

(19) 日本国特許庁(JP)

## 再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02006/095709

発行日 平成20年8月14日(2008.8.14)

(43) 国際公開日 平成18年9月14日(2006.9.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>H05B 3/14 (2006.01)</b>	H05B 3/14 D	3K092
<b>H05B 3/03 (2006.01)</b>	H05B 3/03	
<b>H05B 3/12 (2006.01)</b>	H05B 3/12 A	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 20 頁)

出願番号	特願2007-507112 (P2007-507112)	(71) 出願人	503027931 学校法人同志社 京都府京都市上京区今出川通烏丸東入玄武町601
(21) 国際出願番号	PCT/JP2006/304319	(74) 代理人	100115749 弁理士 谷川 英和
(22) 国際出願日	平成18年3月7日(2006.3.7)	(72) 発明者	吉門 進三 京都府京田辺市多々羅都谷1-3 同志社大学構内
(31) 優先権主張番号	特願2005-63790 (P2005-63790)	(72) 発明者	伊東 佑規 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)	Fターム(参考)	3K092 PP09 QA01 QA05 QB10 QB31 QB78 QC02 QC20 QC25 QC53 RF11 VV31 VV34
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薄膜発熱体

## (57) 【要約】

【課題】抵抗発熱体は、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、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、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るが、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。また形状も、板状、ワイヤー状に限られる場合が多く、熱効率がよい形状が望まれている。

【解決手段】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どを用いて、るつぼ10に直接薄膜として堆積させることにより、高効率の加熱が可能な薄膜状の珪化タングステン薄膜発熱体12を提供する。

【選択図】 図1A

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

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、薄膜発熱体。

## 【請求項 2】

前記薄膜は、スパッタリング、真空蒸着、PVD、CVDの何れかにより形成されたものである、請求項 1 記載の薄膜発熱体。

## 【請求項 3】

前記基体は、アルミナ製の基体である、請求項 1 または請求項 2 記載の薄膜発熱体。

10

## 【請求項 4】

前記基体は、BN製またはSBN製の基体である、請求項 1 または請求項 2 記載の薄膜発熱体。

## 【請求項 5】

前記基体は、サイアロンまたは窒化珪素製の基体である、請求項 1 または請求項 2 記載の薄膜発熱体。

## 【請求項 6】

前記基体は、板状、るつぼ形状、棒状、筒状または曲面形状である、請求項 1 から請求項 5 のいずれか記載の薄膜発熱体。

## 【請求項 7】

電極層、または、電極層及び端子をさらに具備する請求項 1 から請求項 6 のいずれか記載の薄膜発熱体。

20

## 【請求項 8】

前記電極層は白金からなる、請求項 7 記載の薄膜発熱体。

## 【請求項 9】

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、CVDの何れかにより形成する薄膜発熱体の製造方法。

## 【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。

30

## 【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)

40

## 【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。

50

## 【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 ( $\text{MoSi}_2$ ) 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。

10

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。

20

(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、繰り返して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】

30

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。

40

## 【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

50

、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「アルミなるつぼ」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 13.56 MHz、放電電力 200 W、製膜時間 1 時間半で、Ar 流量 400 ml/min 一定とし、ガス圧力 0.53 Pa 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。

10

#### 【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な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。

20

#### 【0013】

また、アルミな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なになった。

30

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】

40

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なるつぼを切断し、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、タンタル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

50

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 $50\text{mm}$ 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。

10

#### 【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stenは白金シリサイドを形成しにくいと考えられる。

20

#### 【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stenが酸化してしまつ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sten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sten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膜中に浸入しにくいため、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。

30

#### 【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sten薄膜を堆積すると、るつぼの周囲に一樣に珪化タングsten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sten薄膜が堆積可能である。

40

#### 【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sten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sten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sten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

50

ればよい。リード線 1 3 b 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。

#### 【0022】

(実施の形態 2)

