

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5084155号  
(P5084155)

(45) 発行日 平成24年11月28日(2012.11.28)

(24) 登録日 平成24年9月14日(2012.9.14)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>CO4B</b>	<b>35/111</b>	<b>(2006.01)</b>	CO4B 35/10
<b>HO1L</b>	<b>21/683</b>	<b>(2006.01)</b>	HO1L 21/68
<b>HO2N</b>	<b>13/00</b>	<b>(2006.01)</b>	HO2N 13/00

請求項の数 7 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2006-60886 (P2006-60886)	(73) 特許権者	000004064
(22) 出願日	平成18年3月7日(2006.3.7)		日本碍子株式会社
(65) 公開番号	特開2006-282502 (P2006-282502A)		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(43) 公開日	平成18年10月19日(2006.10.19)	(74) 代理人	110000017
審査請求日	平成19年11月14日(2007.11.14)		特許業務法人アイテック国際特許事務所
(31) 優先権主張番号	特願2005-69689 (P2005-69689)	(74) 代理人	100108707
(32) 優先日	平成17年3月11日(2005.3.11)		弁理士 中村 友之
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	森 豊
			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
		(72) 発明者	松田 弘人
			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】 アルミナ焼結体及びその製造方法、並びに、このアルミナ焼結体を用いた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】

純度が99.5%以上のアルミナ粉体にバインダーを混合し、造粒粉を作成し、作成された造粒粉を金型を用いて成形し、この成形体をホットプレス焼成して得られたアルミナ焼結体であって、

前記アルミナ焼結体中における結晶粒の粒径が1~3µmであり、

残留カーボン量が0.05重量%以上0.5重量%以下で、かつ、4点曲げ強度が500MPa以上であり、体積抵抗値が10<sup>15</sup>・cm以上であることを特徴とするアルミナ焼結体。

【請求項2】

前記造粒粉は、スプレードライヤー法によって作成されたことを特徴とする請求項1に記載のアルミナ焼結体。

【請求項3】

純度が99.5%以上のアルミナ粉体にバインダーを添加量が1.1~1.1重量%となるよう混合し、造粒粉を作成し、作成された造粒粉を金型を用いて成形し、この成形体を残留カーボン量が0.05重量%以上0.5重量%以下となる条件でホットプレス焼成し、アルミナ焼結体中における結晶粒の粒径が1~3µmであることを特徴とするアルミナ焼結体の製造方法。

【請求項4】

前記バインダーはポリビニルアルコールであることを特徴とする請求項3に記載のアル

ミナ焼結体の製造方法。

【請求項 5】

前記造粒粉をスプレードライヤー法によって作成することを特徴とする請求項 3 又は 4 に記載のアルミナ焼結体の製造方法。

【請求項 6】

第 1 のアルミナ焼結体と、

前記第 1 のアルミナ焼結体の外面の上にスクリーン印刷によって形成された電極と、前記電極の上及びこの電極が形成された前記外面に、前記電極を覆うように且つ電極を埋設するように、アルミナ粉体及びバインダーを混合して得られたアルミナ造粒粉をホットプレス焼成することによって形成された第 2 のアルミナ焼結体とを備え、

10

前記第 1 のアルミナ焼結体は、前記請求項 1 又は 2 に記載されたアルミナ焼結体を用いたことを特徴とする静電チャック。

【請求項 7】

第 1 のアルミナ焼結体の外面の上に、スクリーン印刷によって電極を形成し、

前記電極の上及びこの電極が形成された前記外面に、前記電極を覆うように且つ電極を埋設するように、アルミナ粉体及びバインダーを混合して得られたアルミナ造粒粉をホットプレス焼成することによって第 2 のアルミナ焼結体を形成する静電チャックの製造方法であって、

前記第 1 のアルミナ焼結体は、前記請求項 3 ~ 5 のいずれか 1 項に記載された方法によって製造されることを特徴とする静電チャックの製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルミナ焼結体及びその製造方法、並びに、このアルミナ焼結体を用いた静電チャック及びその製造方法に関し、特に、半導体製造装置に用いられる静電チャックに使用可能なアルミナ焼結体及びその製造方法、並びに、このアルミナ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】

