4	—	—	100	5.0	3.47	279	5.7	115
No.15 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1700	250	65.4	29.6	5	—	—	100	0.4	3.59	364	5.7	123
No.16 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1700	300	65.2	29.4	5.4	—	—	100	0.0	3.68	417	5.7	125
No.17 (×)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1725	200	62.3	31.9	5.8	—	—	100	1.7	3.58	311	5.8	117
No.18 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	0	65	35	1750	250	60.9	30.8	8.3	—	—	100	0.0	3.73	390	5.8	121
No.19 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	65	0	35	1725	200	65.1	30.4	4.5	—	—	100	0.8	3.62	325	5.8	117
No.20 (○)	49.2	35.3	15.5	—	100	55	0	45	1725	200	64.3	29.9	5.8	—	—	100	0.5	3.67	318	5.7	119

※1「—」はXRDプロファイルにて該当相が検出されないことを示す

[0055] [表3]

No.: 実験例 ○: 適 ×: 不適	原料組成: 質量%				SiC割合			HP焼成条件		XRD構成相(質量%)					焼結体の基本特性					
	SiC	TiC	TiSi ₂	Si	合計	32.3 μ m の割合	16.4 μ m の割合	2.9 μ m の割合	焼成 温度 (°C)	プレス 圧力 (kg/cm ²)	SiC	TSC	TiC	TiSi ₂	合計	開気孔率 (%)	嵩密度 (g/cm ³)	4点曲げ 強度 (MPa)	線熱膨 張係数 (ppm/K)	熱伝導率 (W/mK)
No.21 (○)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1650	200	67.9	27.4	4.7	-	100	0.9	3.54	310	5.5	130
No.22 (×)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1700	200	67.5	27.1	5.4	-	100	5.7	3.37	255	5.5	123
No.23 (○)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1700	250	67.7	28.1	4.2	-	100	0.7	3.55	340	5.5	131
No.24 (○)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1700	300	66.4	27.8	5.8	-	100	0.4	3.55	341	5.4	128
No.25 (×)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1750	200	66.2	27.2	6.6	-	100	5.3	3.38	241	5.5	125
No.26 (○)	51.4	33.7	14.8	-	100	0	65	35	1750	250	66.4	28.2	5.4	-	100	0.2	3.56	361	5.4	130
No.27 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1700	200	68.7	26.9	4.4	-	100	14.0	3.07	185	5.3	126
No.28 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1700	250	70.1	25.1	4.8	-	100	10.1	3.21	191	5.3	125
No.29 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1700	300	71.4	24.8	3.8	-	100	4.8	3.40	205	5.2	130
No.30 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1750	200	70.7	25.2	4.1	-	100	12.0	3.14	179	5.2	122
No.31 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1750	250	69.5	26.3	4.2	-	100	7.1	3.32	198	5.2	129
No.32 (×)	53.8	32.1	14.1	-	100	0	65	35	1750	300	70.4	25.7	3.9	-	100	3.8	3.18	215	5.3	131
No.33 (○)	43.2	44.2	-	12.6	100	0	65	35	1700	200	62.4	29.7	7.9	-	100	0.9	3.64	335	5.8	122
No.34 (○)	43.2	44.2	-	12.6	100	0	65	35	1725	200	62.0	29.9	8.1	-	100	0.4	3.68	319	5.8	120
No.35 (○)	43.2	44.2	-	12.6	100	0	65	35	1750	200	61.2	31.0	7.8	-	100	0.1	3.73	337	5.9	119
No.36 (○)	43.2	44.2	-	12.6	100	0	55	45	1750	200	61.9	30.4	7.7	-	100	0.1	3.72	333	5.8	120

[0056] 3. 構成相の簡易定量

複合材料を乳鉢で粉砕し、X線回折装置により結晶相を同定した。測定条件はCuK α 、40kV、40mA、 $2\theta = 5 \sim 70^\circ$ 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。また、構成相の簡易定量を行った。この簡易定量は、複合材料に含まれる結晶相の含有量をX線回折のピークに基づいて求めた。ここでは、SiC、TSC（Ti₃SiC₂）、TiC及びTiSi₂に分けて簡易定量を行い含有量を求めた。簡易定量には、ブルカー・エイエックスエス社の粉末回折データ解析用ソフトウェア「EVA」の簡易プロファイルフィッティング機能（FPM Eval.）を利用した。本機能は定性した結晶相のICDD PDFカードの I/I_{cor} （コランダムの回折強度に対する強度比）を用いて構成相の量比を算出するものである。各結晶相のPDFカード番号は、SiC：00-049-1428、TSC：01-070-6397、TiC：01-070-9258（TiC_{0.62}）、TiSi₂：01-071-0187を用いた。なお、表2、3中、「—」はXRDプロファイルにて検出されなかったことを示す。

[0057] 4. 基本特性の測定

(1) 開気孔率及び嵩密度

純水を媒体としたアルキメデス法により測定した。

(2) 4点曲げ強度

JIS-R1601に従って求めた。

(3) 線熱膨張係数（40～570℃の平均線熱膨張係数）

ブルカーエイエックスエス（株）製、TD5020S（横型示差膨張測定方式）を使用し、アルゴン雰囲気中、昇温速度20℃/分の条件で650℃まで2回昇温し、2回目の測定データから40～570℃の平均線熱膨張計数を算出した。標準試料には装置付属のアルミナ標準試料（純度99.7%、嵩密度3.9g/cm³、長さ20mm）を使用した。このアルミナ標準試料をもう1本用意し、同一条件で線熱膨張係数を測定した値は7.7ppm

／Kであった。尚、本条件で、窒化アルミニウムに焼結助剤として Y_2O_3 を5重量％添加した窒化アルミニウム焼結体の40～570℃の平均線熱膨張係数を測定したところ、5.7ppm／Kであり、焼結助剤なしの窒化アルミニウム焼結体の平均線熱膨張係数を測定したところ、5.2ppm／Kであった。

(4) 熱伝導率

レーザーフラッシュ法により測定した。

[0058] 5. 結果

(1) 実験例1, 2

実験例1では、平均粒径が16.4 μm のSiC原料を使用し、実験例2では、平均粒径が2.9 μm のSiC原料を使用した以外は、同じ原料組成、同じHP焼成条件で焼成した。調合粉末中のSiC含有率は41.2質量％とした。その結果、実験例1, 2では、開気孔率0％の緻密質複合材料が得られたものの、窒化アルミニウムとの熱膨張係数差が0.5ppm／Kを超えてしまった。実験例1, 2では、使用したSiC原料が少なすぎたため、得られた緻密質複合材料中のSiCが47～49質量％と低くなりすぎ、熱膨張係数が十分低くならなかったと考えられる。

[0059] (2) 実験例3～6

実験例3～5では、異なるHP焼成条件で焼成した以外は、平均粒径が16.4 μm のSiC原料を使用し、同じ原料組成の調合粉末を焼成した。調合粉末中のSiC含有率は43.1質量％とした。その結果、実験例3～5では、SiC含有率51～53質量％、開気孔率0％、熱膨張係数6.0ppm／Kの緻密質複合材料が得られた。これらの4点曲げ強度は300MPa以上であり、熱伝導率は100W／m・K以上であった。また、実験例6では、平均粒径が2.9 μm のSiC原料を使用した以外は、実験例5と同じ原料組成、同じHP焼成条件で焼成した。その結果、実験例6では、実験例5と同等の性能を持つ緻密質複合材料が得られた。ここで、代表例として実験例5で得られた緻密質複合材料のSEM像（反射電子像）とXRDプロ