図 8 A、図 8 B 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 8 A において、長方形のアルミナ製の基板 2 0 の表面に珪化タングステン薄膜層 2 2 を積層する。珪化タングステン薄膜層 2 2 の両端部分に白金 Pt による電極層 2 1 a、2 1 b を設ける。電極層 2 1 a、2 1 b の上に端子 2 3 a、2 3 b を設ける。2 つの端子 2 3 a、2 3 b の間に電流を流すと、珪化タングステン薄膜層 2 2 が発熱する。すなわち、珪化タングステン薄膜層 2 2 が薄膜発熱体となる。珪化タングステン薄膜層 2 2 は、実施の形態 1 で説明したのと同様の方法で、基板 2 0 の表面に作成する。ただし、基板 1 0 を回転する必要はない。電極層 2 1 a、2 1 b は、珪化タングステン薄膜層 2 2 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 2 2 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 2 3 a、2 3 b は、電極層 2 1 a、2 1 b の上に、白金ハンダによりろう付けする。

10

20

#### 【0023】

図 8 B においては、長方形のアルミナ製の基板 2 0 の表面の両端部分に白金 Pt による電極層 2 1 a、2 1 b が設けられる。アルミナ基板 2 0 と電極層 2 1 a、2 1 b を覆うように珪化タングステン薄膜層 2 2、2 2 a、2 2 b が設けられる。電極層 2 1 a、2 1 b の上部の珪化タングステン層 2 2 a、2 2 b は、若干盛り上がる。珪化タングステン層 2 2 a、2 2 b が設けられない電極層 2 1 a、2 1 b の露出部分には、端子 2 3 a、2 3 b が設けられる。2 つの端子 2 3 a、2 3 b の間に電流を流すと、珪化タングステン薄膜層 2 2 が発熱する。すなわち、珪化タングステン薄膜層 2 2 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。

30

#### 【0024】

(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<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 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 基板の代りに、立方晶窒化硼素のるつばや基板を使用してもよい。

40

#### 【0025】

(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<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、品川ファイナセラムックス (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

50

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。

#### 【0026】

##### (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。

10

#### 【0027】

##### (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。

20

#### 【0028】

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、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。

30

#### 【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( $Si_3N_4$ )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。

40

#### 【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)

50

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。

【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 9.0 V 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 50 mm 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  $\pm 1.0$  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。

【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。

【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。

【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 から明らかのように、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 9.4 V に達した時の発熱温度は、発熱の回数が違ってても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 4.8 W ( $2.5 \text{ W/cm}^2$ ) で 600℃ に達した。

【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

10

20

30

40

50



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。

【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程度異なっていたが、温度が安定した後に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。

10

【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。

20

【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。

30

【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

40

【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

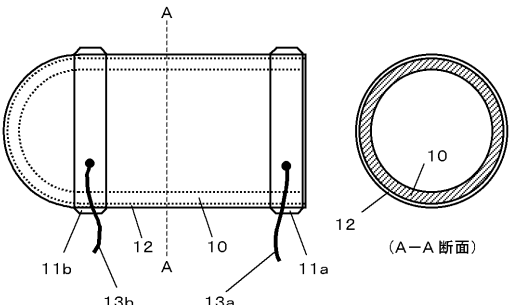
50

- 【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

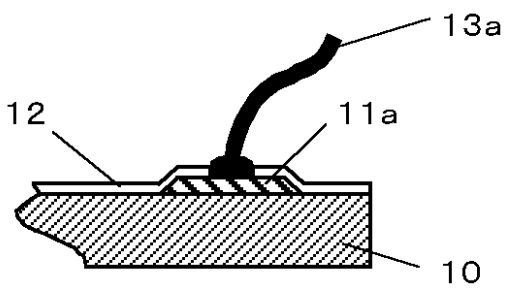
【符号の説明】

- 【0048】
- 10 るつば
- 11 a、11 b 電極層
- 12 珪化タンゲステン薄膜層
- 13 a、13 b リード線
- 20 基板
- 21 a、21 b 電極層
- 22、22 a、22 b 珪化タンゲステン薄膜層
- 23 a、23 b 端子

