



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I400217B1

(45) 公告日：中華民國 102 (2013) 年 07 月 01 日

(21) 申請案號：098127987

(22) 申請日：中華民國 98 (2009) 年 08 月 19 日

(51) Int. Cl. : C04B41/82 (2006.01)

H01L21/30 (2006.01)

(30) 優先權：2008/08/20 日本

2008-211292

(71) 申請人：愛發科股份有限公司 (日本) ULVAC, INC. (JP)

日本

飛羅得陶瓷股份有限公司 (日本) FERROTEC CERAMICS CORPORATION (JP)

日本

(72) 發明人：中野賢明 NAKANO, KATSUAKI (JP)；伊東潤一 ITOH, JUNICHI (JP)；平松大典 HIRAMATSU, DAISUKE (JP)；荒堀忠久 ARAHORI, TADAHISA (JP)；岡本研 OKAMOTO, KEN (JP)

(74) 代理人：林志剛

(56) 參考文獻：

JP 1999-312729A

US 2002/0064666A1

審查人員：黃鐘輝

申請專利範圍項數：6 項 圖式數：5 共 0 頁

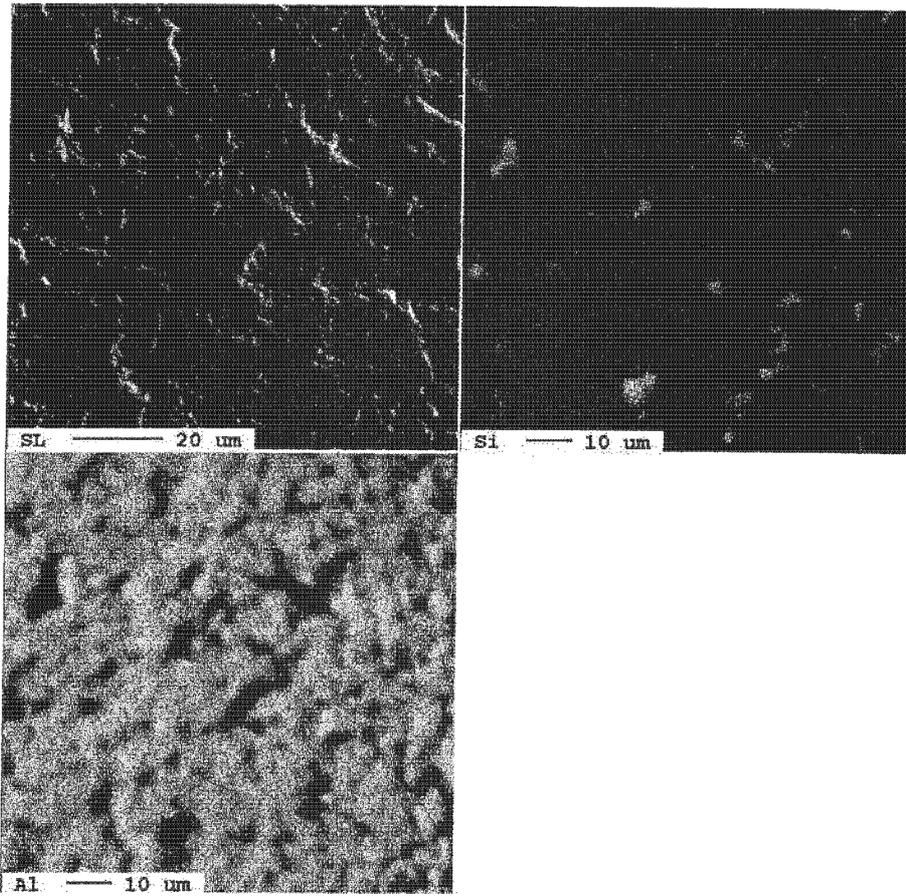
(54) 名稱

表面處理陶瓷構件，其製造方法，以及真空處理裝置

(57) 摘要

一種表面處理陶瓷構件，係為在氣孔率為 1% 以下之陶瓷燒結體基材的至少一部份處而具備有皮膜形成表面之陶瓷構件，其皮膜形成表面，係為由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠皮膜與基材表面混合存在所成，具體而言，前述溶膠凝膠皮膜之面積率，係為皮膜形成表面全體之 5~80%。此表面處理陶瓷構件，係具備有優良的耐蝕性，且不會有粒子之飛散。

圖 1



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明，係有關於施加了表面處理之陶瓷構件、以及其之製造方法。更詳細而言，係有關於適合使用在供以進行加熱處理之構件、或者是適合使用在會被暴露於處理氣體氛圍、電漿氛圍或是熱處理時之真空氛圍中的構件處之表面處理陶瓷構件以及其之製造方法。進而，本發明，係有關於使用有表面處理陶瓷構件之真空處理裝置。

【先前技術】

半導體裝置製造裝置之電漿處理室用構件等，係被暴露在腐蝕性氣體中。在此種構件中，係使用有在耐蝕性上為優良之陶瓷。此係因為，若是使用耐蝕性為劣之材料，則裝置壽命會變短，又，亦會有材料與腐蝕性氣體間之反應生成物成為粒子並附著在裝置上，而造成裝置之品質劣化的情況之故。在此種用途中，除了一般性的陶瓷材料（氧化鋁等）之外，亦使用有在耐蝕性上為更加優良之材料（ AlN 、 Y_2O_3 等）。

然而，僅靠材料之變更，係並無法對粒子完全地防止。亦即是，由於陶瓷構件係為脆性材料之加工品，因此，在表層處係必定會存在有凹部（氣孔、微碎裂、加工傷痕等）。而，會有在此凹部內而進入有在表面研削工程等之中所產生之微粒子的情況。此種凹部內微粒子，係難以藉由通常之洗淨工程來完全地除去。又，在陶瓷構件之製造

