

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7409807号
(P7409807)

(45)発行日 令和6年1月9日(2024.1.9)

(24)登録日 令和5年12月25日(2023.12.25)

(51)国際特許分類

F I

C O 4 B 35/569 (2006.01)

C O 4 B 35/569

C O 4 B 37/00 (2006.01)

C O 4 B 37/00

H O 1 L 21/683 (2006.01)

H O 1 L 21/68

Z

N

請求項の数 5 (全18頁)

(21)出願番号	特願2019-164470(P2019-164470)	(73)特許権者	000004547
(22)出願日	令和1年9月10日(2019.9.10)		日本特殊陶業株式会社
(65)公開番号	特開2021-42097(P2021-42097A)		愛知県名古屋市東区東桜一丁目1番1号
(43)公開日	令和3年3月18日(2021.3.18)	(74)代理人	110000800
審査請求日	令和4年6月16日(2022.6.16)		デロイトトーマツ弁理士法人
		(72)発明者	佐藤 良太
			宮城県仙台市泉区明通三丁目2番1号
			株式会社N T Kセラテック内
		(72)発明者	市川 佳孝
			宮城県仙台市泉区明通三丁目2番1号
			株式会社N T Kセラテック内
		(72)発明者	傳井 美史
			宮城県仙台市泉区明通三丁目2番1号
			株式会社N T Kセラテック内
		審査官	小川 武

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 静電チャック及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

静電チャックの基板が上方に載置される載置面を備えるセラミックス焼結体を用いた静電チャックであって、

前記基板と前記セラミックス焼結体とを備え、

前記セラミックス焼結体は、前記載置面から離れた位置において前記載置面に沿って延在し、冷却媒体を流す流路を備え、

前記載置面の垂直方向における前記セラミックス焼結体の前記流路と前記載置面との間の部分を流路上部領域と定義して、

前記流路上部領域の少なくとも一部の熱伝導率は、前記載置面に沿った方向において前記セラミックス焼結体の前記流路上部領域に隣接する他の領域の少なくとも一部の熱伝導率よりも18W/mK以下小さく、

前記流路上部領域と前記他の領域とは、セラミックスで形成されていることを特徴とする静電チャック。

【請求項2】

請求項1に記載の静電チャックであって、

前記流路上部領域の少なくとも一部の嵩密度は、前記他の領域の少なくとも一部の嵩密度よりも小さいことを特徴とする静電チャック。

【請求項3】

請求項1または請求項2に記載の静電チャックであって、

前記セラミックス焼結体は、炭化ケイ素を主成分とすることを特徴とする静電チャック。

【請求項 4】

請求項 1 に記載の静電チャックであって、

前記他の領域の熱伝導率が前記流路上部領域の熱伝導率よりも 11 W/m K 以上大きいことを特徴とする静電チャック。

【請求項 5】

請求項 1 に記載の静電チャックの製造方法であって、

前記セラミックス焼結体は、

第 1 の平面と第 2 の平面との少なくとも一方に凹部が形成され、前記第 1 の平面を有する第 1 の仮焼体と、前記第 2 の平面を有する第 2 の仮焼体と、を前記第 1 の平面と前記第 2 の平面とが対向するように積層し、積層方向に 10 kgf/cm^2 以上で加圧した状態で加熱する加圧焼結を行うことにより製造されることを特徴とする静電チャックの製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セラミックス焼結体を用いた静電チャック及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、媒体流路としての中空構造を有し、界面を有さずに一体化したセラミックス焼結体が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。

20

【0003】

特許文献 1 のものでは、中空部を有し、一体に焼成された平板状のセラミックス部材の製造方法であって、金型にセラミックス粉末を充填し第 1 のプレス成形をする工程と、第 1 のプレス成形体の一方の主面側に、本体が樹脂製の中子を設ける工程と、中子の上からセラミックス粉末を充填し第 2 のプレス成形をする工程と、加熱により第 2 のプレス成形体の側面から中子本体の樹脂を除去する工程と、樹脂を除去した第 2 のプレス成形体を焼成する工程と、を含む。

【0004】

このように、2 段階で十分にプレスしたセラミックス粉末の成形体から樹脂製の中子本体を除去して中空構造を形成することで、中空構造を有し、界面を有しない一体化したセラミックス焼結体を低コストで製造することができる。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特開 2014-233883 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

内部に例えば冷却用の媒体を流すことができる流路を有するセラミックス焼結体を、ウエハや静電チャックなどの基板を載置する載置面を備えた基台として使用する場合、セラミックス焼結体の載置面から流路までの距離が、載置面の直下に流路が位置している部分と、載置面の直下に流路が位置していない部分とによって、真っ直ぐ下に向かう距離となるか、斜めに傾斜する距離となるかで距離が異なり、載置面の位置によって載置面から流路までの距離が異なる。そのため、セラミックス焼結体の載置面から流路までの熱抵抗に差が生じる。

40

【0007】

熱抵抗がセラミックス焼結体の載置面の位置によって異なるということは、セラミックス焼結体に一樣に入力された熱量が流路を流れる媒体に伝熱されるときに、直下に流路が存在する載置面部分とそれ以外との部分との間に温度差が生じる。

50

【0008】

従って、セラミックス焼結体の流路内を流れる媒体による冷却効果が載置面に均一に現れず、セラミックス焼結体に載置される基板の温度分布に影響を与え、基板温度が不均一になる虞がある。

【0009】

本発明は、以上の点に鑑み、載置面に一様な温度分布を形成することができるセラミックス焼結体を用いた静電チャック及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

〔1〕上記目的を達成するため、本発明は、
静電チャックの基板が上方に載置される載置面を備えるセラミックス焼結体を用いた静電チャックであって、

前記基板と前記セラミックス焼結体とを備え、

前記セラミックス焼結体は、前記載置面から離れた位置において前記載置面に沿って延在し、冷却媒体を流す流路を備え、

前記載置面の垂直方向における前記セラミックス焼結体の前記流路と前記載置面との間の部分を流路上部領域と定義して、

前記流路上部領域の少なくとも一部の熱伝導率は、前記載置面に沿った方向において前記セラミックス焼結体の前記流路上部領域に隣接する他の領域の少なくとも一部の熱伝導率よりも 1.8 W/mK 以下小さく、

