

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4863176号
(P4863176)

(45) 発行日 平成24年1月25日(2012.1.25)

(24) 登録日 平成23年11月18日(2011.11.18)

(51) Int.Cl.		F I			
H05B	3/14	(2006.01)	H05B	3/14	D
H05B	3/03	(2006.01)	H05B	3/03	
H05B	3/12	(2006.01)	H05B	3/12	A

請求項の数 3 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2007-507112 (P2007-507112)	(73) 特許権者	503027931
(86) (22) 出願日	平成18年3月7日(2006.3.7)		学校法人同志社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2006/304319		京都府京都市上京区今出川通烏丸東入玄武町601
(87) 国際公開番号	W02006/095709	(74) 代理人	100115749
(87) 国際公開日	平成18年9月14日(2006.9.14)		弁理士 谷川 英和
審査請求日	平成19年9月4日(2007.9.4)	(72) 発明者	吉門 進三
(31) 優先権主張番号	特願2005-63790 (P2005-63790)		京都府京田辺市多々羅都谷1-3 同志社大学構内
(32) 優先日	平成17年3月8日(2005.3.8)	(72) 発明者	伊東 佑規
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		京都府京田辺市多々羅都谷1-3 同志社大学構内
		審査官	結城 健太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薄膜発熱体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基体と、

前記基体上に形成した、正方晶の珪化タングステンの薄膜と、

白金からなる電極層と、を具備し、

前記正方晶の珪化タングステンの薄膜は、前記基体の加熱なしでスパッタリングにより珪化タングステンを前記基体に堆積させた後、真空中で加熱処理することによって製造されたものである、薄膜発熱体。

【請求項2】

基体と、

前記基体上に形成した、正方晶の珪化タングステンの薄膜と、

白金からなる電極層と、を具備し、

前記正方晶の珪化タングステンの薄膜は、前記基体を加熱してスパッタリングにより珪化タングステンを前記基体に堆積させたものである、薄膜発熱体。

【請求項3】

前記基体はるつぼ形状である、請求項1または請求項2記載の薄膜発熱体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、基体上に珪化タングステンを薄膜状に形成した薄膜発熱体等に関する。

【背景技術】

【0002】

抵抗発熱体は、真空蒸着装置やCVD(Chemical Vapor Deposition)装置などにおいて、種々の材料ソースの加熱、あるいは基板加熱などに用いられている。そして、近年あらゆる雰囲気中で化学的に安定な発熱体材料が必要とされている。従来、炭化ケイ素、モリブデン、タンタル、金属タングステンなどを用いた発熱体が知られている。また、現在市販のヒータ発熱体は棒状、線状、板状である(例えば、特許文献1参照)。

【特許文献1】特開平8-153568号公報(第3頁、図1)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

しかしながら、従来の金属モリブデン、金属タンタル、金属タングステンなどの金属を用いた発熱体は抵抗が小さいため、適度な抵抗値を得るためには膜厚の小さい薄膜を作成する必要があり、高温における十分な機械的強度を有する薄膜化が困難であるという問題があった。また、従来の炭化ケイ素を用いた発熱体も薄膜化が困難であるという問題があった。また、従来における発熱体は、被加熱物、加熱用るつぼ等への熱伝達の効率が低かった。また、従来の発熱体は、曲面発熱等が困難であった。したがって、曲面形状に対応した効率的な加熱が可能な任意の形状の発熱体が望まれている。

【0004】

また、金属並みの良好な導電性を有する非酸化物セラミックスの一つである二珪化モリブデン(MoSi_2)は融点が約2030と非常に高く、空気中ではSiC発熱体よりも高温の1800程度まで使用可能であるが、常温でもろく、高温下で軟化しやすいという難点があり、高温における抵抗発熱体としての使用が困難であった。

【0005】

さらに、従来の二珪化モリブデンを用いた薄膜高温発熱体においては、高温で電極として用いた白金が薄膜中の珪素と合金(シリサイド)を形成する。白金シリサイドは半導体であるため高温で抵抗が激減し、発熱特性が劣化するため、1000以上における長時間の使用は困難である。電極構造を工夫することにより白金シリサイドの形成をある程度抑制はできるが、限界がある。

上記のような課題を解決した薄膜発熱体が求められている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記の課題を解決するために、本発明の薄膜発熱体及びその製造方法は、以下のような手段及び方法を採用する。

(1)本発明による薄膜発熱体は、基体と、前記基体上に形成した薄膜と、を具備し、前記薄膜は珪化タングステンを含む、ものである。このような構成により、長時間の使用、及び繰り返しの使用に耐えうる薄膜発熱体を提供することができる。また、珪化タングステンは、後述するように、白金とのシリサイドを形成しにくいいため、白金を電極として用いても、長時間の使用、及び繰り返しの使用でも初期の特性を維持することができる。

(2)本発明による薄膜発熱体の製造方法は、基体上に、珪化タングステンの薄膜をスパッタリング、真空蒸着、PVD(Physical Vapor Deposition)、CVDの何れかにより形成するものである。

【発明の効果】

【0007】

本発明の薄膜発熱体によれば、長時間使用しても、繰り返し使用しても同じ特性を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】

【0008】

本発明の薄膜発熱体は、珪化タングステンを、RFマグネトロンスパッタリング装置な

10

20

30

40

50

どを用いて、基体である基板やるつぼ等に直接薄膜として堆積させることにより、高効率の抵抗加熱を可能にした珪化タングステン薄膜の薄膜発熱体である。珪化タングステン薄膜を堆積させる基体の材料は、一般的な耐熱材料であるアルミナでもよく、有機ELなどのソース用のるつぼの材料として用いられている窒化硼素(BN)でもよく、SBN(後述する)でもよく、サイアロンでもよく、窒化珪素でもよく、種々の添加物を添加した窒化珪素などでもよい。