工程中，亦會有產生微碎裂的情況。此種微粒子或是微碎裂，若是暴露在高溫氛圍、處理氣體氛圍、電漿氛圍或是熱處理時之真空氛圍等之中，則會成為粒子並飛散。

在先前技術中，作為對陶瓷構件之粒子的飛散作防止之方法，係進行有數種的提案。

在專利文獻 1 中，係揭示有相關於「一種將陶瓷製品洗淨之方法，其特徵為，係在前述陶瓷製品之被洗淨面上塗布溶劑，並接著使由對於此溶劑而為可溶性之材料所成的薄膜，與前述被洗淨面相接觸，再經由將前述薄膜從前述被洗淨面而剝離，來將前述被洗淨面洗淨。」的發明。在此發明中，由於經由溶劑，薄膜之對於被洗淨面的接觸部分係熔融，並追隨於被洗淨面之型態的凹凸而變形，因此，存在於被洗淨面上之粒子，係被包入至薄膜之熔融了的部分中。其結果，若是將薄膜從被洗淨面而剝離，則粒子係在薄膜之接觸面側處而被固定化，並成為被從被洗淨面上而除去。

在專利文獻 2 中，係揭示有一種相關於「一種氧化鋁陶瓷燒結體，其特徵為：係將一種由 99.2 重量%以上 99.99 重量%以下之氧化鋁和殘部為鋁以外之金屬的氧化物所成，而平均粒徑為 $0.5 \mu\text{m}$ 以上 $15 \mu\text{m}$ 以下，且密度為 3.88g/cm^3 以上 3.97g/cm^3 以下的燒結體、或者是進行了研削加工後之燒結體，在 1000°C 以上 1550°C 以下之溫度下，而進行了 0.1 小時以上 6 小時以下的加熱處理。」的發明。



又，作為使陶瓷材料之耐蝕性提升的方法，主要針對熔射陶瓷，亦提案有形成耐蝕性為高之皮膜的發明。

在專利文獻 3 中，係揭示有一種相關於「一種耐蝕性複合構件，係為在鹵素系腐蝕氣體環境下或是鹵素系腐蝕氣體之電漿環境下所被使用之耐蝕性複合構件，其特徵為，具備有：基材、和被設置在基材上之至少暴露在鹵素系腐蝕氣體或是鹵素系腐蝕氣體之電漿中的部位處之藉由陶瓷溶膠/凝膠所形成的被膜。」的發明。

在專利文獻 4 中，係揭示有一種相關於「一種複合皮膜之形成方法，其特徵為：在進行了熔射用之前置加工的基材表面上，熔射單一金屬或是合金又或是金屬陶瓷亦或是陶瓷，而後，塗布或是含浸在熔射皮膜內之氣孔中形成封孔物之浸透性為佳的封孔液，並在靜置等待乾燥或是進行熱處理而進行了封孔處理後，將使玻璃質形成成分作了溶解或是懸濁的液體藉由刷毛塗抹或是噴霧來進行塗布，並進行常溫乾燥或是藉由 900℃ 以下之溫度來作燒成，藉由此，而形成玻璃質表層皮膜。」的發明。

在專利文獻 5 中，係揭示有一種相關於「一種複合被覆材料，係為被設置在陶瓷構件上之複合被覆材料，其特徵為，具備有：具有開氣孔之陶瓷多孔體、和被含浸於前述開氣孔中之樹脂。」的發明，於其之實施例中，係僅記載有陶瓷多孔體為經由熔射法所形成者。

在專利文獻 6 中，係記載有一種相關於「一種封孔處理陶瓷絕緣層，其特徵為：在經由熔射所得到之陶瓷絕緣

層中，利用氣體與樹脂間之溫度差所致的收縮率之差異，來在產生於此陶瓷絕緣層中之氣孔的入口處形成由熱硬化性樹脂所成之封孔體。」的發明。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[專利文獻 1]日本特開平 11-21187 號公報

[專利文獻 2]日本特開平 8-81258 號公報

[專利文獻 3]日本特開 2003-335589 號公報

[專利文獻 4]日本特開 2001-152307 號公報

[專利文獻 5]日本特開 2003-119087 號公報

[專利文獻 6]日本特開 2002-180233 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

在專利文獻 1 中所記載之發明，係在陶瓷之表面上形成薄膜，並藉由將該薄膜從被洗淨面而剝離，來將成爲粒子之原因的微粒子除去，但是，關於進入至粒界（Grain boundary）、氣孔中之微粒子的除去，係爲困難。

在專利文獻 2 中所記載之發明，係經由 1000~1550℃ 之熱處理，來將成爲粒子之原因的微碎裂作修復，但是，係無法將進入至粒界或是氣孔中之微粒子除去。

在專利文獻 3~6 中所記載之發明，係均爲以對於熔射陶瓷之皮膜形成作爲目的者，而並非爲對於粒子之問題作



解決者。又，專利文獻 3~5，由於係為在陶瓷表面之全面上而使皮膜形成者，因此，係無法發揮陶瓷之功能。

又，在經由陶瓷等之熔射來形成皮膜並減低粒子之方法的情況時，例如針對需要進行週期性的洗淨之構件，由於熔射本身會因為洗淨而從構件剝離，因此，在每一次或數次之洗淨後，係需要再度施加熔射。此一每次洗淨後之熔射費用，係成為裝置之運轉成本上升的重要原因。為了對此成本作削減，係成為需要發明一種恆久有效之處理方法。

本發明者們，係為了解決上述問題，而針對能夠在維持陶瓷燒結體所具有之優良的耐蝕性的同時亦能夠恆久性地防止粒子之產生的方法作了努力研究，其結果，係得到了下述之知識。

(A) 若是將陶瓷燒結體之全面藉由皮膜而作了覆蓋，則係無法發揮陶瓷燒結體原本所具有的功能，而其之作為耐蝕性構件的功能，係成為被皮膜之性能所左右。又，當全面被覆的情況時，係存在有剝離等之耐久性的問題。故而，係以設為並不將陶瓷燒結體之全面（與處理氛圍相接觸之面的全面）作覆蓋的構成為理想。

(B) 粒子之發生原因的其中之一，係在於：在燒成時或研削加工時等之中，由於陶瓷之微粒子的飛散所致者。此些之陶瓷微粒子，係會附著在陶瓷燒結體之表面上，且，就算是使用超音波洗淨等之於先前技術所週知之各種的洗淨方法，要將進入至結晶粒界之空隙、微小氣孔內、

加工傷痕內等處之微粒子完全除去一事，亦為困難。故而，係並非應將殘存於此些之微小空間中的陶瓷粒子除去，而係需要將陶瓷微粒子固定在微小空間內。

(C) 粒子之發生的另外一個原因，係為由於在陶瓷構件中所產生之微碎裂而發生的微小碎片在裝置運轉中脫落所導致者。故而，在陶瓷構件之表面上，係有必要存在用以對於微碎裂所致之微小碎片的脫落作防止的定著材。

