

(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2006-69843

(P2006-69843A)

(43) 公開日 平成18年3月16日(2006.3.16)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 4 B 35/50 (2006.01)	C O 4 B 35/50	5 F 0 0 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 6 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2004-255249 (P2004-255249)
 (22) 出願日 平成16年9月2日(2004.9.2)

(特許庁注：以下のものは登録商標)

1. テフロン

(71) 出願人 000000158
 イビデン株式会社
 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(74) 代理人 100080687
 弁理士 小川 順三

(74) 代理人 100077126
 弁理士 中村 盛夫

(72) 発明者 安田 裕之
 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(72) 発明者 桐山 勝之
 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

Fターム(参考) 5F004 BB23 BB29

(54) 【発明の名称】 半導体製造装置用セラミック部材

(57) 【要約】

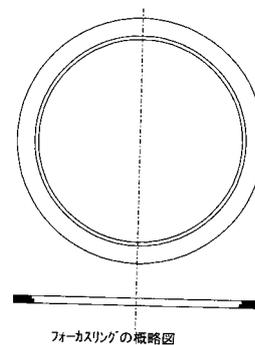
【課題】

ウエハの処理を目的とする半導体製造用装置において、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対する耐食性や耐久性に優れ、装置内汚染が少なく、品質を長期安定した状態に維持できるセラミック製部材を提供する。

【解決手段】

部材の少なくとも、ハロゲン系ガスもしくはハロゲン系プラズマガスの如き腐食性ガスに曝される部位が、70~98wt%の希土類の酸化物と30~2wt%の導電性セラミックとからなり、かつ該酸化物中に平均粒径で0.03~5μmの大きさの導電性セラミック粒子が分散したものである複合焼結体によって構成されていることを特徴とする半導体製造装置用セラミック部材。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

部材の少なくとも、ハロゲン系ガスもしくはハロゲン系プラズマガスの如き腐食性ガスに曝される部位が、70～98wt%の希土類の酸化物と30～2wt%の導電性セラミックとからなり、かつ該酸化物中に平均粒径で0.03～5 μmの大きさの導電性セラミック粒子が分散したものである複合焼結体によって構成されていることを特徴とする半導体製造装置用セラミック部材。

【請求項 2】

前記希土類酸化物が、酸化イットリウムであり、前記導電性セラミックが炭化珪素であることを特徴とする請求項 1 に記載の半導体装置用セラミック部材。

10

【請求項 3】

前記複合焼結体は、体積抵抗率が 1×10^9 Ω・cm以下であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の半導体装置用セラミック部材。

【請求項 4】

前記複合焼結体は、フリーカーボンの含有量が2 wt%以下であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の半導体装置用セラミック部材。

【請求項 5】

前記複合焼結体は、気孔率が5%以下であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の半導体装置用セラミック部材。

【請求項 6】

ウエハ処理面の粗度Ra(JIS B 0601)が0.03 μm以下であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の半導体製造装置用セラミック部材。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体製造装置用セラミック部材、とくに腐食性のハロゲン系ガス雰囲気あるいはハロゲン系ガスを用いるプラズマ雰囲気内で使用される各種の部材、例えば、サセプターリングやフォーカスリングなどの部材（部品を含む）として用いられる高耐食性のセラミック部材に関するものである。

【背景技術】

30

【0002】

近年、半導体製造工程におけるウエハ製造装置のような半導体製造装置では、処理雰囲気として腐食性のハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスなどが利用されている。そのため、これらの半導体製造装置内部材、例えば、プラズマ処理容器用部材としては、ハロゲン系プラズマガスに対して高い耐食性を示すものが有効である。例えば、こうした部材のなかには、シリコンウエハのエッチング処理時に、該シリコンウエハを設置するために用いられるフォーカスリングやサセプターリングがある。これらの部材としては、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対して高い耐食性を示すこと、プラズマガスをシリコンウエハ上で均一に供給するために、シリコンウエハと同じかそれに近い導電性を示すこと、および該装置内で珪素や酸素、炭素およびイットリウム元素以外の汚染が起こらないこと、などの条件を有することが必要である。

40

【0003】

従来、上述した半導体製造装置用部材として用いられる材料としては、主に石英やアルミナが採用されてきた（特許文献 1 参照）。しかし、これら材料は、前記部材として必ずしも望ましい性質を有するものだったわけではない。その理由は、これらの材料は絶縁性を示すだけでなく、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスなどの腐食性ガスに対する耐食性が十分とはいえないこと、さらに、これらの材料は珪素とアルミニウムから構成されているために装置内汚染が発生しやすいという問題があったからである。

