

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7319205号
(P7319205)

(45)発行日 令和5年8月1日(2023.8.1)

(24)登録日 令和5年7月24日(2023.7.24)

(51)国際特許分類	F I
C 0 4 B 35/58 (2006.01)	C 0 4 B 35/58 0 8 5
C 0 4 B 35/577 (2006.01)	C 0 4 B 35/577
C 0 4 B 37/00 (2006.01)	C 0 4 B 37/00 B
H 0 1 L 21/683 (2006.01)	H 0 1 L 21/68 R

請求項の数 12 (全11頁)

(21)出願番号	特願2020-12343(P2020-12343)	(73)特許権者	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(22)出願日	令和2年1月29日(2020.1.29)	(74)代理人	110000017 弁理士法人アイテック国際特許事務所
(65)公開番号	特開2021-116218(P2021-116218 A)	(72)発明者	永井 明日美 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内
(43)公開日	令和3年8月10日(2021.8.10)	(72)発明者	西村 昇 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内
審査請求日	令和4年10月18日(2022.10.18)	(72)発明者	山口 浩文 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内
		審査官	有田 恭子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 緻密質複合材料、その製法、接合体及び半導体製造装置用部材

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

珪化チタンを43～63質量%含有すると共に、炭化珪素及び炭化チタンをそれぞれ珪化チタンの質量%よりも少量含有し、炭化珪素の粒子間距離の最大値が40μm以下で標準偏差が10以下であり、開気孔率が1%以下である、

緻密質複合材料。

【請求項2】

炭化珪素が29～46質量%であり、炭化チタンが5～15質量%である、
請求項1に記載の緻密質複合材料。

【請求項3】

炭化珪素の粒子間距離の平均値が4～10μmである、
請求項1又は2に記載の緻密質複合材料。

【請求項4】

アルミナとの40～570 の平均線熱膨張係数の差の絶対値が0.5ppm/K以下である、

請求項1～3のいずれか1項に記載の緻密質複合材料。

【請求項5】

熱伝導率が70W/mK以上である、

請求項1～4のいずれか1項に記載の緻密質複合材料。

【請求項6】

4点曲げ強度が250MPa以上である、
請求項1～5のいずれか1項に記載の緻密質複合材料。

【請求項7】

チタンシリコンカーバイドを含有する、
請求項1～6のいずれか1項に記載の緻密質複合材料。

【請求項8】

請求項1～7のいずれか1項に記載の緻密質複合材料からなる第1材と、アルミナからなる第2材とを接合したものである、
接合体。

【請求項9】

前記第1材と前記第2材とは金属接合されている、
請求項8に記載の接合体。

【請求項10】

請求項8又は9に記載の接合体からなる、
半導体製造装置用部材。

【請求項11】

(a) 平均粒径が10～25 μ mの炭化珪素を24～45質量%、平均粒径が10 μ m未満の珪化チタンを42～67質量%含有すると共に、平均粒径が20 μ m未満の金属チタン又は平均粒径が10 μ m未満の炭化チタンを含有する粉体混合物を調製する工程と、
(b) 前記粉体混合物を不活性雰囲気下でホットプレスにより1350～1430 で焼結させる工程と、
を含む緻密質複合材料の製法。

【請求項12】

工程(a)で、前記粉体混合物の炭化珪素を除く原料に由来するSi及びTiについて、 $Si / (Si + Ti)$ の質量比が0.40～0.50である、
請求項11に記載の緻密質複合材料の製法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、緻密質複合材料、その製法、接合体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アルミナ、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。アルミナ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、アルミナの線熱膨張係数は7.9ppm/K(RT-800：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31.1ppm/K(RT-800：日本熱物性学会編、「新編熱物性ハンドブック」)である。静電チャックと冷却板とを接合する場合、冷却板に必要な特性としては、静電チャックとの線熱膨張係数差が小さいこと、放熱性を維持するため熱伝導率が高いこと、冷却液又は冷却ガスを通すため緻密性が高いこと、加工や据付等に耐えるため強度が高いことなどが挙げられる。このような特性を満たす材料として、特許文献1に開示される複合材料が挙げられる。この複合材料は、炭化珪素粒子を37～60質量%含有すると共に、珪化チタン、チタンシリコンカーバイド及び炭化チタンをそれぞれ炭化珪素粒子の質量%より少量含有し、開気孔率が1%以下のものである。この複合材料は、アルミナ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。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特許第6182082号公報