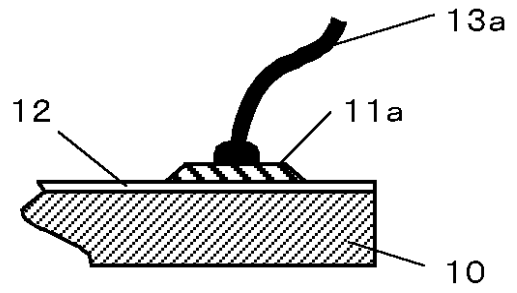
【図1A】



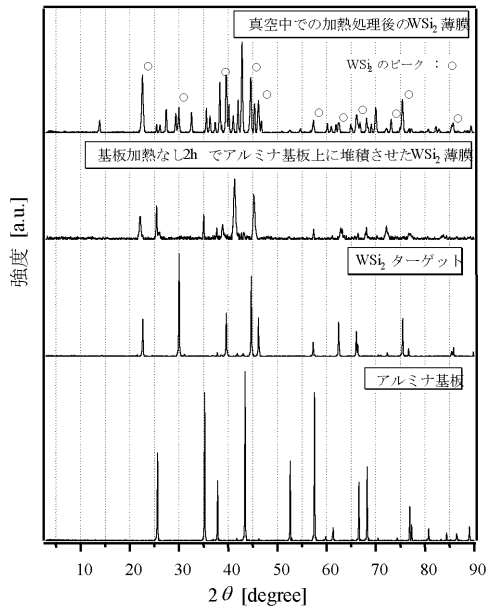
【図1C】



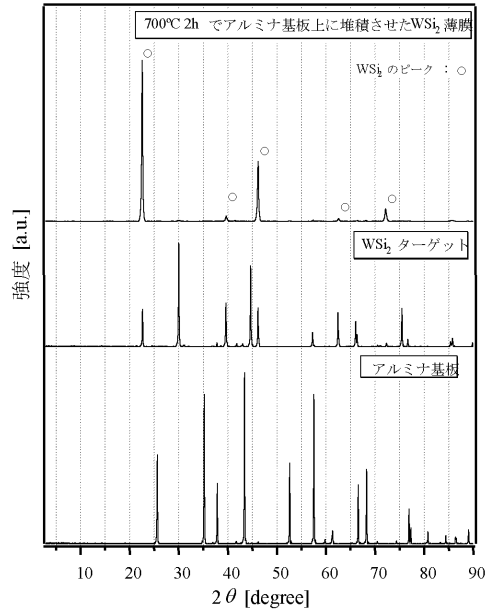
【図1B】



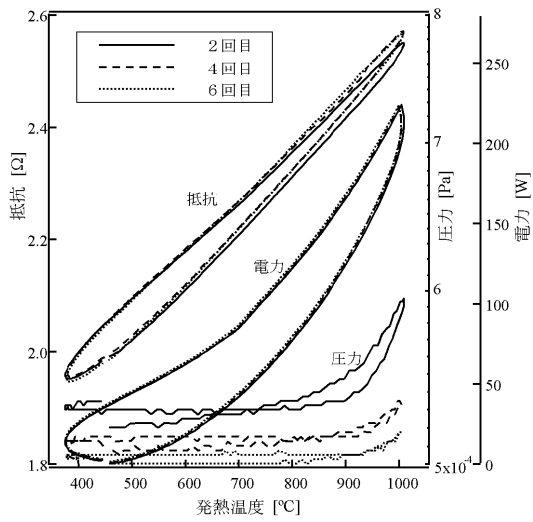
【 図 2 】



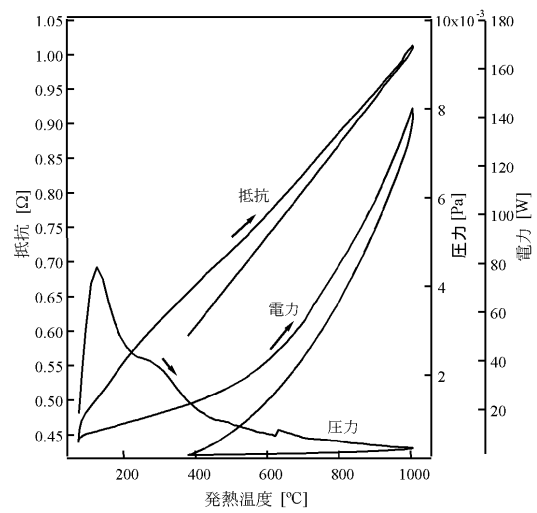
【 図 3 】



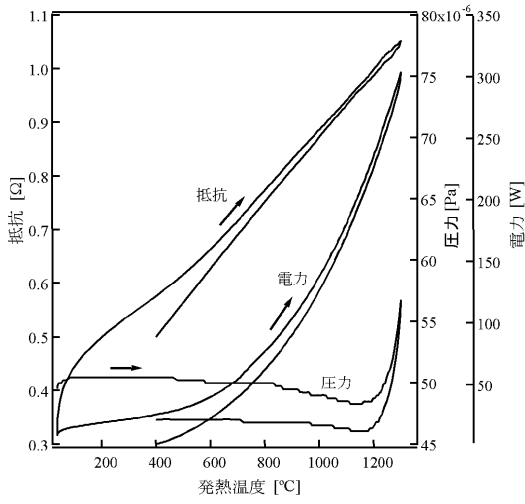
【 図 4 】



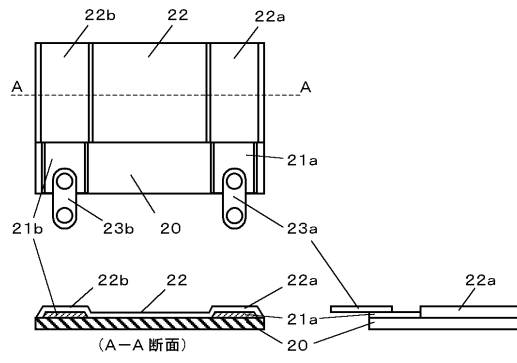
【 図 6 】



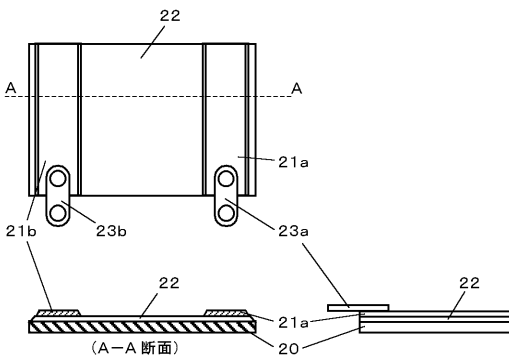
【 図 7 】



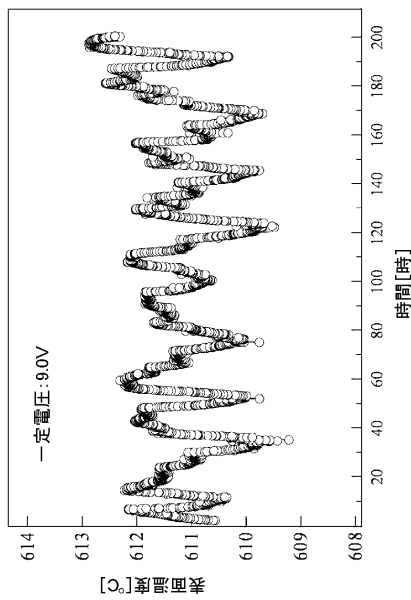
【 図 8 B 】



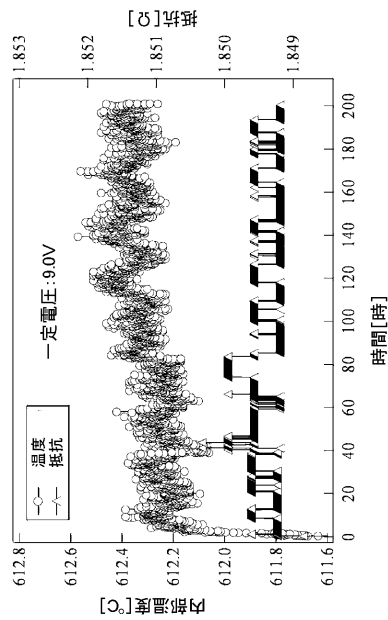
【 図 8 A 】



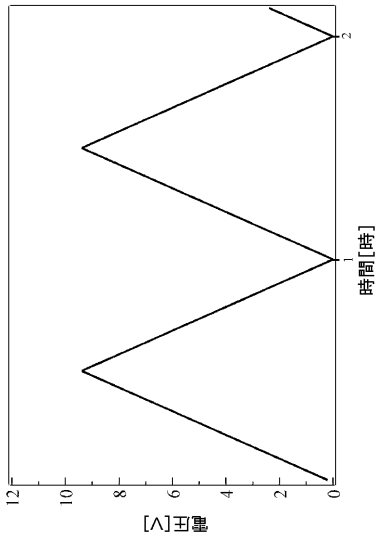
【 図 9 】



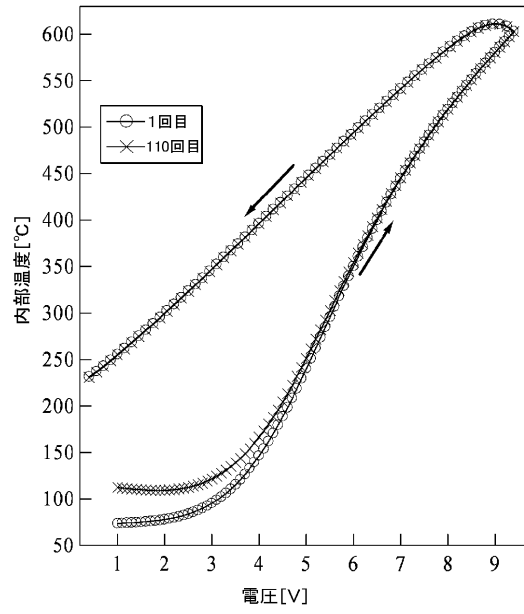
【 図 10 】



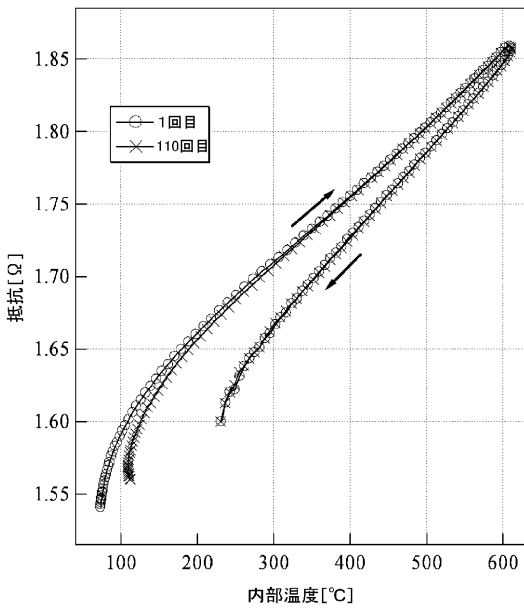
【 図 1 1 】



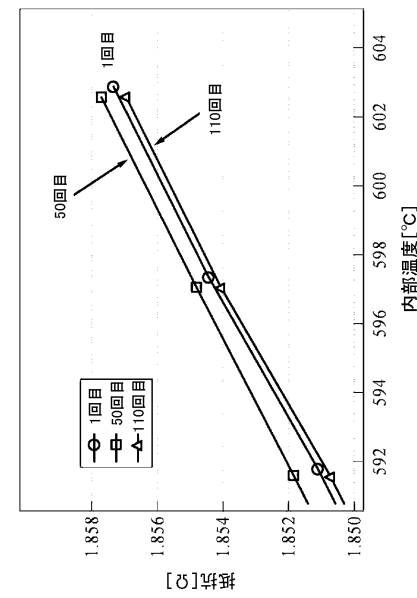
【 図 1 2 】



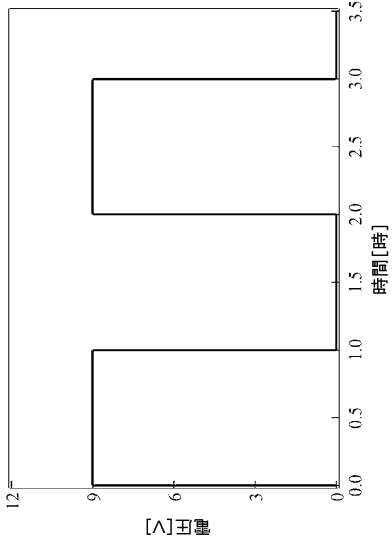
【 図 1 3 】



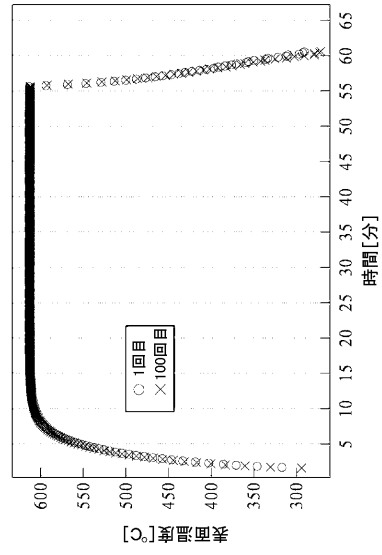
【 図 1 4 】



