

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-178665

(P2017-178665A)

(43) 公開日 平成29年10月5日(2017.10.5)

(51) Int.Cl. F 1
C O 4 B 38/00 (2006.01) C O 4 B 38/00 3 O 3 Z テーマコード (参考)
4 G O 1 9

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2016-67791 (P2016-67791)
(22) 出願日 平成28年3月30日 (2016. 3. 30)

(71) 出願人 000006633
京セラ株式会社
京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地
(72) 発明者 馬目 威男
京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地
京セラ株式会社内
F ターム (参考) 4G019 FA15

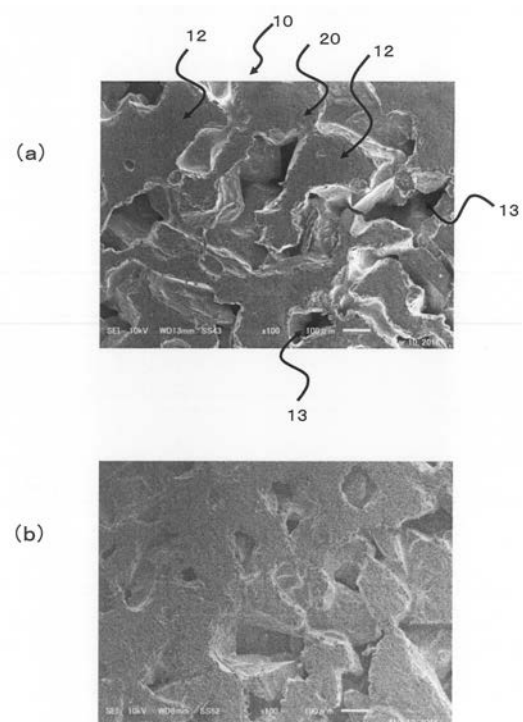
(54) 【発明の名称】 多孔質セラミックスおよびガス分散板ならびに吸着用部材

(57) 【要約】

【課題】 パーティクルの付着を抑制することができる多孔質セラミックスを提供する。

【解決手段】 表面の少なくとも一部に、粗さ曲線における 25% の負荷長さ率での切断レベルと、前記粗さ曲線における 75% の負荷長さ率での切断レベルとの差を表す、前記粗さ曲線における切断レベル差 (R δ c) の平均値が、1 μ m 以下 (但し、0 μ m を除く) である領域を有することを特徴とする多孔質セラミックスを提供する。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

表面の少なくとも一部に、

粗さ曲線における 25% の負荷長さ率での切断レベルと、前記粗さ曲線における 75% の負荷長さ率での切断レベルとの差を表す、前記粗さ曲線における切断レベル差 ($R_{\delta c}$) の平均値が、1 μm 以下 (但し、0 μm を除く) である領域を有することを特徴とする多孔質セラミックス。

【請求項 2】

前記領域の前記粗さ曲線における二乗平均平方根粗さ (R_q) の平均値が 2 μm 以下 (但し、0 μm を除く) であることを特徴とする請求項 1 に記載の多孔質セラミックス。

10

【請求項 3】

前記領域の前記粗さ曲線における最大山高さ (R_p) の平均値が 8 μm 以下 (但し、0 μm を除く) であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の多孔質セラミックス。

【請求項 4】

請求項 1 乃至請求項 3 のいずれかに記載の多孔質セラミックスを主成分とする板部材を有し、

前記板部材の一方主面から他方主面に向けてガスを供給することで、前記多孔質セラミックス内でガスを分散させて前記他方主面から前記ガス放出するガス分散板であって、前記他方主面の少なくとも一部に前記領域を備えることを特徴とするガス分散板。

20

【請求項 5】

請求項 1 乃至請求項 3 のいずれかに記載の多孔質セラミックスを主成分とする板部材を有し、

前記板部材の一方主面の側から前記多孔質セラミックス内の気体を吸引して、前記他方主面に配置された対象物を吸着する吸着用部材であって

前記他方主面の少なくとも一部に前記領域を備えることを特徴とする吸着用部材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、多孔質セラミックスおよびガス分散板ならびに吸着用部材に関するものである。

