

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4514379号
(P4514379)

(45) 発行日 平成22年7月28日(2010.7.28)

(24) 登録日 平成22年5月21日(2010.5.21)

(51) Int. Cl. F I
C O 4 B 35/58 (2006.01) C O 4 B 35/58 I O 4 B
H O 1 L 21/683 (2006.01) C O 4 B 35/58 I O 4 Y
 H O 1 L 21/68 R

請求項の数 9 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2001-379691 (P2001-379691)	(73) 特許権者	00004064
(22) 出願日	平成13年12月13日(2001.12.13)		日本碍子株式会社
(65) 公開番号	特開2002-249379 (P2002-249379A)		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(43) 公開日	平成14年9月6日(2002.9.6)	(74) 代理人	100147485
審査請求日	平成14年7月22日(2002.7.22)		弁理士 杉村 憲司
審判番号	不服2007-16709 (P2007-16709/J1)	(74) 代理人	100072051
審判請求日	平成19年6月14日(2007.6.14)		弁理士 杉村 興作
(31) 優先権主張番号	特願2000-388183 (P2000-388183)	(74) 代理人	100114292
(32) 優先日	平成12年12月21日(2000.12.21)		弁理士 来間 清志
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100134005
			弁理士 澤田 達也
		(72) 発明者	勝田 祐司
			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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結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】

窒化アルミニウムを主成分とし、希土類金属元素を酸化物換算で0.4mol%以上、2.0mol%以下、酸化アルミニウム成分を0.6mol%以上、2.0mol%以下含有しており、Siの含有量が80重量ppm以下であり、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が3μm以下であり、希土類-Al-Oからなる粒界相を窒化アルミニウム粒子の三重点近傍に局在化させており、室温四点曲げ強度が400MPa以上であり、希土類金属元素を除く金属不純物元素の総含有量が300重量ppm以下である、ホットプレスを用いて焼成された窒化アルミニウム焼結体によって少なくとも一部が構成されていることを特徴とする、半導体製造装置用部材。

【請求項2】

前記希土類金属元素(酸化物換算量)と酸化アルミニウム成分とのモル比(希土類酸化物/酸化アルミニウム成分)が0.5以上、1.6以下であることを特徴とする、請求項1記載の部材。

【請求項3】

マイクロビッカース硬度が1100HV0.5以上であることを特徴とする、請求項1または2記載の部材。

【請求項4】

熱伝導率が130W/mK以上であることを特徴とする、請求項1-3のいずれか一つの請求項に記載の部材。

【請求項 5】

室温における体積抵抗率が $1 \times 10^{14} \cdot \text{cm}$ 以上であることを特徴とする、請求項 1 - 4 のいずれか一つの請求項に記載の部材。

【請求項 6】

希土類金属元素を除く金属不純物元素の総含有量が 50 重量 ppm 以下であることを特徴とする、請求項 1 - 5 のいずれか一つの請求項に記載の部材。

【請求項 7】

前記焼結体からなる基材と、この基材中に埋設されている金属部材とを備えていることを特徴とする、請求項 1 - 6 のいずれか一つの請求項に記載の部材。

【請求項 8】

前記金属部材が少なくともヒーター用電極を含むことを特徴とする、請求項 7 記載の部材。

【請求項 9】

前記金属部材が少なくとも静電チャック用電極を含むことを特徴とする、請求項 7 または 8 記載の部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、窒化アルミニウム焼結体およびこれを利用した半導体製造装置用部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

窒化アルミニウムを主体とする材料は、半導体製造用ヒーター、静電チャック等へ適用されている。窒化アルミニウム原料粉末に対して、希土類金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物等の焼結助剤を添加することにより、焼結助剤が窒化アルミニウム粉末の表面の不純物酸素（アルミナ）と反応し、希土類金属 - Al - O もしくはアルカリ土類金属 - Al - O からなる液相を生成し、緻密化と粒成長が促進される。併せて不純物酸素のトラップ効果（希土類金属 - Al - O 生成、アルカリ土類金属 - Al - O 生成）により、窒化アルミニウム内への酸素の固溶を抑制し、高熱伝導化する。

【0003】

例えば、本出願人は、特開平 9 - 315867 号公報において、高純度の窒化アルミニウムに酸化イットリウムを微量添加することによって、その体積抵抗率を室温で $10^8 - 10^{12} \cdot \text{cm}$ に制御できることを開示した。