【0009】

以下、本発明の実施の形態による薄膜発熱体について、図面を参照しながら説明する。なお、実施の形態において、同じ符号を付した構成要素は同一または相当するものであり、再度の説明を省略する場合がある。

【0010】

(実施の形態1)

図1に、本実施の形態による、アルミナるつぼを用いた珪化タングステンの薄膜を有する薄膜発熱体の構造の一例を示す。図1Aにおいて、本実施の形態による薄膜発熱体は、基体としてのアルミナ製のるつぼ10と、そのるつぼ10の外面上に形成された珪化タングステン薄膜層12とを備える。るつぼ10の開口部付近と底部付近には、電極層11a、11bが、珪化タングステン薄膜層12の上に形成されている。電極層11a、11bの上部に、リード線13a、13bが白金ペーストなどによりろう付けされている。図1Bに、開口部のリード線13a部分の断面構造を示す。電極層11a、11bは、例えば、白金Ptからなるものでもよい。

【0011】

次に、本実施の形態による薄膜発熱体の製造方法について説明する。

珪化タングステン(WSi_2)の粉末(純度99%、フルウチ化学)を、皿状の無酸素銅製ターゲットホルダーに加圧充填して、RFマグネトロンスパッタリング装置(日電バリアン、SPF-210B)の製膜室に置く。そして、外部からのモータによる回転機構を導入し、片方を閉じた円筒形の構造物(以降「アルミナるつぼ」とする)の外側に均一な厚さの薄膜を堆積させることが可能なようにして、珪化タングステンのスパッタリングを行う。るつぼとしては、高純度アルミナ(Al_2O_3 、純度99.5%、ニッカトー)を用いる。基本的なスパッタリング条件は、放電周波数13.56MHz、放電電力200W、製膜時間1時間半で、Ar流量400ml/min一定とし、ガス圧力0.53Paを保つ。電極として、珪化タングステン薄膜上にPt電極(ノリタケカンパニー、NP-1351A)をロータリーポンプで排気した真空雰囲気中で1000で1時間加熱処理して作製する。

【0012】

次に、上記方法で製造した珪化タングステン薄膜の性能について説明する。

るつぼに珪化タングステンを堆積させたのでは粉末X線分析法(XRD)(Rigaku、Multiflex)での評価が困難であるため、アルミナ基板に珪化タングステンをアルミナるつぼと同じ条件でスパッタ時間を2時間として堆積し、堆積させた珪化タングステン薄膜をXRDにより評価した。基板加熱なしの自然昇温で堆積させた薄膜のXRDパターンを図2に示す。また、基板加熱を700で堆積させた薄膜のXRDパターンを図3に示す。700で基板加熱して作製した珪化タングステン薄膜は珪化タングステントargetと一致するピークが存在し、珪化タングステンのJCPDSカードとの比較の結果、正方晶の結晶が堆積していることがわかる。また、基板加熱をしないで作製した珪化タングステン薄膜では正方晶の珪化タングステンが作製されなかったが、発熱体作製のための電極作製の際に真空中で加熱するので、電極作製時と同条件でこの薄膜を真空中で加熱処理したところ、正方晶の珪化タングステンのピークが検出された。

【0013】

また、アルミナるつぼを用いて作製した珪化タングステン薄膜発熱体の発熱特性は以下のようになった。

作製した発熱体を 10^{-4} Pa程度の圧力まで排気可能な超高真空排気装置内で、直流

10

20

30

40

50

電圧を 0.6 V/min の割合で上昇させて印加することにより発熱させた。るつぼ内にアルミナの粉末を充填し、そこに熱伝対を挿入することにより、発熱温度を測定した。図4に発熱部の長さを 50 mm として作製した発熱体の抵抗 - 発熱温度特性（以降「R - T特性」とする）を示す。 1000 まで6回繰り返して発熱を行った。R - T特性は線形であり、抵抗値は発熱の回数を重ねてもほぼ変化しなかった。また、電力の電圧に対する制御性も良好で、約 220 W で 1000 に達した。図5に 1000 における発熱の様子を示す。1回目と6回目の発熱の様子を比較しても全く変化はなく、均一な発熱が得られており、白金の浸入などの劣化はみられなかった。

【0014】

次に、さらに高温での発熱を可能にするために発熱部の長さが 35 mm になるようにアルミナるつぼを切断し、珪化タングステン薄膜を堆積させた。そのようにして作製した発熱体を 0.2 V/min の割合で 1000 まで発熱させたときのR - T特性を図6に示す。R - T特性はやはり線形で、この発熱体では約 140 W の電力で 1000 に達した。このR - T特性の降温時の傾きから珪化タングステン薄膜の抵抗の温度係数を算出したところ、 $6.59 \times 10^{-4} /$ であった。この値は、従来のタングステン、タantal等の金属発熱体と比較して5分の1から6分の1程度である。 0.2 V/min の割合で 1300 まで発熱させた時のR - T特性を図7に示す。 1300 まで発熱温度を上昇させてもR - T特性は変形することなく、ほぼ線形となった。電力に対する電圧の制御性も良好で、約 300 W で 1300 まで達した。このR - T特性の降温時の傾きから珪化タングステン薄膜の抵抗の温度係数を算出したところ、 $6.09 \times 10^{-4} /$ であった。さきほどの結果と比較しても変化は少なく、珪化タングステン薄膜の抵抗の温度係数は $6.3 \times 10^{-4} /$ 程度である。この値から、この発熱体を 1000 上昇させても抵抗値は、2倍にもならないことがわかる。タングステンの抵抗の温度係数は $5.03 \times 10^{-3} /$ であるから、タングステンよりもはるかに優秀な発熱体といえる。