従来から、アルミナ粉末に針状のホウ酸アルミニウムを添加し、焼成して得られた焼結体が高靱性を有することが開示されている（例えば、特許文献 1 参照）。また、VA 族金属酸化物及び  $\text{SiO}_2$  を添加し、焼成することにより得られた焼結体は、アルミナ結晶粒子が異方成長していて高強度、高靱性を有することが開示されている（例えば、特許文献 2 参照）。

30

【0003】

また、低純度アルミナを酸洗浄処理し、VA 族金属酸化物と  $\text{SiO}_2$  とを添加した混合物を 1320 ~ 1600 で焼成することにより得られた焼結体は、アルミナ結晶粒子が異方成長していて高強度、高靱性を有することが開示されている（例えば、特許文献 3 参照）。また、酸化ケイ素や酸化カルシウムなどの不純物を含有し、低い焼成温度で高密度化が可能な易焼結酸化アルミニウムを原料とし、1000 ~ 1300 で仮焼した後、1100 ~ 1500 下で一方向の圧力をかけて変形させて得られた焼結体は、高強度、高靱性を有することが開示されている（例えば、特許文献 4 参照）。

40

【0004】

そして、チタン酸化物を 0.1 ~ 1.0 重量% 含み、炭素を 1.2 重量% 以下含み、残部が実質的にアルミナからなる焼結体は、アルミナの特性を低下させる事なく低体積抵抗値 ( $10^0 \sim 10^8 \cdot \text{cm}$ ) を示すことが開示されている（例えば、特許文献 5 参照）。

【特許文献 1】特許 2759288 号公報

【特許文献 2】特開平 11 - 71168 号公報

50

【特許文献3】特開2000-219569号公報

【特許文献4】特開2000-154053号公報

【特許文献5】特開2004-18296号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

前記特許文献1～5によれば、高強度な焼結体や低体積抵抗率 $10^0 \sim 10^8 \cdot \text{cm}$ を示す焼結体が得られている。しかしながら、半導体製造装置に用いられる静電チャックにおいては、金属のコンタミレスが求められており、またクーロン力型の静電チャックにおいては、体積抵抗率が $10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上であることが求められるので、前記特許文献等に開示されている従来技術ではこれらの要求を満たすことはできない。

10

【0006】

本発明は、前記課題に鑑みてなされたものであり、高強度、金属コンタミレス及び $10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上の体積抵抗値という要求を満たすアルミナ焼結体及びその製造方法、並びに、このアルミナ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】

【0007】

(1)本発明に係るアルミナ焼結体は、前記課題を解決するためになされたものであり、純度が99.5%以上のアルミナ粉体にバインダーを混合し、造粒粉を作成し、作成された造粒粉を金型を用いて成形し、この成形体をホットプレス焼成して得られたアルミナ焼結体であって、残留カーボンの含有量が0.05重量%以上0.5重量%以下、かつ、4点曲げ強度が500MPa以上であることを特徴とする。

20

【0008】

前記アルミナ焼結体中における結晶粒の粒径は $1 \sim 3 \mu\text{m}$ であることが好ましく、この範囲の粒径にすることでアルミナ焼結体の強度を高くすることができる。

【0009】

(2)また、本発明に係る静電チャックは、第1のアルミナ焼結体と、前記第1のアルミナ焼結体の外面の上にスクリーン印刷によって形成された電極と、前記電極の上及びこの電極が形成された前記外面に、前記電極を覆うように且つ電極を埋設するように、アルミナ粉体及びバインダーを混合して得られたアルミナ造粒粉をホットプレス焼成することによって形成された第2のアルミナ焼結体とを備え、前記第1のアルミナ焼結体は、前記(1)に記載されたアルミナ焼結体を用いたことを特徴とする。

30

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、強度向上、金属コンタミレス及び体積抵抗率 $10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上を達成することができるアルミナ焼結体及びこのアルミナ焼結体を用いた静電チャックを得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