【0004】

また、特公昭 63 - 46032 号公報においては、酸素を 1 重量% 含む窒化アルミニウムを主成分とし、これにイットリウム、ランタン、プロセオジウム、ニオブ、サマリウム、ガドリニウム、ジスプロシウムの酸化物を 0.01 - 15 重量% 添加した原料を得、この原料を成形、焼結して、酸素を 0.01 - 20 重量% 含む、熱伝導率の高い窒化アルミニウム焼結体を製造しようとしている（請求の範囲）。この実施例 1 においては、酸素を 1 重量% 含有する窒化アルミニウム粉末（平均粒径 $1 \mu\text{m}$ ）に酸化サマリウム粉末を 3 重量% 添加し、混合し、圧力 300 kg/cm^2 、温度 1800 で 1 時間ホットプレスすることによって、室温での熱伝導率が $121 \text{ W} \cdot \text{m/k}$ の焼結体を得ている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

CVD やスパッタリングなどの製膜工程においては、ウエハー上に半導体薄膜を形成させる必要があるために、一般的には、ウエハーを 100 以上、特に 200 以上の高温領域に加熱する必要が生じる。この際には、静電チャックに内蔵されたヒーター、あるいは静電チャックの下方において静電チャックと接触するように設けられたヒーターなどによって、静電チャックの吸着面を加熱する。

【0006】

10

20

30

40

50

静電チャックにおいては、ウエハーを静電チャックの吸着面に設置した段階では、ウエハーの温度が低く、吸着後にウエハーの温度が飽和温度に向かって上昇していく。こうした静電チャックおよび半導体製造装置においては、吸着直後のウエハーと静電チャックとの接触に伴う衝撃によって、および接触後のウエハーの熱膨張による変形によって、窒化アルミニウム粒子が脱粒し、パーティクルが発生し得る。

【0007】

本発明の課題は、窒化アルミニウム粒子が脱粒しにくく、高温領域、例えば300～500において 10^8 ・cm以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い窒化アルミニウム焼結体を提供することである。

【0008】

また、本発明の課題は、こうした窒化アルミニウム焼結体を利用することで、半導体製造装置内で脱粒しにくく、高温領域、例えば300～500において 10^8 ・cm以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い半導体製造装置用部材を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明は、窒化アルミニウムを主成分とし、希土類金属元素を酸化物換算で0.4mol%以上、2.0mol%以下、酸化アルミニウム成分を0.6mol%以上、2.0mol%以下含有しており、Siの含有量が80重量ppm以下であり、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が3μm以下であり、希土類-Al-Oからなる粒界相を窒化アルミニウム粒子の三重点近傍に局在化させており、室温四点曲げ強度が400MPa以上であり、希土類金属元素を除く金属不純物元素の総含有量が300重量ppm以下である、ホットプレスを用いて焼成された窒化アルミニウム焼結体によって少なくとも一部が構成されていることを特徴とする、半導体製造装置用部材に係るものである。

【0010】

本発明者は、窒化アルミニウム焼結体の原料に対して、希土類金属元素の化合物とアルミナとを添加し、ホットプレス焼成することにより、高い熱伝導率が得られるのと同時に、焼結体内での窒化アルミニウム粒子の粒成長が抑制され、高硬度な焼結体が見出した。

【0011】

希土類酸化物は熱伝導率を向上させるために必要である。しかし、希土類酸化物のみを添加した場合には、高い熱伝導率が得られるが、粒成長が促進されることと、十分な量の希土類-Al-O粒子を分散させることができないため、高硬度と高強度とが得られない。

【0012】

従って、窒化アルミニウム焼結体をウエハー等に対して接触させたときに、十分な脱粒特性改善効果が得られない。

【0013】

これに対して、希土類金属元素とアルミナとを同時添加することで、焼結体が高硬度化した理由は、以下のように推定される。即ち、希土類-Al-Oからなる粒界相を窒化アルミニウム粒子の三重点近傍に局在化させたことによって、粒子分散効果が得られたものと考えられる。これにより焼結体の強度も向上している。アルミナの添加は、AlN中の希土類-Al-O相の体積を増やし、分散粒子量を増やすために必要であり、かつ粒成長を抑制する効果を得る上でも必要である。