【0015】

水晶振動式膜厚測定器を用いて珪化タングステン薄膜から 50 mm 程度離れた位置に水晶の検出器を設置し、蒸発物の可能性を検討したが 1300 の高温化でも付着物は検出されなかった。また、 1300 まで繰り返し5回発熱させた時、抵抗値は徐々に減少はしたがその変化の幅は小さく、発熱のかたよりもみられなかった。

【0016】

上記の特徴は、以下のような要因によると考えることができる。

珪素は種々の金属とシリサイドを形成する。またそのシリサイドの組成や抵抗温度特性は様々である。シリサイドのうち、モリブデンやタングステンシリサイドは正方晶炭化カルシウム構造を持つが、モリブデンシリサイド（珪化モリブデン）は薄膜化することにより他の構造（6方晶）になり、高温において白金等とさらに複雑なシリサイドを形成しやすい。一方タングステンシリサイド（珪化タングステン）は薄膜化しても正方晶である。炭化カルシウム構造は珪素の充填率が高く、他の金属が浸入あるいは置換しがたいと考えられる。したがって、珪化モリブデンと比較して、珪化タングステンは白金シリサイドを形成しにくいと考えられる。

【0017】

なお、珪化タングステン薄膜を大気中で高温化にさらした場合、珪化タングステンが酸化してしまって発熱体としての使用が不可能になると考えられる。しかし、超高真空中などでの使用であれば、薄膜の珪化タングステンを高温まで使用することが可能であると考えられる。

【0018】

以上をまとめると、（1）薄膜表面温度は 1300 （真空中）が得られた。（2）任意の形状の発熱部を形成できるので、均一加熱・局部過熱ともに柔軟に対応できる。（3）三次元形状物や微小な部位の表面に直接発熱部を形成できる。（4）レスポンスが非常に高速である。（5）アルミナるつぼを用いた本実施の形態による薄膜高温発熱体においては、珪化タングステンの結晶構造は正方晶であるため、電極として用いた白金が発熱薄

10

20

30

40

50

膜中に浸入しにくいいため、性能の劣化が起きないと考えられる。このように、熱伝達効率が高く、昇温速度、降温速度が速く、任意形状の均一面発熱が可能な薄膜発熱体を提供することができる。

【0019】

本実施の形態1において説明したようにマグネトロンスパッタリング装置において、るつぼを回転機構に取り付けて回転させながら珪化タングステン薄膜を堆積すると、るつぼの周囲に一様に珪化タングステン薄膜を堆積することが可能になる。るつぼ自体の加熱が困難な場合は、基板加熱なしと同様に自然昇温でもよい。基板加熱なしにおいても、BN製の基体、SBN製の基体、サイアロン製の基体、あるいは窒化珪素製の基体に対して、いずれもアルミナ基板の場合と同様の正方晶系の珪化タングステン薄膜が堆積可能である。

10

【0020】

また、作製した発熱体の抵抗値を高めたい場合は、珪化タングステン薄膜の発熱部をらせん状に削り適当な抵抗値としてもよい。

【0021】

アルミナるつぼの表面にPt電極を先に作製する場合には、珪化タングステンのスパッタリングの際にPt線のマスク等を考慮すれば、図1Cに示すようにリード線13a用の引き出し穴を形成することができる。すなわち、リード線13aを引き出す穴は、マスクで覆って、珪化タングステン薄膜が電極とするPt層の上に堆積しないようにして作製すればよい。リード線13bについても同様の構造とすることが可能である。また、マスクを使用せず、Pt層上に堆積にした珪化タングステン薄膜の一部を機械的に切削あるいは研磨により除去、あるいは化学的に除去して、Pt層を露出させ、リード線をろう付けしてもよい。あるいは、珪化タングステン薄膜の作製後に、Pt線を珪化タングステン薄膜に巻きつけて電極としてもよい。

20

【0022】

(実施の形態2)

図8A、図8Bは、板状の基体を使用した本実施の形態による薄膜発熱体の構造を示す図である。

図8Aにおいて、長方形のアルミナ製の基板20の表面に珪化タングステン薄膜層22を積層する。珪化タングステン薄膜層22の両端部分に白金Ptによる電極層21a、21bを設ける。電極層21a、21bの上に端子23a、23bを設ける。2つの端子23a、23bの間に電流を流すと、珪化タングステン薄膜層22が発熱する。すなわち、珪化タングステン薄膜層22が薄膜発熱体となる。珪化タングステン薄膜層22は、実施の形態1で説明したのと同様の方法で、基板20の表面に作成する。ただし、基板10を回転する必要はない。電極層21a、21bは、珪化タングステン薄膜層22の両端部に白金ペーストを塗布し、珪化タングステン薄膜の酸化を防ぐために、中真空中もしくは高真空中、または窒素雰囲気中で焼成して作製する。珪化タングステン薄膜層22に白金が浸透してシリサイド化することはほとんどない。端子23a、23bは、電極層21a、21bの上に、白金ハンダによりろう付けする。

30

【0023】

図8Bにおいては、長方形のアルミナ製の基板20の表面の両端部分に白金Ptによる電極層21a、21bが設けられる。アルミナ基板20と電極層21a、21bを覆うように珪化タングステン薄膜層22、22a、22bが設けられる。電極層21a、21bの上部の珪化タングステン層22a、22bは、若干盛り上がる。珪化タングステン層22a、22bが設けられない電極層21a、21bの露出部分には、端子23a、23bが設けられる。2つの端子23a、23bの間に電流を流すと、珪化タングステン薄膜層22が発熱する。すなわち、珪化タングステン薄膜層22が薄膜発熱体となる。この構造の薄膜発熱体を作製するには、アルミナ基板上にPt電極層を先に作製し、その上に珪化タングステン薄膜を堆積させ発熱体を作製する。珪化タングステン薄膜を堆積させたくない端子取り付け部分には、マスクを施す。珪化タングステン薄膜を生成する装置と方法は