前記流路上部領域と前記他の領域とは、セラミックスで形成されていることを特徴とする。

【0011】

本発明によれば、流路上部領域の少なくとも一部の熱伝導率は、前記載置面に沿った方向において前記セラミックス焼結体の前記流路上部領域に隣接する他の領域の少なくとも一部の熱伝導率よりも小さいため、載置面に一様な温度分布を形成することができる静電チャックを提供することができる。

【0012】

〔2〕また、本発明においては、前記流路上部領域の少なくとも一部の嵩密度は、前記他の領域の少なくとも一部の嵩密度よりも小さいことが好ましい。

【0013】

〔3〕また、本発明においては、前記セラミックス焼結体は、炭化ケイ素を主成分とすることが好ましい。本発明において炭化ケイ素を主成分とするとは、セラミックス焼結体中に炭化ケイ素が50質量%以上含むことを意味する。

〔4〕また、本発明のセラミックス焼結体においては、

前記他の領域の熱伝導率が前記流路上部領域の熱伝導率よりも 1.1 W/mK 以上大きいことが好ましい。

〔5〕また、本発明のセラミックス焼結体の製造方法は、

第1の平面と第2の平面との少なくとも一方に凹部が形成され、前記第1の平面を有する第1の仮焼体と、前記第2の平面を有する第2の仮焼体と、を前記第1の平面と前記第2の平面とが対向するように積層し、積層方向に 10 kgf/cm^2 以上で加圧した状態で加熱する加圧焼結を行うことで製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の第1の実施形態に係るセラミックス焼結体の製造方法を示すフローチャート。

【図2】図2Aは第1及び第2のSiC仮焼体を示す模式断面図。図2Bは第1及び第2のSiC仮焼体を積層した状態を示す模式断面図。図2Cはセラミックス焼結体を示す模式断面図。

【図3】本発明の第2の実施形態に係るセラミックス焼結体の製造方法を示すフローチャ

10

20

30

40

50

ート。

【図4】図4Aは第1から第3のSiC仮焼体を示す模式断面図。図4Bは第1から第3のSiC仮焼体を積層した状態を示す模式断面図。図4Cはセラミックス焼結体を示す模式断面図。

【図5】図5Aは実施例8, 9, 11における第1及び第2のSiC仮焼体を示す模式断面図。図5Bは第1及び第2のSiC仮焼体を積層した状態を示す模式断面図。図5Cはセラミックス焼結体を示す模式断面図。

【発明を実施するための形態】

【0015】

本発明の第1実施形態に係るセラミックス焼結体10について図面を参照して説明する。なお、図面は、セラミックス焼結体10及びその構成要素などを明確化するために模式的に示されており、実際の比率を表すものではなく、上下などの方向も単なる例示である。

【0016】

第1実施形態のセラミックス焼結体10は、図1に示すように、第1のSiC仮焼体取得工程STEP1、第2のSiC仮焼体取得工程STEP2、第1の平面形成工程STEP3、第2の平面形成工程STEP4、凹部形成工程STEP5、積層工程STEP6及び焼成工程STEP7を備えている。

【0017】

第1のSiC仮焼体取得工程STEP1においては、図2Aを参照して、第1のSiC成形体を1200℃以上1900℃以下の温度で仮焼して第1のSiC仮焼体1を得る。第2のSiC仮焼体取得工程STEP2においては、第2のSiC成形体を1200℃以上1900℃以下の温度で仮焼して第2のSiC仮焼体2を得る。なお、第1のSiC仮焼体取得工程STEP1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP2における仮焼温度は同じであっても、相違していてもよい。

【0018】

第1のSiC仮焼体取得工程STEP1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP2においては、SiC（炭化ケイ素）粉末を成形した2個のSiC成形体を仮焼して第1及び第2のSiC仮焼体1, 2を形成する。例えば、SiC粉末に、焼結助剤、バインダなどの添加剤を適宜添加して混合して、成形原料を作製し、この成形材料を用いて加圧成形して2個のSiC成形体を形成する。

【0019】

SiC粉末は、高純度であることが好ましく、その純度は、好ましくは96%以上、より好ましくは98%以上である。また、SiC粉末の平均粒径は、好ましくは0.1μm以上1.0μm以下、より好ましくは0.3μm以上0.8μm以下である。

【0020】

混合方法は、湿式、乾式の何れであってもよく、例えばボールミル、振動ミルなどの混合器を用いることができる。また、SiC粉末に焼結助剤などを添加してSiC顆粒を作製し、このSiC顆粒にバインダなどの添加剤を添加したものをを用いて加圧成形してSiC成形体を形成してもよい。成形方法としては、例えば、一軸加圧成形や冷間静水等方圧加圧（CIP：Cold Isostatic Pressing）法などの公知の方法を用いればよい。

【0021】

なお、SiC成形体を900℃以上1200℃未満の温度で加熱してSiC脱脂体を得たうえで、このSiC脱脂体を1200℃以上1900℃以下の温度で加熱して第1及び第2のSiC仮焼体1, 2を得てもよい。また、SiC成形体を1200℃以上1900℃以下の温度まで連続的に昇温させながら加熱して第1及び第2のSiC仮焼体1, 2を得てもよい。

【0022】

第1の平面形成工程STEP3においては、第1のSiC仮焼体1に第1の平面1aを形成する。第2の平面形成工程STEP4においては、第2のSiC仮焼体2に第2の平面2aを形成する。なお、第1の平面1aと第2の平面2aは、積層工程STEP6にお

10

20

30

40

50

いて接触する面となる。

【0023】

N C 旋盤、M C 加工機などの平面研削機やラッピング加工機などを用いて、例えば、表面粗さ R_a が、好ましくは $0.15\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.15\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.4\text{ }\mu\text{m}$ 以下となるように研削および必要に応じて研磨を行うことにより、第1及び第2の平面1a、2aを形成する。

【0024】

凹部形成工程STEP5においては、第1の平面1a又は第2の平面2aの少なくとも一方に凹部3を形成する。凹部3は、流路4を構成するためのものであり、第1の平面1a、第2の平面2aの何れか一方、又は双方から掘り込むように研削加工などによって形成する。

10

【0025】

なお、第1の平面形成工程STEP3又は第2の平面形成工程STEP4において、第1の又は第2の平面1a、2aを研磨加工せずに、あるいは粗く研削加工しただけとしておき、凹部形成工程STEP5において凹部3を形成した後で、第1又は第2の平面1a、2aを研磨加工、あるいは仕上げの研削加工を行ってもよい。