【0014】

窒化アルミニウム焼結体の硬度を高くし、かつ耐蝕性の低い金属元素を少なくすることによって、ウエハー吸脱着時の擦れによる窒化アルミニウム粒子の脱粒を低減できる。

【0015】

焼結体における希土類金属元素の量は、酸化物換算で0.3mol%以上とし、これによって高い熱伝導率が得られる。この観点からは0.4mol%以上とすることが更に好ましい。焼結体における希土類金属元素の量は、酸化物換算で2.0mol%以下とし、これによって硬度等が特に高くなる。この観点からは1.5mol%以下とすることが一層

10

20

30

40

50

好ましい。

【0016】

焼結体における酸化アルミニウム成分の量は $0.6 \text{ mol} \%$ 以上とし、これによって、窒化アルミニウム粒子の粒径が低く抑えられ、焼結体の硬度、強度が高く保持される。

【0017】

焼結体における酸化アルミニウム成分の量は酸化物換算で $2.0 \text{ mol} \%$ 以下とし、これによって、熱伝導率の低下を少なくすることができる。この観点からは、 $1.5 \text{ mol} \%$ 以下とすることが更に好ましい。

【0018】

希土類金属元素（酸化物換算量）と酸化アルミニウム成分とのモル比（希土類酸化物／酸化アルミニウム成分）を 0.5 以上、 1.6 以下とすることによって、より高い熱伝導率と硬度および強度との両立が可能である。この観点から、前記モル比を 0.55 以上とすることが更に好ましく、また、 1.3 以下とすることが更に好ましい。

10

【0019】

希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luが好ましい。

【0020】

Siは、成膜プロセスにおいて特にハロゲン系クリーニングガスに対して腐食されやすい。窒化アルミニウム材料内に不純物として混入したSiは、粒内固溶及び／又は粒界析出の形で存在しているが、このSiの腐食速度は大きいことが予想され、選択的に腐食される。この結果、Siの近傍にある窒化アルミニウム粒子の脱粒が促進され、もしくはSiの近傍にある窒化アルミニウム粒子同士の結合を弱くし、ウエハーの吸脱着時の擦れによる脱粒が促進される。

20

【0021】

Si以外の不純物金属も、Siと同様に耐食性が低い傾向がある。このため、脱粒を低減するには、不純物金属を少なくすることが望ましい。この観点からは、希土類金属元素を除く金属不純物元素（アルミニウムは当然除くが、珪素原子は含む）の総含有量を 300 重量ppm以下とすることが好ましく、 50 重量ppm以下とすることが一層好ましい。

【0022】

本発明においては、窒化アルミニウム粒子を微細化することにより、焼結体表面を研磨仕上げした後の表面粗さを非常に小さく制御できる。これにより、ウエハー吸脱着時のウエハーと窒化アルミニウムとの接触点数（吸着箇所）が増えることにより、吸脱着にかかる窒化アルミニウム粒子への応力（負荷）が分散され、脱粒しにくくなる。窒化アルミニウム粒子径とRa、Rtにも概ね相関があり、粒径が小さいほどRa、Rtの小さい表面仕上げが可能である。

30

【0023】

本発明の焼結体においては、 130 W/mk 以上の熱伝導率が得られる。本発明の焼結体では、希土類金属の化合物に加え、アルミナを添加し、更に粒成長を抑制していることから、熱伝導率は通常 160 W/mk 以下となることが多い。

【0024】

窒化アルミニウム焼結体の相対密度は、 95% 以上であることが好ましい。

40

【0025】

好適な実施形態においては、高純度原料粉末の使用によりSi量を少なくする。このためには、AlN、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 ともに高純度粉末を原料として使用する。

【0026】

窒化アルミニウム原料粉末は、低温で均質に焼結させる必要があるため、粒度分布がシャープで微粒なものが望ましい。市販粉末の中では、還元窒化粉末もしくはアルキルアルミニウムによる気相合成粉末が適している。直接窒化粉末の中では、粒度分布がブロード、粒径が大きく、かつ不純物量が多いものは不適當である。