ファイルを図9及び図10にそれぞれ示す。図9から、SiC粒子の表面はTSC及びTiCの少なくとも1つによって覆われていることがわかる。なお、他の実験例についても同様のSEM像及びXRDプロファイルが得られた。

[0060] (3) 実験例7～12

実験例7～12では、異なるHP焼成条件で焼成した以外は、平均粒径が $16.4\mu\text{m}$ のSiC原料を使用し、同じ原料組成の調合粉末を焼成した。調合粉末中のSiC含有率は49.2質量%とした。その結果、実験例7, 10, 12では、SiC含有率59～64質量%、開気孔率0.2～0.9%、熱膨張係数 5.8ppm/K の緻密質複合材料が得られた。これらの4点曲げ強度は 300MPa 以上であり、熱伝導率は $100\text{W/m}\cdot\text{K}$ 以上であった。一方、実験例8, 9, 11では、熱膨張係数 5.8ppm/K の複合材料が得られたが、開気孔率が1%を超えていた。実験例8, 9では、HP焼成条件として温度 1700°C 、実験例11では、HP焼成条件として温度 1750°C を採用したが、いずれもプレス圧力が不足していたため開気孔率が大きくなったと思われる。なお、実験例7, 10, 12についても図9及び図10と同様のSEM像及びXRDプロファイルが得られた。

[0061] (4) 実験例13～18

実験例13～18では、異なるHP焼成条件で焼成した以外は、平均粒径 $16.4\mu\text{m}$ のSiC原料と平均粒径 $2.9\mu\text{m}$ のSiC原料とを65:35(質量比)で混合したSiCを使用し、同じ原料組成の調合粉末を焼成した。調合粉末中のSiC含有率は49.2質量%とした。その結果、実験例13, 15, 16, 18では、SiC含有率60～63質量%、開気孔率0～0.9%、熱膨張係数 $5.7\sim 5.8\text{ppm/K}$ の緻密質複合材料が得られた。これらの4点曲げ強度は 300MPa 以上であり、熱伝導率は $100\text{W/m}\cdot\text{K}$ 以上であった。一方、実験例14, 17では、熱膨張係数 $5.7\sim 5.8\text{ppm/K}$ の複合材料が得られたが、開気孔率が1%を超えていた。実験例14では、HP焼成条件として温度 1700°C 、実験例17では、

H P 焼成条件として温度 1 7 2 5 °C を採用したが、いずれもプレス圧力が不足していたため開気孔率が大きくなったと考えられる。ここで、代表例として実験例 1 5 で得られた緻密質複合材料の S E M 像（反射電子像）と X R D プロファイルを図 1 1 及び図 1 2 にそれぞれ示す。図 1 1 から、S i C 粒子の表面は T S C 及び T i C の少なくとも 1 つによって覆われていることがわかる。なお、実験例 1 3, 1 6, 1 8 についても図 1 1 及び図 1 2 と同様の S E M 像及び X R D プロファイルが得られた。

[0062] ここで、実験例 1 5 と実験例 9 とを対比すると、実験例 1 5 では粗粒と細粒とが入り交じった S i C 原料を用いたのに対して、実験例 9 では粗粒のみの S i C 原料を用いたことが異なるが、それ以外は、同じ原料組成、同じ H P 焼成条件で調合粉末を焼成した。その結果、実験例 9 の焼結体は十分緻密化しなかった（開気孔率 1. 9 %）が、実験例 1 5 の焼結体は十分緻密化した（開気孔率が 0. 4 %）。この結果から、粗粒と細粒とが入り交じった S i C 原料を使用した方が、粗粒のみの S i C 原料を使用した場合に比べて緻密化しやすい傾向があるといえる。

[0063] （5）実験例 1 9, 2 0

実験例 1 9, 2 0 では、異なる S i C 原料を用いた以外は、同じ原料組成の調合粉末を、同じ H P 焼成条件で焼成した。実験例 1 9 では、平均粒径 3 2. 3 μm の S i C 原料と平均粒径 2. 9 μm の S i C 原料とを 6 5 : 3 5 （質量比）で混合した S i C を使用し、実験例 2 0 では、平均粒径 3 2. 3 μm の S i C 原料と平均粒径 2. 9 μm の S i C 原料とを 5 5 : 4 5 （質量比）で混合した S i C を使用した。調合粉末中の S i C 含有率は 4 9. 2 質量%とした。その結果、S i C 含有率 6 4 ~ 6 6 質量%、開気孔率 0. 5 ~ 0. 8 %、熱膨張係数 5. 7 ~ 5. 8 p p m / K の緻密質複合材料が得られた。これらの 4 点曲げ強度は 3 0 0 M P a 以上であり、熱伝導率は 1 0 0 W / m · K 以上であった。なお、実験例 1 9, 2 0 についても図 1 1 及び図 1 2 と同様の S E M 像及び X R D プロファイルが得られた。

[0064] ここで、実験例 1 7 と実験例 1 9 とを対比すると、実験例 1 7 では平均粒

径が $16.4\mu\text{m}$ のSiC原料を用いたのに対して、実験例19では平均粒径が $32.3\mu\text{m}$ のSiC原料を用いたことが異なるが、それ以外は、同じ原料組成、同じHP焼成条件で調合粉末を焼成した。その結果、実験例17の焼結体は十分緻密化しなかった（開気孔率 1.7% ）が、実験例19の焼結体は十分緻密化した（開気孔率 0.8% ）。この結果から、平均粒径の大きな粗粒のSiC原料を使用した方が、平均粒径の小さな粗粒のSiC原料を使用した場合に比べて緻密化しやすい傾向があるといえる。特にSiC原料の量が多い場合において、粗粒のSiC量の割合を多くすることが緻密化に有効となる。

[0065] (6) 実験例21～26

実験例21～26では、異なるHP焼成条件で焼成した以外は、平均粒径 $16.4\mu\text{m}$ のSiC原料と平均粒径 $2.9\mu\text{m}$ のSiC原料とを $65:35$ （質量比）で混合したSiCを使用し、同じ原料組成の調合粉末を焼成した。調合粉末中のSiC含有率は 51.4 質量%とした。その結果、実験例21, 23, 24, 26では、SiC含有率 $66\sim68$ 質量%、開気孔率 $0.2\sim0.9\%$ 、熱膨張係数 $5.4\sim5.5\text{ppm/K}$ の緻密質複合材料が得られた。これらの4点曲げ強度は 300MPa 以上であり、熱伝導率は $100\text{W/m}\cdot\text{K}$ 以上であった。一方、実験例22, 25では、熱膨張係数 5.5ppm/K の複合材料が得られたが、開気孔率が 1% を超えていた。実験例22では、HP焼成条件として温度 1700°C 、実験例25では、HP焼成条件として温度 1750°C を採用したが、いずれもプレス圧力が不足していたため開気孔率が大きくなったと考えられる。なお、実験例21, 23, 24, 26についても図11及び図12と同様のSEM像及びXRDプロファイルが得られた。

[0066] (7) 実験例27～32

実験例27～32では、異なるHP焼成条件で焼成した以外は、平均粒径 $16.4\mu\text{m}$ のSiC原料と平均粒径 $2.9\mu\text{m}$ のSiC原料とを $65:35$ （質量比）で混合したSiCを使用し、同じ原料組成の調合粉末を焼成し

た。調合粉末中のS i C含有率は53.8質量%とした。その結果、実験例27～32では、S i C含有率68～72質量%、熱膨張係数5.2～5.3 ppm/Kの複合材料が得られたが、開気孔率は1%を超えていた。実験例27～32では、使用したS i C原料が多すぎたため、HP焼成でも十分に焼結せず、開気孔率が高くなってしまったと思われる。