40

50

基本的に実施の形態 1 において説明したものでよい。ただし、基板を回転する必要はない。

【 0 0 2 4 】

(実施の形態 3)

窒化硼素 BN 材料、あるいは窒化硼素、窒化珪素複合の SBN / 50 材料からなる基体上に珪化タングステン薄膜を形成した薄膜発熱体について説明する。基体には、BN 基板 (純度 99%、フルウチ化学 (登録商標)、厚さ 1.0 mm) や、複合系 BN 基板 (BN 50%、 Si_3N_4 50%、E&M (登録商標)、厚さ 1.0 mm。以降「SBN / 50」とする) 等を使用し、実施の形態 1 で説明した装置と同様の装置を使用することにより珪化タングステン薄膜を堆積し、図 1 で説明したと同様の構造の薄膜発熱体を作製することができる。六方晶の BN あるいは SBN / 50 基板の代わりに、立方晶窒化硼素のるつぼや基板を使用してもよい。

10

【 0 0 2 5 】

(実施の形態 4)

次に、高温強度、破壊靱性、耐熱衝撃性等の優れた機械的特性をもつサイアロンや窒化珪素の基体上に珪化タングステン薄膜発熱体を作製した例について説明する。サイアロンや窒化珪素基板としては、SAN - 2 (- Sialon、 Si_3N_4 、品川ファインセラミックス (登録商標)、厚さ 2.0 - 2.5 mm) を用いることができる。なお、サイアロンの組成は、Si、Al、O、N からなり、窒化珪素に酸化アルミニウムが添加されたファインセラミックスとして知られている。基板加熱なしの自然昇温あるいは基板温度 700 の条件で堆積できるが、条件はこれに限らない。堆積させた薄膜には剥離などがなく均一にできる。

20

【 0 0 2 6 】

(実施の形態 5)

前記各実施の形態では、電極層や端子を設けるようにした。電極を全く用いないで、本発明の薄膜発熱体を作製することができる。るつぼの表面に、電極層 11a、11b なしで、珪化タングステン薄膜を堆積させる。るつぼの表面に堆積された珪化タングステン薄膜発熱体の周りに高周波電流が流れるコイルを設置すれば、電磁誘導で薄膜表面に電流が誘導され、ジュール熱が発生し、加熱が行われる。この構造では白金電極を用いずとも高温加熱が可能である。最高発熱温度は投入電力と高周波結合の度合いにより決まる。薄膜の破壊あるいは基体材との反応が起きない温度範囲にすべきことは言うまでもない。基体としては、るつぼ形状に限らず、板状、棒状、筒状、または曲面形状等でもよい。

30

【 0 0 2 7 】

(実施の形態 6)

上記各実施の形態では、薄膜化する材料として、珪化タングステンを用いているが、珪化タングステンを主成分とし、他の成分を含有していてもよい。また、珪化タングステンにさらに白金等を添加して珪化タングステン白金シリサイドを薄膜の材料として使用してもよい。白金シリサイドは、半導体であって、その抵抗が温度とともに減少する。タングステンシリサイド珪化タングステンは、金属的な性質を備え、抵抗が温度とともに増加する。その合金であるタングステン白金シリサイドは、タングステンと白金の組成によって金属的、あるいは半導体的、あるいはその中間的な抵抗の温度変化を示す。また電極に白金を用いる場合には、白金がタングステンシリサイド中にごく微量拡散する可能性があるが、最初から白金がそれ以上拡散しない組成の薄膜にしておけば、拡散による抵抗値の変化を小さくすることが可能である。上記実施の形態 5 のように、無電極の場合にも、抵抗温度特性の改善が可能である。

40

【 0 0 2 8 】

また、上記各実施の形態において、発熱体としての薄膜を形成する珪化タングステンとして、 WSi_2 を用いた場合について説明したが、それ以外の珪化タングステン WSi 等を用いてもよい。また、上記のように、薄膜としてタングステン白金シリサイドを用いてもよい。さらに、発熱体としての薄膜は、珪化タングステンからなるものであってもよく

50

、あるいは、珪化タングステンを主成分として含み、それに他の添加物の加えられたものであってもよい。また、その薄膜の組成が、電極層の材料が加わった組成となってもよい。なお、発熱体としての薄膜は、珪化タングステンの純度の高い方が好適である。すなわち、薄膜は、ほぼ珪化タングステンのみからなるものが好適である。

【0029】

(その他の実施の形態及び補足)

基体としては、板状、るつぼ形状に限らず、棒状、筒状、または曲面形状等でもよい。

上記実施の形態の説明における、アルミナ、窒化硼素(BN)、SBN、サイアロンのような窒化珪素(Si₃N₄)などの材料による基体以外に、これらの材料を主成分とし種々の添加物を添加した材料による基体でもよい。

10

【0030】

上記各実施の形態では、RFマグネトロンスパッタリング装置により珪化タングステン薄膜やタングステン白金シリサイド薄膜の堆積を行ったが、薄膜を作製できる方法であれば、他の方法を用いてもよい。例えば、珪化タングステン薄膜の作製を、RFマグネトロンによらない他のスパッタリングを用いて行ってもよく、真空蒸着法を用いて行ってもよく、PVDやCVDなどを用いて行ってもよい。また、薄膜を作製できるなら、他の薄膜形成方法でもよい。

【0031】

(実験例1)