【0027】

50

希土類金属元素の酸化物粉末及びアルミナ粉末は、高純度な微粒粉末が望ましい。希土類金属元素の化合物としては、酸化物以外に、硝酸塩、硫酸塩、シュウ酸塩、アルコキシドなど、加熱によって酸化物を生成する化合物（酸化物の前駆体）を使用できる。希土類金属元素酸化物の前駆体は、粉末の状態で作成できる。また、硝酸塩、硫酸塩、アルコキシドなどの化合物を溶剤に溶解させて溶液を得、この溶液を原料粉末に添加できる。このように、酸化物の前駆体を溶媒中に溶解させた場合には、窒化アルミニウム粒子間に希土類金属元素酸化物を高度に分散させることができる。

【0028】

また、原料としては、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、シュウ酸アルミニウム、アルミニウムアルコキシドなど、加熱によってアルミナを生成する化合物（アルミナの前駆体）を使用できる。アルミナの前駆体は、粉末の状態で作成できる。また、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、アルミニウムアルコキシドなどの化合物を溶剤に溶解させて溶液を得、この溶液を原料粉末に添加できる。

10

【0029】

焼結体の成形は、乾式プレス、ドクターブレード法、押し出し、鋳込み等公知の方法を用いることができる。

【0030】

本発明の焼結体は、ホットプレスを用いて焼成される。特に、被焼成体を 50 kgf/cm^2 以上の圧力下でホットプレス焼結させることが好ましい。ホットプレス焼成により、比較的低温で緻密化と粒成長の抑制の両立が可能であり、ポアフリーな焼結体が得られる。

20

【0031】

焼結体中における Al_2O_3 相以外の結晶相は、例えばイットリアを添加した場合には、現在のところ $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ 、 YAlO_3 、 $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ の単相及び複相から構成されるが、脱粒特性との明確な関係は見出されていない。

【0032】

本発明の焼結体は、シリコンウエハーの処理装置や液晶ディスプレイ製造装置のような半導体製造装置内の各種部材として、好適に用いることができる。また、フラットパネルディスプレイ装置における基板として好適である。

【0033】

この半導体製造用部材は、特に好ましくは、半導体製造装置用のサセプター等の耐蝕性部材である。また、この耐蝕性部材中に金属部材を埋設してなる金属埋設品に対して好適である。耐蝕性部材としては、例えば半導体製造装置中に設置されるサセプター、リング、ドーム等を例示できる。サセプター中には、抵抗発熱体、静電チャック電極、高周波発生用電極等を埋設できる。

30

【0034】

また、本発明の焼結体は前記のように抵抗値が高く、かつ高純度であることから、高温静電チャックの基材に対して特に有用である。この静電チャックの基材の内部には、静電チャック電極の他、抵抗発熱体、プラズマ発生用電極等を更に埋設できる。

【0035】

【実施例】

（原料調製）窒化アルミニウム粉末として、高純度還元窒化粉末2種類(A,B)を使用した。いずれも、酸素を除く純度は99.9%以上であり、平均粒径は1~1.5 μm 程度である。主な不純物は、原料Aでは、 Si :10重量ppm、 Fe :4重量ppm、 Ca :10重量ppm、 C :320重量ppmであり、原料Bでは、 Si :35重量ppm、 Fe :10重量ppm、 Ca :240重量ppm、 C :250重量ppmである。イットリア粉末としては、純度99.9%以上、平均粒径0.3 μm のものを使用した。アルミナ粉末としては、純度99.99%以上、平均粒径0.5 μm のものを使用した。

40

【0036】

これらの粉末を表1、表3に示す割合となるよう秤量し、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及び玉石を用いて4時間湿式混合した。混合後、スラリーを取

50

り出し、110 ℃ で乾燥した。更に乾燥粉末を450 ℃ で5hr 大気雰囲気中で熱処理し、混合中に混入したカーボンを消失除去し、原料粉末を作製した。

【 0 0 3 7 】

(成形、焼成)

上記調合粉末を20MPa の圧力で一軸プレス成形し、直径 100mm で厚さ20mm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。次いで、ホットプレスを用い、プレス圧力20MPa 、窒素雰囲気圧力0.15MPa 下で、所定温度、時間焼成したのち、冷却した。なお、室温から 1 0 0 0 ℃ までは真空とし、1 0 0 0 ℃ 以上で窒素を導入した。

【 0 0 3 8 】

(評価)