以下、図面を参照しながら本発明の実施形態、実施例を説明するが、本発明はこれらの実施の形態、実施例に限定されるものではない。

40

【0012】

図1は、本発明の実施形態に係るアルミナ焼結体の製造方法の流れを示すフローチャートである。図1に示すように、まずアルミナ粉体にバインダーを混合して原料調整し(ステップS11)、スプレードライヤーを用いて造粒し(ステップS12)、金型を用いて成形し(ステップS13)、ホットプレスによって焼成する(ステップS14)。

【0013】

<造粒>

前記の如く、アルミナ原料とバインダーと溶剤を所定時間混合し(ステップS11)、

50

混合物（スラリー）をスクリーニングし、造粒粉末を作成する（ステップS12）。アルミナ原料は、純度が99.5%以上のアルミナ粉体を用いる。このアルミナ粉体の平均粒径は、1 $\mu$ m～3 $\mu$ mが好ましい。

【0014】

バインダーとしては、ポリビニルアルコール（PVA）やステアリン酸を使用することができる。バインダーの添加量は、残留カーボン量を所定量にするため、1.1重量%～11重量%とすることが好ましい。

【0015】

スクリーニングは、トロンメルなどのロータリー式スクリーンを用いて行うことができる。混合時間は、1～3時間程度とする。トロンメル等に投入する際には、前もって溶剤に溶解しスクリーニングを行いながら入れることが好ましい。

10

【0016】

造粒粉末の作成は、スプレードライヤー（SD）を用いて行う。スプレードライヤーは、スラリー状態から瞬間的に乾燥して微粒化可能なものであれば良く、噴霧（噴射）式、遠心式のいずれでも良い。得られる造粒粉末の平均粒径は、70～130マイクロメートル程度とする。

【0017】

<焼成>

バインダーを含有したアルミナ粉末を金型を用いて成形しプレートを作成する（ステップS13）。このプレートを以下の焼成条件でホットプレス焼成する（ステップS14）。

20

【0018】

常温から1100 程度まで100～700 /hrで昇温し、次いで1400～1600 まで30～150 /hrで昇温し、1400～1700 程度で窒素雰囲気において1～4時間程度焼成する。

【0019】

焼成後、100～300 /hrで降温し、1000～1400 でプレスを開放する。昇温開始から開放に至るまでの間、プレス圧力は100～200 kg/cm<sup>2</sup>に維持する。

【実施例】

30

【0020】

（実施例1）

下記のアルミナ原料、バインダー及び溶剤をトロンメルにて2時間混合・スクリーニングし、スプレードライヤーを用いて平均粒径100 $\mu$ mの造粒粉を作成した。

【0021】

アルミナ原料：純度が99.5%で、平均粒径が1 $\mu$ mのアルミナ粉体

バインダー：3重量%のPVA（ポリビニルアルコール）

そして、作成された造粒粉から金型を用いて、下記条件下で直径340mm、厚さ5mmのプレートを作成した。

【0022】

40

常温から1100 までは400 /時間で昇温し、

1100 から1500 までは90 /時間で昇温し、

1600 かつ窒素雰囲気下で2時間30分焼成し、

1600 から1200 までは200 /時間で降温し、

常温から1600 を経て1200 に達するまでの間、プレス圧力を最高温度で100 kg/cm<sup>2</sup>とし、1200 に達したら圧力を開放した。

表1に、得られた焼結体の特性を示す。表1に示すように、平均結晶粒径は1.5 $\mu$ m、4点曲げ強度は550MPaで（標準偏差）は29MPa、残留カーボンの量は0.14重量%であった。

【0023】

50

表 2 に、実施例 1 のアルミナ焼結体の体積抵抗率を示す。表 2 に示すように、実施例 1 のアルミナ焼結体の体積抵抗率は  $2 \times 10^{17} \cdot \text{cm}$  であった。