10

20

30

40

50

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

しかしながら、特許文献1の複合材料はロットによって焼結不良部が生じることがあった。その理由は次のように考えられる。特許文献1の複合材料における珪化チタン相、チタンシリコンカーバイド相及び炭化チタン相の分布は、焼成前の成形体中での金属チタン粒子の配置を反映している。そのため、粒径の大きい金属チタン粒子が多く存在すると、金属チタン粒子の配置が不均一化し、チタン含有相と炭化珪素粒子との偏析部が生じる。その結果、炭化粒子同士の間隙にチタン成分が十分進入できずに焼結不良部（空隙）が生じると考えられる。

10

【0005】

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、アルミナ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という特性を有する、焼結性の高い材料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】**【0006】**

本発明の緻密質複合材料は、二珪化チタンを43～63質量%含有すると共に、炭化珪素及び炭化チタンをそれぞれ二珪化チタンの質量%よりも少量含有し、炭化珪素の粒子間距離の最大値が40μm以下で標準偏差が10以下であり、開気孔率が1%以下のものである。

20

【0007】

なお、本明細書において数値範囲を示す「～」は、その前後に記載される数値を下限值及び上限値として含む意味として使用される。

【0008】

本発明の接合体は、こうした緻密質複合材料からなる第1材と、アルミナからなる第2材とを接合したものであり、本発明の半導体製造装置用部材は、こうした接合体を利用したものである。

【0009】

本発明の緻密質複合材料の製法は、(a)平均粒径が10～25μmの炭化珪素を24～45質量%、平均粒径が10μm未満の珪化チタンを42～67質量%含有すると共に、平均粒径が20μm未満の金属チタン又は平均粒径が10μm未満の炭化チタンを含有する粉体混合物を調製する工程と、(b)前記粉体混合物を不活性雰囲気下でホットプレスにより1350～1430℃で焼結させる工程と、を含むものである。

30

【発明の効果】**【0010】**

本発明の緻密質複合材料は、アルミナ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という特性を有する、焼結性の高い材料である。このため、こうした緻密質複合材料からなる第1材と、アルミナからなる第2材とを接合した接合体は、半導体製造装置用部材として利用可能であり、低温と高温との間で繰り返し使用されたとしても、第1材と第2材とが剥がれることがないため、高い放熱性能を維持したまま、耐用期間が長くなる。また、本発明の緻密質複合材料の製法は、上述した緻密質複合材料を製造するのに適している。

40

【図面の簡単な説明】**【0011】**

【図1】各実験例の複合材料のSEM写真。

【発明を実施するための形態】**【0012】**

本実施形態の緻密質複合材料は、珪化チタンを43～63質量%含有すると共に、炭化珪素及び炭化チタンをそれぞれ珪化チタンの質量%よりも少量含有し、炭化珪素の粒子間距離の最大値が40μm以下で標準偏差が10以下であり、開気孔率が1%以下のもので

50

ある。

【0013】

本実施形態の緻密質複合材料は、珪化チタンを43～63質量%含有している。含有量は、リートベルト解析により得られた値とする。珪化チタンが43質量%未満しか含有されていない場合には、製造ロットによっては焼結不良部が生じることがあるため、好ましくない。また、珪化チタンが63質量%を超えて含有されている場合には、緻密質複合材料の熱膨張係数が大きくなりすぎてアルミナとの熱膨張係数差が大きくなり接合体の第1材と第2材とが剥がれる可能性があるため、好ましくない。珪化チタンとしては、 $TiSi_2$ 、 $TiSi$ 、 Ti_5Si_4 、 Ti_5Si_3 などが挙げられるが、このうち $TiSi_2$ が好ましい。

10

【0014】

本実施形態の緻密質複合材料は、炭化珪素(SiC)及び炭化チタン(TiC)をそれぞれ珪化チタンの質量%よりも少量含有している。炭化珪素の質量%は炭化チタンの質量%より大きいことが好ましい。炭化珪素は、29～46質量%含有されていることが好ましい。炭化珪素の平均粒子径が10～25 μm が好ましい。炭化チタンは、5～15質量%含有されていることが好ましい。