【0026】

なお、第1及び第2の平面1a、2aの双方から掘り込むように凹部3を形成する場合、これらの凹部3は、第1及び第2の平面1a、2aを積層工程STEP5において接触されたときに、一体化して流路4を構成するものであってもよいが、他の平面によって閉じられるものであってもよい。また、第1及び第2の平面1a、2aと凹部3の境界部分及び凹部3の底隅部分には、R面やC面などの面取り加工を施すことが好ましい。

20

【0027】

また、第1の平面形成工程STEP3、第2の平面形成工程STEP4又は凹部形成工程STEP5において、乾式の研削加工又は研磨加工により、第1の平面1a、第2の平面2a又は凹部3を形成することが好ましい。これにより、研削液又は研磨液が第1又は第2の仮焼体1、2の内部に侵入し、セラミックス焼結体10に不純物が残存するおそれの解消を図ることが可能となる。なお、研削加工及び研磨加工を行う場合、これら加工の双方ともに乾式で行うことが好ましい。

【0028】

さらに、凹部形成工程STEP5の前に、第1及び第2のSiC仮焼体1、2を保管する保管工程を備えていてもよい。これにより、予め作製した第1及び第2のSiC仮焼体1、2を保管しておくことにより、少なくとも仮焼に要する時間だけ短い時間でセラミックス焼結体10を得ることが可能となる。また、第1の平面形成工程STEP3及び第2の平面形成工程STEP4後の第1及び第2のSiC仮焼体1、2を保管しておくことにより、第1の平面1a及び第2の平面2aを形成する工程に要する時間の分も短い時間でセラミックス焼結体10を得ることが可能となる。

30

【0029】

積層工程STEP6においては、図2Bを参照して、第1のSiC仮焼体1と第2のSiC仮焼体2とを、第1の平面1aと第2の平面2aとを接触させた状態で積層する。

40

【0030】

なお、積層工程STEP6において、第1の平面1aと第2の平面2aとの間に、ホウ素を含む焼結助剤を介在させることが好ましい。これにより、焼成工程STEP7にて接合面となる第1及び第2の面1a、2aに焼結助剤が介在するので、接合面1a、2a付近での焼結が促進され、接合強度の向上を図ることが可能となる。例えば、ホウ素を含む焼結助剤としては、ホウ酸水溶液などを用いることができる。

【0031】

焼成工程STEP7においては、積層した第1のSiC仮焼体1及び第2のSiC仮焼体2を、積層方向に $10\text{ kgf}/\text{cm}^2$ 以上の圧力を加えながら 2000°C 以上 2200°C 以下で焼成する。これにより、図2Cを参照して、第1及び第2のSiC仮焼体1、2

50

が焼結して一体化されたセラミックス焼結体 10 が得られる。

【0032】

焼成工程 STEP 7 においては、少なくとも積層方向に加圧した状態で加熱するホットプレスなどによって、加圧焼結を行う。加熱時間は、好ましくは 0.1 時間以上 10 時間以下、より好ましくは 1 時間以上 5 時間以下である。そして、焼成雰囲気は、例えば不活性ガス雰囲気であるが、真空などの雰囲気であってもよい。

【0033】

SiC 焼結体同士を拡散接合して一体化する場合、SiC 焼結体は難加工性であるので、接合面の研磨に多大な時間を要するが、これと比較して、上述した本発明の第 1 の実施形態に係るセラミックス焼結体 10 の製造方法においては、第 1 及び第 2 の仮焼体 1, 2 の第 1 及び第 2 の平面 1a, 2a 並びに凹部 3 を研削加工又は研磨加工する時間の低減を図ることが可能となる。また、凹部 3 を形成した SiC 成形体同士を焼成して一体化する場合と比較して、凹部 3 に由来するセラミックス焼結体 10 の中空構造などの寸法精度の向上を図ることが可能となる。

【0034】

さらに、錘を用いた小さな荷重を加えた状態で焼成を行う従来技術と比較して、10 kgf/cm² 以上の加圧を行いながら焼成を行うので、接合強度の向上、及びセラミックス焼結体 10 の緻密化を図ることが可能となる。なお、10 kgf/cm² 未満の加圧では、焼成時に第 1 及び第 2 の仮焼体 1, 2 の第 1 及び第 2 の平面 1a, 2a の良好な面接触が得られず接合不良を引き起こすため不適である。

【0035】

ここで、図 2B、図 2C に示すように、載置面 F の垂直方向（図 2B、図 2C の上下方向）におけるセラミックス焼結体 10 の流路 4 と載置面 F との間の部分を流路上部領域 X と定義し、載置面 F と流路 4 との間において流路上部領域 X を除いた領域を他の領域 Y と定義する。換言すれば、他の領域 Y は、載置面 F に沿った方向においてセラミックス焼結体の流路上部領域 X に隣接する領域と定義することができる。

【0036】

一般的に、内部に冷却用媒体を流すことができる流路を有するセラミックス焼結体を、ウエハや静電チャックなどの基板を載置する載置面を備えた基台として使用する場合、セラミックス焼結体の載置面から流路までの距離が、載置面の直下に流路が位置している部分と、載置面の直下に流路が位置していない部分とによって、真っ直ぐ下に向かう距離となるか、斜めに傾斜する距離となるかで距離が異なり、載置面の位置によって載置面から流路までの距離が異なる。そのため、セラミックス焼結体の載置面から流路までの熱抵抗に差が生じる。

【0037】

熱抵抗がセラミックス焼結体の載置面の位置によって異なるということは、セラミックス焼結体に一樣に輸入された熱量が流路を流れる媒体に伝熱されるときに、直下に流路が存在する載置面部分とそれ以外との部分との間に温度差が生じる。

【0038】

従って、セラミックス焼結体の流路内を流れる媒体による冷却効果が載置面に均一に現れず、セラミックス焼結体に載置される基板の温度分布に影響を与え、基板温度が不均一になる虞がある。

【0039】

しかしながら、本実施形態のセラミックス焼結体 10 は、流路上部領域 X（図 2B の点線で囲われた領域）の少なくとも一部の熱伝導率は、載置面 F（図 2B 参照）に沿った方向においてセラミックス焼結体 10 の流路上部領域 X に隣接する他の領域 Y（図 2B の一点鎖線で囲われた領域）の少なくとも一部の熱伝導率よりも小さい。