(D) 由上述(B)以及(C)之原因所致的粒子，係在裝置運用之較為初期的階段而大量地發生。圖5，係為在將先前技術之陶瓷構件以及於表面上被覆了定著材之陶瓷構件適用在半導體製造裝置中的情況時，對於其使用時間與粒子之發生量間的關係作展示的圖。如圖5中所示一般，當使用了先前技術之陶瓷構件的情況時，粒子之發生量，雖然會隨著持續運用而逐漸的降低，但是，一直到粒子數減少至能夠將構件供以使用的數量為止的期間中，係無法進行製品處理。但是，若是使用被覆了定著材之陶瓷構件，則從初期階段起便能夠降低粒子之發生量。而，定著材雖然會在裝置運用中而減少，但是，由上述(B)以及(C)中所記載之原因所致的粒子，係會隨著持續運用而減少。因此，存在有定著材之陶瓷構件，係能夠恆久性地將粒子之發生量抑制在低水準。

本發明，係為根據上述之知識而進行者，其目的，係在於提供一種：能夠使陶瓷燒結體發揮原本所具有之功能，同時亦不會發生粒子之飛散的陶瓷構件及其製造方法、

以及使用有此種陶瓷構件之真空處理裝置。

[用以解決課題之手段]

本發明，係將下述（1）～（5）中所示之表面處理陶瓷構件、下述（6）以及（7）中所示之表面處理陶瓷構件之製造方法、還有下述（8）中所示之真空處理裝置作為要旨。

（1）一種表面處理陶瓷構件，係為在氣孔率為1%以下之陶瓷燒結體基材的至少一部份處而具備有皮膜形成表面之陶瓷構件，其特徵為：皮膜形成表面，係為由矽烷氧化物化合物共聚物之溶膠凝膠皮膜與基材表面混合存在所成。

（2）如上述（1）所記載之表面處理陶瓷構件，其中，前述溶膠凝膠皮膜之面積率，係為前述皮膜形成表面全體之5~80%。

（3）如上述（1）或（2）所記載之表面處理陶瓷構件，其中，在前述皮膜形成表面上，陶瓷燒結體基材表面之凹部，係選擇性地經由前述溶膠凝膠皮膜而被被覆。

（4）如上述（1）～（3）中之任一者所記載之表面處理陶瓷構件，其中，係被使用在真空處理裝置或是氛圍處理裝置中。

（5）如上述（4）所記載之表面處理陶瓷構件，其中，至少在與處理氛圍相接之部分處，係被形成有前述皮膜形成表面。

(6) 一種表面處理陶瓷構件之製造方法，其特徵為：在氣孔率為 1% 以下之陶瓷燒結體基材表面上，塗布由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠所成的皮膜材，而後，以會使硬化前之皮膜材殘存於陶瓷燒結體表面之凹部中一般的條件，來將皮膜材之一部分除去，並使殘存於陶瓷燒結體表面之凹部中的皮膜材硬化。

(7) 如上述 (6) 所記載之表面處理陶瓷構件之製造方法，其中，皮膜材之一部份的除去，係藉由擦拭而進行。

(8) 一種真空處理裝置，其特徵為：係使用有如上述 (1) ~ (5) 中之任一者所記載之表面處理陶瓷構件。

[發明之效果]

若藉由本發明，則能夠發揮陶瓷燒結體原本所具備之功能、亦即是能夠發揮優良之耐蝕性，同時，能夠對於起因於在燒結、研削加工等時所發生並殘存在陶瓷燒結體表面之氣孔內等的微小空間中之微粒子或是微碎裂而導致的粒子之飛散作防止。進而，若藉由本發明，則從裝置運用之初期階段起，便能夠進行成膜處理等之必要的處理。

【實施方式】

1. 陶瓷燒結體

作為陶瓷燒結體，係為了發揮原本之化學性的安定功能，而使用藉由氣孔率 1% 以下之緻密質而呈現微小組織

者。此係因爲，若是氣孔率超過 1%，則其之機械性特性以及耐蝕性係降低之故。又，當陶瓷熔射被膜的情況時，由於相較於作了緻密的燒結之燒結體，係爲多孔質，且進而在機械性強度爲弱的同時，比表面積亦爲大，因此，在耐蝕性以及耐蝕性上係爲差。故而，由於其係爲容易因脫粒等而導致粒子發生之材料，因此係無法利用在本發明之表面處理陶瓷構件中。

在本發明所使用之陶瓷構件中，雖並未特別限定，但是，係可使用氧化鋁、氧化鈮、氧化鋯、富鋁紅柱石、堇青石、碳化矽、氮化矽、氮化鋁、賽綸陶瓷 (Sialon) 等之一般性的陶瓷材料。其中，特別是以使用在耐蝕性以及耐熱性上爲優良之氧化鋁、氮化鋁、氧化鈮等爲理想。

在陶瓷燒結體之製造方法中，係並未特別作限定，只要採用一般之製造方法即可。例如，係可在平均粒徑爲 $0.01\sim 1\mu\text{m}$ 左右之粉末原料中，添加週知之成形黏結劑，並藉由噴霧乾燥法等之週知的方法來造粒，而後，藉由模具衝壓、CIP (冷均壓成形) 而得到成形體，並將成形體作燒結，而製造之。在粉末原料中，亦可因應於需要而添加週知之燒結助劑。此時，若是氧化物系陶瓷，則係可使用大氣爐。又，若是非氧化物系陶瓷，則可使用真空爐，亦可使用氮、氬等之氛圍燒成爐。

2. 皮膜材料

本發明之表面處理陶瓷構件，係爲在上述之陶瓷燒結

體的表面上，形成由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠所成的皮膜者。此係因為，矽烷氧化物化合物，係在室溫下或是藉由加熱而進行重合反應，並容易的硬化，且在裝置運轉中亦會安定地存在之故。又，亦因為，當被處理之裝置係為由矽系材料所構成的情況時，就算是有飛散的情況，亦難以導致不良影響之故。進而，矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠膜，在能夠使用溶液來形成膜而為簡便之點上，亦具備有優點。