[0067] (8) 実験例33～36

実験例33～36では、原料にT i S i₂を使用せず、T i CとS iを用い、平均粒径16.4 μmのS i C原料と平均粒径2.9 μmのS i C原料とを65 : 35 (質量比)で混合したS i Cを使用し、S i C : T i C : S i = 43.2 : 44.2 : 12.6 (質量比)の原料組成の調合粉末を異なるHP焼成条件で焼成した。その結果、S i C含有率61～63質量%、開気孔率0.1～0.9%、熱膨張係数5.8～5.9 ppm/Kの緻密質複合材料が得られた。これらの4点曲げ強度は300 MPa以上であり、熱伝導率は100 W/m・K以上であった。

[0068] ここで、実験例14、17と実験例33、34とを対比すると、原料の種類と組成が異なるが、それ以外は、同じHP焼成条件で調合粉末を焼成した。その結果、実験例14、17の焼結体は十分緻密化しなかったが、実験例33、34の焼結体は十分緻密化した。実験例33、34と実験例14、17の焼結体のS i C含有量は同等であることから、原料のS i C、T i S i₂を減量し、代わりにT i S i₂よりも平均粒径の小さなT i C、S i原料を用いてS i、T i、C成分量を調整することによって、より緻密化しやすくなる傾向があることが分かった。

[0069] (9) まとめ

実験例3～7、10、12、13、15、16、18～21、23、24、26、33～36で得られた緻密質複合材料は、開気孔率が1%以下で、線熱膨張係数が窒化アルミニウムとほとんど同じ(40～570℃で5.4～6.0 ppm/K)であり、熱伝導率、緻密性及び強度が十分高かった。このため、こうした緻密質複合材料からなる第1板材と、窒化アルミニウム

からなる第2板材とを金属接合した半導体製造装置用部材は、低温と高温との間で繰り返し使用されたとしても、第1部材と第2部材とが剥がれることがないため、耐用期間が長くなる。これらの実験例をみると、緻密質複合材料を得るための調合粉末については、SiCは43～52質量%、TiCは33～45質量%、TiSi₂は14～18質量%の範囲に入り、緻密質複合材料については、SiCは51～68質量%、TSCは27～40質量%、TiCは4～12質量%の範囲に入ることがわかる。また、実験例33～36の結果から、SiC、TiSi₂原料の一部或いは全量をTiC、Siのような原料で代替することによっても、同等の特性を有する緻密質複合材が発現できることがわかる。この場合、調合粉末については、SiCは43～52質量%、炭化チタンは33～45質量%の範囲に入り、残部は、珪化チタンが18質量%以下、及び／又は、Siが13質量%以下の範囲に入る。

[0070] 本出願は、2013年3月25日に出願された日本国特許出願第2013-061856号を優先権主張の基礎としており、引用によりその内容の全てが本明細書に含まれる。

産業上の利用可能性

[0071] 本発明の冷却板は、例えば、窒化アルミニウム製の静電チャックやサセプターなどに金属接合される冷却板に用いられる。

符号の説明

[0072] 10 半導体製造装置用部材、20 静電チャック、20a ウエハ載置面、22 静電電極、23 給電端子、24 ヒータ電極、25 給電端子、28 金属接合材、30 冷却板、31 第1基板、32 第2基板、32a 打ち抜き部、33 第3基板、34 第1金属接合層、35 第2金属接合層、36 冷媒通路、36a 入口、36b 出口、40 冷却板-チャック接合層、43 端子挿通孔、45 端子挿通孔、46a 冷媒供給孔、46b 冷媒排出孔、51 金属接合材、52 金属接合材、61 金属接合材、110 半導体製造装置用部材、130 冷却板、132 第2基板、132a 溝、134 金属接合層、136 冷媒通路。

請求の範囲

[請求項1] 内部に冷媒通路が形成され、A I Nセラミック部材の冷却に用いられる冷却板であって、

含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料で作製された第1基板と、

前記緻密質複合材料で作製され、前記冷媒通路と同じ形状となるように打ち抜かれた打ち抜き部を有する第2基板と、

前記緻密質複合材料で作製された第3基板と、

前記第1基板と前記第2基板との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより両基板間に形成された第1金属接合層と、

前記第2基板と前記第3基板との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより両基板間に形成された第2金属接合層と、

を備えた冷却板。

[請求項2] 内部に冷媒通路を有し、A I Nセラミック部材の冷却に用いられる冷却板であって、

含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料で作製された第1基板と、

前記緻密質複合材料で作製され、前記第1基板と向かい合う面に前記冷媒通路となる溝を有する第2基板と、

前記第1基板と前記第2基板のうち前記溝が設けられた面との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合することにより形成された金属接合層と、

を備えた冷却板。

[請求項3] 前記金属接合層は、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合することにより形成されたものである、

請求項1又は2に記載の冷却板。

[請求項4] 前記緻密質複合材料は、前記チタンシリコンカーバイドを23～40質量%、前記炭化チタンを4～12質量%含有する、

請求項1～3のいずれか1項に記載の冷却板。

[請求項5] 前記緻密質複合材料は、前記炭化珪素粒子同士の間隙に、前記チタンシリコンカーバイド及び前記炭化チタンの少なくとも1つが前記炭化珪素粒子表面を覆うように存在している、

請求項1～4のいずれか1項に記載の冷却板。

[請求項6] 前記緻密質複合材料は、AlNとの40℃～570℃の平均線熱膨張係数の差が0.5ppm/K以下である、

請求項1～5のいずれか1項に記載の冷却板。

[請求項7] 前記緻密質複合材料は、40℃～570℃の平均線熱膨張係数が5.4～6.0ppm/Kである、

請求項1～6のいずれか1項に記載の冷却板。

[請求項8] 前記緻密質複合材料は、熱伝導率が100W/m・K以上、4点曲げ強度が300MPa以上である、

請求項1～7のいずれか1項に記載の冷却板。

[請求項9] 内部に冷媒通路が形成され、AlNセラミック部材の冷却に用いられる冷却板を製造する方法であって、

(a) 含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料

を用いて、第1～第3基板を作製する工程と、

(b) 前記第2基板の一方の面から他方の面まで前記冷媒通路と同じ形状となるように打ち抜いて前記第2基板に打ち抜き部を形成する工程と、

(c) 前記第1基板と前記第2基板の一方の面との間および前記第3基板と前記第2基板の他方の面との間にそれぞれ金属接合材を挟んで前記第1～第3基板を熱圧接合する工程と、

を含む冷却板の製法。

[請求項10] 内部に冷媒通路を有し、A I Nセラミック部材の冷却に用いられる冷却板を製造する方法であって、

(a) 含有量の多いものの上位3つが炭化珪素、チタンシリコンカーバイド、炭化チタンであり、この並び順が含有量の多いものから少ないものの順序を示しており、前記炭化珪素を51～68質量%含有し、珪化チタンを含有せず、開気孔率が1%以下である緻密質複合材料を用いて、第1基板及び第2基板を作製する工程と、