得られた焼結体に対し、以下の評価を行った。評価結果を表 1 - 4 に示す。

嵩密度、開気孔率：アルキメデス法による水中測定。

金属成分含有量：誘導結合プラズマ(ICP) 発光スペクトル分析により定量。

酸素含有量：不活性ガス融解赤外線吸収法により定量。

Y₂O₃ 含有量(希土類酸化物含有量)：ICP によるY 分析値より、Y₂O₃ 量に換算。

Al₂O₃ 含有量：酸素定量値より、Y₂O₃ 含有酸素量を引き、残りの酸素が全てAl₂O₃ であるとして算出。

AIN 含有量：100 より上記Y₂O₃、Al₂O₃ 含有量を差し引き算出。

結晶相：X 線回折測定装置により同定。測定条件はCuK α 、35kV、20mA、2 θ =20-70°。

体積抵抗率：JIS2141C に準じた方法により、室温から600 ℃ 程度まで測定。試験片厚みは1mm とし、電極形状を主電極径20mm、ガード電極内径30mm、外径40mm、印加電極45mmとし、電圧を500V/mm 印加し、一分後の電流値より体積抵抗率を算出。

曲げ強度：JISR1601による室温四点曲げ強度。

熱伝導率：JISR1611、レーザフラッシュ法により室温の熱拡散率を測定し算出。比熱は75 J/kgKとした。

硬度：JISR1610に準じたマイクロビッカース法により測定。試験片表面は鏡面仕上げし、荷重は500gf とした。

表面粗さ(R_a, R_t) 測定：直径75mm×厚さ1.7mm の円盤状試験片をポリッシュにより表面を鏡面加工し、表面粗さを測定した。触針先端径は2 μ m Rとし、長さ4.8mmで4カ所測定し、平均した。

【 0 0 3 9 】

脱粒特性：上記鏡面仕上げした円盤状試験片の片側に電極を作製し、ヒーターの上にシリコンウエハー(直径150mm)、円盤状試験片(鏡面側をシリコンウエハーに接触)の順に積層した。次いで、ヒーターを加熱し、円盤状試験片の温度を400 ℃ で安定化した後、シリコンウエハーと試験片の電極間に500Vを電圧印加し、シリコンウエハーと試験片を1分間吸着させた。冷却後、試験片の10-50mm²を電子顕微鏡により観察し、窒化アルミニウム粒子の脱粒個数をカウントし、直径75mmの面積(1406mm²)あたりの個数として算出した。

平均粒径：鏡面仕上げサンプルを電子顕微鏡により観察し、窒化アルミニウム粒子30個のコード長さを平均し、1.5を乗じた値とした。

【 0 0 4 0 】

【表 1】

10

20

30

40

実施例	原料組成			焼成条件		焼結体の特性							表面粗さ		平均粒径 μm	
	AlN 種	Y ₂ O ₃ 重量部	Al ₂ O ₃ 重量部	焼成 温度 ℃	保持 時間 hr	嵩密度 g/cm ³	開気 孔率 %	体積 抵抗率 Ω·cm	曲げ 強度 MPa	熱伝 導率 W/mK	マイクロ カー硬度 HV0.5	結晶相 (AlNを 除く)		Ra (nm)		Rt (nm)
												YAL	YAM			
1	A	100	5	1.5	1800	2	3.34	<0.01	2E+16	441	139	1146	YAG+YAL	10	102	2.0
2	A	100	5	1.5	1750	2	3.34	<0.01	1E+16	458	133	1221	YAG+YAL	9	83	1.9
3	A	100	5	0.75	1800	2	3.34	<0.01	1E+16	470	160	1179	YAG+YAL	9	98	2.5
4	B	100	3	0.2	1800	2	3.31	<0.01	8E+15	446	153	1120	YAL	11	129	2.6
5	B	100	3	1.	1750	2	3.30	<0.01	7E+15	501	141	1130	YAG	10	84	2.1
6	B	100	5	0.75	1800	2	3.34	<0.01	1E+16	477	158	1100	YAL+YAM	13	121	2.9
7	B	100	5	1.5	1800	2	3.34	<0.01	7E+15	489	148	1110	YAG+YAL	12	126	2.8
8	B	100	5	1.5	1750	2	3.34	<0.01	7E+15	441	140	1110	YAG+YAL	10	93	2.5