【0040】

これは、冷却媒体が流れる流路 4 となる凹部 3 に中子を入れることなく、第 1 仮焼体 1 と第 2 仮焼体 2 とを一軸加圧焼成することにより、凹部 3 上方のセラミックス焼結体 10

10

20

30

40

50

は加圧の影響を受け難く、セラミックス焼結体 10 の密度が疎になるのに対し、凹部 3 が直下に存在しない載置面 F の部分には加圧の影響でセラミックス焼結体 10 の密度が密になって、熱伝導率の差が生じるものと考えられる。

【0041】

これにより、載置面 F と流路 4 としての凹部 3 との間の距離の短い、流路上部領域 X の少なくとも一部の熱伝導率は低くなり、他の領域 Y と比べて熱が伝わり難くなる。反対に、載置面 F と流路 4 との距離の長い、他の領域 Y の少なくとも一部の熱伝導率は大きくなり、流路上部領域 X よりも熱が伝わり易くなる。このため、載置面 F に様な温度分布を形成することができるセラミックス焼結体 10 を提供することができる。

【0042】

なお、熱伝導率は、流路上部領域 X および他の領域 Y のそれぞれから直径 5 mm、厚さ 1 mm 測定サンプルを切り出して、JIS R 1611 に準拠して測定される。

【0043】

また、載置面 F の温度と冷却媒体の温度との温度差 T (°C) は、以下の式 1 から求められる。

$$T = Q / (\lambda / d) \quad \dots \quad (式 1)$$

但し、 λ (W/mK) : 熱伝導率、 Q (W/m²) : 載置された静電チャックなどに入射された熱流束 (一定値)、 d (m) : 載置面と流路との間の距離。

【0044】

また、セラミックス焼結体 10 の流路上部領域 X の密度が疎となり、他の領域 Y の密度は流路上部領域 X より密となるということは、流路上部領域 X の嵩密度は、他の領域 Y の嵩密度と比較して小さくなる。嵩密度の測定方法としては、例えば、流路上部領域 X および他の領域 Y のそれぞれから測定サンプルを切り出して JIS-R-1634 に準拠したアルキメデス法で測定することができる。

【0045】

次に、本発明の第 2 実施形態に係るセラミックス焼結体 20 の製造方法について図面を参照して説明する。

【0046】

本発明の第 2 の実施形態に係るセラミックス焼結体 20 の製造方法は、図 3 に示すように、第 1 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 11、第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 12、第 3 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 13、第 1 の平面形成工程 STEP 14、第 2 の平面形成工程 STEP 15、凹部形成工程 STEP 16、積層工程 STEP 17 及び焼成工程 STEP 18 を備えている。

【0047】

図 3 における第 1 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 11 においては、図 4 A を参照して、第 1 の SiC 成形体を 1200 °C 以上 1900 °C 以下の温度で仮焼して第 1 の SiC 仮焼体 11 を得る。第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 12 においては、第 2 の SiC 成形体を 1200 °C 以上 1900 °C 以下の温度で仮焼して第 2 の SiC 仮焼体 12 を得る。なお、第 1 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 11 及び第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 12 における仮焼温度は同じであっても、相違していてもよい。

【0048】

第 1 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 11 は上述した図 1 における第 1 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 1 と同様であり、第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 12 は上述した第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 2 と同様であるので、説明は省略する。

【0049】

第 3 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 13 においては、第 3 の SiC 成形体を 1200 °C 以上 1900 °C 以下の温度で仮焼して第 3 の SiC 仮焼体 13 を得る。第 3 の SiC 仮焼体 13 は、上述した第 1 又は第 2 の SiC 仮焼体 11, 12 と同様して得ればよい。なお、第 3 の SiC 仮焼体取得工程 13 における仮焼温度は、第 1 又は第 2 の SiC 仮焼体取得工程 STEP 11, 12 における仮焼温度と同じであっても、相違していてもよい。

10

20

30

40

50

【0050】

第3のSiC仮焼体13は、積層工程STEP17において、図4Bを参照して、第1のSiC仮焼体11と第2のSiC仮焼体12とを、第1の平面11aと第2の平面21aとを接触させた状態で積層したときに、積層方向外側における段差や凹部を解消するような形状に構成されている。例えば、第2の仮焼体12の積層方向外側の表面の外周部に環状の段差が形成されている場合、第3のSiC仮焼体13は段差の高さとほぼ一致する厚みを有する環状部材として形成される。

【0051】

次に、第1の平面形成工程STEP14において、第1のSiC仮焼体11に第1の平面11aを形成する。第2の平面形成工程STEP15において、第2のSiC仮焼体12に第2の平面12aを形成する。

10

【0052】

第1の平面形成工程STEP14は上述した第1の平面形成工程STEP3と同様であり、第2の平面形成工程STEP15は上述した第2の平面形成工程STEP4と同様であるので、説明は省略する。

【0053】

次に、凹部形成工程STEP16において、第1の平面11a又は第2の平面12aの少なくとも一方に凹部14を形成する。凹部形成工程STEP16は上述した凹部形成工程STEP5と同様であるので、説明は省略する。

20

【0054】

次に、積層工程STEP17においては、図4Bを参照して、第1のSiC仮焼体11と第2のSiC仮焼体12とを、第1の平面11aと第2の平面12aとを接触させた状態で積層する。

【0055】

さらに、積層工程17において、第3のSiC仮焼体13を第1のSiC仮焼体11又は第2のSiC仮焼体12の積層方向外側に剥離材15を介して積層する。これにより、第1から第3のSiC仮焼体11～13は、積層方向外側において段差や凹部を解消されて平面状となって積層される。剥離材15としては、例えば、カーボンシート、窒化ホウ素シートなどを用いることができる。また、カーボンや窒化ホウ素を第1のSiC仮焼体11又は第2のSiC仮焼体12に直接コーティングしてもよい。

30

【0056】

次に、焼成工程STEP18において、積層した第1から第3のSiC仮焼体11～13を、積層方向に1MPa以上の圧力を加えながら2000℃以上2200℃以下で焼成する。焼成工程STEP18は上述した焼成工程STEP7と同様であるので、説明は省略する。