【 0 0 2 4 】

なお、平均結晶粒径は、SEM (日本電子 : J S M 5 9 0 0 L V ) により測定した、4 点曲げ強度は、J I S R 1 6 0 1 による室温 4 点曲げ強度を測定した。密度は、純水を媒体としたアルキメデス法によって測定した。Si、Fe、Ca 及び Mg は、ICP (セイコーインスツルメンツ (株) : S P Q 9 0 0 0 ) により測定した。残留カーボン量は、高周波加熱赤外線吸収法により測定した。

【 0 0 2 5 】

体積抵抗率は、J I S C 2 1 4 1 に準じた方法により、大気雰囲気下、23 で測定した。印加電圧を  $1000 \text{ V/mm}$  とし、電圧印加後 30 分時の電流を読み取り、体積抵抗率を算出した。

【 0 0 2 6 】

図 2 に、実施例 1 の焼結体表面の SEM (走査電子顕微鏡) 写真を示す。図 2 ( a ) は倍率 1000 倍、図 2 ( b ) は倍率 2000 倍である。

【 0 0 2 7 】

( 比較例 1 )

バインダーを混合しなかったこと以外は、実施例 1 と同様にしてアルミナ焼結体を得た。

【 0 0 2 8 】

表 1 に、得られた焼結体の特性を示す。表 1 に示すように、平均結晶粒径は  $3.8 \mu\text{m}$ 、4 点曲げ強度は  $420 \text{ MPa}$  ( : 15 ) で、残留カーボンの量は 0.01 重量%未満であった。

【 0 0 2 9 】

図 3 に、比較例 1 の焼結体表面の SEM (走査電子顕微鏡) 写真を示す。図 3 ( a ) は倍率 1000 倍、図 3 ( b ) は倍率 2000 倍である。

【 0 0 3 0 】

( 比較例 2 )

バインダーを混合しなかったこと、常圧で焼成したこと以外は、実施例 1 と同様にしてアルミナ焼結体を得た。

【 0 0 3 1 】

表 1 に、得られた焼結体の特性を示す。表 1 に示すように、平均結晶粒径は  $7.5 \mu\text{m}$ 、4 点曲げ強度は  $310 \text{ MPa}$  ( : 20 ) で、残留カーボンの量は 0.01 重量%未満であった。

【 0 0 3 2 】

図 4 に、比較例 2 の焼結体表面の SEM (走査電子顕微鏡) 写真を示す。図 4 ( a ) は倍率 1000 倍、図 4 ( b ) は倍率 2000 倍である。

10

20

30

【表 1】

		実施例1	比較例1	比較例2
焼成方法		ホットプレス	ホットプレス	常圧
バインダー		PVA(3重量%)	無し	無し
焼結体中の平均結晶粒径[ $\mu\text{m}$ ]		1.5	3.8	7.5
焼結体の4点曲げ強度[MPa]		550( $\sigma$ :29)	420( $\sigma$ :15)	310( $\sigma$ :20)
密度[g/cm <sup>3</sup> ]		3.92	3.94	3.9
焼結体の化学分析	Si[ppm]	733	698	749
	Fe[ppm]	84	79	90
	Ca[ppm]	311	307	321
	Mg[ppm]	537	529	552
	C[重量%]	0.14	<0.01	<0.01

10

20

## 【0033】

表 1 に示したように、常圧で焼成した比較例 2 の 4 点曲げ強度は 3 1 0 M P a、高温高圧下で焼成したがバインダーを含有させなかった比較例 1 の 4 点曲げ強度は 4 2 0 M P a であった。一方、高温高圧下で焼成しかつバインダーを含有させた実施例 1 の 4 点曲げ強度は 5 5 0 M P a に向上した。比較例 1 及び 2 では、残留カーボンの量は 0 . 0 1 重量%未満であったが、実施例 1 では 0 . 1 4 重量%であった。バインダーに含まれるカーボンが残留することによって、実施例 1 では強度が向上した。