上述之皮膜，係以在存在於陶瓷燒結體之至少於半導體製造裝置等之中而暴露在處理氛圍中的表面處之凹部（結晶粒界之空隙、微小氣孔、加工傷痕等）中選擇性地作填埋，而在凹部以外之部分處則使陶瓷燒結體露出的方式而被形成，陶瓷燒結體之處理表面為由陶瓷燒結體基材之表面與皮膜之表面混合存在所成一事，係為必要條件。於此，所謂處理氛圍，係為處理氣體氛圍（氫氣、氬氣、鹵素氣體等之腐蝕氣體等）、電漿氛圍、熱處理時之真空氛圍等。

如前述一般，在陶瓷燒結體之凹部中，係殘存有微粒子等，又，在燒成工程、加工工程等之中，係會有形成微碎裂的情況。上述之皮膜，係將凹部選擇性地作被覆，並將存在於該處之微粒子捕捉而防止飛散，同時，亦防止由於微碎裂之產生所導致的微小碎片之脫落。另一方面，在耐蝕性上為優良之陶瓷燒結體，則係露出。此陶瓷燒結體作露出之面，由於係為原本便沒有凹陷而為平滑之部分，

爲了在處理表面上使基材表面與皮膜表面混和存在，係可將前述之皮膜材塗布在陶瓷燒結體上，並在其完全硬化前，藉由廢料布等來作擦拭，並使其乾燥、硬化。此作業，雖然就算是僅進行 1 次亦能夠發揮效果，但是，係以進行 2 次以上爲更理想。作爲基材表面，除了研削面以外，亦可爲燒成面、熱處理面、噴砂面等。

於此，在較爲平滑之面（於此面上，係難以殘存微粒子）處，皮膜液係可容易地除去，但是，在凹部（氣孔等）之中，皮膜液係殘存，而此係乾燥、硬化，而陶瓷燒結體之凹部係被作被覆。被形成於凹部之皮膜，由於係藉由投錨（Anchor）效果而被強固地作被覆，因此，係不會有脫落之虞。

[實施例 1]

製作具備有表 1 中所揭示之組成以及氣孔率的各種之陶瓷基材（面粗度爲 $Ra: 0.7 \pm 0.1 \mu m$ ，尺寸爲 $30 mm \times 30 mm \times 2.5 mm$ ），並於此些處塗布表 1 中所示之皮膜材，再藉由廢棄布來作擦拭，而後將所得者作爲試驗片。針對各種試驗片，而求取出了該皮膜之面積率以及粒子之發生個數。又，針對一部份的實施例，係實際地製作半導體製造裝置之真空槽內構件，並安裝在裝置上，而對使用狀況作了調查。

〈皮膜之面積率〉

因此，係容易藉由洗淨等來將微粒子除去，且粒子亦難以發生，因此，於此部分，係為應使陶瓷燒結體露出並讓其發揮原本之功能的部位。

在陶瓷燒結體之處理表面上的皮膜之面積率，係以佔據表面處理面全體之 5~80% 為理想。亦即是，當皮膜之面積率未滿 5% 的情況時，上述之微粒子等的捕捉效果係成為不充分，而有無法防止粒子的飛散之虞，另一方面，若是該面積率超過 80%，則係有無法發揮陶瓷燒結體之原本的功能之虞。

皮膜之面積率，係可藉由以下之方法而求取出來。

(1) 藉由波長分散型之電子探針微分析機 (EPMA) 來對於表面處理陶瓷構件之任意場所而將由來於皮膜材之主要元素 (例如，當 Si 系烷氧化物化合物的情況時，主要元素係為 Si) 的分布比例作映射。

(2) 藉由與上述 (1) 相同之方法，而對於由來於陶瓷基材之主要元素 (例如，當氧化鋁的情況時，主要元素係為 Al) 的分布比例作映射，並確認係成為互補關係。

(3) 由所檢測出之 X 線檢測強度與其之面積比，來求取出由來於皮膜材之主要元素的面積率，並將此作為皮膜之面積率。具體而言，為了將由於 X 線散射、表面性質形狀所致之雜訊的影響除外，係將成為 X 線檢測強度之最大值的 0.20 倍之值作為臨限值，並將 X 線檢測強度劃分為二個區分，而將 X 線檢測強度成為臨限值以上之區域處的面積率，作為皮膜之面積率。

使用 SEM 試驗用濺鍍成膜裝置 (Sanyu-Electron 公司製, SC-704) , 並對試驗片預先進行金蒸鍍, 而形成導電膜, 再藉由分析裝置 (日本電子製, JXA-8100) , 來經由 $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ 視野、加速電壓 15kV 的條件, 而對於 SEM 影像和由來於基材之元素以及由來於皮膜材之元素的分布作掃描, 並作映射顯示。藉由此, 而確認了: 由來於基材之元素以及由來於皮膜材之元素的分布, 係成爲互補關係。而後, 將成爲所檢測出之 X 線檢測強度之最大值的 0.20 倍之值作爲臨限值, 並劃分爲二個區分, 而將 X 線檢測強度成爲臨限值以上之區域處的面積率, 作爲皮膜之面積率。

〈 粒子數 〉

在裝入了純水之燒杯中, 插入各試驗片, 並將此燒杯裝著在具備有超音波發訊機之槽中, 而後, 在室溫下而使其負荷 104kHz 之超音波, 並將在燒杯之純水中所飛散之粒子的數量, 藉由粒子計數器 (測定範圍 $0.5\sim 20\mu\text{m}$) 來作測定, 並將 $1\mu\text{m}$ 以上之粒子的數量展示於表 1 中。

表 1

區分	基材		被膜			評價		
	材料	氣孔率 (%)	材質	塗布次數 (次)	面積率 (%)	粒子數 (個/ml)	實機使用	
本發明例	1	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.1	四乙氧基矽烷	2	16	45	良好
	2	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.3	四乙氧基矽烷	1	48	37	-
	3	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.1	甲基三甲氧基矽烷	3	51	18	良好
	4	AlN(燒結)	0.5	四異丙氧基矽烷	2	64	26	-
	5	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.9	四乙氧基矽烷	2	78	81	-
比較例	1	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.1	-*	-	-	480	產生多數粒子
	2	Y ₂ O ₃ (燒結)	0.2	-*	-	-	560	-
	3	Al ₂ O ₃ (燒結)	0.9	四乙氧基矽烷	1**	100*	19	發生被膜之剝離
	4	Al ₂ O ₃ (燒結)	3.0*	二甲基二甲氧基矽烷+四乙氧基矽烷	2	85*	850	-
	5	Y ₂ O ₃ (熔射)	9.0*	四乙氧基矽烷	1	91*	2697	-
	6	Al ₂ O ₃ (熔射)	17.0*	四異丙氧基矽烷	3	98*	3474	-
	7	AlN(熔射)	1.2*	四異丙氧基矽烷	2	73	240	-