次に、上記実施の形態1で説明したように、アルミナるつぼを用いて作製した珪化タングステン薄膜発熱体を長時間加熱した場合の実験例について説明する。

20

【0032】

作製した発熱体を $10^{-4} \sim 10^{-6}$ Pa程度の圧力まで排気可能な超高真空排気装置内で、直流電圧9.0Vを印加することにより70時間発熱させた。赤外線放射温度計を用いることにより、発熱体表面の温度を測定した。また、るつぼ内にアルミナの粉末を充填し、そこに熱伝対を挿入することにより、発熱体内部の温度を測定した。また、発熱体の抵抗の時間変化も測定した。なお、実験で用いた発熱体の発熱部の長さは50mmである。

【0033】

図9に、赤外線放射温度計によって測定した発熱体表面の温度の時間変化を示す。また、図10に、熱電対によって測定した発熱体内部の温度の時間変化と、発熱体の抵抗の時間変化とを示す。図9からわかるように、発熱体の表面温度は ± 1.0 の幅で増減したが、その表面温度を赤外線放射温度計によって測定しているため、その温度変化は、外気の影響が大きいのではないかと推察される。また、図10から明らかのように、70時間の発熱において、内部温度、抵抗は共に、0.1%も変化しておらず、非常に安定していた。

30

【0034】

さらに、発明者は上記と同様の条件において、作製した発熱体を100日間発熱させたが、その場合にも、発熱体の内部温度は50日間で0.2%しか変化せず、抵抗も0.001%しか変化しなかった。この場合にも、内部温度、抵抗は共に、0.1%以下の変化である。

40

【0035】

このように、上記実施の形態1で説明したようにして作製した珪化タングステン薄膜発熱体は、長時間の発熱においてもほとんど変化せず、長時間使用しても、同じ特性を維持できることが実証された。

【0036】

(実験例2)

次に、上記実施の形態1で説明したように、アルミナるつぼを用いて作製した珪化タングステン薄膜発熱体を繰り返し加熱した場合の実験例について説明する。作製した発熱体を発熱させる条件は上記実験例1と同様である。

50

【0037】

まず、図11で示されるように発熱体に電圧を印加し、徐々に温度を上昇させる場合について説明する。繰り返しの周期は、図11に記載されているように1時間である。

図12に、発熱体を600まで110回繰り返し発熱させた場合の発熱温度 - 電圧の特性を示す。図13に、発熱体を600まで110回繰り返し発熱させた場合の抵抗 - 発熱温度特性を示す。図14に、発熱体を600まで110回繰り返し発熱させた場合の昇温時の600付近の抵抗 - 発熱温度特性を示す。図12～図14から明らかなように、各特性は1回目と110回目を比較しても、ほとんど変化していない。すなわち、発熱体への印加電圧が9.4Vに達した時の発熱温度は、発熱の回数が違ってほとんど変化しておらず、最大でも0.5程度の違いしかなかった。また、抵抗 - 発熱温度特性はほとんど変化せず、線形で良好な特性を示した。約48W (2.5 W / cm^2)で600に達した。

10

【0038】

次に、図15で示されるように発熱体に電圧を印加し、一気に600まで温度を上昇させる場合について説明する。図15で示されるように、電圧の印加が1時間、電圧の印加なしが1時間であり、繰り返しの周期は2時間である。

【0039】

図16に、発熱体を600まで100回繰り返し発熱させた場合における、赤外線放射温度計によって測定した発熱体表面の温度の時間変化を示す。また、図17に、発熱体を600まで100回繰り返し発熱させた場合における、熱電対によって測定した発熱体内部の温度の時間変化を示す。図16、図17において、繰り返しの周期における電圧の印加の開始点を時間軸の原点にしている。

20

【0040】

図16、図17からわかるように、表面温度は電圧の印加の開始から約7分で安定した。そして、その3分ほど後に、内部温度が安定した。電圧の印加を停止すると、温度は急激に減少し、5分程度で300にまで下がった。

【0041】

なお、表面温度については、繰り返しの回数ごとに安定する温度は最大で2程度異なったが、温度が安定した後には上昇や下降を続けるといった傾向はなかった。安定する温度のばらつきは、外気の影響が大きいのではないかと推察される。一方、内部温度は、繰り返しの回数に依存せず、ほぼ同じ値であった。発熱を繰り返しても最大で0.2のずれしかなく、温度の再現性において非常に優れていた。

30

【0042】

このように、上記実施の形態1で説明したようにして作製した珪化タングステン薄膜発熱体は、繰り返して発熱させてもほとんど変化せず、繰り返して使用しても同じ特性を維持できることが実証された。

【0043】

上記実験例1、実験例2のように、上記実施の形態1で説明したようにして作製した珪化タングステン薄膜発熱体が、長時間使用しても、繰り返し使用しても同じ特性を維持できる理由としては、薄膜自体が丈夫であること、薄膜に電極である白金が浸入しにくいことがあげられる。

40

【0044】

上記実施の形態1、2において、電極や引き出し線は、白金Pt以外であってもよい。例えば、電極や引き出し線は、タングステンやモリブデン等の安価な耐高温金属材料の線やペースト、スパッタ薄膜等であってもよい。

【0045】

上記実施の形態1、2において、基体の形状、電極層の位置、形状、端子などは、図1、2で示したものに限らない。

本発明は、以上の実施の形態に限定されることなく、種々の変更が可能であり、それらも本発明の範囲内に包含されるものであることは言うまでもない。

50

【産業上の利用可能性】

【0046】

本発明による薄膜発熱体等は、高効率の加熱、発熱を必要とする処理装置、種々の製造装置などの分野に利用することができる。例えば、本発明による薄膜発熱体を、半導体製造プロセスで用いられる半導体製造装置等において用いてもよい。