30

【表 2】

	比較例3	実施例2	実施例1	実施例3	比較例4	
焼成方法	ホットプレス	ホットプレス	ホットプレス	ホットプレス	ホットプレス	
バインダー	0.7重量%	1.1重量%	3重量%	11重量%	13重量%	
4点曲げ強度[MPa]	481( $\sigma$ :15)	519( $\sigma$ :18)	550( $\sigma$ :29)	592( $\sigma$ :20)	310( $\sigma$ :20)	
密度[g/cm <sup>3</sup> ]	3.92	3.92	3.92	3.92	3.91	
体積抵抗率[ $\Omega \cdot \text{cm}$ ]	6E+17	4E+17	2E+17	5E+15	8E+14	
焼結体の化学分析	Si[ppm]	720	733	705	741	
	Fe[ppm]	87	89	84	80	85
	Ca[ppm]	315	309	311	322	321
	Mg[ppm]	522	521	537	529	519
	C[重量%]	0.03	0.05	0.14	0.5	0.6

10

20

30

40

## 【0034】

(実施例2)

バインダーの成分、量が異なる以外は実施例1と同様にしてアルミナ焼結体を得た。残留カーボンの量は0.05重量%、4点曲げ強度は519MPa( $\sigma$ :18)であった。このときのバインダーの添加量は、1.1重量%であった。

50

## 【 0 0 3 5 】

( 実施例 3 )

バインダーの成分、量が異なる以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ焼結体を得た。残留カーボンの量は 0 . 5 重量 %、4 点曲げ強度は 5 9 2 M P a ( : 2 0 ) であった。このときのバインダーの添加量は、1 1 重量 % であった。

## 【 0 0 3 6 】

( 比較例 3 )

バインダーの成分、量が異なる以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ焼結体を得た。残留カーボンの量は 0 . 0 3 重量 %、4 点曲げ強度は 4 8 1 M P a ( : 1 5 ) であった。このときのバインダーの添加量は、0 . 7 重量 % であった。

10

## 【 0 0 3 7 】

( 比較例 4 )

バインダーの成分、量が異なる以外は実施例 1 と同様にしてアルミナ焼結体を得た。残留カーボンの量は 0 . 6 重量 %、4 点曲げ強度は 3 1 0 M P a ( : 2 0 ) であった。このときのバインダーの添加量は、1 3 重量 % であった。

## 【 0 0 3 8 】

表 2 に示す実施例 1 ~ 3 及び比較例 3 ~ 4 の結果から明らかなように、残留カーボン量が 0 . 0 5 ~ 0 . 5 重量 % である場合に、4 点曲げ強度が 5 0 0 ~ 6 0 0 M P a となった。

## 【 0 0 3 9 】

残留カーボン量が 0 . 6 重量 % となると 4 点曲げ強度が 5 0 0 M P a 以下に低下した。これは、バインダーを過剰な添加量である 1 3 重量 % 程度も混合させると、残留カーボンが 0 . 6 重量 % になり、成形時の密度が低下したためと思われる。

20

## 【 0 0 4 0 】

また、残留カーボン量が 0 . 6 重量 % となると体積抵抗率は  $E + 1 5 \cdot c m$  以下になった。これは、残留カーボン量が 0 . 6 重量 % と過剰になり、残留カーボンの拡散量が増大し過ぎたためと思われる。

## 【 0 0 4 1 】

表 1 及び図 2 ~ 4 に示したように、残留カーボンはアルミナの結晶粒子の成長を抑制する効果を有するため、残留カーボン量が増加することにより、アルミナ焼結体中の結晶粒の粒径が小さくなる。

30

## 【 0 0 4 2 】

セラミックにおける粒子径と最大亀裂の長さは比例しているため、小さな粒子の方が高強度となる。また、強度は粒子間の接触面積に支配されるため、粒子が細かくて接触面積が大きいほど高強度となる。

## 【 0 0 4 3 】

さらに、内部応力については、結晶の熱膨張係数が軸により異なり、粒子がひずんだ状態となり、界面部に大きな引張り応力を生じることになる。内在する引張り応力の分、加速されて早く破壊応力に達するので、粒子が大きいほど応力が大きいので、細かな粒子のほうが強度が高くなる。