【 0 0 4 1 】

【 表 2 】

10

20

30

40

	焼結体の化学分析値						焼結体の組成				脱粒特性
	Si	Fe	Ca	Y	O	C	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	AlN	Y ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃	
	重量 ppm	重量 ppm	重量 ppm	wt%	wt%	wt%	mol%	mol%	mol%	mol比	
実施例 1	3	4	5	3.67	2.18	0.03	0.89	1.07	98.03	0.83	0
実施例 2	3	4	5	3.63	2.19	0.03	0.88	1.09	98.02	0.81	0
実施例 3	3	5	4	3.69	1.88	0.04	0.89	0.79	98.31	1.13	28
実施例 4	25	7	220	2.26	1.31	0.03	0.54	0.62	98.84	0.87	28
実施例 5	28	7	220	2.25	1.63	0.03	0.54	0.91	98.56	0.59	0
実施例 6	27	6	210	3.65	1.87	0.04	0.88	0.79	98.32	1.11	28
実施例 7	26	6	210	3.63	2.17	0.03	0.88	1.07	98.04	0.82	28
実施例 8	27	7	220	3.58	2.17	0.03	0.87	1.08	98.04	0.80	0

【 0 0 4 2 】

【 表 3 】

10

20

30

実施例	原料組成			焼結体の特性							表面粗さ		平均粒径 μm			
	AIN 種	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	焼成 温度 ℃	保持 時間 hr	嵩密度 g/cm ³	開気 孔率 %	体積 抵抗率 Ω·cm	曲げ 強度 MPa	熱伝 導率 W/mK	マイクロ カー硬度 HV0.5	結晶相 (AINを 除く)		Ra (nm)	Rt (nm)	
		重量部	重量部													重量部
1	B	100	2	0	1800	2	3.29	<0.01	8E+15	384	152	1070	YAG+YAL	21	178	3.4
2	B	100	5	0	1800	2	3.32	<0.01	4E+15	338	175	1070	YAM	20	174	3.2
3	B	100	5	0	1900	2	3.30	<0.01	1E+14	325	187	1020	YAM	26	240	5.5
4	A	100	5	1.5	1900	2	3.34	<0.01	4E+14	434	153	1040	YAG+YAL	18	188	4.2
5	B	100	3	1	1900	2	3.30	<0.01	4E+14	438	145	1060	YAG+YAL	21	197	4.4
6	B	100	5	1.5	1900	2	3.29	<0.01	3E+14	429	168	1060	YAG+YAL	23	209	4.7

【 0 0 4 3 】

【 表 4 】

10

20

30

40

	焼結体の化学分析値						焼結体の組成				脱粒特性 φ75mm 当たり の脱粒 の脱粒 個数
	Si	Fe	Ca	Y	O	C	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	AlN	Y ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃	
	重量 ppm	重量 ppm	重量 ppm	wt%	wt%	wt%	mol%	mol%	mol%	mol比	
比較例 1	23	7	220	1.51	1.04	0.03	0.36	0.55	99.09	0.64	253
比較例 2	22	9	180	3.67	1.54	0.04	0.89	0.49	98.62	1.80	281
比較例 3	20	8	88	1.58	0.90	0.03	0.37	0.41	99.21	0.90	844
比較例 4	11	4	5	3.54	2.20	0.04	0.86	1.12	98.02	0.77	478
比較例 5	30	7	180	2.11	1.54	0.04	0.50	0.86	98.64	0.59	591
比較例 6	22	8	67	1.14	0.81	0.03	0.27	0.44	99.30	0.61	703

【0044】

図1には、実施例の材料の電子顕微鏡写真を示す。この写真において、窒化アルミニウム粒子の三重点に白く孤立している粒子がY-Al-O相である。

【0045】

実施例1-8および図1に示すように、窒化アルミニウム焼結体中に所定量のイットリア及びアルミナを含有させ、かつ粒径を3μm以下に制御することにより、脱粒の少ない窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

【0046】

本焼結体の不純物金属含有量(希土類金属を除く)は数十重量ppmから300重量ppm程度であり、非常に少なく、特にSi含有量は30重量ppm以下と少なく、半導体製造プロセス雰囲気下での高い耐食性が得られる。