そこで、これらに代わる材料として、最近、シリコンやCVD-SiC、Y₂O₃に代表される希土類酸化物を含む複合酸化物、Y₂O₃酸化物などを使用することが提案されてい

50

る（特許文献2、3、4、5、6参照）。

【0004】

【特許文献1】特開2002-231638号公報

【特許文献2】特公平5-53872号公報

【特許文献3】特開平3-217016号公報

【特許文献4】特開平8-91932号公報

【特許文献5】特開平10-454461号公報

【特許文献6】特開2001-181024号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0005】

上述したように、ハロゲン系ガスやプラズマ発生雰囲気下で使用される従来の半導体製造装置用部材、たとえば、フォーカスリングやサセプターリング用の部材としての石英やアルミナは、ハロゲン系ガスなどの腐食性ガスに対する耐食性が小さく、これら物質は電氣的に絶縁物質であるため、処理されるシリコンウエハに対してプラズマを均一に発生させることができないし、装置内にパーティクル汚染が生じるという問題があった。一方、シリコンやCVD-SiCの場合、導電性および装置内汚染については問題ないが、ハロゲン系ガスに対する耐食性がなお不十分であり、長時間の使用に耐えることが難しく、安定した製品管理が困難になるという問題を抱えていた。

【0006】

20

本発明の目的は、ウエハなどの処理を目的とする半導体製造装置において、ハロゲン系ガスなどの腐食性ガスに対しての耐食性や耐久性に優れ、プラズマガスによって発生するパーティクルの発生がないため装置内汚染が少なく、さらに品質を長期間安定した状態に維持することができる半導体製造装置用セラミック部材を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

従来技術が抱えている上述した課題の解決について鋭意研究した結果、発明者らは、以下に述べる要旨構成の本発明を開発するに至った。

即ち、本発明は、部材の少なくとも、ハロゲン系ガスもしくはハロゲン系プラズマガスの如き腐食性ガスに曝される部位が、70~98wt%の希土類の酸化物と30~2wt%の導電性セラミックとからなり、かつ該酸化物中に平均粒径で0.03~5 μ mの大きさの導電性セラミック粒子が分散したもからなる複合焼結体によって構成されていることを特徴とする半導体製造装置用セラミック部材によって構成されていることを特徴とする半導体製造装置用セラミック部材である。

30

【0008】

本発明において、前記複合焼結体を構成する希土類酸化物は、酸化イットリウムで導電性セラミックが炭化珪素であること、前記複合焼結体は、体積抵抗率が 1×10^9 \cdot cm以下であること、フリーカーボンの含有量が2wt%以下であること、または気孔率が5%以下であること、そして、ウエハ処理側の面の粗度Ra(JIS B 0601)が0.03 μ m以下であることもまた、本発明の課題解決手段として有効である。

40

【発明の効果】

【0009】

本発明に係るセラミック部材は、半導体製造装置によるウエハ処理などに必要とされている導電性を示すと共に、緻密な焼結体を得ることができ、かつプラズマを均一に発生させることができると同時に、ハロゲン系ガスを用いることによって発生するパーティクルの生成を少なくすることができ、とくにハロゲン系腐食性ガスに対する耐食性や耐久性に優れ、複合焼結体としての品質を長期間安定して維持することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

上述したように、上記の部材にCVD-SiCなどを使用した場合、導電性や装置内汚

50

染についての問題は生じないが、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対する耐食性が不十分になるという問題があったことから、その解決のために、発明者らは、半導体製造装置用セラミック部材の構成材料につき検討した。その結果、主として、希土類の酸化物、たとえば Y_2O_3 のような希土類酸化物、SiCやTiNの如き導電性セラミックからなる複合焼結体（なお、この複合焼結体中には、その他に数 μm 程度以下で、Al、Fe、Cu、Crなどの不可避的不純物が含まれることがあるが、本発明の作用効果に影響しないので無視できる）の適用について検討した。

この検討の中で、該複合焼結体は、希土類酸化物としては酸化イットリウム、また、導電性セラミックとしては炭化珪素を構成成分とし、それぞれの成分組成が、酸化イットリウム：70～98 wt%、炭化珪素：30～2 wt%のものを用いると、ハロゲン系プラズマに対する耐食性、耐久性に優れ、長期の安定した使用に耐え得るものになることを突きとめた。以下、代表的な成分組成例について、本発明の構成をさらに詳しく説明する。