40

## 【 0 0 4 4 】

また、表 1 及び 2 に示したように、F e ( 鉄 ) の含有量は 8 0 ~ 8 9 p p m、M g ( マグネシウム ) の含有量は 5 2 1 ~ 5 3 7 p p m であった。さらに、表 2 に示したように、体積抵抗率は  $5 E + 1 5 \sim 4 E + 1 7$  であって。

## 【 0 0 4 5 】

これらの点から、残留カーボンが結晶粒径の成長を抑制し粒径を小さくしたため、強度が向上したと考えられる。しかし、残留カーボンが多すぎると体積抵抗率が下がってしまうので、残留カーボン量をコントロールする必要がある。

## 【 0 0 4 6 】

図 5 に、本発明の実施の形態に係る静電チャックを示す。図 5 に示すように、静電チャ

50

ック10は、第1のアルミナ焼結体11と電極12と第2のアルミナ焼結体13とから構成されている。

【0047】

以下に、静電チャック10の製造方法を簡単に説明する。

【0048】

まず、前述した実施例1～3と同じ方法で、第1のアルミナ焼結体11を作製した。

【0049】

次いで、第1のアルミナ焼結体11における所定の外面上に、スクリーン印刷によって電極12を形成した。

【0050】

そして、電極12の上及びこの電極12が印刷されている第1のアルミナ焼結体11における前記所定の外面上に、第2のアルミナ焼結体13を形成した。具体的には、電極12を覆うように且つ電極12を埋設するように、アルミナ原料とバインダーとを混合して得られたアルミナ造粒粉をホットプレス焼成することによって第2のアルミナ焼結体13を形成した。

【0051】

なお、前記第1のアルミナ焼結体11は、前述した実施例1～3と同じ方法で作製したため、実施例1～3のアルミナ焼結体と同等の性質（例えば、表1, 2に示す4点曲げ強度や密度等）を有している。

【0052】

また、この方法によって作製した静電チャックは、高い抵抗率及び高い強度を有する。従って、電極12に高電圧を印加したときに発生するリーク電流を低減することができる。さらに、高電圧を印加することによって発生する電氣的な応力に対して、十分に大きな強度を有するため、長期間の間、静電チャックとしての機能を果たす。