*：指其脫離了藉由本發明所規定了的範圍

**：無擦拭

如表 1 中所示一般，在本發明例 1~5 中，粒子數係為 18~81 個/ml，而為良好。以下，將關於本發明例 1 以及 3 之 SEM 影像、和由來於基材之元素以及由來於皮膜之元素的分布作展示，同時，對於從皮膜由來之元素的分布來求取出皮膜之面積率的手法作具體說明。

於圖 1 中，係展示本發明例 1 之 SEM 影像、和 Al (由來於基材之元素) 以及 Si (由來於皮膜之元素) 之以 X 線檢測強度之最大值作為基準所得的分布，於圖 2 中，係展示本發明例 1 之 SEM 影像、和依據上述之手法而作了 2 區分化之 Si (由來於皮膜之元素) 的分布。另外，圖中

之 SL，係為 SEM 影像，Si 係代表 Si 之分布，Al 係代表 Al 之分布。圖 1、2 之 SEM 影像以及 Al、Si 之分布圖，由於係為同一部分，且係以 1:1 而作對應，因此，係能夠將該些分別作重合。

如圖 1 中所示一般，在本發明例 1 中，Al 與 Si 係成為互補關係，而能夠得知基材表面與皮膜表面係混合存在。又，如圖 2 中所示一般，在 Si 之分布中的 X 線檢測強度之最大值，係為 240，當將該值之 0.20 倍之 48 作為臨限值並劃分為 2 個區分時，在 X 線檢測強度成為臨限值以上之區域處的面積率（皮膜之面積率），係為 16.0%。

於圖 3 中，係展示本發明例 3 之 SEM 影像、和 Al（由來於基材之元素）以及 Si（由來於皮膜之元素）之以 X 線檢測強度之最大值作為基準所得的分布，於圖 4 中，係展示本發明例 3 之 SEM 影像、和依據上述之手法而作了 2 區分化之 Si（由來於皮膜之元素）的分布。另外，圖中之 SL，係為 SEM 影像，Si 係代表 Si 之分布，Al 係代表 Al 之分布。圖 3、4 之 SEM 影像以及 Al、Si 之分布圖，由於係為同一部分，且係以 1:1 而作對應，因此，係能夠將該些分別作重合。

如圖 3 中所示一般，在本發明例 3 中，亦同樣的，Al 與 Si 係成為互補關係，而能夠得知基材表面與皮膜表面係混合存在。又，如圖 4 中所示一般，在 Si 之分布中的 X 線檢測強度之最大值，係為 310，當將該值之 0.20 倍之 62 作為臨限值並劃分為 2 個區分時，在 X 線檢測強度成

為臨限值以上之區域處的面積率（皮膜之面積率），係為 50.9%。

另一方面，比較例 1，係為將氧化鋁作為基材而使用之例，比較例 2，係為將被週知為耐蝕性高之材料的氧化釷（ Y_2O_3 ）作為基材而使用之例，但是，由於兩者均未形成皮膜，因此，粒子數係為多。又，在將皮膜形成於全面上之比較例 3 中，雖然起初之粒子數係為少，但是，若是作為半導體製造裝置之處理室構件而使用了 2 小時，則係發生剝離，而粒子數係急遽增加。比較例 4~7，雖然均為在基材中使用熔射陶瓷者，但是，該些之氣孔率係均為大，就算是使皮膜形成，亦無法得到使粒子數減少的效果。

[實施例 2]

針對表 1 中所示之本發明例 3 以及比較例 1，係作為在半導體製造裝置電漿處理槽中所使用之防著板而作設置，並使用粒子計數器（KLA-Tencor 公司製 SPI）來對於粒子之發生數作了調查。該調查，係對於 25 枚之晶圓而進行電漿處理，並對於第 1、第 5、第 10、第 15、第 20 以及第 25 枚之合計 6 枚的晶圓，而對於存在於晶圓上之 $1\mu m$ 以上的粒子數作了測定。將其結果展示於表 2。又，針對本發明例 3 之陶瓷構件，係將在通常維修時而成為需要之洗淨進行 5 次，並再度安裝於裝置上，再藉由與上述相同之方法來對粒子之發生數作了調查。將其結果，作為本發明例 6 而一併記載於表 2。

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98127987

※申請日：98年08月19日

※IPC分類：C04B 41/82 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

H01L 24/30 (2006.01)

表面處理陶瓷構件，其製造方法，以及真空處理裝置

二、中文發明摘要：

一種表面處理陶瓷構件，係為在氣孔率為 1% 以下之陶瓷燒結體基材的至少一部份處而具備有皮膜形成表面之陶瓷構件，其皮膜形成表面，係為由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠皮膜與基材表面混合存在所成，具體而言，前述溶膠凝膠皮膜之面積率，係為皮膜形成表面全體之 5~80%。此表面處理陶瓷構件，係具備有優良的耐蝕性，且不會有粒子之飛散。