10

【0011】

酸化イットリウムを主成分とする複合焼結体は、上述したように、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対する耐食性に優れているものの、酸化イットリウムそれ自体は絶縁物質であるため、これをフォーカスリングなどとして利用するためには、導電性を付与することが必要になる。そのためには、この酸化イットリウムに他の導電性の材料、即ち導電性セラミックスを混合して複合焼結体とすることが有効であると考えられる。この要請に対し、本発明ではとくに炭化珪素に着目した。それは、炭化珪素は、珪素と炭素から構成されているため、導電性を有することはもちろん、酸化イットリウムと同様にハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対して優れた耐食性を示し、さらに、これらのガスと反応しても装置内汚染を引き起こすことがないという点に、酸化イットリウムと共働してシリコンウエハ上にプラズマを均一に分布させる上で効果的に作用するからである。

20

【0012】

上記の作用効果を得るために、本発明の複合焼結体では、酸化イットリウムを70～98 wt%、炭化珪素を30～2 wt%配合することにした。その限定の理由は、炭化珪素の含有量が2 wt%未滿になると導電性が得られなくなってしまい、一方、炭化珪素の含有量が30 wt%を超えると、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスに対する耐食性が不十分なものとなるからである。なお、酸化イットリウムの含有量は、90～98 wt%とすることがより好ましい。それは、焼成後の本発明の複合焼結体は、マトリックスとなる酸化イットリウム中に、前記炭化珪素の微粒子を均一に分散させること、とくに該酸化イットリウム粒子の粒界に沿うようにして、均一に分散して含有する状態にすることで、耐食性の確保と全体に均一な導電特性を付与するという要請に応えられるものが得られやすいからである。

30

【0013】

本発明にかかる複合焼結体に含まれる焼成後の炭化珪素粒子の大きさは、任意の二次元断面視、例えばセラミック基体の厚さ方向の断面視での平均粒子径が、原料粒子（0.01～0.03 μm ）よりも大きい粒子、即ち、0.03～5 μm （最小短径：0.03 μm 超、最大長径：5 μm ）の範囲内のもの、好ましくは0.1～5 μm の大きさ、より好ましくは0.1～1.0 μm の大きさのものにする。その理由は、以下に述べるとおりである。すなわち、該平均粒子径が0.03 μm 未滿だと、原料粒子が細かすぎて粒子の凝集が起こり、複合焼結体中の炭化珪素の分散が不均一になるため、安定した導電性を確保することができなくなる。しかも、複合焼結体中の酸化イットリウムの結晶粒界が多くなり過ぎるために、プラズマガスに対しての耐食性のある複合焼結体を得られなくなってしまうという問題も生じるからである。一方、この焼結炭化珪素の平均粒子径が5 μm 超だと、酸化イットリウム粒子の粒界に存在する炭化珪素の含有量を多く（40wt%）にしないと、必要な導電性が得られなくなってしまうからである。

40

【0014】

上記複合焼結体に含まれる酸化イットリウムの大きさは、任意の二次元断面視、例えばセラミック基体の厚さ方向の断面視での平均粒子径が3～10 μm の範囲内のもの（最小短径：3 μm 、最大長径：10 μm ）を用いることが好ましい。その理由は、酸化イットリウ

50

ムの平均粒子径が3 μm未満だと、粒子径が小さすぎて焼結体酸化イットリウムの比表面積が大きくなるため、必要な導電性パス確保のために、炭化珪素含有量を増すことになる。従って、プラズマガスに対する耐食性が劣化する。一方、酸化イットリウムの平均粒径が10 μm超だと、複合焼結体が十分に緻密化しないからである。なお、より好ましい酸化イットリウムの平均粒径は、4 ~ 6 μmである。

【0015】

上記複合焼結体はまた、体積抵抗率が 1×10^9 ・cm以下のものが好適である。その理由は、酸化イットリウムと炭化珪素とが上記の組成範囲にあったとしても、体積抵抗率が 1×10^9 ・cmより上回ると、プラズマガス中の電子が部材表面に帯電し、処理するシリコンウエハ上のプラズマ分布を均一に保つことができなくなるからである。

10

【0016】

上記複合焼結体は、その中に含まれるフリーカーボンの含有量が2 wt%以下であることが望ましい。その理由は、フリーカーボンの含有率が2 wt%より多くなると、焼結性が低下すると共に、酸化イットリウムとカーボンとが反応しやすくなり、 Y_2O_3 などの非常に不安定な物質を生成しやすくなるからである。このフリーカーボンの量は、焼結に先立ち混合物を酸化性雰囲気中で脱炭処理することで達成できる。