【0057】

焼成工程STEP18の完了により、図4Cを参照して、第1及び第2のSiC仮焼体11、12が焼結して一体化されたセラミックス焼結体20が得られる。なお、第3のSiC仮焼体13が焼結してなる図示しないセラミックス焼結体は、剥離材15を介してセラミックス焼結体20と接しているだけであるので、セラミックス焼結体20と焼結せず、容易にセラミックス焼結体20と分離することができる。

40

【0058】

以上説明した本発明の第2の実施形態に係るセラミックス焼結体20の製造方法においても、前述した本発明の第1の実施形態に係るセラミックス焼結体10の製造方法と同様の作用効果を奏する。

【0059】

さらに、本発明の第2の実施形態に係るセラミックス焼結体20の製造方法においては、第1又は第2のSiC仮焼体11、12の積層方向外側における段差部や凹部などに剥離材15を介して第3のSiC仮焼体13が配置された状態で加圧焼成される。そして、この焼成の際、第3のSiC仮焼体13は第1及び第2のSiC仮焼体11、12と同様

50

に収縮する。これらにより、焼成中に第1及び第2のSiC仮焼体11, 12に加わる圧力の均一化、及び接合強度の向上を図ることが可能となる。

【0060】

なお、本発明は、上述した第1又は第2の実施形態に具体的に記載したセラミックス焼結体10, 20の製造方法に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載した範囲内であれば適宜変更することができる。例えば、セラミックス焼結体10, 20は2個のSiC仮焼体1, 2又は11, 12が一体化したものであるが、3個以上のSiC仮焼体が一体化したものであってもよい。

【0061】

また、第2実施形態のセラミックス焼結体20においても、流路上部領域Xの少なくとも一部の熱伝導率は低くなり、他の領域Yと比べて熱が伝わり難くなるが、他の領域Yの少なくとも一部の熱伝導率は大きくなり、流路上部領域Xよりも熱が伝わり易くなる。このため、載置面Fに様な温度分布を形成することができるセラミックス焼結体10を提供することができる。なお、熱伝導率は、流路上部領域Xおよび他の領域Yのそれぞれから直径5mm、厚さ1mm測定サンプルを切り出して、JIS R1611に準拠して測定することは、第1実施形態と同一である。

【0062】

また、第2実施形態においても、セラミックス焼結体10の流路上部領域Xの密度が密となり、他の領域Yの密度は流路上部領域Xより疎となるということは、流路上部領域Xの嵩密度は、他の領域Yの嵩密度と比較して小さくなる。嵩密度の測定方法としては、例えば、流路上部領域Xおよび他の領域Yのそれぞれから測定サンプルを切り出してJIS-R-1634に準拠したアルキメデス法で測定することができる。

【実施例】

【0063】

(実施例1～7)

実施例1～7においては、第1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP1, 2として、まず、純度98%、平均粒径0.5μmのSiC粉末に、焼結助剤としてB₄C、C(カーボン)、成形助剤としてPVAなどのバインダなどを添加したものを原料とし、顆粒化して顆粒を得た。

【0064】

そして、この顆粒を金型に充填し、圧力を20MPaとした一軸加圧成形して2個のSiC成形体を得た。これらのSiC成形体の嵩密度は表1に示す通りであった。次に、これらSiC成形体を焼成炉内にてアルゴン雰囲気中で炉内温度を1200℃～1900℃として3時間焼成して2個のSiC仮焼体を得た。仮焼後の嵩密度及び仮焼による収縮率は、表1に示す通りであった。

【0065】

次に、第1及び第2の平面形成工程STEP3, 4として、2個のSiC仮焼体を、図2Aを参照して、一辺100mm、高さ10mmの正方形板状の第1及び第2のSiC仮焼体1, 2に加工した。第1のSiC仮焼体1の第1の平面1a及び第2のSiC仮焼体2の第2の平面2aは、実施例1～4, 6, 7においては、#170のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行った。そして、実施例5においては、#600のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行った。研削加工は、研磨液は用いずに、乾式で行った。第1及び第2の平面1a, 2aの算術平均粗さ(Ra)及び最大高さ(Rz)の平均は、表1に示す通りであった。

【0066】

次に、凹部形成工程STEP5として、第2のSiC仮焼体2の第2の平面2aに凹部3を形成した。凹部3は、3本の幅20mm、深さ5mm、長さ70mmの直線状の溝であった。この凹部3は、直径20mmのエンドミルを用いてMC加工により形成した。このMC加工の加工性の評価は表1に示す通りであった。

【0067】

なお、評価は加工時の主軸の負荷、ビビリ及び仮焼体の破損の発生によって判定した。表1において、評価「◎」は1パスの切り込み量が0.25mm以上、且つ刃送り量が250mm/min以上が可能であって優良を意味する。評価「○」は1パスの切り込み量が0.2mm以上、且つ刃送り量が200mm/min以上が可能であって良を意味する。評価「△」は1パスの切り込み量が0.15mm以上、且つ刃送り量が150mm/min以上が可能であって可を意味する。

【0068】

これより、凹部3を形成する際の加工性に関しては、仮焼温度が1200℃以上1900℃であれば凹部3の形成は可能であるが、1250℃以上1785℃以下であると良好であることが分かった。

【0069】

次に、積層工程STEP6として、図2Bを参照して、第1のSiC仮焼体1と第2のSiC仮焼体2とを、第1の平面1aと第2の平面2aとを接触させた状態で積層させた。

【0070】

次に、焼成工程STEP7として、このように積層した第1及び第2のSiC仮焼体1, 2を焼成炉内にてアルゴン雰囲気で押圧板としてのカーボン平板で挟み込んで、実施例1～6では25kgf/cm²(=2.45MPa)の荷重、実施例7では10kgf/cm²(=0.98MPa)の荷重を積層方向にかけながら、炉内温度を2070℃として3時間焼成した。これにより、図2Cを参照して、セラミックス焼結体10が得られた。セラミックス焼結体10の流路上部領域X及び他の領域Yの熱伝導率と嵩密度は表1に示す通りであった。この結果、実施例1～7は何れも他の領域Yの熱伝導率が流路上部領域Xの熱伝導率よりも11W/mK～18W/mK大きく、流路上部領域Xの嵩密度が他の領域Yの嵩密度よりも0.02g/cm³～0.05g/cm³小さいことが確認された。