【図面の簡単な説明】

【0053】

【図1】本発明の実施の形態に係るアルミナ焼結体の製造方法の流れを示すフローチャートである。

【図2】実施例1の焼結体表面のSEM（走査電子顕微鏡）写真であって、（a）は1000倍、（b）は2000倍である。

【図3】比較例1の焼結体表面のSEM（走査電子顕微鏡）写真であって、（a）は1000倍、（b）は2000倍である。

【図4】比較例2の焼結体表面のSEM（走査電子顕微鏡）写真であって、（a）は1000倍、（b）は2000倍である。

【図5】本発明の実施の形態に係る静電チャックを示す図である。

【符号の説明】

【0054】

10 ... 静電チャック装置

11 ... 第1のアルミナ焼結体（基材）

12 ... 電極

13 ... 第2のアルミナ焼結体

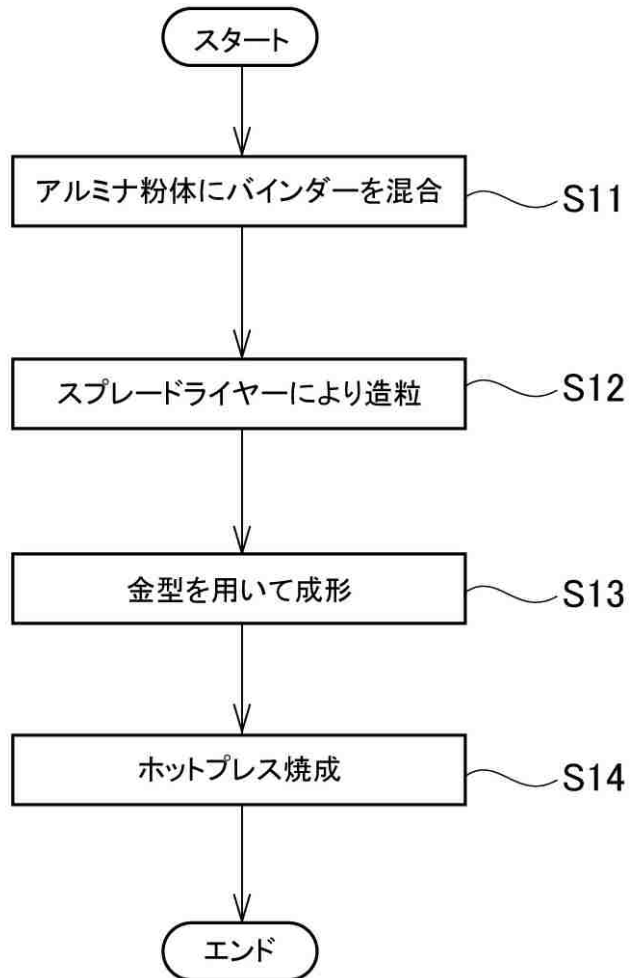
10

20

30

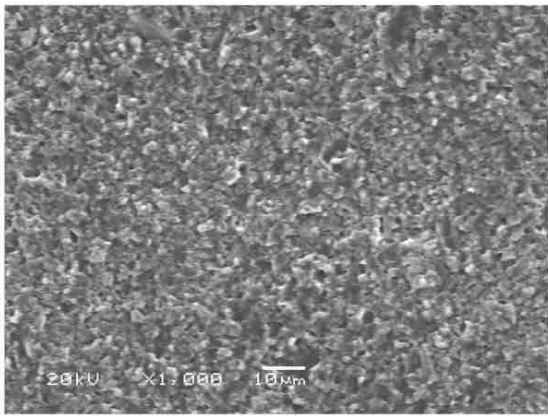
40

【図1】

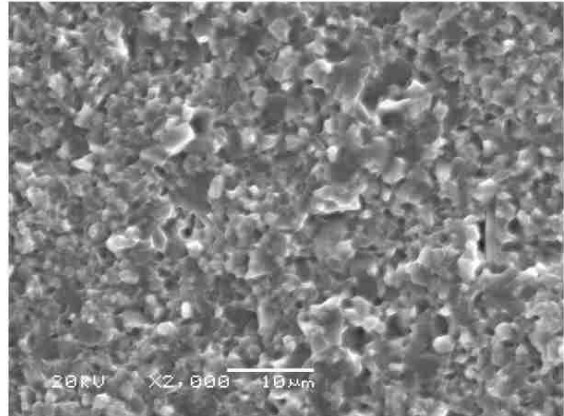


【図2】

(a)



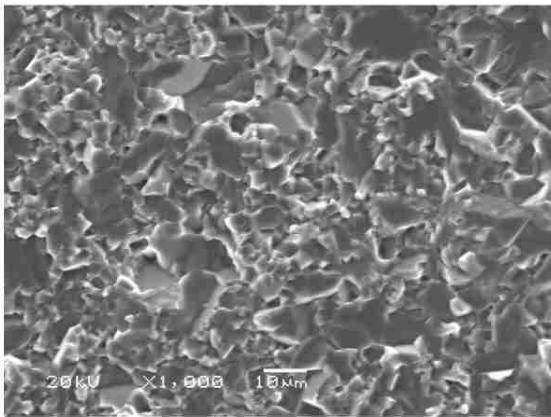
(b)