【図面の簡単な説明】

【0047】

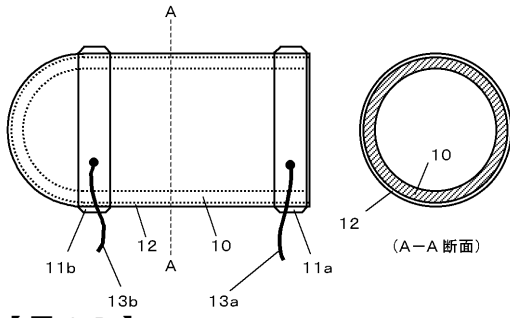
- 【図1A】本発明の薄膜発熱体の一実施形態の構成図
 - 【図1B】本発明の薄膜発熱体の電極層の一例を示す断面図
 - 【図1C】本発明の薄膜発熱体の電極層の一例を示す断面図
 - 【図2】本発明の薄膜発熱体の組成の一例を示す図
 - 【図3】本発明の薄膜発熱体の組成の一例を示す図
 - 【図4】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図5】本発明の薄膜発熱体の加熱状態の一例を示す図
 - 【図6】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図7】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図8A】本発明の薄膜発熱体の一実施形態の他の構成図
 - 【図8B】本発明の薄膜発熱体の一実施形態の他の構成図
 - 【図9】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図10】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図11】本発明の薄膜発熱体の加熱時の電圧変化の一例を示す図
 - 【図12】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図13】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図14】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図15】本発明の薄膜発熱体の加熱時の電圧変化の一例を示す図
 - 【図16】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
 - 【図17】本発明の薄膜発熱体の加熱特性の一例を示す図
- 【符号の説明】
- 【0048】
 - 10 るつば
 - 11 a、11 b 電極層
 - 12 珪化タングステン薄膜層
 - 13 a、13 b リード線
 - 20 基板
 - 21 a、21 b 電極層
 - 22、22 a、22 b 珪化タングステン薄膜層
 - 23 a、23 b 端子