【0071】

そして、このセラミックス焼結体10に対して、接合部を含むように切断し、切断面を研磨加工した後、接合部を拡大鏡などを用いて実験者が目視した。その結果、接合部に接合不良や破損などは確認されず、凹部3に由来する中空構造にも破損や歪みなどは確認されなかった。

【0072】

実施例1～7の結果を表1にまとめた。

【0073】

10

20

30

40

50

【表 1】

TABLE 1

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
成 形 体	嵩密度 [gf/cm ³]	1.93	1.94	1.93	1.96	1.93	1.93	1.93
仮焼温度[°C]		1500	1785	1840	1900	1500	1200	1500
仮 焼 体	嵩密度 [gf/cm ³]	1.98	2.18	2.31	2.52	1.98	1.90	1.98
	相対密度 [%]	62	68	72	78	62	59	62
	平面方向 収縮率[%]	0.65	4.09	5.86	8.15	0.65	0.55	0.65
	厚さ方向 収縮率[%]	0.96	3.77	5.90	8.80	0.96	0.90	0.96
	Ra[μm]	0.68	0.66	0.65	0.64	0.27	0.75	0.68
	Rz[μm]	5.19	4.76	4.66	4.62	2.56	7.25	5.19
	加工性評価	◎	○	△	△	◎	◎	◎
領域 X の熱伝導率 [W/mK]		143	144	145	146	143	140	143
領域 Y の熱伝導率 [W/mK]		158	158	158	158	158	158	158
領域 X の嵩密度 [g/ cm ³]		3.09	3.10	3.10	3.10	3.09	3.07	3.09
領域 Y の嵩密度 [g/ cm ³]		3.12	3.12	3.12	3.12	3.12	3.12	3.12

【 0 0 7 4 】
(実施例 8)

実施例 8 においては、図 1 における第 1 及び第 2 の平面形成工程 S T E P 3 , 4 として、2 個の S i C 仮焼体を、図 5 A を参照して、直径 4 0 0 mm、厚さ 1 0 mm の円板状の第 1 の S i C 仮焼体 2 1 及び直径 4 0 0 mm、厚さ 2 5 mm の円板状の第 2 の S i C 仮焼体 2 2 に加工した。第 1 の S i C 仮焼体 2 1 の第 1 の平面 2 1 a、第 2 の S i C 仮焼体 2 2 の第 2 の平面 2 2 a は、# 1 7 0 のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行った。このとき、研磨液は用いずに、乾式で研削加工を行った。第 1 及び第 2 の平面 2 1 a , 2 2 a の算術平均粗さ (R a) 及び最大高さ (R z) の平均は、表 2 に示す通りであった。また、図 1 における凹部形成工程 S T E P 5 として、実施例 1 と同様の M C 加工により凹部 2 3 , 2 4 を形成した。凹部 2 3 は、第 2 の S i C 仮焼体 2 2 の第 2 の平面 2

2 aに幅20 mm、深さ5 mmの円周形状に形成した。凹部2 4は、第2のSiC仮焼体2 2の第2の平面2 2 aとは反対側の表面の外周部に幅25 mm深さ15 mmを有する環状に形成した。これらのことを除いて実施例1と同様に、セラミックス焼結体3 0を作製した。

【0075】

このセラミックス焼結体3 0も、実施例1と同様に、接合部に接合不良や破損などは確認されず、凹部2 3に由来する中空構造にも破損や歪みなどは確認されなかった。実施例8の結果を表2にまとめた。そして、実施例8で作製したセラミックス焼結体3 0は、他の領域Yの熱伝導率が流路上部領域Xの熱伝導率よりも大きく、流路上部領域Xの嵩密度が他の領域Yの嵩密度よりも小さいことが確認された。

10

【0076】

実施例8で作製したセラミックス焼結体3 0の載置面Fに熱量3000 Wを入熱し、流路4に20℃の冷媒を循環させた状態で載置面Fの温度を測定した。温度測定には赤外線温度計を使用した。流路上部領域Xの温度は23.8℃であり、他の領域Yは23.7℃であった。流路上部領域Xと他の領域Yとで温度差が少なく、載置面Fのより均一な温度分布が図れることが確認された。

【0077】

(実施例9)

実施例9においては、第1及び第2の平面2 1 a, 2 2 aに対する研削加工方法を除いて実施例8と同様に、第1及び第2のSiC仮焼体2 1, 2 2を得た。

20

【0078】

詳述すると、第1及び第2のSiC仮焼体2 1, 2 2に対して、#600のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行い、第1及び第2の平面2 1 a, 2 2 aの算術平均粗さ(Ra)の平均を0.27 µmとした。さらに、算術平均粗さ(Ra)が0.01 µmの平面を有する別のSiC焼結体を用い、面方向に垂直に6000 Paの荷重をかけながら0.5 m/minの速度で摺動させて乾式で研磨を行った。これにより、第1及び第2の平面2 1 a, 2 1 bの算術平均粗さ(Ra)の平均は0.18 µmとなった。

【0079】

次に、実施例8と同様に、図1における積層工程STEP 6及び焼成工程STEP 7を行った。これにより、セラミックス焼結体3 0を得た。

30

【0080】

このセラミックス焼結体3 0も、実施例8と同様に、接合部に接合不良や破損などは確認されず、凹部2 3に由来する中空構造にも破損や歪みなどは確認されなかった。実施例9の結果を表3にまとめた。そして、実施例9で作製したセラミックス焼結体3 0は、他の領域Yの熱伝導率が流路上部領域Xの熱伝導率よりも大きく、流路上部領域Xの嵩密度が他の領域Yの嵩密度よりも小さいことが確認された。

【0081】

(実施例10)

実施例10においては、図3における第1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP 1 1, 1 2として、実施例8の第1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP 1, 2と同様に、2個のSiC成形体を得た。次に、これらSiC成形体を焼成炉内にてアルゴン雰囲気炉内温度を1500℃として3時間焼成して2個のSiC仮焼体を得た。

40

【0082】

また、第3のSiC仮焼体取得工程STEP 1 3として、実施例1の第1及び第2のSiC仮焼体取得工程STEP 1, 2と同様に、SiC成形体を得た。次に、このSiC成形体を焼成炉内にてアルゴン雰囲気炉内温度を1500℃として3時間焼成して1個のSiC仮焼体を得た。

【0083】

次に、図3における第1及び第2の平面形成工程STEP 1 4, 1 5として、図4 Aを参照して、前記2個のSiC仮焼体を、直径400 mm、厚さ10 mmの円板形状の第1