三、英文發明摘要：

圖 1

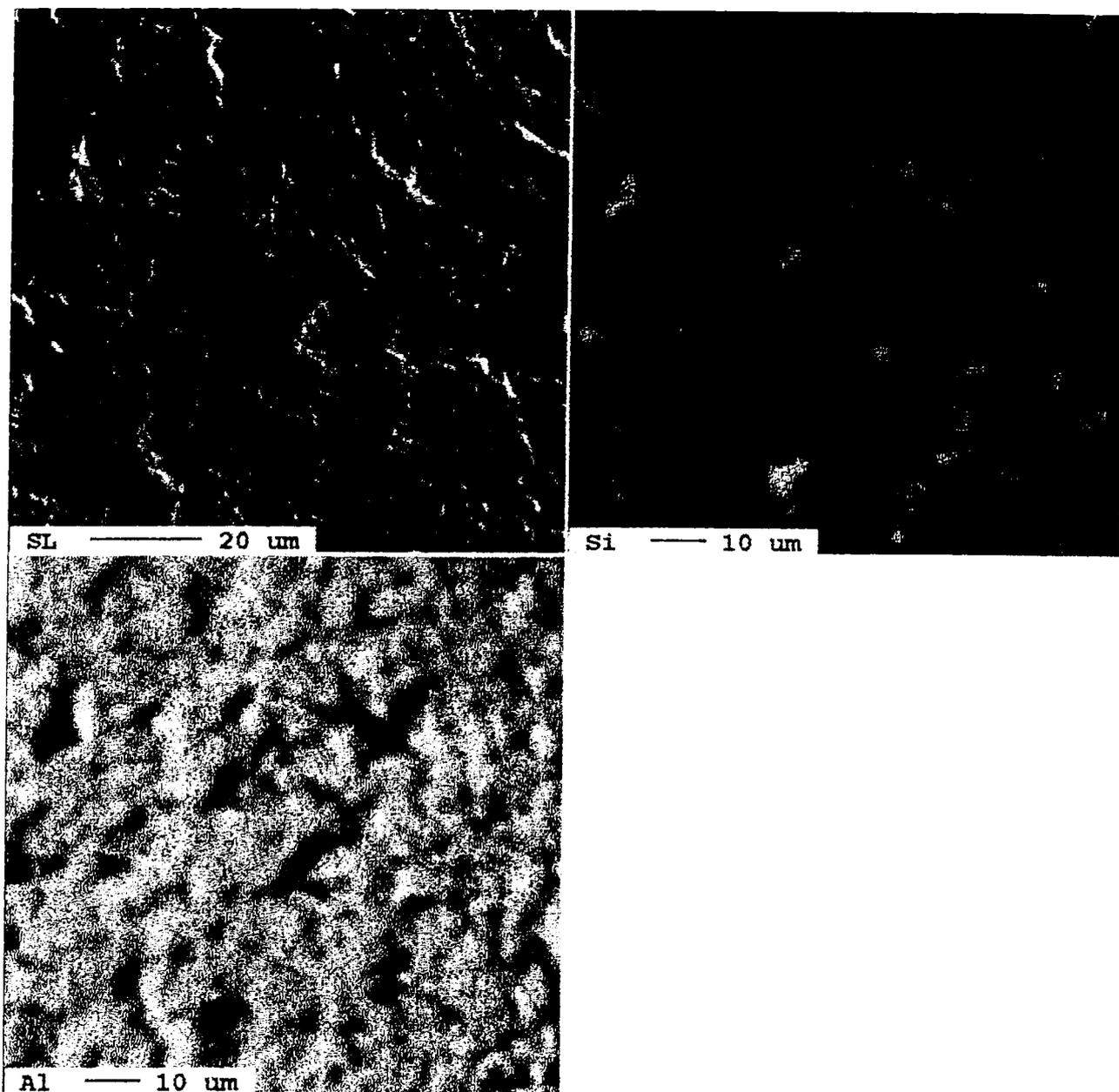
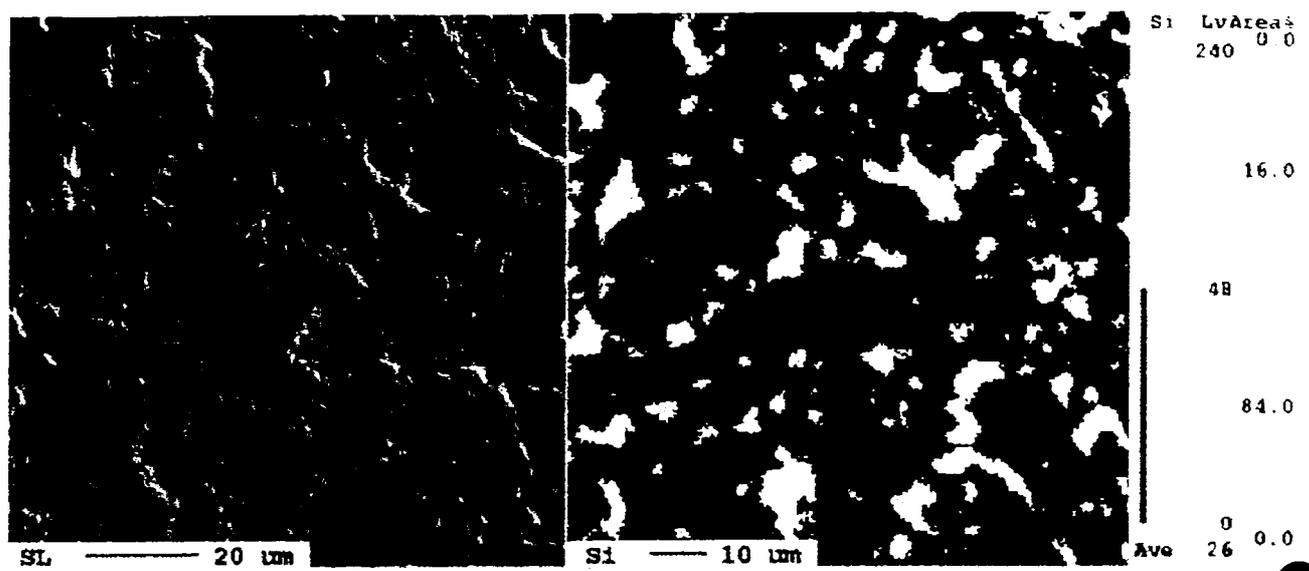