30

【背景技術】

【0002】

従来、ガス分散板には多孔質セラミックスと緻密質セラミックスとを接合した接合体が用いられている。このような接合体を得るための製造方法の例として、特許文献 1 では、平均粒径が 10 ~ 50 [μm] であるセラミックス粗粒の成形体を加圧焼結させ、多孔質セラミックスを得る第 1 焼結工程と、平均粒径が 0.1 ~ 1 [μm] であるセラミックス微粒の環状成形体に多孔質セラミックスを嵌め込み、環状成形体を緻密化させるとともに、環状の緻密質セラミックスと多孔質セラミックスとを直接接合させる第 2 焼結工程と、を含むセラミック接合体の製造方法が提案されている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2012-236762 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

特許文献 1 で提案された製造方法によって得られるガス分散板の多孔質セラミックスの主面は、焼き肌面であって表面の凹凸が大きい。この凹凸にはパーティクル等が引っ掛かり易く、多孔質セラミックスの主面にはパーティクルが付着し易かった。付着したパーテ

50

ィクルは、気体等が多孔質セラミックスに供給された場合などに、多孔質セラミックスの表面から離れ、処理装置内部を汚染しやすいという問題があった。上述したような問題は、真空チャック等の吸着用部材においても同様に発生していた。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本開示は、表面の少なくとも一部に、粗さ曲線における25%の負荷長さ率での切断レベルと、前記粗さ曲線における75%の負荷長さ率での切断レベルとの差を表す、前記粗さ曲線における切断レベル差(R δ c)の平均値が、1 μ m以下(但し、0 μ mを除く)である領域を有することを特徴とする多孔質セラミックスを提供する。

【発明の効果】

10

【0006】

本開示の多孔質セラミックスは、パーティクル等の付着が抑制されている。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1】多孔質セラミックスの表面写真であり、(a)は本実施形態の多孔質セラミックス表面の電子顕微鏡写真であり、(b)は多孔質セラミックス表面の比較例の電子顕微鏡写真である。

【図2】図2(a)は図1(a)の一部の拡大写真であり、図2(b)は図1(b)の一部の拡大写真である。

【図3】本実施形態のガス分散板の一実施形態を説明する図であり、(a)は斜視図であり、(b)は断面図である。

20

【図4】本実施形態の吸着用部材の一実施形態を説明する図であり、(a)は斜視図であり、(b)は断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0008】

以下、図面を参照して、本発明の実施形態について詳細に説明する。図1は、多孔質セラミックスの表面写真であり、(a)は本実施形態の多孔質セラミックス10の一例の表面の電子顕微鏡写真であり、(b)は多孔質セラミックス表面の比較例の電子顕微鏡写真である。図2(a)は図1(a)の一部の拡大写真であり、図2(b)は図1(b)の一部の拡大写真である。本実施形態の多孔質セラミックスは、例えば、ガス分散板および吸着用部材の一部として用いられる。

30

【0009】

本実施形態の多孔質セラミックス10は、少なくとも表面の一部に、粗さ曲線における25%の負荷長さ率での切断レベルと、この粗さ曲線における75%の負荷長さ率での切断レベルとの差を表す、この粗さ曲線における切断レベル差(R δ c)の平均値が、1 μ m以下(但し、0 μ mを除く)である領域20を有する。領域20は、例えばセラミックス10の表面の、2.6mm $\times$ 2mm四方の範囲をいう。より具体的には、本実施形態の多孔質セラミックスの表面における領域とは、電子顕微鏡またはレーザー顕微鏡を用い、倍率を100倍として観察した表面のうち、その表面の特徴を示す代表的な表面状態を示す2.6mm $\times$ 2mm四方の領域をいう。

40

【0010】

本明細書の切断レベル差とは、JIS B0601:2001で規定されている、粗さ曲線における切断レベル差(R δ c)に対応する。すなわち、本実施形態の多孔質セラミックスはより詳細には、少なくとも表面の一部に、粗さ曲線Rにおける25%の負荷長さ率R m_r 1での、この粗さ曲線Rの切断レベルC(R r_m 1)と、粗さ曲線Rにおける75%の負荷長さ率R m_r 2での、この粗さ曲線Rの切断レベルC(R r_m 2)との、粗さ曲線の高さ方向の差を表す、粗さ曲線の切断レベル差(R δ c)(以降、単に、切断レベル差(R δ c')ともいう)が、1 μ m以下(但し、0 μ mを除く)である領域を有する。