50

のS i C 仮焼体 1 1 及び直径 4 0 0 mm、厚さ 2 5 mmの円板形状の第 2 のS i C 仮焼体 1 2 に加工した。第 1 のS i C 仮焼体 1 1 の第 1 の平面 1 1 a 及び第 2 のS i C 仮焼体 1 2 の第 2 の平面 1 2 a は、# 1 7 0 のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行った。また、前記 1 個のS i C 仮焼体を、外径 4 0 0 mm、内径 3 5 0 . 5 mm、厚さ 1 4 . 5 mmの円環形状の第 3 のS i C 仮焼体 1 3 に加工した。

【 0 0 8 4 】

次に、凹部形成工程 S T E P 1 6 として、第 2 のS i C 仮焼体 1 2 の第 2 の平面 1 2 a に凹部 1 4 を形成し、第 2 のS i C 仮焼体 1 2 の第 2 の平面 1 2 a とは反対側の表面の外周部に幅 2 5 mm、深さ 1 5 mm円環状の凹部を形成した。凹部 1 4 は、幅 1 0 mm、深さ 1 0 mmであって冷媒用の流路に相当する円周形状であった。この凹部 1 4 は、実施例 8 と同じようにM C 加工により形成した。

【 0 0 8 5 】

次に、積層工程 S T E P 1 7 として、図 4 B を参照して、第 1 のS i C 仮焼体 1 1 と第 2 のS i C 仮焼体 1 2 とを、第 1 の平面 1 1 a と第 2 の平面 1 2 a とを接触させた状態で積層させた。さらに、第 2 のS i C 仮焼体 1 2 の外周外側に剥離材 1 5 を介して第 3 のS i C 仮焼体 1 3 を、剥離材 1 5 を介して第 1 のS i C 仮焼体 1 1 の第 1 の平面 1 1 a の下方に設置した。なお、剥離材 1 5 は共に厚さ 0 . 2 5 mmのカーボンシートを用いた。

【 0 0 8 6 】

次に、焼成工程 S T E P 1 8 として、このように積層した第 1 から第 3 のS i C 仮焼体 1 1 ~ 1 3 を、実施例 1 の焼成工程 S T E P 7 と同様にして焼成した。その後、第 3 のS i C 仮焼体 1 3 が焼成された部分を剥離することにより、図 4 C を参照して、セラミックス焼結体 2 0 が得られた。

【 0 0 8 7 】

そして、このセラミックス焼結体 2 0 に対して、接合部を含むように切断し、切断面を研磨加工した後、接合部を拡大鏡などを用いて実験者が目視した。その結果、接合部に接合不良や破損などは確認されず、凹部 1 4 に由来する中空構造にも破損や歪みなどは確認されなかった。また、実施例 1 0 で作成したセラミックス焼結体 2 0 は、他の領域 Y の熱伝導率が流路上部領域 X の熱伝導率よりも大きく、流路上部領域 X の嵩密度が他の領域 Y の嵩密度よりも小さいことが確認された。

【 0 0 8 8 】

(実施例 1 1)

実施例 1 1 においては、図 1 における積層工程 S T E P 6 において、第 1 のS i C 仮焼体 2 1 の第 1 の表面 2 1 a 及び第 2 のS i C 仮焼体 2 2 の第 2 の表面 2 2 a に、濃度 0 . 3 g / L のホウ酸水溶液用を塗布したうえで、第 1 及び第 2 のS i C 焼結体 2 1 , 2 2 を積層したことを除いて、実施例 8 と同様にして、セラミックス焼結体 3 0 を作製した。

【 0 0 8 9 】

このセラミックス焼結体 3 0 も、実施例 8 と同様に、接合部に接合不良や破損などは確認されず、凹部 2 3 に由来する中空構造にも破損や歪みなどは確認されず、他の領域 Y の熱伝導率が流路上部領域 X の熱伝導率よりも大きく、流路上部領域 X の嵩密度が他の領域 Y の嵩密度よりも小さいことが確認された。

【 0 0 9 0 】

実施例 8 ~ 1 1 の結果を表 2 にまとめた。

【 0 0 9 1 】

10

20

30

40

50

【表 2】

TABLE 2

		実施例8	実施例9	実施例10	実施例11
成形体	嵩密度[gf/cm ³]	1.93	1.93	1.93	1.93
仮焼温度[°C]		1500	1500	1500	1500
仮焼体	嵩密度[gf/cm ³]	1.98	1.98	1.98	1.98
	相対密度[%]	62	62	62	62
	平面方向 収縮率[%]	0.65	0.65	0.65	0.65
	厚さ方向 収縮率[%]	0.98	0.98	0.98	0.98
	Ra[μm]	0.27	0.18	0.27	0.27
	Rz[μm]	2.60	1.77	2.62	2.58
	加工性評価	◎	◎	◎	◎
領域 X の熱伝導率 [W/mK]		143	143	143	143
領域 Y の熱伝導率 [W/mK]		158	158	158	158
領域 X の嵩密度 [g/cm ³]		3.09	3.09	3.09	3.09
領域 Y の嵩密度 [g/cm ³]		3.12	3.12	3.12	3.12

【 0 0 9 2 】
（比較例 1）

比較例 1 においては、まず、実施例 1 における第 1 及び第 2 の仮焼体取得工程 S T E P 1，2 と凹部形成工程 S T E P 6 に代えて、予め凹部を形成した 2 つの S i C 成形体を焼成炉内にてアルゴン雰囲気中で炉内温度を 2 0 7 0 °C として 3 時間焼成して、第 1 の S i C 焼結体と第 2 の S i C 焼結体を作製した。第 1 の平面を有する第 1 の S i C 焼結体は、直径 4 0 0 mm、厚さ 1 0 mm の円板状であり、第 2 の平面を有する第 2 の S i C 焼結体は、直径 4 0 0 mm、厚さ 2 5 mm であり、第 2 の平面に幅 2 0 mm、深さ 5 mm の円板形状の凹部と、第 2 の平面と反対側の表面の外周部に幅 2 5 mm、深さ 1 5 mm の環状の凹部とを有している。