(b) 前記第2基板の一方の面に前記冷媒通路となる溝を形成する工程と、

(c) 前記第1基板と前記第2基板のうち前記溝が設けられた面との間に金属接合材を挟んで両基板を熱圧接合する工程と、

を含む冷却板の製法。

[請求項11] 前記工程(c)では、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合する、

請求項9又は10に記載の冷却板の製法。

[請求項12] 静電電極及びヒータ電極を内蔵したA I N製の静電チャックと、請求項1～8のいずれか1項に記載の冷却板と、

前記冷却板の前記第1基板の表面と前記静電チャックとの間に金属接合材を挟んで両者を熱圧接合することにより形成された冷却板一チ

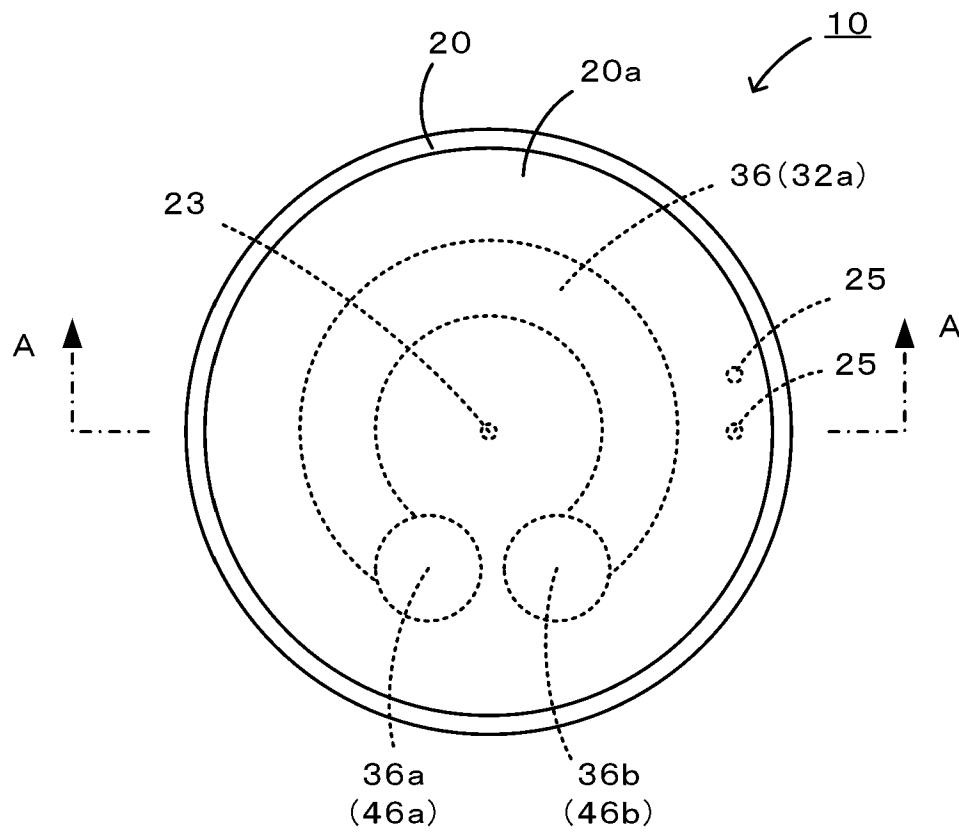
チャック接合層と、

を備えた半導体製造装置用部材。

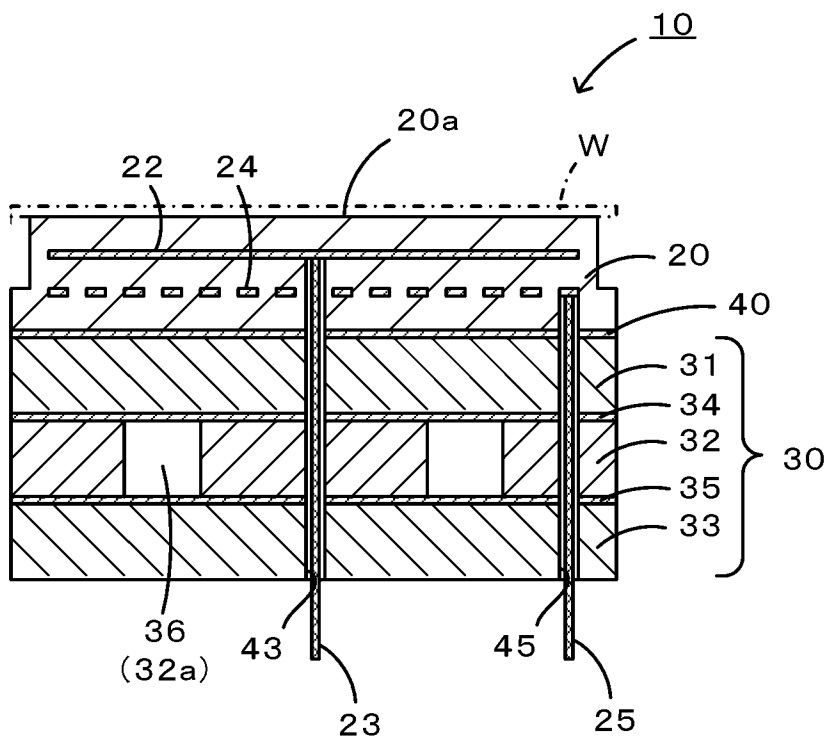
[請求項13] 前記冷却板－チャック接合層は、前記金属接合材としてMgを含有するかSi及びMgを含有するアルミニウム合金の接合材を採用し、該接合材の固相線温度以下の温度で熱圧接合することにより形成されたものである、

請求項12に記載の半導体製造装置用部材。

[図1]

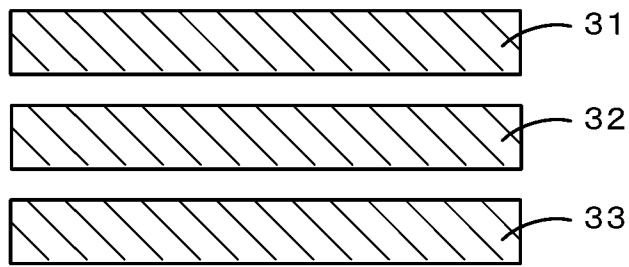


[図2]

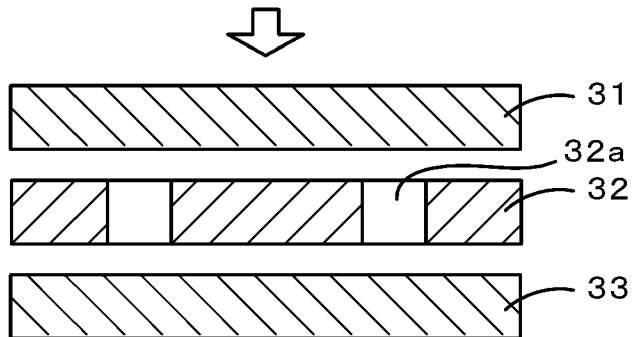


[図3]

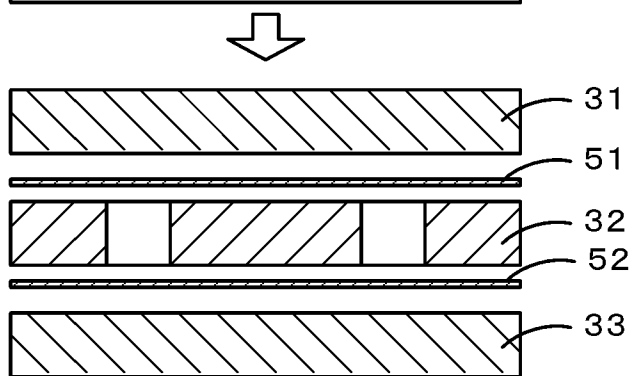
(a)