【0011】

50

負荷長さ率 R_{mr} とは、以下の式 (1) に示されるように、JIS B 0601:2001 で規定されている粗さ曲線から、その平均線の方向に基準長さ L だけ抜き取り、この抜き取り部分の粗さ曲線を山頂線に平行な切断レベルで切断したときに得られる切断長さ $\eta_1, \eta_2, \dots, \eta_n$ の和 (負荷長さ η_p) の、基準長さ L に対する比を百分率で表した値であり、高さ方向およびこの高さ方向に垂直な方向の表面性状を示すものである。本実施形態での基準長さ L は、例えば $50 \mu\text{m} \sim 250 \mu\text{m}$ の範囲、好ましくは $200 \mu\text{m}$ に設定すればよい。

【0012】

$$R_{mr} = \eta_p / L \times 100 \dots (1)$$

$$\eta_p : \eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_n$$

10

このような負荷長さ率 R_{mr} に対応する、2種類の負荷長さ率それぞれに対応する切断レベル $C(R_{mr})$ 、およびこれら切断レベル $C(R_{mr})$ 同士の差を表す切断レベル差 ($R_{\delta c}$) も、表面の高さ方向およびこの高さ方向に垂直な方向の表面性状に対応する。切断レベル差 ($R_{\delta c}'$) が大きい場合、測定の対象とする表面の凹凸は大きい、小さい場合には、その表面の凹凸は小さく比較的平坦といえる。

【0013】

本実施形態では、粗さ曲線における切断レベル差 ($R_{\delta c}$)、二乗平均平方根粗さ (R_q) および最大山高さ (R_p) は、いずれも JIS B 0601:2001 に準拠した測定モードを有するレーザー顕微鏡装置 (例えば、(株)キーエンス社製 (VK-9510)) を用いて求めてもよい。レーザー顕微鏡 VK-9510 を用いる場合、例えば、測定モードをカラー超深度、測定倍率を 1000 倍、1箇所当りの測定範囲を $280 \mu\text{m} \times 210 \mu\text{m}$ 、測定ピッチを $0.05 \mu\text{m}$ 、 λ_s 輪郭曲線フィルタを $2.5 \mu\text{m}$ 、 λ_c 輪郭曲線フィルタを 0.08mm として測定範囲毎に上記各表面性状を示す値を求めればよい。

20

【0014】

セラミック多孔質体の表面の領域 20 での平均値とは、例えばセラミックス 10 の表面の、 $2.6 \text{mm} \times 2 \text{mm}$ 四方の領域 20 内でそれぞれ異なる 10 箇所を測定し、求められた 10 箇所の測定値の算術平均値のことをいう。10 箇所の測定箇所は、レーザー顕微鏡による観察画像 (倍率 100 倍での画像) において、セラミックス粒子間 12 に存在する空隙 13 (図 1 参照) を外した位置を選べばよい。

【0015】

30

図 1 (a) および図 2 (a) に電子顕微鏡写真で示した多孔質セラミックス 10 の表面は、切断レベル差 ($R_{\delta c}'$) の平均値が $1 \mu\text{m}$ 以下である領域 20 を有する。一方、図 1 (b) および図 2 (b) に電子顕微鏡写真で示した多孔質セラミックスの表面は、このような領域を有していない。

【0016】

図 1 (b) および図 2 (b) に示す写真では、多孔質セラミックスを構成するセラミックス粒子 12 の表面に細かな凹凸が表れていることが分かるが、図 1 (a) および図 2 (a) に示す写真では、多孔質セラミックス 10 を構成するセラミックス粒子 12 の表面は、このような細かな凹凸は存在せず平坦になっている。本実施形態の多孔質セラミックス 10 は、表面に露出したセラミックス粒子 12 の表面のほぼ全てに、切断レベル差 ($R_{\delta c}'$) の平均値が $1 \mu\text{m}$ 以下である領域 20 を有する。いいかえると、多孔質セラミックス 10 は、表面が全面的に領域 20 となっている。

40

【0017】

図 1 (a) および図 2 (a) に示す写真の多孔質セラミックス 10 は、これら領域 20 に対応する表面部分がいわゆる鏡面状になっている。このような鏡面状の表面を有する多孔質セラミックスは従来得られていなかった。図 1 (a) および図 2 (a) の多孔質セラミックス 10 における鏡面とは、いわゆる光沢をもった表面である。光沢をもった表面とは、自然光等の白色光に当たった際の反射の程度が大きく、輝きを呈する表面をいう。より具体的には、自然光を照射しても不要な散乱が少ない表面であり、可視光を散乱させるような、可視光の波長範囲の大きさの凹凸が少ない状態の表面である。

