

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3980262号
(P3980262)

(45) 発行日 平成19年9月26日(2007.9.26)

(24) 登録日 平成19年7月6日(2007.7.6)

(51) Int.C1.

F 1

C03B	32/00	(2006.01)	C03B	32/00	
H01L	21/673	(2006.01)	H01L	21/68	U
H01L	21/683	(2006.01)	H01L	21/68	N
H01J	9/38	(2006.01)	H01J	9/38	A
H01J	11/02	(2006.01)	H01J	11/02	Z

請求項の数 6 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2000-332574 (P2000-332574)
 (22) 出願日 平成12年10月31日 (2000.10.31)
 (65) 公開番号 特開2002-137929 (P2002-137929A)
 (43) 公開日 平成14年5月14日 (2002.5.14)
 審査請求日 平成16年7月13日 (2004.7.13)

(73) 特許権者 000004064
 日本碍子株式会社
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
 (73) 特許権者 000237868
 エヌジーケイ・アドレック株式会社
 岐阜県可児郡御嵩町美佐野3040番地
 (74) 代理人 100088616
 弁理士 渡邊 一平
 (72) 発明者 木下 寿治
 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 小倉 繁
 岐阜県可児郡御嵩町美佐野3040番地
 エヌジーケイ・アドレック株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 SiC質熱処理用治具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板を熱処理する際に、当該ガラス質板を載置するために用いる熱処理用治具であって、

SiCからなる相を50重量%以上含有し、熱伝導率が10W/mK以上、見掛気孔率が3~25%、熱膨張係数が 3.8×10^{-6} /~ 5.5×10^{-6} /であることを特徴とするSiC質熱処理用治具。

【請求項2】

副相として金属Siを含有する請求項1記載のSiC質熱処理用治具。

【請求項3】

表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板を熱処理する際に、当該ガラス質板を載置するために用いる熱処理用治具であって、

粒径が3.5mm以下のSiC粒子を50重量%以上含有し、熱伝導率が10W/mK以上、見掛気孔率が3~25%、熱膨張係数が 3.8×10^{-6} /~ 5.5×10^{-6} /であることを特徴とするSiC質熱処理用治具。

【請求項4】

副相としてSiO₂質を含有する請求項3記載のSiC質熱処理用治具。

【請求項5】

副相としてSi₃N₄質及びSi₂ON₂質を含有する請求項3記載のSiC質熱処理用治具。

【請求項 6】

副相として金属 Si を含有する請求項 3 記載の SiC 質熱処理用治具。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、プラズマディスプレイパネル用ガラス基板のように、表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板を熱処理するに際して、当該ガラス質板を載置するために使用される熱処理用治具に関する。

【0002】**【従来の技術】**

近年、壁掛けテレビやマルチメディア用ディスプレイとして利用できる大画面フラットパネルディスプレイ（以下、「FPD」という。）の実用化が着々と進行しつつある。このような大画面 FPD としては、自発光型で広い視野角を持ち、品質表示が良いという品質面のメリットと、作製プロセスが簡単で大型化が容易という製造面でのメリットを兼ね備えた、プラズマディスプレイパネル（以下、「PDP」という。）が有力候補の一つとして挙げられている。

【0003】

PDP の製造は、前面ガラス、背面ガラスと称する大型ガラス基板の表面に、印刷、乾燥、焼成の工程を複数回繰り返す厚膜法により、電極、誘導体、蛍光体等の所定の機能を生じる膜を逐次形成して行き、最終的に前面ガラスと背面ガラスとを封着することにより行われる。

【0004】

この PDP 用ガラス基板のような表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板は、製膜、ガラスの歪み除去、ガラス同士の封着などのために 500 ~ 900 °C で熱処理が施されるが、その熱処理の際には、当該ガラス質板を載置して熱処理炉内で搬送するためのセッターと呼ばれる熱処理用治具が必要となる。従来、このような熱処理用治具として、一般的にはアルミナ質のものや結晶化ガラス質のものが使用されてきた。

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、アルミナ質の熱処理用治具は、その熱膨張係数が約 $8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ と大きいため、熱処理時の加熱・冷却の繰り返しにより、経時に治具自体に反りが生じて平坦度が失われ、その結果、被熱処理体であるガラス質板の反りやガラス質板の表面に形成された膜の欠陥が生じるという問題があった。この問題はガラス質板の大型化に伴いより大きな問題となっている。例えば前述の PDP は、従来のブラウン管等の表示媒体との差別化のために、42 ~ 60 インチ程度のより大きなサイズの製品が製品化されているので、このような治具自体の反りに起因する欠陥が生じやすい。