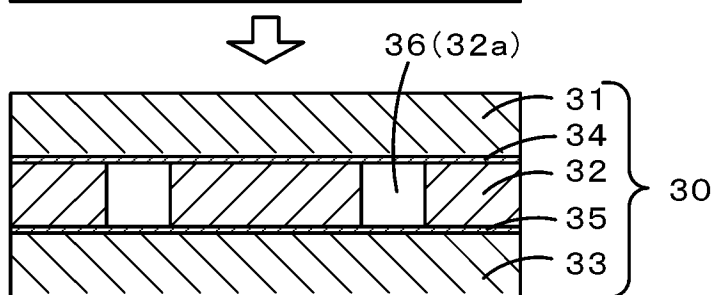
(b)



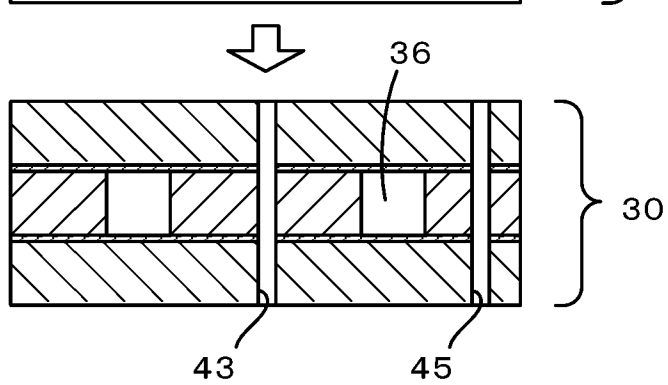
(c)



(d)

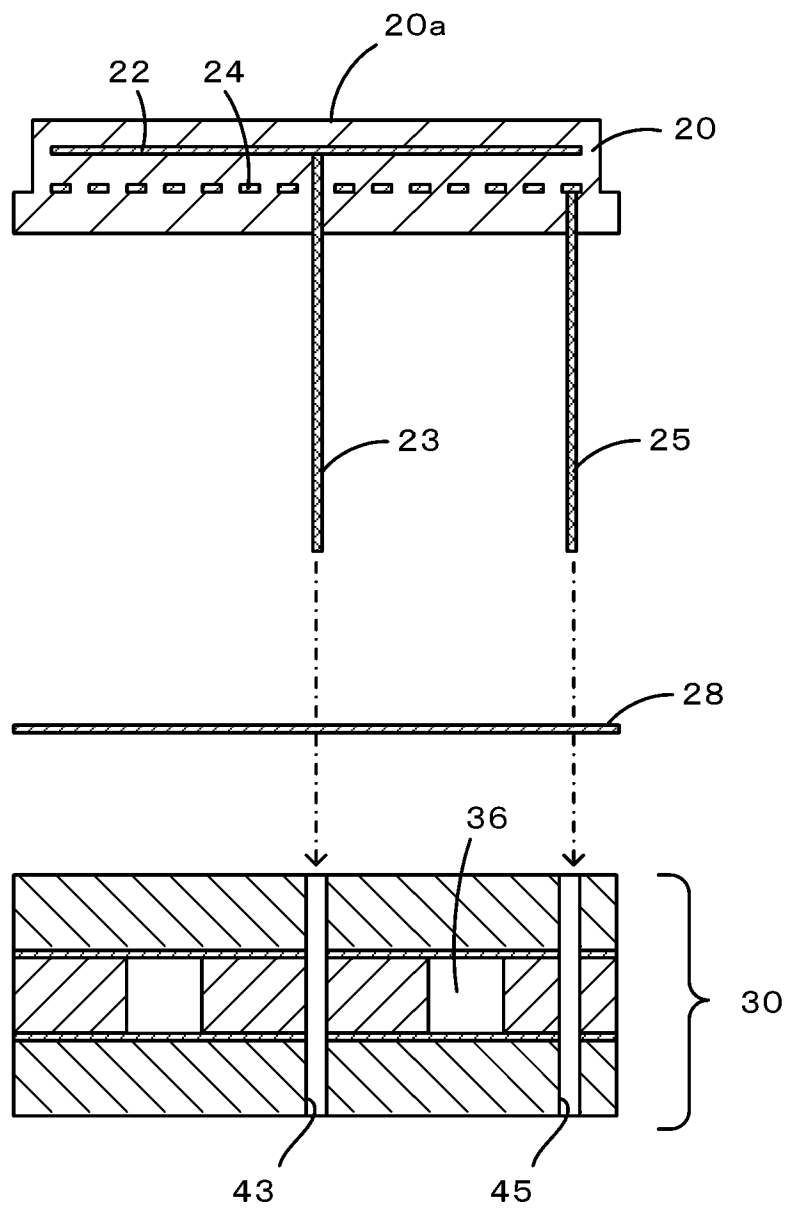


(e)

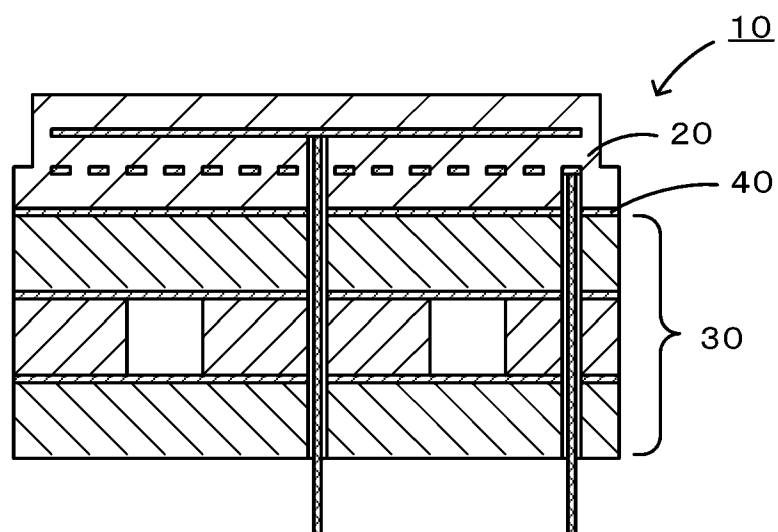


[図4]

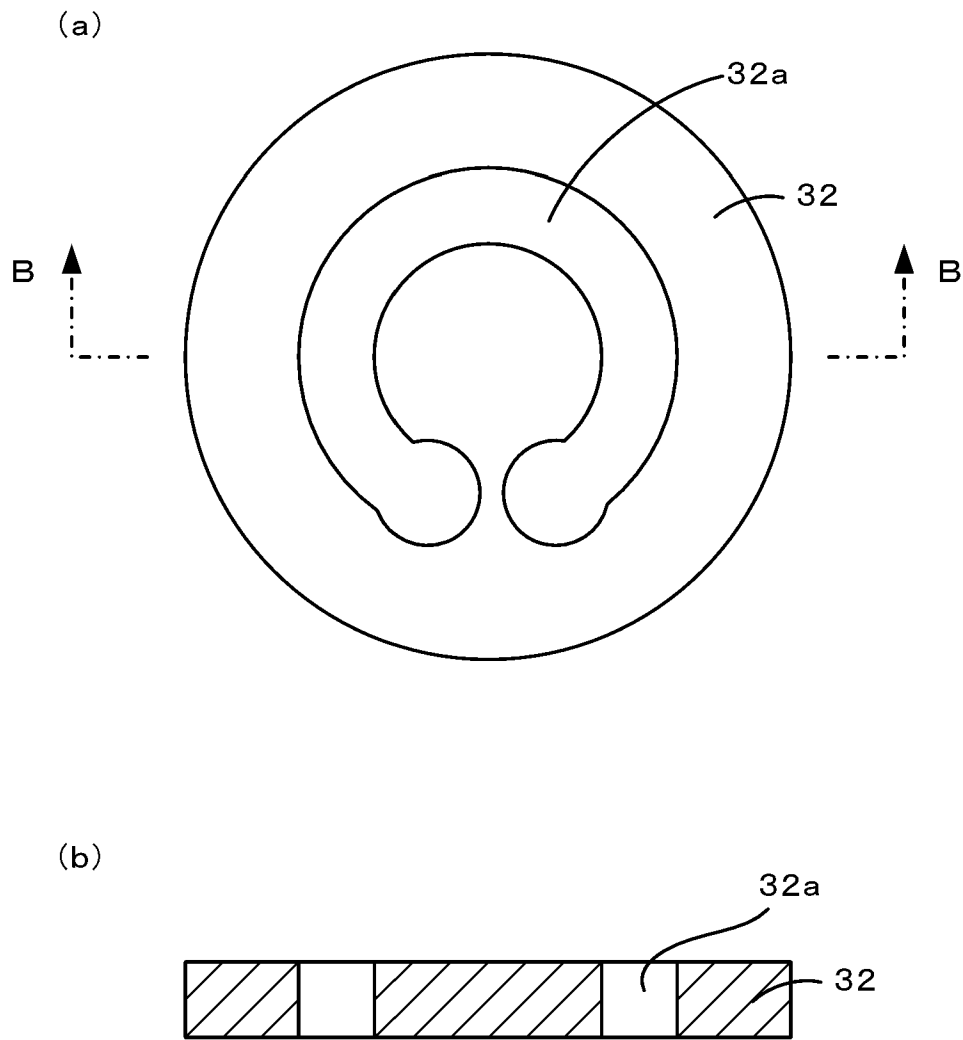
(a)