50

【0018】

図1(a)および図2(a)に示す表面のうち、切断レベル差($R\delta c'$)の平均値が $1\mu m$ 以下(但し、 $0\mu m$ を除く)である領域20は、散乱が特に少なく、反射によって生じる表面の光沢が強い。光沢が強いので、付着したゴミ等を比較的容易に判別することができる。併せて、上記領域20は比較的平坦であり、この領域20にはパーティクル等のゴミが付着し難い。このため、この領域20からパーティクル等が発生し難く、この領域20に載置された対象物等へのパーティクルの付着等も抑制されている。

【0019】

本実施形態の多孔質セラミックス10は、この領域20の粗さ曲線における二乗平均平方根粗さ(Rq)の平均値が $2\mu m$ 以下(但し、 $0\mu m$ を除く)である。このような多孔質セラミックス10は、表面の細かい凹凸における局所的な傾斜が緩やかであり、細かいパーティクルが凹凸に引っかかり難いので、パーティクルがより付着し難い。

【0020】

また、本実施形態の多孔質セラミックス10は、この領域の粗さ曲線における最大山高さ(Rp)の平均値が $8\mu m$ 以下(但し、 $0\mu m$ を除く)である。このような多孔質セラミックス10は、表面の細かい凹凸が小さいため、パーティクルがさらに凹凸に引っかかり難いので、パーティクルがより付着し難い。

【0021】

なお、本実施形態の多孔質セラミックス10は、連続した三次元網目構造を有する気孔を備え、例えば、気孔率が25体積%以上50体積%以下である。この気孔率はアルキメデス法を用いて求めることができる。また、多孔質セラミックス10の平均気孔径は、 $20\mu m$ 以上 $100\mu m$ 以下であることが好適である。この平均気孔径は、JIS R 1655:2003に準拠した水銀圧入法により求めることができる。

【0022】

また、本実施形態の多孔質セラミックス10は、例えば、酸化アルミニウム、炭化珪素、窒化珪素、コーゼライトまたはムライトを主成分とするセラミックスである。

【0023】

本実施形態の多孔質セラミックス10および後述する緻密質セラミックスにおける主成分とは、それぞれのセラミックスを構成する成分の含有量の合計100質量%のうち、50質量%を超える成分をいう。

【0024】

それぞれのセラミックスを構成する成分は、まず、X線回折装置を用いて同定する。次に、ICP(Inductively Coupled Plasma)発光分光分析装置(ICP)または蛍光X線分析装置(XRF)を用いて金属元素の含有量を測定する。そして、金属元素の含有量はX線回折装置を用いて同定された化合物の成分に換算することにより求められ、主成分の含有量も求められる。

【0025】

図3は、本実施形態の多孔質セラミックス10が、ガス分散板としてガス導入部材2に装着された状態の一例を示す、(a)は斜視図であり、(b)は断面図である。

【0026】

本実施形態のガス分散板は、上述の多孔質セラミックス10を主成分とする板部材1b(ガス分散部1bともいう)を有し、板部材1bの一方主面1Aから他方主面1Bに向けてガスを供給することで、多孔質セラミックス10内でガスを分散させて他方主面1Bからガスを放出するガス分散板であって、他方主面1Bの少なくとも一部に領域20を備える。ガス分散板1は、緻密質セラミックスからなる枠状部1aを有し、枠状部1aの内側にガス分散部1bが配置されている。

【0027】

ガス導入部材2は、緻密質セラミックスからなり、上方に向って開口する凹部2aと、下面から凹部2aの底面まで貫通するガス導入孔2bとを備えてなる。ガス分散板1は、凹部2a内に収容され、接合あるいは嵌合によって固定されている。枠状部1aおよびガ

10

20

30

40

50

ス導入部材 2 を構成する緻密質セラミックスは、例えば、酸化アルミニウム、炭化珪素、窒化珪素、コーゼライトまたはムライトを主成分とする、相対密度が 98 体積% 以上のセラミックスである。

【0028】

ガス分散板 1 がガス導入部材 2 に配置されて構成された、図 3 に示すガス導入装置では、ガス導入孔 2 b を通じて板部材 1 b の一方主面 1 A から他方主面 1 B に向けてガスを供給する。供給されたガスは、多孔質セラミックス 10 内で分散されて他方主面 1 B から放出される。ガス分散板 1 は、他方主面 1 B に、切断レベル差 (R δ c) の平均値が 1 μ m 以下 (但し、0 μ m を除く) である領域 20 を有するので、他方主面 1 B へのパーティクルの付着が少なく、多孔質セラミックス 10 を通過したガスによるパーティクルの巻き上げも少ない。このため、図 3 に示すガス導入装置では、他方主面 1 B の周辺環境の汚染が抑制されている。