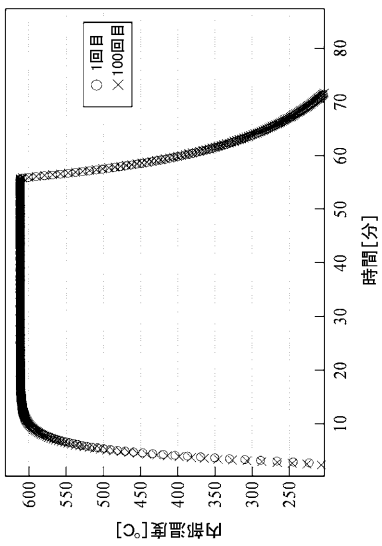
【図 15】



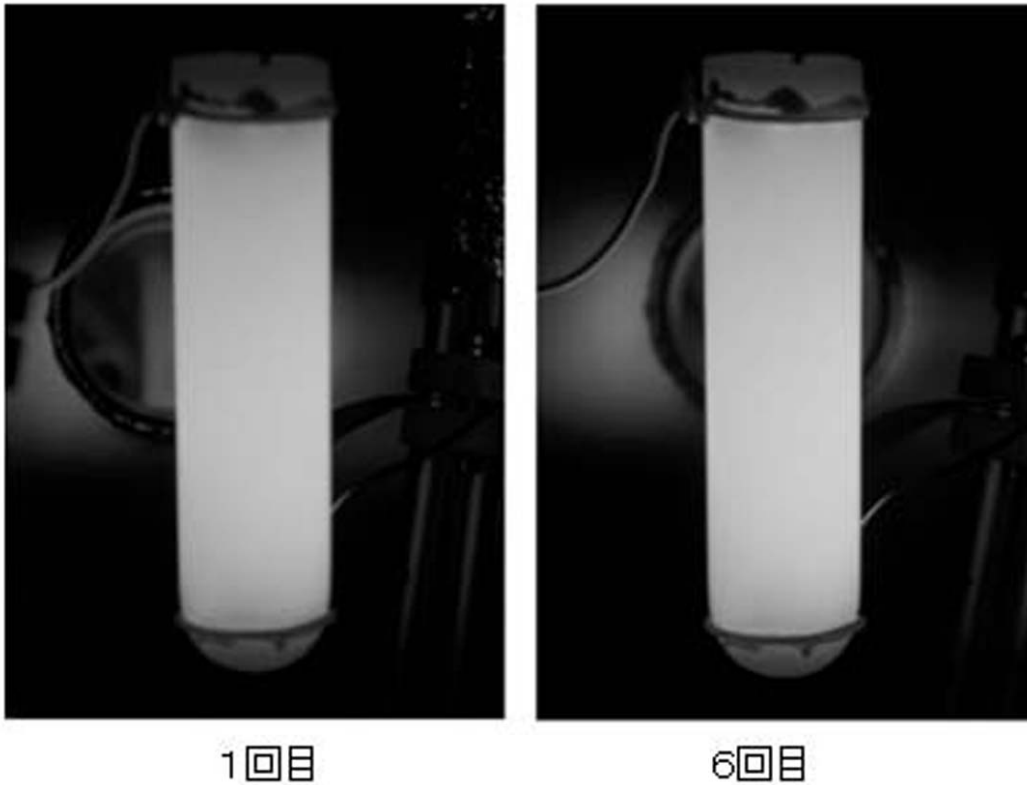
【図 16】



【図 17】



【図 5】



【手続補正書】

【提出日】平成19年9月3日(2007.9.3)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

基体と、  
前記基体上に形成した、珪化タンゲステンを含む薄膜と、  
白金からなる電極層と、を具備した薄膜発熱体。

【請求項2】

前記薄膜発熱体は、真空中で使用されるものである、請求項1記載の薄膜発熱体。

【請求項3】

るつぼ形状の基体と、  
前記基体上に形成した、珪化タンゲステンを含む薄膜と、を具備した薄膜発熱体。

【請求項4】

白金からなる電極層をさらに具備した請求項3記載の薄膜発熱体。

## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2006/304319
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> <b>H05B3/20</b> (2006.01), <b>H05B3/10</b> (2006.01), <b>H05B3/14</b> (2006.01), <b>H05B3/62</b> (2006.01) According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) <b>H05B3/20</b> (2006.01), <b>H05B3/10</b> (2006.01), <b>H05B3/14</b> (2006.01), <b>H05B3/62</b> (2006.01) 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 