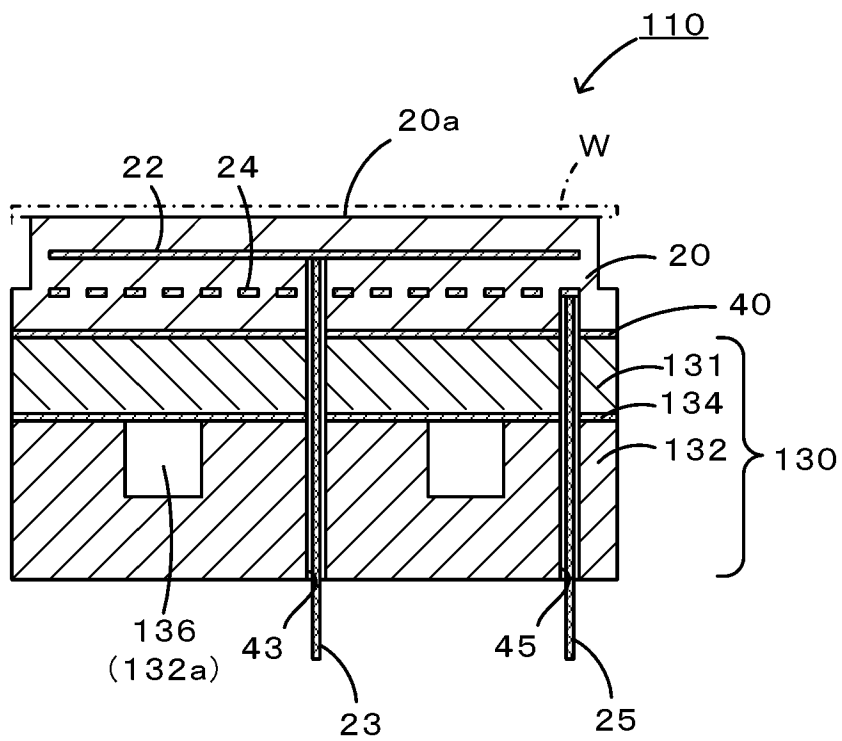
(b)



[図5]

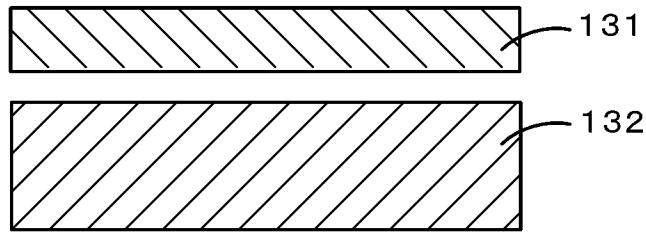


[図6]

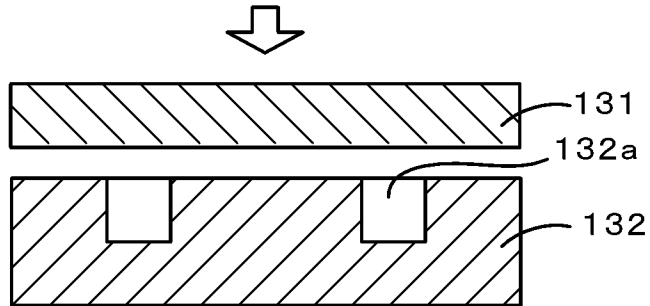


[図7]

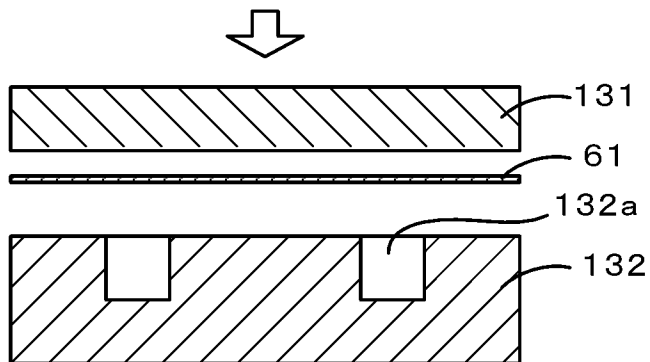
(a)



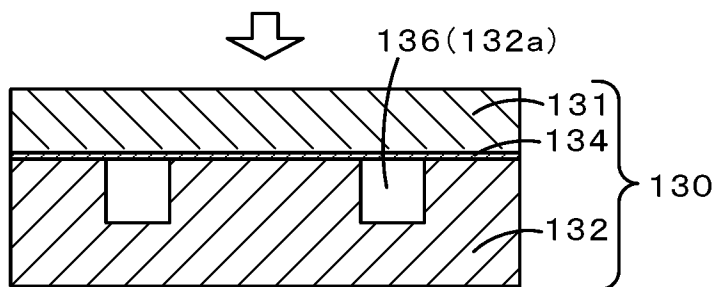
(b)



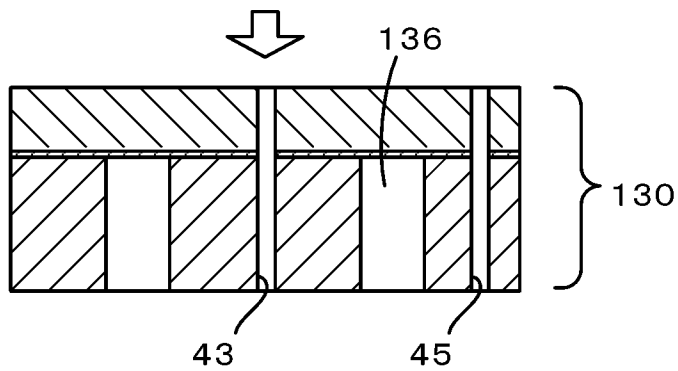
(c)



(d)