【0015】

本実施形態の緻密質複合材料は、炭化珪素の粒子間距離の最大値が40 μm 以下で且つ炭化珪素の粒子間距離の標準偏差が10以下である。この条件を満たさないと、十分に高い強度が得られなかったり焼結性が不十分になったりすることがあるため、好ましくない。炭化珪素の粒子間距離の平均値は、4～10 μm が好ましい。炭化珪素の粒子間距離は、緻密質複合材料のSEM画像を解析することによって求めることができる。

20

【0016】

本実施形態の緻密質複合材料は、開気孔率が1%以下である。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。開気孔率は0.1%以下が好ましい。

【0017】

本実施形態の緻密質複合材料は、線熱膨張係数がアルミナと同程度である。そのため、本実施形態の緻密質複合材料で作製された部材とアルミナ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、本実施形態の緻密質複合材料は、アルミナとの40～570の平均線熱膨張係数の差の絶対値が0.5ppm/K以下であることが好ましく、0.3ppm/K以下であることがより好ましい。また、本実施形態の緻密質複合材料の40～570の平均線熱膨張係数は7.2～8.2ppm/Kであることが好ましく、7.4～8.0ppm/Kであることがより好ましい。

30

【0018】

本実施形態の緻密質複合材料は、熱伝導性に優れているが、具体的には熱伝導率が70W/mK以上であることが好ましい。こうすれば、本実施形態の緻密質複合材料で作製された部材とアルミナで作製された部材とを金属接合した場合、アルミナが持つ熱を効率よく逃がすことができる。

【0019】

本実施形態の緻密質複合材料は、強度に優れているが、具体的には4点曲げ強度が250MPa以上であることが好ましい。こうすれば、本実施形態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。

40

【0020】

本実施形態の緻密質複合材料は、チタンシリコンカーバイドを含有していてもよい。チタンシリコンカーバイドを含有している場合、その含有率は10質量%以下が好ましく、0.5～9質量%がより好ましい。チタンシリコンカーバイドとしては、 Ti_3SiC_2 (TSC)が好ましい。

【0021】

本実施形態の接合体は、上述した緻密質複合材料で作製された第1材と、アルミナで作

50

製された第2材とを接合（例えば金属接合）したものである。こうした接合体は、例えば半導体製造装置用部材に適用可能である。半導体製造装置用部材としては、例えば、上述した緻密質複合材料で作製された冷却板（第1材）と、アルミナで作製された静電チャック（第2材）とをアルミニウム又はその合金を主成分とする接合材で接合したものが挙げられる。第1材は、アルミナとの線熱膨張係数差がきわめて小さいため、低温と高温とで繰り返し使用しても第2材から剥離しにくい。また、第1材は、熱伝導率が十分高いため、アルミナで作製された第2材を効率よく冷却することができる。更に、第1材は、緻密性が十分高いため、内部に冷却液や冷却ガスを通させることができ、冷却効率が一層向上する。更にまた、第1材は、強度が十分高いため、前述の半導体製造装置用部材を製造する際の加工や接合、部材として使用する際の温度差によって生じる応力にも十分耐えることができる。

10

【0022】

本実施形態の緻密質複合材料の製法は、(a)平均粒径が10～25 μm の炭化珪素を24～45質量%、平均粒径が10 μm 未満の珪化チタンを42～67質量%含有すると共に、平均粒径が20 μm 未満の金属チタン又は平均粒径が10 μm 未満の炭化チタンを含有する粉体混合物を調製する工程と、(b)前記粉体混合物を不活性雰囲気下でホットプレスにより1350～1430で焼結させる工程と、を含むものである。

【0023】

工程(a)で、粉体混合物を調製するにあたり、各成分（炭化珪素、珪化チタン、金属チタン及び炭化チタン）の平均粒径を上述した数値範囲に入るように設定し、各成分の含有率を上述した数値範囲に入るように設定したため、工程(b)でその粉体混合物を焼結させた後に得られる緻密質複合材料は、アルミナ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という特性を有する、焼結性の高い材料になりやすい。この製法は、本実施形態の緻密質複合材料を製造するのに適している。

20

【0024】

工程(a)で、粉体混合物中の炭化珪素を除く原料に由来するSi及びTiについて、 $Si / (Si + Ti)$ の質量比は0.40～0.50であることが好ましい。