1996-2006 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2006 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2006 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 59-9887 A (NGK Spark Plug Co., Ltd.), 19 January, 1984 (19.01.84), Full text; Figs. 1 to 2 (Family: none)	1-3, 5-7, 9 4, 8
Y	JP 2002-299015 A (NGK Insulators, Ltd.), 11 October, 2002 (11.10.02), Full text; Figs. 1 to 6 (Family: none)	4
Y	JP 3-25880 A (Tokyo Electron Kyushu Ltd.), 04 February, 1991 (04.02.91), Full text; Figs. 1 to 3 (Family: none)	1-9
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 01 June, 2006 (01.06.06)		Date of mailing of the international search report 13 June, 2006 (13.06.06)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2006/304319

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 7-147182 A (Kyocera Corp.), 06 June, 1995 (06.06.95), Full text; Figs. 1 to 6 (Family: none)	8

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2006/304319									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H05B3/20(2006.01), H05B3/10(2006.01), H05B3/14(2006.01), H05B3/62(2006.01)											
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 (IPC)) Int.Cl. H05B3/20(2006.01), H05B3/10(2006.01), H05B3/14(2006.01), H05B3/62(2006.01)											
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2006年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2006年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2006年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2006年	日本国実用新案登録公報	1996-2006年	日本国登録実用新案公報	1994-2006年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2006年										
日本国実用新案登録公報	1996-2006年										
日本国登録実用新案公報	1994-2006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 請求の範囲の番号									
X	JP 59-9887 A (日本特殊陶業株式会社)	1-3, 5-7, 9									
Y	1984.01.19, 全文, 第1-2図 (ファミリーなし)	4, 8									
Y	JP 2002-299015 A (日本碍子株式会社) 2002.10.11, 全文, 第1-6図 (ファミリーなし)	4									
Y	JP 3-25880 A (東京エレクトロン九州株式会社) 1991.02.04, 全文, 第1-3図 (ファミリーなし)	1-9									
☞ 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 01.06.2006		国際調査報告の発送日 13.06.2006									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 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) 豊島 唯	3L 9432								
		電話番号 03-3581-1101 内線	3337								

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2006/304319
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 請求の範囲の番号
Y	JP 7-147182 A (京セラ株式会社) 1995.06.06, 全文, 第1-6図 (ファミリーなし)	8

---

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(注) この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。