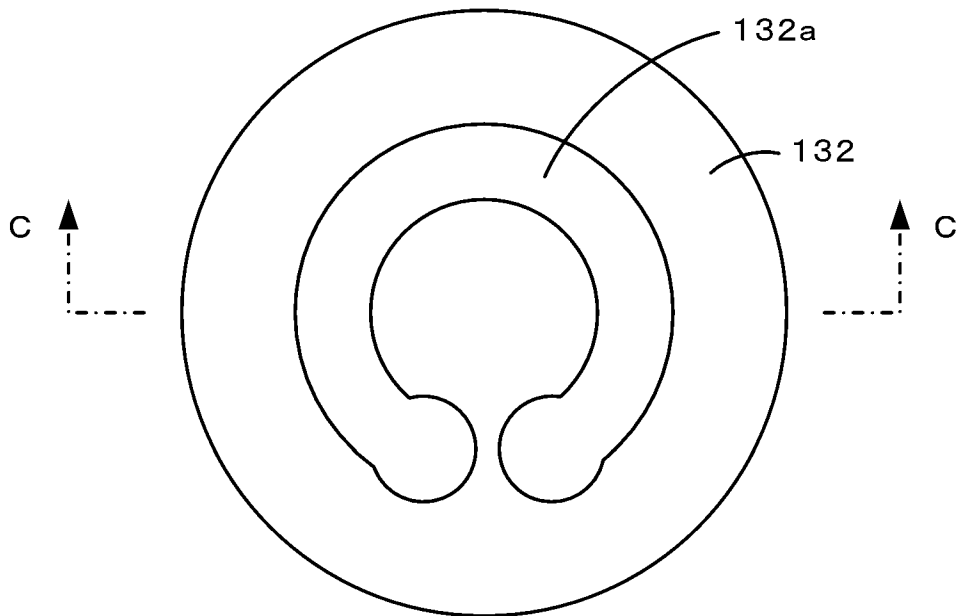


(e)

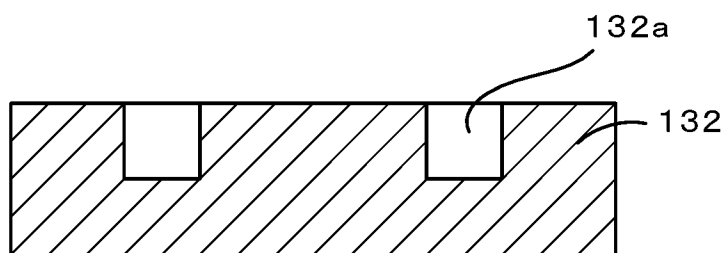


[図8]

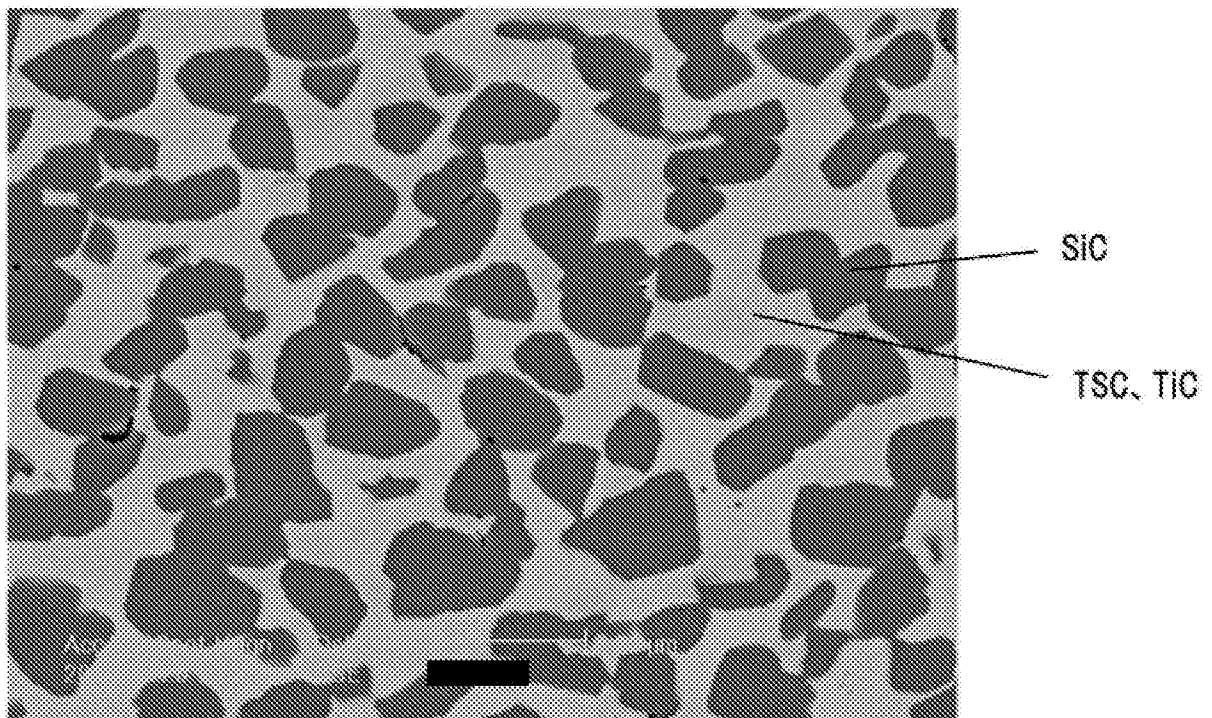
(a)



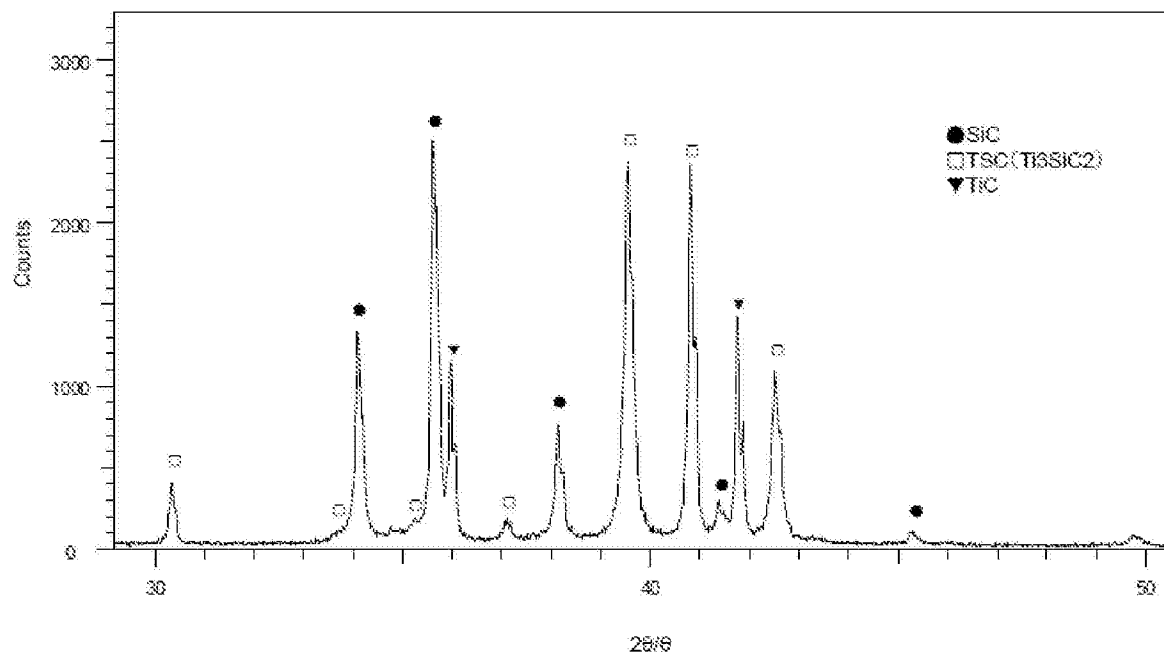
(b)