10

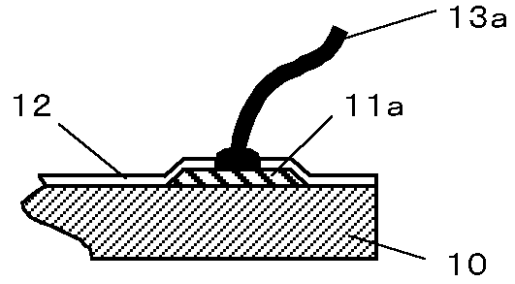
20

30

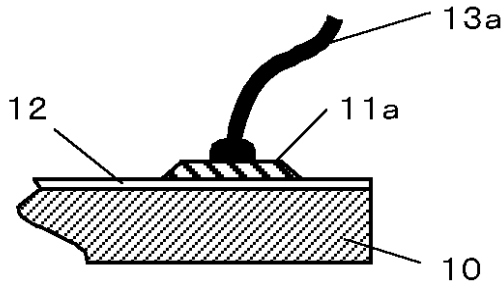
【図1A】



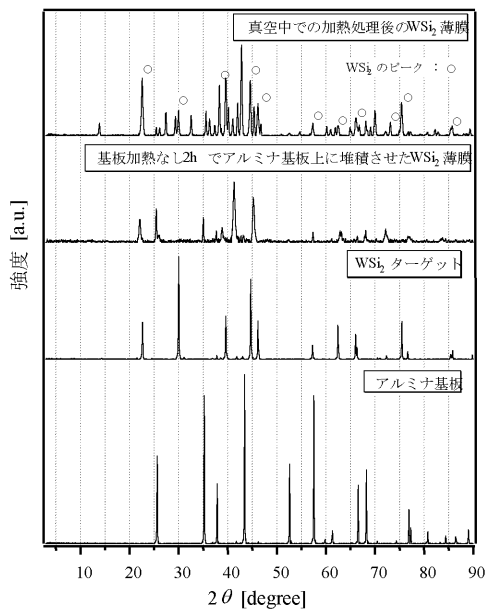
【図1C】



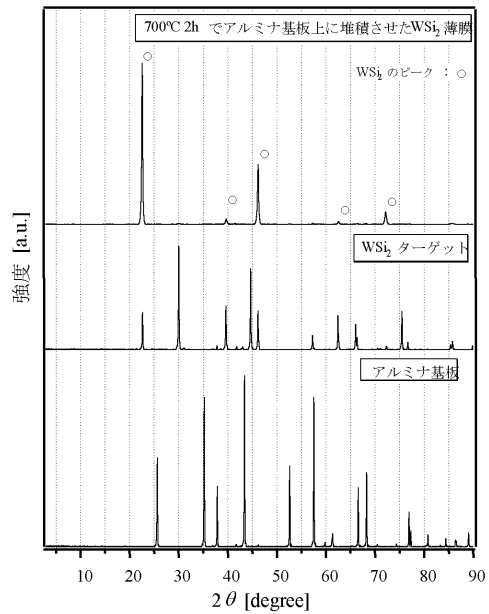
【図1B】



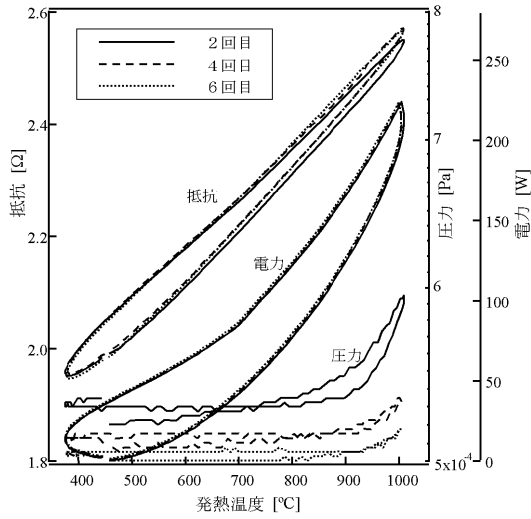
【図2】



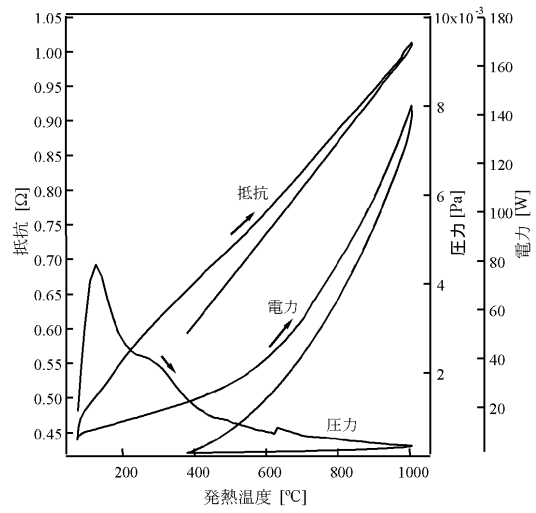
【図3】



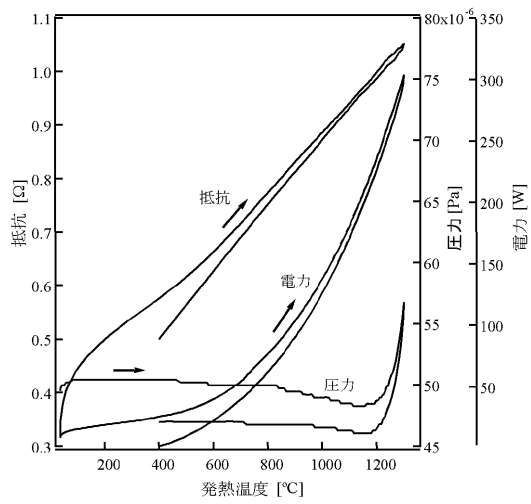
【図4】



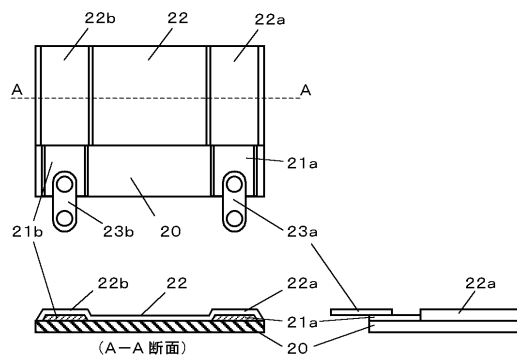
【図6】



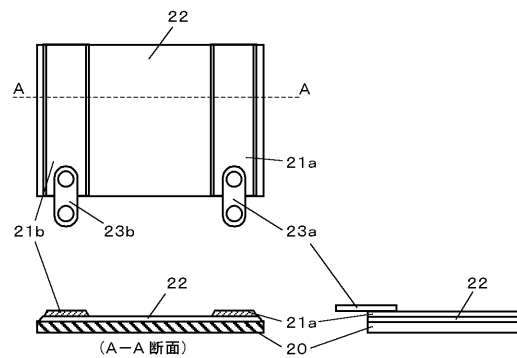
【図7】



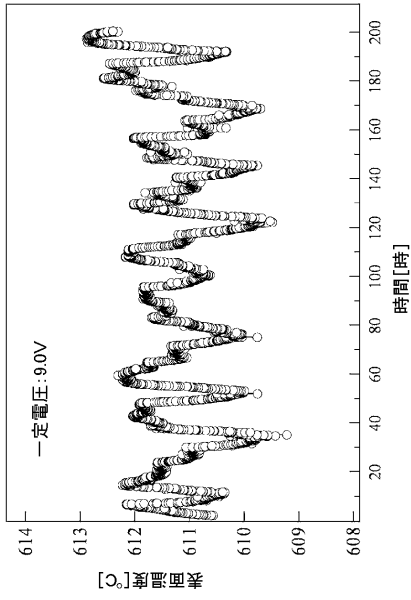
【図8B】



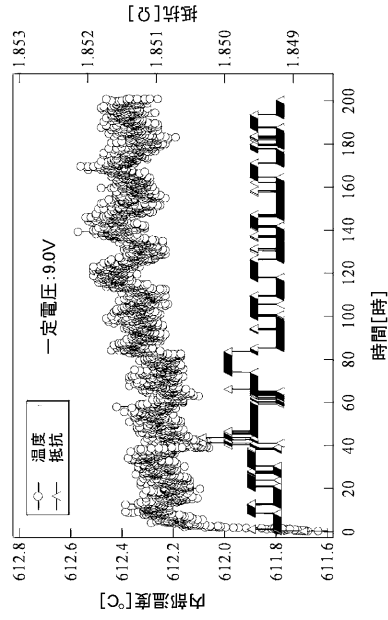
【図8A】



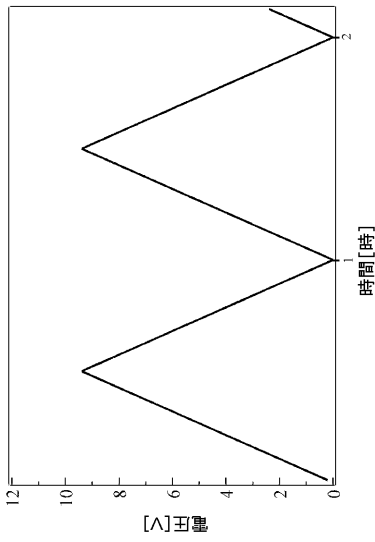