【0017】

また、本発明にかかる前記複合焼結体は、セラミック部材の基体表面、即ちウエハ処理面は、JIS B 0601の規定に基づく面粗度Raで、0.03 μm以下の粗さにすることが望ましい。その理由は、面粗度Raが0.03 μmより大きくなると比表面積が大きくなり、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスによる腐食が進行しやすくなるためである。

20

【0018】

そして、本発明のセラミック部材は、前記複合焼結体の気孔率を5%以下にすることが望ましい。その理由は、気孔率が5%を超えると、比表面積が大きくなり、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマガスによる腐食が進行しやすくなるためである。

【実施例】

【0019】

実施例 1

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径4 μm)と、炭化珪素(平均粒径: 0.03 μm)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 Y_2O_3 / SiC 混合顆粒を得た。

30

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10 t) mmの大きさに成形し、60 × 12 hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 / hrで昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径4 μmの Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に、主として粒界に沿って、平均粒径が0.1 μmのSiCが分散した状態の Y_2O_3 / SiC 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、1.8%であった。

40

【0020】

実施例 2

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径4 μm)と、炭化珪素(平均粒径: 0.03 μm)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 Y_2O_3 / SiC 混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10 t) mmの大きさに成形し、60 × 12 hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量

50

を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径6 μmのY₂O₃粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が0.1 μmのSiCが分散した状態のY₂O₃ / SiC複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.1%であった。

【0021】

実施例3

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径4 μm)と、炭化珪素(平均粒径:0.8 μm)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC混合顆粒を得た。 10

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10 t) mmの大きさに成形し、60×12 hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径4 μmのY₂O₃粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が1 μmのSiCが分散した状態のY₂O₃ / SiC複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.3%であった。

【0022】

実施例4

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径4 μm)と、炭化珪素(平均粒径:0.03 μm)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10 t) mmの大きさに成形し、60×12 hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径5 μmのY₂O₃粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が0.1 μmのSiCが分散した状態のY₂O₃ / SiC複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.5%であった。 30

【0023】

実施例5

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径4 μm)と、炭化珪素(平均粒径:0.8 μm)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC混合顆粒を得た。 40

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10 t) mmの大きさに成形し、60×12 hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径5 μmのY₂O₃粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が1 μmのSiCが分散した状態のY₂O₃ / SiC複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.8%であった。

【0024】

実施例6

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると 50

共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $0.03\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2)上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10t)mmの大きさに成形し、60×12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 ×1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $6\mu\text{m}$ の Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.4%であった。 10

【0025】

実施例7

(1)テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $0.8\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2)上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10t)mmの大きさに成形し、60×12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 ×1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $4\mu\text{m}$ の Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $1\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.1%であった。 20

【0026】

実施例8

(1)テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $4.0\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。 30

(2)上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10t)mmの大きさに成形し、60×12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 ×1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $4\mu\text{m}$ の Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $5\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.6%であった。

【0027】

実施例9

(1)テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $0.03\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2)上記混合顆粒を、カーボン型を使って(40×30×10t)mmの大きさに成形し、60×12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 ×1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $4\mu\text{m}$ の Y_2O_3 40

粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.2%であった。

【0028】

実施例10

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $0.8\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って($40\times 30\times 10\text{t}$)mmの大きさに成形し、60 \times 12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 \times 1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $6\mu\text{m}$ の Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $1\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。この複合焼結体の気孔率は、2.3%であった。

【0029】

実施例11

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $4.0\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って($40\times 30\times 10\text{t}$)mmの大きさに成形し、60 \times 12hr乾燥して成形体とした。その成形体を酸化雰囲気中で脱脂してフリーカーボン量を調整した後、ホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 \times 1hrの加熱を行い、プレス圧10~40Mpaの条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 $4\mu\text{m}$ の Y_2O_3 粒子からなるマトリックス中に主として粒界に沿って、平均粒径が $5\mu\text{m}$ のSiCが分散した状態の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.5%

【比較例】

【0030】

比較例1

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、酸化イットリウム100 wt%のセラミック原料100重量部を投入し、48時間混合した。このスラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥させ Y_2O_3 顆粒とした。