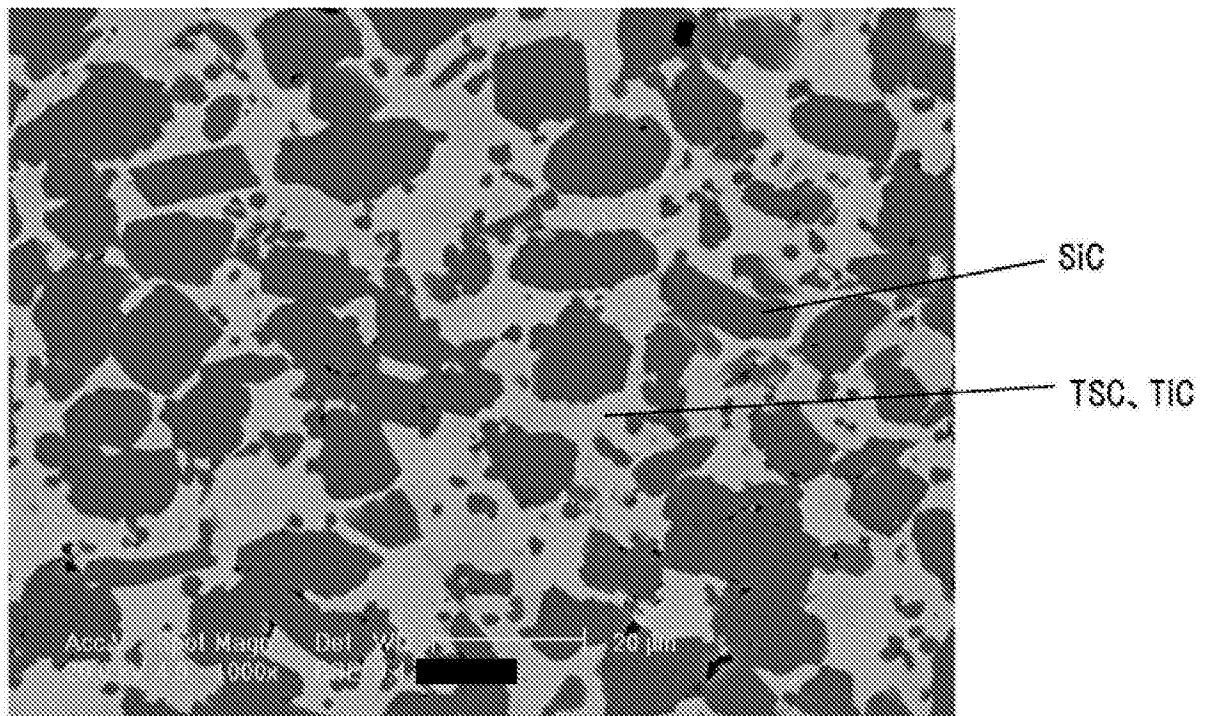
[図9]



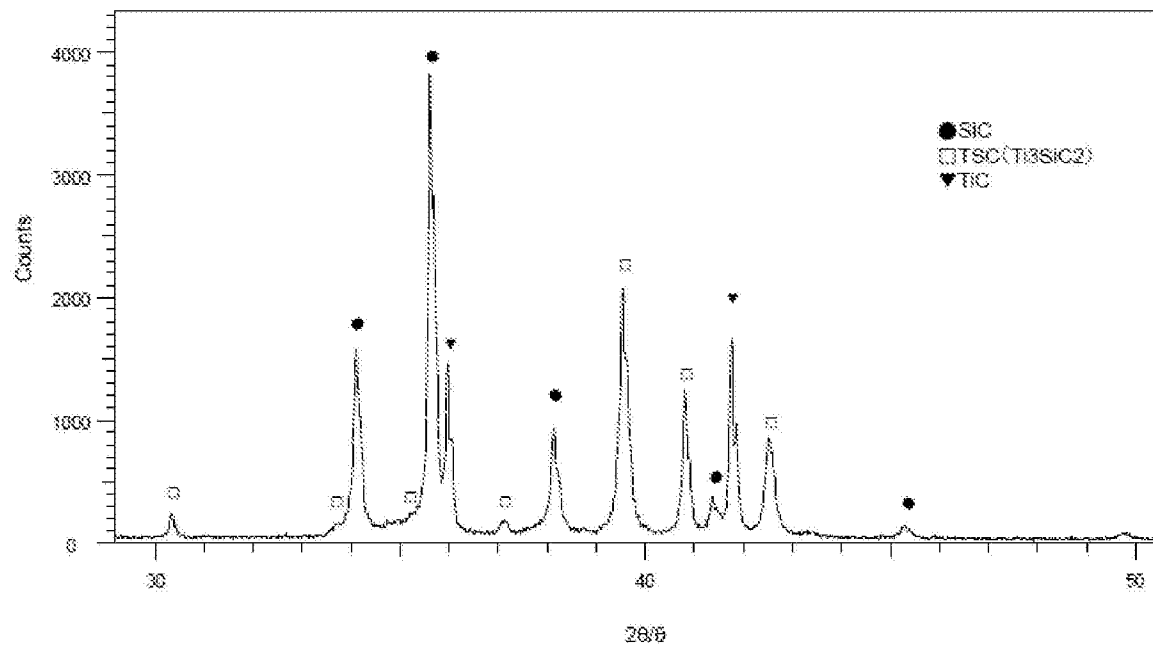
[図10]



[図11]



[図12]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/055813

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/683(2006.01) i, C04B35/565(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)

H01L21/683, C04B35/565

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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.
A	JP 2008-71845 A (Denki Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha), 27 March 2008 (27.03.2008), paragraphs [0001], [0006] to [0008], [0018], [0024], [0026]; fig. 1 to 3 (Family: none)	1-13
A	JP 2-77172 A (Astrosystems, Inc.), 16 March 1990 (16.03.1990), page 4, upper right column, lines 6 to 19 & US 5057163 A & EP 341017 A2 & DE 68927760 C & DE 68927760 T & ES 2099068 T	1-13

☒ 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
22 May, 2014 (22.05.14)

Date of mailing of the international search report
03 June, 2014 (03.06.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/055813

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 2007-261830 A (Akita-Ken), 11 October 2007 (11.10.2007), paragraphs [0002] to [0004], [0016] to [0019] (Family: none)	1-13
A	CN 101269966 A (Beijing Jiaotong University), 24 September 2008 (24.09.2008), entire text (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. H01L21/683(2006.01)i, C04B35/565(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. H01L21/683, C04B35/565

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 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 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 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 請求項の番号
A	JP 2008-71845 A（電気化学工業株式会社）2008.03.27, 段落【0001】， 【0006】 - 【0008】，【0018】，【0024】，【0026】，【図 1】 - 【図 3】 （ファミリーなし）	1-13
A	JP 2-77172 A（アストロシステムズ，インコーポレイテッド） 1990.03.16, 第 4 ページ右上欄第 6 行-第 19 行 & US 5057163 A & EP 341017 A2 & DE 68927760 C & DE 68927760 T & ES 2099068 T	1-13

☒ 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

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 2 . 0 5 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

0 3 . 0 6 . 2 0 1 4

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）

金丸 治之

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

3 U

5 3 6 7

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の 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 請求項の番号
A	JP 2007-261830 A (秋田県) 2007. 10. 11, 段落【0002】 - 【0004】 , 【0016】 - 【0019】 (ファミリーなし)	1-13
A	CN 101269966 A (北京交通大学) 2008. 09. 24, 全文 (ファミリーなし)	1-13