【0025】

工程(b)で、不活性雰囲気としては、真空雰囲気、アルゴンガス雰囲気やヘリウム雰囲気、窒素雰囲気などが挙げられる。ホットプレス焼成時のプレス圧力は、特に限定するものではないが、50～300 kgf/cm^2 で設定することが好ましい。なお、焼成時間は、焼成条件に応じて適宜設定すればよいが、例えば1～10時間の間で適宜設定すればよい。

30

【0026】

なお、本発明は上述した実施形態に何ら限定されることはなく、本発明の技術的範囲に属する限り種々の態様で実施し得ることはいうまでもない。

【実施例】

【0027】

以下に、本発明の好適な適用例について説明する。SiC原料は、純度97%以上、平均粒径15.5 μm の市販品を使用した。金属Ti原料は、純度99.5%以上、平均粒径12.9 μm の粉末を使用した。二珪化チタンは、純度99%以上、平均粒径6.9 μm の市販品を使用した。炭化チタンは、純度99%以上、平均粒径4.3 μm の市販品を使用した。なお、以下の実施例は本発明を何ら限定するものではない。

40

【0028】

[実験例1～11]

1. 製造手順

・調合

各原料成分を表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で乾燥した。その後、30メッ

50

シュの篩に通し、調合粉末とした。尚、秤量した原料約 500 g を高速流動混合機（粉体投入部の容量 1.8 L）に投入し、攪拌羽根の回転数 1500 rpm 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 kg f / cm^2 の圧力で一軸加圧成形し、直径 50 mm、厚さ 1.7 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緻密質焼結材料を得た。ホットプレス焼成では、プレス圧力を 200 kg f / cm^2 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。

【0029】

2. 表の説明

表 1 には、a：各実験例の出発原料組成（調合比）、b：原料中、SiC を除いた成分（Si, Ti, TiSi_2 , TiC）に由来する、Si, Ti の総量に対する Si の質量比（ $\text{Si} / (\text{Si} + \text{Ti})$ ）、c：焼成条件（ホットプレス焼成温度及びプレス荷重）、d：リートベルト解析から求めた複合材料の構成相とその質量比、e：複合材料の基本特性（高密度、開気孔率、4 点曲げ強度、線熱膨張係数、熱伝導率、炭化珪素の粒子間距離に関するパラメータ）を示した。なお、実験例 1 ~ 11 のうち、実験例 1 ~ 9 が本発明の実施例に相当し、残りの実験例が比較例に相当する。

【0030】

10

20

30

40

50

【表 1】

実験例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
a. 原料割合 mass%	SiC	42.7	44.7	34.7	34.7	34.7	34.6	24.7	24.7	42.7	42.7
	Si	—	—	—	—	—	—	—	—	22.7	22.7
	Ti	14.8	—	—	—	—	—	—	—	34.6	34.6
	TiSi ₂	42.5	48.9	47.7	52.7	52.7	58.5	54.9	66.5	—	—
	TiC	—	6.4	17.6	12.6	12.6	6.9	20.4	8.8	—	—
b. 粉体中のSi/(Si+Ti) ※SiCは除く	焼成温度 °C	0.400	0.488	0.417	0.453	0.453	0.493	0.416	0.488	0.396	0.396
	荷重 kgf/cm ²	1400	1370	1370	1400	1350	1430	1400	1430	1400	1370
c. 焼成条件	SiC	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
	TiSi ₂	39.1	45.9	40	39.3	40.4	39.8	30.1	29.5	40.2	40.1
d. 構成相 mass%	TiSi ₂	47.5	47.7	43.7	49.2	48.5	49.8	49.1	62.4	44	41.5
	Ti ₃ SiC ₂	5.7	—	3.4	0.7	—	1.1	—	8.6	—	14.5
	TiC	7.4	5.4	12.7	10.5	10.8	10.3	6.6	12.1	7.7	2.1
	嵩密度 g/cm ³	3.78	3.59	3.81	3.78	3.76	3.76	3.74	3.92	3.85	3.78
e. 特性	開気孔率 %	0.04	0.03	0.01	0	0.1	0.04	0.03	0.01	0.02	0.06
	4点曲げ強度 Mpa	336	361	288	301	275	334	297	254	250	239
	熱膨張係数 ppm/K	7.7	7.2	7.6	7.7	7.7	7.7	7.8	7.9	8.2	7.7
	熱伝導率 W/mK	90	85	88	92	89	89	90	77	71	91.7
	SiC粒子間距離 平均値 μm	6.0	4.1	5.0	5.1	4.4	4.3	6.2	6.6	9.0	8.3
	SiC粒子間距離 標準偏差	5.5	4.3	4.9	4.5	5.6	4.4	6.1	6.6	7.6	11.6
	SiC粒子間距離 最大値 μm	27.5	26.7	26.5	28.8	25.3	22.4	27.9	34.7	36.3	59.9