(2) この顆粒をカーボン型を使って、($40\times 30\times 10\text{t}$)mmの大きさに成形し、60 \times 12hr乾燥して成形体を得た。この成形体をホットプレス炉に投入し、300 /hrで昇温し、1600 ~1900 \times 1hrの加熱を行い、プレス圧力10~40 MPaにて焼成を行うことにより、平均粒径 $6\mu\text{m}$ の Y_2O_3 の焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.7%であった。

【0031】

比較例2

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水60重量部を入れると共に、表1記載の配合割合となるように、酸化イットリウム(平均粒径 $4\mu\text{m}$)と、炭化珪素(平均粒径: $0.03\mu\text{m}$)との混合原料100重量部を投入し、48時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて200 で乾燥し、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って($40\times 30\times 10\text{t}$)mmの大きさに成形し、60

10

20

30

40

50

× 12 hr 乾燥して成形体とした。その成形体をホットプレス炉に投入し、300 / hr で昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hr の加熱を行い、プレス圧 10 ~ 40 Mpa の条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 5 μ m の Y₂O₃ マトリックス中に、平均粒径が 0.1 μ m の SiC が分散した状態の Y₂O₃ / SiC 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.3% であった。

【0032】

比較例 3

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水 60 重量部を入れると共に、表 1 記載の配合割合となるように、酸化イットリウム (平均粒径 4 μ m) と、炭化珪素 (平均粒径: 10.0 μ m) との混合原料 100 重量部を投入し、48 時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて 200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC 混合顆粒を得た。

10

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って (40 × 30 × 10 t) mm の大きさに成形し、60 × 12 hr 乾燥して成形体とした。その成形体をホットプレス炉に投入し、300 / hr で昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hr の加熱を行い、プレス圧 10 ~ 40 Mpa の条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 5 μ m の Y₂O₃ マトリックス中に、平均粒径が 10 μ m の SiC が分散した状態の Y₂O₃ / SiC 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.2% であった。

【0033】

比較例 4

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水 60 重量部を入れると共に、表 1 記載の配合割合となるように、酸化イットリウム (平均粒径 4 μ m) と、炭化珪素 (平均粒径: 0.03 μ m) との混合原料 100 重量部を投入し、48 時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて 200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC 混合顆粒を得た。

20

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って (40 × 30 × 10 t) mm の大きさに成形し、60 × 12 hr 乾燥して成形体とした。その成形体をホットプレス炉に投入し、300 / hr で昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hr の加熱を行い、プレス圧 10 ~ 40 Mpa の条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 5 μ m の Y₂O₃ マトリックス中に、平均粒径が 0.1 μ m の SiC が分散した状態の Y₂O₃ / SiC 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、2.4%

30

【0034】

比較例 5

(1) テフロンボール入りのポリエチレンポット中に、イオン交換水 60 重量部を入れると共に、表 1 記載の配合割合となるように、酸化イットリウム (平均粒径 4 μ m) と、炭化珪素 (平均粒径: 0.1 μ m) との混合原料 100 重量部を投入し、48 時間混合して混合スラリーを得た。この混合スラリーをスプレードライヤーにて 200 で乾燥し、Y₂O₃ / SiC 混合顆粒を得た。

(2) 上記混合顆粒を、カーボン型を使って (40 × 30 × 10 t) mm の大きさに成形し、60 × 12 hr 乾燥して成形体とした。その成形体をホットプレス炉に投入し、300 / hr で昇温し、1600 ~ 1900 × 1 hr の加熱を行い、プレス圧 10 ~ 40 Mpa の条件にて加圧焼成を行い、平均粒径 4 μ m の Y₂O₃ マトリックス中に、平均粒径が 0.1 μ m の SiC が分散した状態の Y₂O₃ / SiC 複合焼結体を得た。なお、この複合焼結体の気孔率は、3.6% であった。

40

【0035】

比較例 6

(1) 円盤状のシリコン単結晶に研削加工を施し、フォーカスリングを作製した。

【0036】

比較例 7

(1) 炭化珪素粉末 (屋久島電工社 SiC 粉末、平均粒径 50 μ m、70%、屋久島電工社 S

50

i C 粉末、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 、30%) 100重量部、アクリル系バインダー 5 重量部を混合した組成物を用い、スプレードライ法により顆粒を製造し、この顆粒を用いて C I P 成形により成形体を製造し、厚さ 20 mm のグリーン成形体を作製した。