10

【0029】

図 4 は、本実施形態の吸着用部材の一例である真空チャックを示す、(a) は斜視図であり、(b) は断面図である。

【0030】

図 4 に示す真空チャック 5 は、多孔質セラミックス 10 を主成分とする板部材 4 (吸着部 4 ともいう) を有し、板部材 4 の一方主面 4 A の側から多孔質セラミックス 10 内の気体を吸引して、他方主面 4 B に配置された対象物を吸着する吸着用部材であって、他方主面 4 B の少なくとも一部に領域 20 を備える。

20

【0031】

真空チャック 5 は、緻密質セラミックスからなる凹部 3 a を備える。吸着部 4 は、凹部 3 a 内に収容されている。この吸着部 4 は、他方主面 4 B が、例えば半導体ウエハ等の被吸着物 (不図示) を吸着する吸着面となっている。また、支持部 3 は吸引路 3 b を備えている。支持部 3 を構成する緻密質セラミックスは、例えば、酸化アルミニウム、炭化珪素、窒化珪素、コーゼライトまたはムライトを主成分とする、相対密度が 98 体積% 以上のセラミックスである。

【0032】

図 4 に示す真空チャック 5 では、吸引路 3 b を通じて板部材 4 の一方主面 4 A の側から多孔質セラミックス 10 内の気体を吸引して、他方主面 4 B に配置された対象物を吸着する。載置された対象物は、他方主面 4 B に比較的強い力で吸い付けられる。他方主面 4 B にパーティクル等が付着している場合は、このパーティクルが対象物に付着し易い。真空チャック 10 の板部材 4 は、吸着面である他方主面 4 B に、切断レベル差 (R δ c) の平均値が 1 μ m 以下 (但し、0 μ m を除く) である領域 20 を有するので、他方主面 4 B から対象物へのパーティクルの付着が少ない。このため、図 4 に示す真空チャック 10 では、吸着する対象物の汚染が抑制されている。また板部材 4 は、表面の細かい凹凸における局部的な傾斜が緩やかであり、かつ表面の細かい凹凸の大きさが小さいため、吸着した対象物に与える局所的な外力が抑制されており、対象物に生じる傷や欠けが少ない。

30

【0033】

次に、本実施形態の多孔質セラミックスの製造方法の一例について説明する。まず、主面が焼き肌面である円板形状の多孔質セラミックスと、多孔質セラミックスの周囲を囲む環状の緻密質セラミックスとを準備する。

40

【0034】

環状の緻密質セラミックスは、後述する研磨で、多孔質セラミックスの研磨速度を制御するために用いられるものであり、研磨後に緻密質セラミックスが不要となる場合には、円筒研削盤等で緻密質セラミックスを削除すればよい。

【0035】

次に、多孔質セラミックスと緻密質セラミックスとを組み合わせる円板状部材を形成し、この円板状部材を研磨治具上に配置して接着して固定する。この円板状部材では、多孔質セラミックスの外周面と、環状の緻密質セラミックスの内周面とが当接している。

50

【0036】

この状態で、まず平均粒径が $8\mu\text{m}$ 以上 $12\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド砥粒と、鍛鉄または鋳鉄製の研磨定盤とを用いて第1の研磨を行う。次に、平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以上 $6\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド砥粒と、銅製または鋳鉄製の研磨定盤とを用いて第2の研磨を行う。第1の研磨および第2の研磨に用いられる研磨定盤は、特に、球状黒鉛含有鋳鉄製であることが好適である。

【0037】

最後に、平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド砥粒と、錫製または錫鉛合金製の研磨定盤を用いて第3の研磨を行った後、研磨治具から多孔質セラミックスを取り外すことによって、本実施形態の多孔質セラミックスを得ることができる。

10

【0038】

ここで、領域の粗さ曲線における二乗平均平方根粗さ(R_q)の平均値が $2\mu\text{m}$ 以下(但し、 $0\mu\text{m}$ を除く)である多孔質セラミックスを得るには、平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド砥粒と、錫製の研磨定盤を用いればよい。

【0039】

また、領域の粗さ曲線における最大山高さ(R_p)の平均値が $8\mu\text{m}$ 以下(但し、 $0\mu\text{m}$ を除く)である多孔質セラミックスを得るには、平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下のダイヤモンド砥粒と、錫製の研磨定盤を用いればよい。