【0031】

3. 構成相の定量

緻密質複合材料を乳鉢で粉砕して粉末とし、この粉末のXRD測定を2θ = 5° ~ 70°の範囲で行い、得られたXRD回折パターンを対象にリートベルト解析を行った。解析ソフトとしてはBruker AXS製のTOPASを用いた。

【0032】

4. 基本特性の測定

(1) 原料の平均粒径

堀場製作所製、LA950V2を使用し、純水を分散媒として測定した。

(2) 開気孔率及び嵩密度

10

20

30

40

50

純水を媒体としたアルキメデス法により測定した。

(3) 4点曲げ強度

JIS-R1601に従って求めた。

(4) 線熱膨張係数(40~570の平均線熱膨張係数)

JIS-R1618に従って求めた。具体的には、リガク製、Thermo plus EVO(縦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10/分の条件で600まで2回昇温し、2回目の測定データから40~570の平均線熱膨張係数を算出した。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。

10

(5) 熱伝導率

JIS-R1611に従ってレーザーフラッシュ法により測定した。

(6) SEM観察

緻密質複合材料のSEM観察を行った。SEM観察では、緻密質複合材料の断面を鏡面研磨し、電子顕微鏡(SEM;日本電子製JSM-IT500LA)により反射電子像で観察した。反射電子像の観察は、加速電圧10~15kV、PC30~45の条件で行った。各実験例のSEM画像(倍率500倍)を図1に示す。

(7) 炭化珪素の粒子間距離の平均値、標準偏差及び最大値

図1に示したSEM像を、株式会社日本ローパー製の画像解析ソフト「Image-Prover.9.3.2」を用いて画像解析することにより炭化珪素の粒子間距離を求めた。具体的には、SEM画像において、平行に延びる5本の直線を配列した。各直線の幅は、0.2μmとした。また、当該SEM画像の1画素は、0.2μm×0.2μmに対応する。次に、直線上において明部分(すなわち、Ti-Siマトリックス)と重複する領域(以下、「明領域」と呼ぶ。)の面積を自動算出した。この時、各直線は画素列の境界線上に配置されるため、明領域の面積算出では、直線により幅0.4μmの領域(すなわち、2画素分の幅を有する領域)が抽出される。幅0.2μmの直線は、幅方向にて隣接する2列の画素列(すなわち、幅方向に垂直な方向に配列される複数の画素の列)の境界線上に配置され、直線と重なりを有する全画素が、面積算出の対象となる。明領域の面積算出では、1画素(すなわち0.04μm²)以下の領域はカウントされないため、0.05μm²未満の領域はノイズとして無視した。そして、明領域の面積を、炭化珪素粒子間のマトリックス面積として求めた。マトリックス面積は、炭化珪素の粒子間距離と明領域として抽出される直線幅(すなわち、0.4μm)とを積算したものである。したがって、上述の明領域の面積を0.4μmで除算することにより、炭化珪素の粒子間距離が算出される。算出したすべての粒子間距離を用いて、その平均値、標準偏差及び最大値を求めた。

20

30

【0033】

5. 結果

実験例1~9の緻密質複合材料は、炭化珪素の粒子間距離の最大値が40μm以下(具体的には20~40μm)、標準偏差が10以下(具体的には4~8)であった。また、炭化珪素の粒子間距離の平均値は4~10μm(具体的には4~9μm)であった。これらの緻密質複合材料は、開気孔率が1%以下で十分に緻密化しており、4点曲げ強度が250MPa以上で十分に強度が高く、熱伝導率が70W/mK以上で良好な熱伝導性を有し、線熱膨張係数が7.2~8.2ppm/Kでアルミナとほぼ同等(アルミナとの線熱膨張係数の差の絶対値が0.5ppm/K以下)であった。