(2) 得られた成形体をアルゴン雰囲気、大気圧、2100、5 時間で焼結させた。

(3) (2) の工程で得られた焼結体を研削加工し、直径 30 mm、厚さ 15 mm のフォーカスリングの基体を作製した。

(4) 得られたフォーカスリングの基体の表面に、サンドブラスト処理を施した。さらに、C V D 法により、温度 1300、真空度 250 Torr の条件下、反応ガスとしてのメチルトリクロロシラン (CH_3SiCl_3 、濃度 7%)、キャリアガスとして水素およびアルゴンガスを供給し、熱分解させることにより、厚さ $500 \mu\text{m}$ の Si C の結晶構造を有する C V D Si C (炭化珪素) 層からなるプラズマ耐食層を形成した。

10

【0037】

複合焼結体の評価試験

上述した実施例および比較例に記載した方法により作製されたフォーカスリング (図 1 参照) を、 $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ にカットして供試材とした。比較のために、供試材の半分をポリイミドテープでマスキングをして R I E (イオン反応性エッチング) 装置にて、 $\text{CF}_4 + \text{O}_2$ ガスプラズマにてサンプルを 3 間照射した。その照射後、サンプルのマスキングを除去し、面粗度測定器においてエッチング部と非エッチング部の高さを測定し、エッチング磨耗量とした。なお、表 1 は時間あたりに換算して表記してある。表 1 はその結果を示したものである。なお、求められる耐食性は、1 時間あたりの磨耗量が $5 \mu\text{m}$ 以下が求められる

20

【0038】

実施例および比較例についての考察

比較例 1 の観察結果について

図 2 は、実施例 1 の焼結体の H I T A C H - 4 3 0 0 による二次電子像および元素マッピング図である。酸化イットリウム粒子の結晶粒界に沿って、炭化珪素粒子が取り巻くように分散して存在している様子が観察された。

30

【0039】

【表 1】

Y ₂ O ₃ -SiC 複合焼結体											
	Y ₂ O ₃		SiC		体積抵抗率 Ω・cm	エッチング 摩耗量 μm/hr	フリー カーボン量 wt%	ウエハ処理面 の粗度 (Ra) μm	気孔率 %		
	平均粒径 μm	含有量 wt%	平均粒径 μm	含有量 wt%							
実施例	1	4	98	0.1	2	7.5E+08	1.3	1.23	0.019	1.8	
	2	6	95	0.1	5	4.6E+03	1.4	1.37	0.020	2.1	
	3	4	95	1	5	5.3E+04	1.6	0.89	0.022	2.3	
	4	5	90	0.1	10	7.2E+02	1.9	1.19	0.018	2.5	
	5	5	90	1	10	3.9E+03	2.0	0.83	0.024	2.8	
	6	6	80	0.1	20	1.7E+01	2.8	1.20	0.016	2.4	
	7	4	80	1	20	7.3E+02	3.1	0.78	0.020	2.1	
	8	4	80	5	20	2.9E+03	3.4	0.43	0.019	2.6	
	9	4	70	0.1	30	4.5E+00	3.7	1.26	0.018	2.2	
	10	6	70	1	30	2.3E+01	4.0	0.82	0.022	2.3	
	11	4	70	5	30	6.4E+02	4.4	0.41	0.016	2.5	
比較例	1	6	100	-	-	8.5E+12	0.9	0.01未満	0.015	2.7	
	2	5	99	0.1	1	3.2E+10	1.0	1.25	0.017	2.3	
	3	5	90	10	10	2.7E+09	3.8	0.23	0.021	2.2	
	4	5	65	0.1	35	3.5E+02	5.9	1.33	0.023	2.4	
	5	4	95	0.1	5	4.6E+03	6.8	2.13	0.026	3.6	
	6	単結晶シリコン					3.0E+00	12.7	-	0.020	-
	7	CVD-SiC					4.3E+04	6.8	-	0.019	-

【産業上の利用可能性】

10

20

30

40

50

【 0 0 4 0 】

本発明は、半導体製造工程で用いられる装置、例えば、フォーカスリングやサセプターリングだけに限らず、シールバーリング、インシュレータリング、バンジャー、電極などの部材や部品の材料として好適に用いられる。

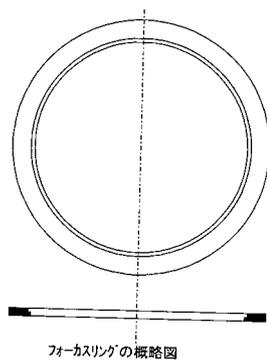
【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 4 1 】

【 図 1 】 フォーカスリングの断面図である。

【 図 2 】 実施例 1 の複合焼結体の二次電子像およびマッピング図である。

【 図 1 】



【 図 2 】