【0006】

また、結晶化ガラス質の熱処理用治具は、熱膨張係数は $-0.4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ と小さく、治具自体の反りは生じにくいが、前記の PDP 用ガラス基板のような FPD に用いられるガラス質板は、約 $8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ という大きな熱膨張係数を有するため、両者の熱膨張差から熱処理中に摩擦が生じ、均熱化を十分に行わなければ、熱処理炉の進行方向に向かってガラス質板が台形状に変形してしまうという問題があった。更に、結晶化ガラス質の熱処理用治具は、熱伝導率が約 $1 \text{ W} / \text{m K}$ と小さいため、当該治具上に載置されたガラス質板に均一な熱処理を施すためには、昇温及び冷却の時間を十分にとる必要があり非効率であった。

【0007】

また、結晶化ガラス質の熱処理用治具は、見掛気孔率が極めてゼロに近く、前記の PDP 用ガラス基板のような FPD に用いられるガラス質板を載せた場合、ガラス質板が治具上を滑り位置が定まるのに時間がかかるとともに、熱処理後、ガラス質板を結晶化ガラス質の熱処理用治具から取り去る際には、吸着作用により作業が容易に行えず、これを解決す

10

20

30

40

50

るためには、熱処理用治具に例えれば空気を流し込むための細かな孔を空けておく必要があった。この問題もガラス質板の大型化に伴いより大きな問題となっている。

【0008】

本発明は、このような従来の事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、42~60インチ程度の大型化するガラス質板の熱処理にあたり、治具自体の経時的な反りや、熱処理中の摩擦によるガラス質板の変形を抑制できるような適切な熱膨張係数を有するとともに、ガラス質板の均一な熱処理を比較的短時間で効率よく行えるような優れた熱伝導性を有し、更にガラス質板の積載や取り外しの際の取り扱い性が改善された熱処理用治具を提供することにある。

【0009】

10

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板を熱処理する際に、当該ガラス質板を載置するために用いる熱処理用治具であって、SiCからなる相を50重量%以上含有し、熱伝導率が10W/mK以上、見掛け気孔率が $\underline{3} \sim 25\%$ 、熱膨張係数が 3.8×10^{-6} / ~ 5.5×10^{-6} / であることを特徴とするSiC質熱処理用治具（第一の熱処理用治具）、が提供される。

【0010】

また、本発明によれば、表面に所定の機能を生じる膜が形成されたガラス質板を熱処理する際に、当該ガラス質板を載置するために用いる熱処理用治具であって、粒径が3.5mm以下のSiC粒子を50重量%以上含有し、熱伝導率が10W/mK以上、見掛け気孔率が $\underline{3} \sim 25\%$ 、熱膨張係数が 3.8×10^{-6} / ~ 5.5×10^{-6} / であることを特徴とするSiC質熱処理用治具（第二の熱処理用治具）、が提供される。

20

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明に係る前記第一～第二の熱処理用治具は、何れも熱膨張係数を 5.5×10^{-6} / 以下に制御したことにより、熱処理時の加熱・冷却による経時的な治具自体の反りを抑制できる。また、熱膨張係数を 3.8×10^{-6} / 以上に制御したことにより、従来の結晶化ガラス質の治具に比べて、FPDに用いられるガラス質板との熱膨張差が小さくなり、このため当該ガラス質板と治具との熱膨張差に起因する熱処理中の摩擦で、ガラス質板が台形状に変形するのを抑制することができる。更に、熱伝導率を10W/mK以上としたことにより、治具自体が均一に加熱されやすくなるため、ガラス質板に均一な熱処理を施すための昇温時間及び冷却時間が短縮でき、生産効率が向上する。

30

【0014】

また、第一及び第二の熱処理用治具については、見掛け気孔率を $3 \sim 25\%$ にそれぞれ制御したことにより、前記の作用効果に加えて、ガラス質板を積載した際の空気を気孔から速やかに排出し位置を素早く決めるとともに、ガラス質板を取り外す際には気孔から空気を供給できるため取り外しが容易となるという作用効果が得られる。更にまた、第一及び第二の熱処理用治具については見掛け気孔率を $3 \sim 25\%$ に制御したことにより、切削時での砥石の法線方向の切削抵抗が減少し、結果的に加工時間を短縮できるため、生産性を向上することができる。