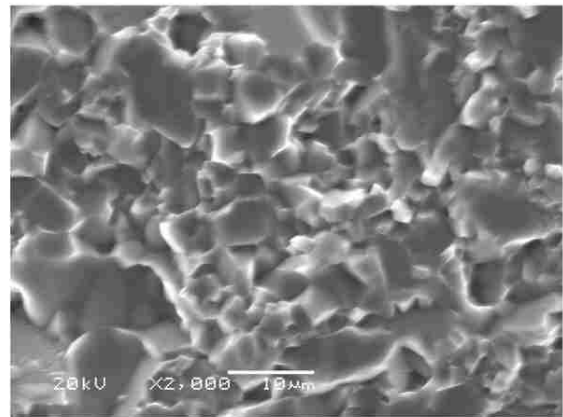
HP 焼成品 バインダー有り 結晶粒:平均 1.5 μm

【図3】

(a)

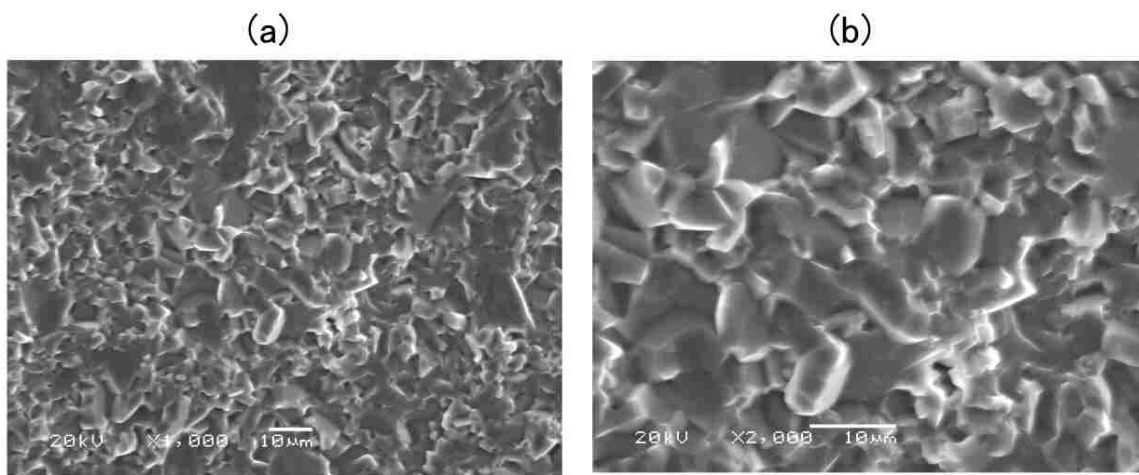


(b)



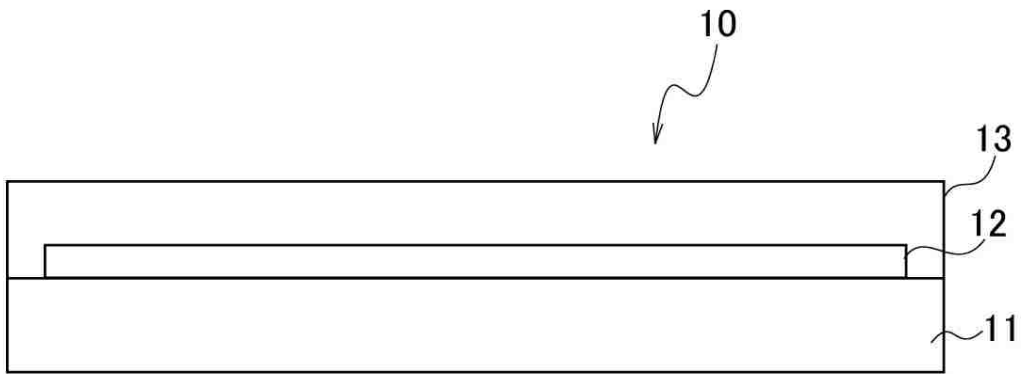
HP 焼成品 バインダー無し 結晶粒:平均 3.8µm

【図4】



常圧焼成品 バインダー無し 結晶粒:平均 7.5  $\mu$ m

【 図 5 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 のぼり 和宏  
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

審査官 武石 卓

(56)参考文献 特開平11-157919(JP,A)  
特開平08-045702(JP,A)  
特開2005-019480(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C04B 35/00 - 35/84  
H01L 21/683  
H02N 13/00