【図 9】



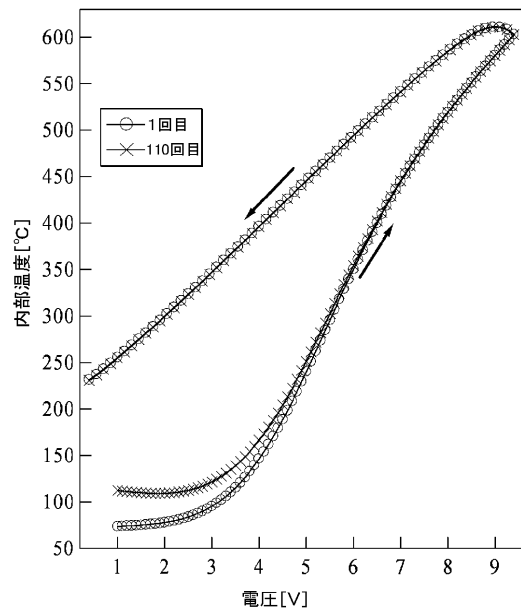
【図 10】



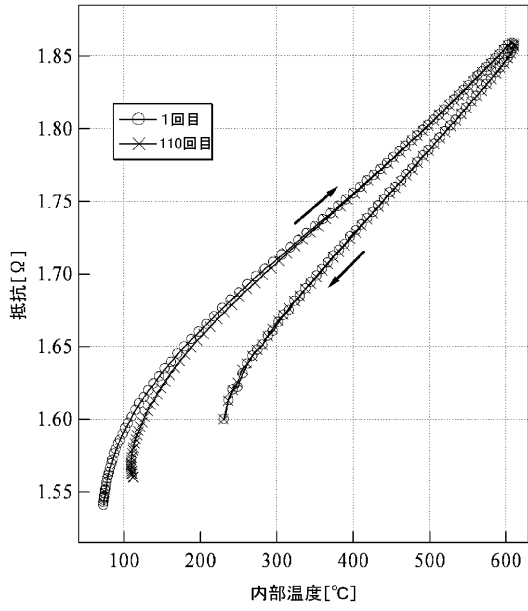
【図 11】



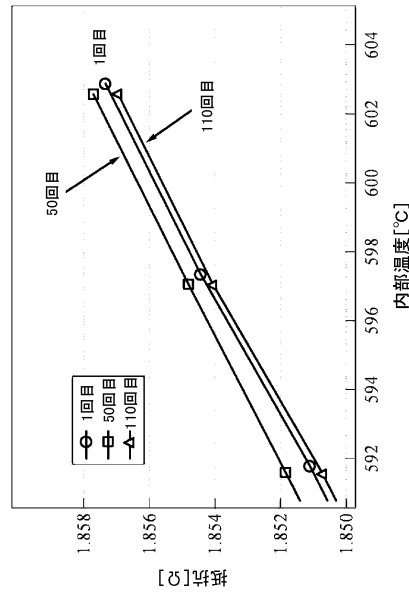
【図 12】



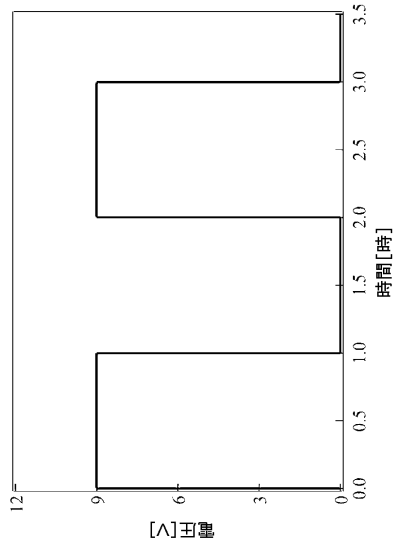
【図 13】



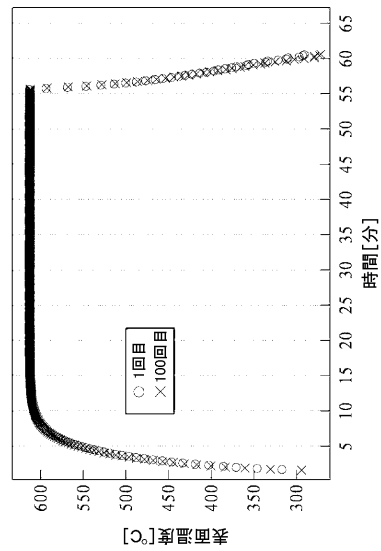
【図 14】



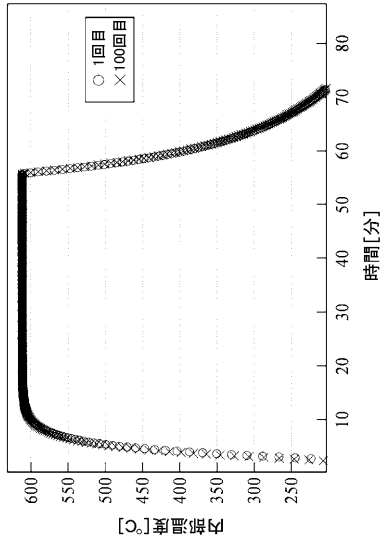
【図 15】



【図 16】



【 図 17 】



【 図 5 】



1回目



6回目

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開昭59-009887(JP,A)
特表平05-503317(JP,A)
特開平08-078651(JP,A)
特開平07-296953(JP,A)
特開昭55-148307(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H05B 3/14

H05B 3/03

H05B 3/12