圖 2



【(x) 3】

圖 3

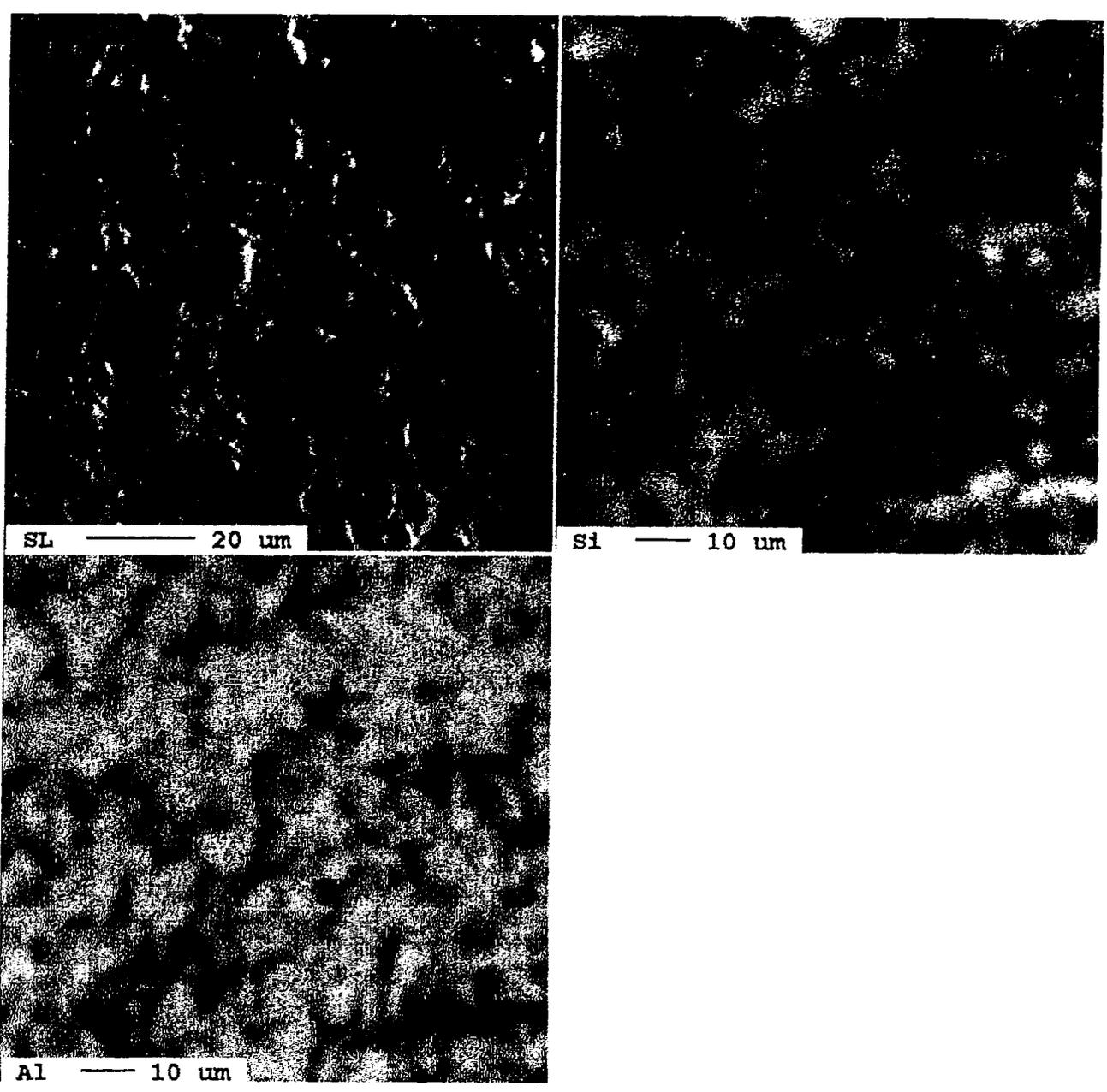


圖 4

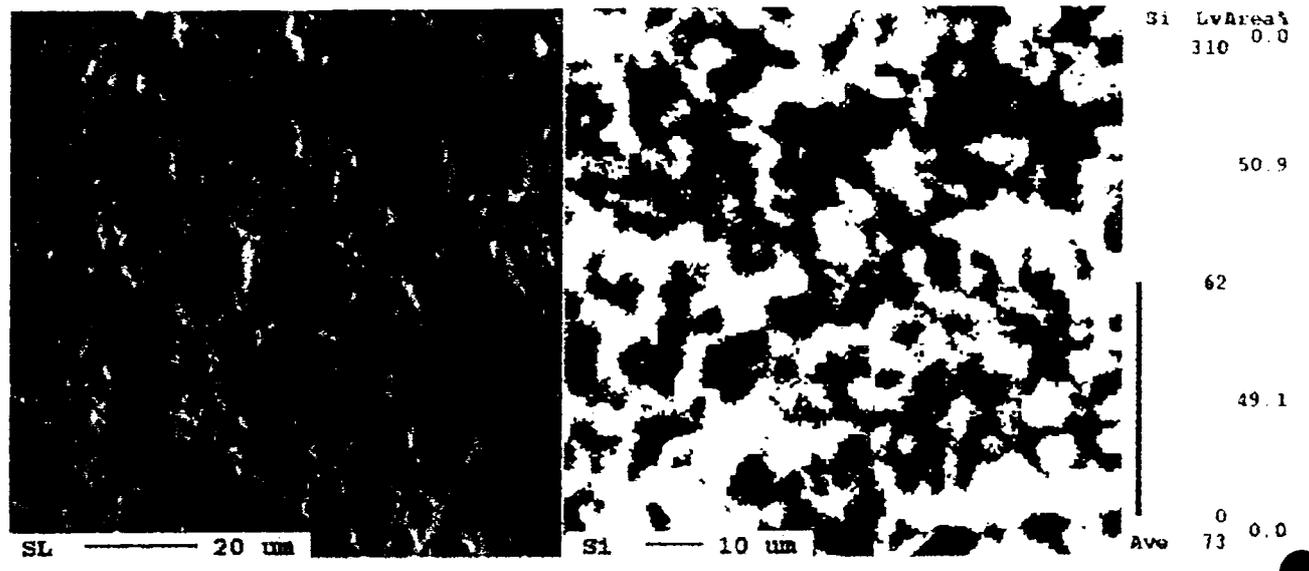
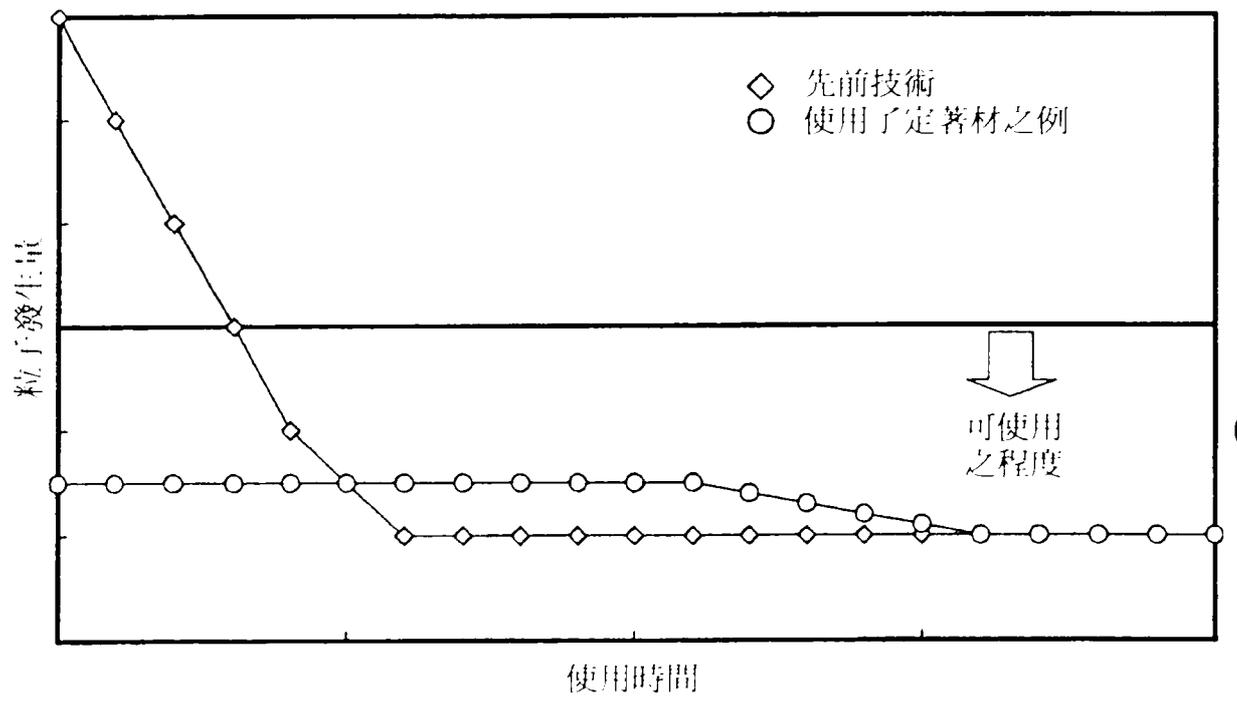