【 0 0 9 3 】

次に、第 1 及び第 2 の平面形成工程 S T E P 3，4 として、第 1 の S i C 焼結体の第 1 の平面と第 2 の S i C 焼結体の第 2 の平面に対して、＃ 1 7 0 および＃ 6 0 0 のダイヤモンド砥粒を備えた砥石を用いて研削加工を行ったのち、1 μm のダイヤモンド遊離砥粒によるラッピング加工を行った。第 1 及び第 2 の平面は、算術平均粗さ（R a）の平均が、0.1 μm であり、最大高さ（R z）の平均が 1.1 μm であった。これらのことを除いて実施例 1 と同様にしてセラミックス焼結体 3 0 を作製した。

【 0 0 9 4 】

比較例 1 のセラミックス焼結体 3 0 において、流路上部領域 X と他の領域 Y の熱伝導率

は、ともに 158 W/mK であり、流路上部領域 X と他の領域 Y の嵩密度はともに 3.12 g/cm^3 であり、流路上部領域 X と他の領域 Y とで熱伝導率や嵩密度の差は認められなかった。

【0095】

実施例 8 と同様に測定された比較例 1 のセラミックス焼結体の流路上部領域 X の温度は 23.0°C であり、他の領域 Y は 23.7°C であった。実施例 8 と比較して、載置面の温度分布が不均一であることが分かる。

【符号の説明】

【0096】

- 1, 11, 21 第 1 の SiC 仮焼体
- 1a, 11a, 21a 第 1 の平面
- 2, 12, 22 第 2 の SiC 仮焼体
- 2a, 12a, 22a 第 2 の平面
- 3, 14, 23 凹部
- 13 第 3 の SiC 仮焼体
- 15 剥離材
- 10, 20, 30 セラミックス焼結体
- F 載置面
- X 流路上部領域
- Y 他の領域

10

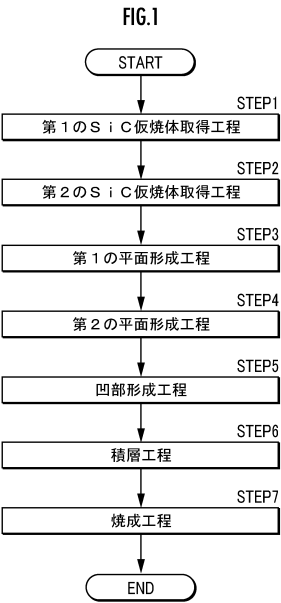
20

30

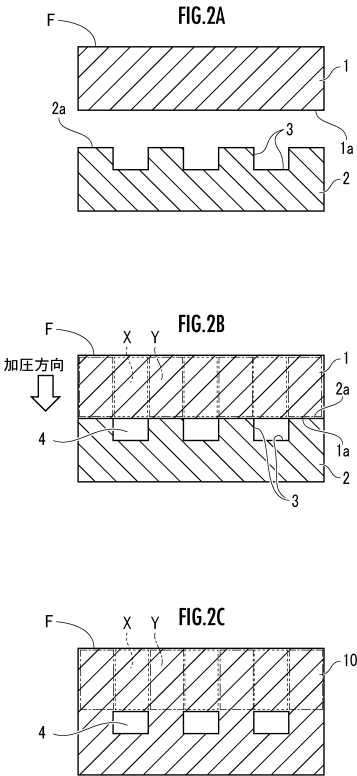
40

50

【図面】
【図 1】



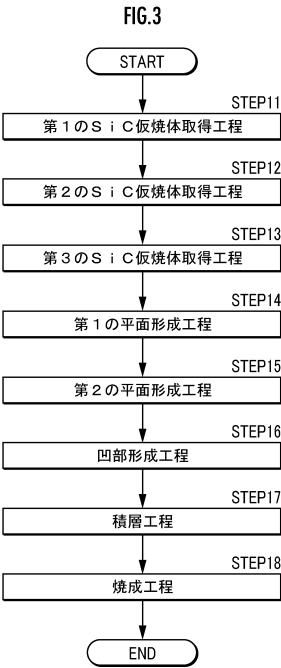
【図 2】



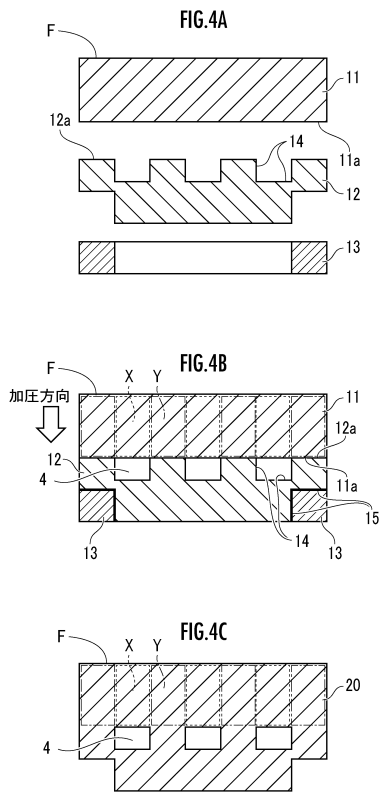
10

20

【図 3】



【図 4】

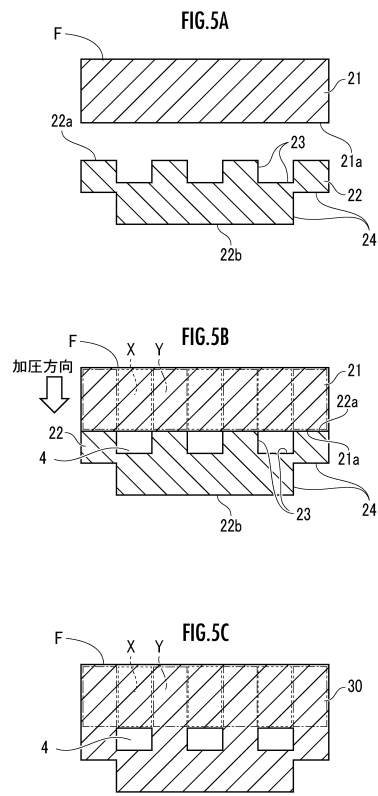


30

40

50

【図 5】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 2019-018434 (JP, A)
 特開 2006-013302 (JP, A)
 特開 2005-276886 (JP, A)
 特開 2012-071995 (JP, A)
 国際公開第 2018/210786 (WO, A1)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
- C04B 35/00-35/84, 37/00-37/04
 H01L 21/68-21/683