40

【0034】

一方、実験例10の緻密質複合材料は、炭化珪素の粒子間距離の最大値が59.9μm、標準偏差が11.6、平均値が8.3μmであったが、実験例1~9と同等の特性(開気孔率、4点曲げ強度、熱伝導率、線熱膨張係数)を有するものであった。これはチタンシリコンカーバイドの含有率が13.1質量%と比較的高いことによると考えられる。すなわち、実験例10の緻密質複合材料は、炭化珪素の粒子間距離が長く、そのバラツキも

50

大きいため特に強度の低下が懸念されるが、炭化珪素の粒子間に高強度なチタンシリコンカーバイドが分布することで、良好な特性が得られたものと考えられる。しかし、チタンシリコンカーバイドは焼結工程で生成するものであるため、ロットによってその生成量や分布にばらつきが生じることがあり、絶えず良好な特性が得られるわけではない。例えば、実験例 11 では、原料の成分と調合比は実験例 10 と同じとしたが、焼成温度を実験例 10 の 1400 から 1370 に変更した。そのため、開気孔率が 4.14% と大きくなり、強度も 239 MPa しかなかった。実験例 11 の SEM 画像（図 1 の (k)）をみると、部分的に真っ黒な箇所（矢印が指している箇所）が生じているのがわかる。この真っ黒な箇所が焼結不良部（気孔）である。これに対して、実験例 1～9 では、緻密質複合材料の微構造を改善する（つまり炭化珪素の粒子間距離を制御する）ことにより、チタンシリコンカーバイドが生成しなくても良好な特性が得られるようになったため、ロットによらず安定して良好な特性が得られたと考えられる。

10

【0035】

6. 接合体について

実験例 1 で得られた緻密質複合材料サンプル（直径 50 mm、厚み 8 mm）に、アルミニウムが主構成材料である厚み 200 μm の金属箔（縦、横は前出のサンプルと同じ）と、厚み 5 mm の緻密質アルミナ焼結体とをこの順に積層し、焼成用黒鉛モールドに収納し、100 kgf/cm² の圧力、600 真空下でホットプレス焼成した。そうしたところ、界面に剥離やボイドのない接合体（金属接合体）が得られた。また、実験例 1 で得られた緻密質複合材料サンプルの代わりに実験例 2 及び実験例 9 で得られた緻密質複合材料サンプルを用いて同様にして接合体を作製したところ、いずれも界面に剥離やボイドはみられなかった。

20

【産業上の利用可能性】

【0036】

本発明の緻密質複合材料は、例えば、アルミナ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。

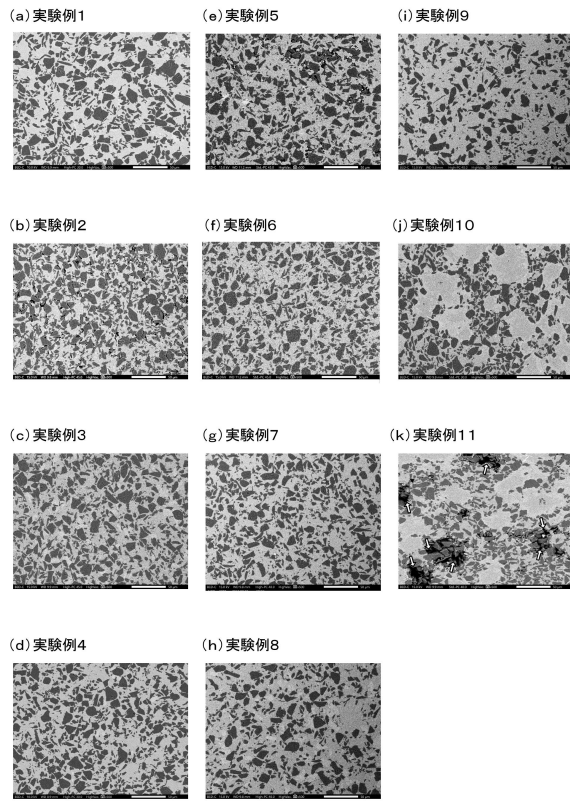
30

40

50

【 図面 】

【 図 1 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2014-198662(JP,A)
国際公開第2014/141974(WO,A1)
特開2018-064055(JP,A)
特開2014-208567(JP,A)
国際公開第2014/156543(WO,A1)
特開2003-321271(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C04B 35/58
C04B 35/577
C04B 37/00
H01L 21/683