【0040】

次に、本実施形態のガス分散板の製造方法の一例について説明する。

20

【0041】

まず、主面が焼き肌面である円板形状の多孔質セラミックスと、環状(棒状)の緻密質セラミックスの生成形体との組立体(前駆体)を準備する。この組立体を所定温度および所定時間だけ昇温して緻密質セラミックスの生成形体を焼成し、多孔質セラミックスの外周面と緻密質セラミックスの内周面とが直接接合したセラミック接合体を形成する。

【0042】

このセラミック接合体を、緻密質セラミックスからなり、上方に向って開口する凹部2aを備えるガス導入部材2の、凹部2a内に配置して固定する。そして、セラミック接合体とガス導入部材2との組立体を研磨治具に固定して、上述した研磨方法によって研磨することによって、ガス導入部材に収容された、本実施形態のガス分散板を得ることができる。

30

【0043】

本発明は前述した実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更、改良、組合せ等が可能である。

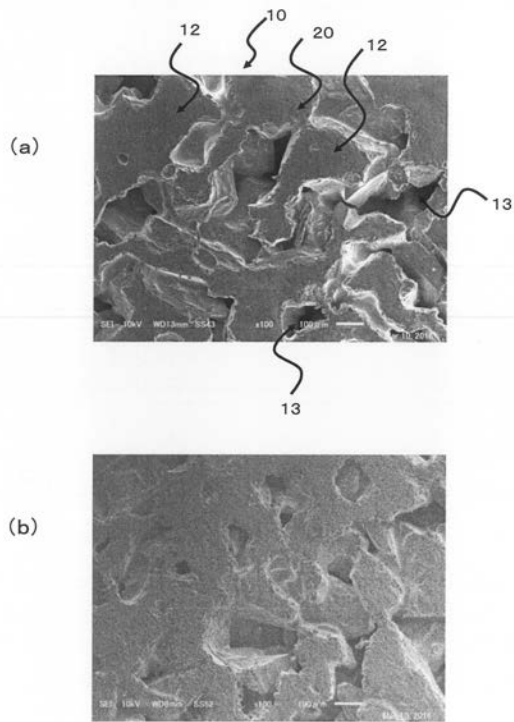
【符号の説明】

【0044】

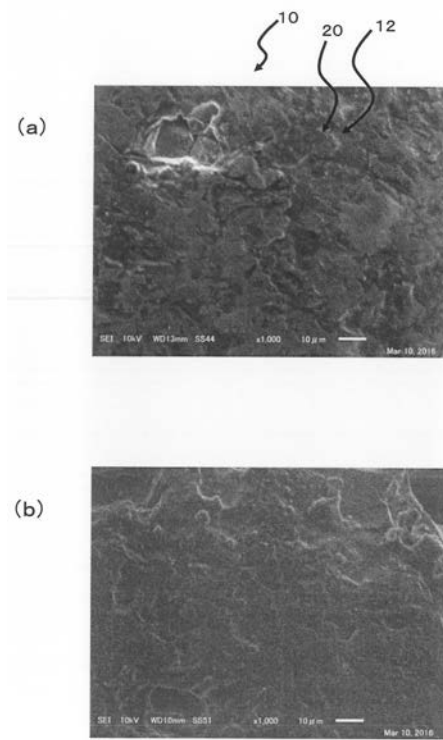
- 10 多孔質セラミックス
- 12 セラミックス粒子
- 13 空隙
- 20 領域

40

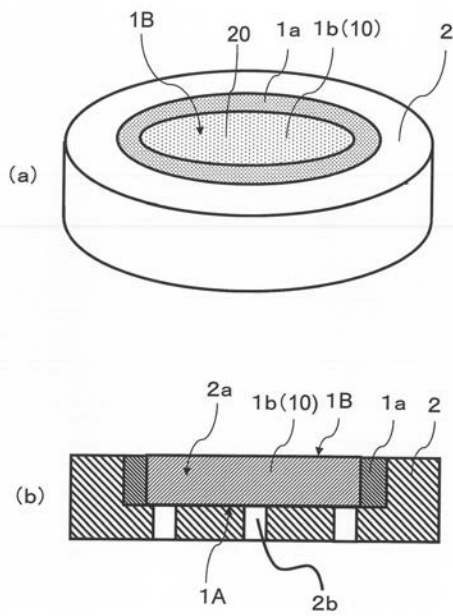
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図 4】