【0047】

脱粒特性の良好な焼結体は、表面の硬度が高く(1100HV0.5以上)、曲げ強度が大きく(400MPa以上)、かつ表面粗さ(Ra, Rt)が小さい。不純物量の一層少ない原料Aを用いた実施例において、特に粒成長が抑制され、脱粒特性が良好である。熱伝導率は

10

20

30

40

50

130 ~ 160W/mK であり、高熱伝導である。

【 0 0 4 8 】

これら焼結体の高温電気特性を図 2 及び図 3 に示す。いずれも500 で $1 \times 10^8 \cdot \text{cm}$ ($1\text{e}8 \cdot \text{cm}$) 以上の高抵抗を有する。静電チャックに適応可能な抵抗範囲を $1\text{e}8$ から $1\text{e}12 \cdot \text{cm}$ とした場合、いずれの材料とも300~500 の温度範囲でこの最適な抵抗範囲を満足しており、この温度領域において静電チャックとしての十分な吸脱着機能を有する。また、熱伝導率が高く、粒径の小さい焼結体ほど、体積抵抗率は高い傾向がある。熱伝導率が高い焼結体ほど、窒化アルミニウム粒子内の欠陥が少なく、導電キャリアとなる電子が少ないことが原因と推察する。粒径が小さい焼結体ほど、粒界抵抗が高いものと推察する。

10

【 0 0 4 9 】

比較例 1 - 6 においては、焼結体中にイットリア及び酸化アルミニウム成分量が所定量ないこと、もしくは粒径が $3 \mu\text{m}$ より大きいこと等により、脱粒量が多くなっている。更に、硬度、強度とも小さい傾向がある。粒成長に伴い、表面の Ra、Rtとも大きくなっている。

【 0 0 5 0 】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明の窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウム粒子が脱粒しにくく、高温領域、例えば300~500 において $10^8 \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い。

20

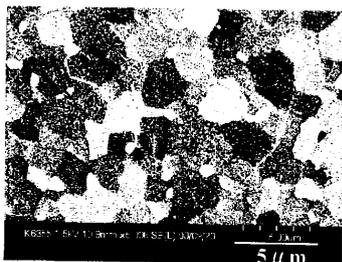
【図面の簡単な説明】

【図 1】実施例 1 の材料の電子顕微鏡写真である。

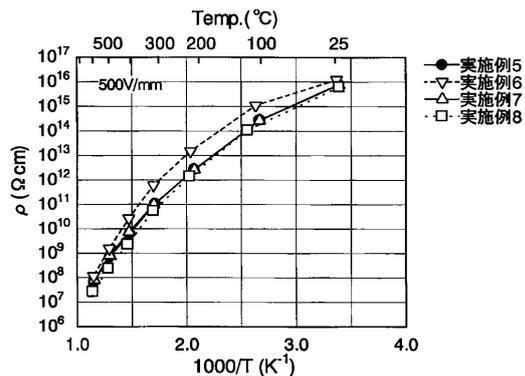
【図 2】実施例 1 - 4 の各焼結体の体積抵抗率 と温度 T との関係を示すグラフである。

【図 3】実施例 5 - 8 の各焼結体の体積抵抗率 と温度 T との関係を示すグラフである。

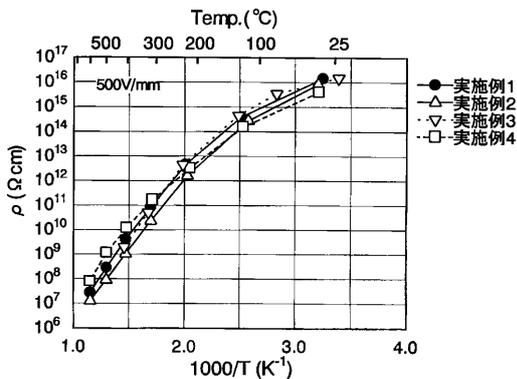
【 図 1 】



【 図 3 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(72)発明者 鶴田 英芳
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

合議体

審判長 松本 貢

審判官 深草 祐一

審判官 中澤 登

(56)参考文献 国際公開第95/21139(WO, A1)

特開平9-315867(JP, A)

特開平11-54603(JP, A)

特開2000-327430(JP, A)

特開平10-194839(JP, A)

特開2000-44343(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B35/00-35/64