40

【0015】

第一及び第二の熱処理用治具は、SiCからなる相を50重量%以上含有するものであり、このようにSiCを主要構成成分とすることにより、前述のようなガラス質板の熱処理に好適な熱膨張係数と熱伝導率とを有する治具が得られる。SiCからなる相は、網の目のように構成された連続な多孔質構造で、SiC粒子自体の再結晶反応により自己結合した状態となっていてもよいし、CとSiとの反応により構成されたものでもよい。

【0016】

なお、SiC以外の構成成分としては、副相として金属Siを含有することが好ましい。副相として金属Siを含有することにより、気孔を金属Siで埋めることができ、熱伝導率を改善することができる。また、気孔への金属Siの充填量を制御することにより、見

50

掛気孔率を所定の値に制御することができる。

【0017】

第二の熱処理用治具は、粒径が3.5mm以下のSiC粒子を50重量%以上含有するものであり、SiCを主要構成成分とすることにより、ガラス質板の熱処理に好適な熱膨張係数と熱伝導率とを有する治具が得られる。また、粒径が3.5mm以下のSiC粒子を使用したことにより、焼結体の強度を維持し、4~7mmが標準的である薄肉の熱処理用治具の製造が可能である。

【0018】

前記SiC粒子は、酸化物や窒化物や酸窒化物、あるいは金属Siからなる副相によってSiC粒子間が結合された状態となっていてもよい。例えば、副相としてSiO₂質を含有したもののや、Si₃N₄質及びSi₂ON₂質を含有したものは、製造時において、前記第一又は第三の熱処理用治具のようなSiC粒子自体の再結晶反応により自己結合した状態にさせたもの、又はCと金属Siの反応により構成させたものと比較して、低温度でSiC粒子同士の結合を生じさせることができ、製造コストや歩留りの点で有利である。

【0019】

また、前記第二の熱処理用治具に、副相としてSiO₂質や、Si₃N₄質及びSi₂ON₂質を含有させ、そのSiO₂質相の存在量や、Si₃N₄質相及びSi₂ON₂質相の存在量を制御する事により設計値まで気孔を副相で埋めることができ、見掛け孔率の制御を行うことができる。

【0020】

SiC粒子同士が再結晶反応により自己結合した熱処理用治具は、例えばSiC粉末を所定の治具形状に成形し、得られた成形体を、Ar等の不活性雰囲気中において2000~2400の高温で焼成することにより製造することができる。すなわち、このような高温で焼成を行うと、SiC粒子表面からSiC成分が蒸発し、これが粒子間の接触部(ネック部)にて再結晶化することで、ネック部が成長し結合状態が得られる。

【0021】

副相としてSiO₂質を含有した熱処理用治具は、例えばSiC粉末に粘土等のSiO₂源と、必要に応じて添加剤を添加し混合して得た成形原料を、所定の治具形状に成形し、得られた成形体を、大気中において1300~1500で焼成することにより製造することができる。

【0022】

また、副相としてSi₃N₄質及びSi₂ON₂質を含有した熱処理用治具は、例えばSiC粉末にSiと、必要に応じて各種助剤を添加し混合して得た成形原料を、所定の治具形状に成形し、得られた成形体を、N₂雰囲気中において1300~1500で焼成することにより製造することができる。すなわち、成形体中のSiは、その大部分が窒化されてSi₃N₄を生成するとともに、一部は成形体に含まれるO₂によってSi₂ON₂となり、これらにより骨材となるSiC粒子が結合される。

【0023】

副相として金属Siを含有した熱処理用治具は、例えばSiC粉末を所定の治具形状に成形し、得られた成形体を、金属Siが存在する減圧の不活性ガス雰囲気又は真空中において、1450~1800で金属Siを含浸させながら焼成することにより製造することができる。焼成中に溶融して成形体中に含浸された金属Siは、気孔中に充填されて骨材となるSiC粒子を結合するとともに、成形体を緻密化する。また、充填量の制御により見掛け孔率を制御することができる。

【0024】

また、副相として金属Siを含有した熱処理用治具の他の製造方法として、予めSiC粒子を再結晶反応により自己結合したものを、金属Siが存在する減圧の不活性ガス雰囲気又は真空中において焼成することにより、前記のような再結晶SiCの気孔中に金属Siを充填する方法も挙げられる。

【0025】

10

20

30

40

50

【実施例】

以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0026】

(実施例1)