圖 5



四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第 1 圖。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

表 2

區分	#1	#5	#10	#15	#20	#25	平均
比較例 1	8	12	20	21	22	18	16.8
本發明例 3	0	0	6	0	0	0	1.0
本發明例 6	0	1	6	9	4	0	3.3

如表 2 中所示一般，在比較例 1 之陶瓷構件中，在任一之晶圓處，粒子均係以平均 16.8 個而附著有多數，但是，在本發明例 3 之陶瓷構件中，平均係為 1.0 個，而幾乎沒有粒子之附著。又，就算是在實施了 5 次之洗淨的本發明例 6 之陶瓷構件中，亦為平均 3.3 個而為少，故能夠確認到，就算是在洗淨後，本發明之效果亦仍係被維持。

[產業上之利用可能性]

若藉由本發明，則能夠發揮陶瓷燒結體原本所具備之功能、亦即是能夠發揮優良之耐蝕性，同時，能夠對於起因於在燒結、研削加工等時所發生並殘存在陶瓷燒結體表面之氣孔內等的微小空間中之微粒子或是微碎裂而導致的粒子之飛散作防止。故而，本發明之表面處理陶瓷構件，係最適合於作為在例如半導體裝置製造裝置、液晶顯示器製造裝置、精密分析機器之加熱單元等之中而會暴露在高溫氛圍、處理氣體氛圍或是電漿氛圍等之中的構件來使用。

【圖式簡單說明】

[圖 1]本發明例 1 之 SEM 影像，以及 Al（由來於基材之元素）和 Si（由來於皮膜之元素）的分布。

[圖 2]本發明例 1 之 SEM 影像，以及根據上述之手法而作了二分化的 Si（由來於皮膜之元素）之分布。

[圖 3]本發明例 3 之 SEM 影像，以及 Al（由來於基材之元素）和 Si（由來於皮膜之元素）的分布。

[圖 4]本發明例 3 之 SEM 影像，以及根據上述之手法而作了二分化的 Si（由來於皮膜之元素）之分布。

[圖 5]在將先前技術之陶瓷構件以及於表面上被覆了定著材之陶瓷構件適用在半導體製造裝置中的情況時，對於其使用時間與粒子之發生量間的關係作展示的圖。

七、申請專利範圍：

1. 一種表面處理陶瓷構件，係為在氣孔率為 1% 以下之陶瓷燒結體基材的至少一部份處而具備有皮膜形成表面之陶瓷構件，其特徵為：

皮膜形成表面，係為由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠皮膜與基材表面混合存在所成，

前述溶膠凝膠皮膜之面積率，係為前述皮膜形成表面全體之 5~80%，

在前述皮膜形成表面上，陶瓷燒結體基材表面之凹部，係選擇性地經由前述溶膠凝膠皮膜而被被覆。

2. 如申請專利範圍第 1 項中之任一項所記載之表面處理陶瓷構件，其中，係被使用在真空處理裝置或是氛圍處理裝置中。

3. 如申請專利範圍第 2 項所記載之表面處理陶瓷構件，其中，至少在與處理氛圍相接之部分處，係被形成有前述皮膜形成表面。

4. 一種表面處理陶瓷構件之製造方法，其特徵為：

在氣孔率為 1% 以下之陶瓷燒結體基材表面上，塗布由矽烷氧化物化合物聚合物之溶膠凝膠所成的皮膜材，而後，以會使硬化前之皮膜材殘存於陶瓷燒結體表面之凹部中一般的條件，來將皮膜材之一部分除去，並使殘存於陶瓷燒結體表面之凹部中的皮膜材硬化。

5. 如申請專利範圍第 4 項所記載之表面處理陶瓷構件之製造方法，其中，皮膜材之一部份的除去，係藉由擦拭

而進行。

6. 一種真空處理裝置，其特徵為：係使用有如申請專利範圍第 1~3 項中之任一項所記載之表面處理陶瓷構件。