平均粒径 $100\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子50重量%と平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子50重量%とを混合した粉末に、ポリカルボン酸系分散剤、アクリル系エマルジョン及びイオン交換水を添加して所定の治具形状に成形した成形体を、40の乾燥機中で1晩乾燥した後、Ar雰囲気で2200で1時間焼成して実施例1の熱処理用治具を得た。

【0027】

10

(実施例2及び実施例3)

前記実施例1の熱処理用治具を、金属Siが存在する絶対圧力 50 mBar の真空雰囲気において、1500で1時間加熱して気孔に金属Siを含浸させ、それぞれ表1に示すように見掛け気孔率を制御した実施例2及び実施例3の熱処理用治具を得た。

【0028】

(実施例4)

粒径 $5\sim20\text{ mm}$ のSiCの塊を粉碎し、最大粒径を 3.5 mm 以下に篩い分けしたSiC粒子45重量%と、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子45重量%と、蛙目粘土10重量%とを混合した粉末に、メチルキシセルロースとイオン交換水を添加して所定の治具形状に成形した成形体を、40の乾燥機中で1晩乾燥した後、大気雰囲気で1400で1時間焼成して実施例4の熱処理用治具を得た。

【0029】

(実施例5)

粒径 $5\sim20\text{ mm}$ のSiCの塊を粉碎し、最大粒径を 3.5 mm 以下に篩い分けしたSiC粒子40重量%と、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子40重量%と、蛙目粘土10重量%と、金属Si10重量%とを混合した粉末に、メチルキシセルロースとイオン交換水を添加して所定の治具形状に成形した成形体を、40の乾燥機中で1晩乾燥した後、N₂雰囲気で1400で1時間焼成して実施例5の熱処理用治具を得た。

【0031】

(実施例6)

30

粒径 $5\sim20\text{ mm}$ のSiCの塊を粉碎し、最大粒径を 3.5 mm 以下に篩い分けしたSiC粒子25重量%と、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子25重量%と、蛙目粘土20重量%と、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のアルミナ粉末30重量%とを混合した粉末に、メチルキシセルロースとイオン交換水を添加して所定の治具形状に成形した成形体を、40の乾燥機中で1晩乾燥した後大気雰囲気で1400で1時間焼成して実施例6の熱処理用治具を得た。

【0032】

(実施例7)

粒径 $5\sim20\text{ mm}$ のSiCの塊を粉碎し、最大粒径を 3.5 mm 以下に篩い分けしたSiC粒子25重量%と、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のSiC粒子25重量%と、金属Si50重量%とを混合した粉末に、メチルキシセルロースとイオン交換水を添加して所定の治具形状に成形した成形体を、40の乾燥機中で1晩乾燥した後、N₂雰囲気で1400で1時間焼成して実施例7の熱処理用治具を得た。

40

【0034】

(熱処理用治具の特性)

前記実施例1～7の各熱処理用治具の特性を測定した結果を表1に示す。また、比較例として、従来使用されているアルミナ質材料の熱処理用治具(比較例1)と、結晶化質材料の熱処理用治具(比較例2)の特性を測定した結果についても同表に示す。

【0035】

【表1】

50

	材質	室温強度 (MPa)	見掛気孔率 (%)	熱膨張係数 ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	熱伝導率 (W/mK)	法線方向 研削抵抗 (N)
実施例1	SiC質	90	25	3.9	20	10
実施例2	SiC質	150	3	3.9	120	25
実施例3	SiC質	100	15	3.9	100	17
実施例4	SiC質	70	8	4.2	15	12
実施例5	SiC質	75	7	4.1	13	15
実施例6	SiC質	50	10	5.5	10	11
実施例7	SiC質	60	9	4.2	16	10
比較例1	アルミナ質	280	2	7.9	21	—
比較例2	結晶化ガラス質	140	0	-0.4	1	—

10

【0036】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の熱処理用治具は、治具自体の経時的な反りや、熱処理中の摩擦によるガラス質板の変形を抑制できるような適切な熱膨張係数を有する。また、熱伝導に優れ、ガラス質板の均一な熱処理を比較的短時間で効率よく行うことができる。更に、見掛け気孔率を所定の値に制御することにより、治具に孔を空けなくても、治具上でのガラス質板の位置決めや、治具からのガラス質板の取り外しを容易に行うことができる。

フロントページの続き

審査官 松浦 新司

(56)参考文献 特開平06-191944(JP,A)
特開平04-224169(JP,A)
特開2000-130951(JP,A)
国際公開第00/007959(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C03B 32/00
C03B 25/00~25/12
H01J 9/00
H01J 11/00~17/64
C04B 35/56