

(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2010-13331

(P2010-13331A)

(43) 公開日 平成22年1月21日(2010.1.21)

(51) Int.Cl.

CO4B 41/80

(2006.01)

F 1

CO4B 41/80

テーマコード (参考)

A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号

特願2008-176347 (P2008-176347)

(22) 出願日

平成20年7月4日 (2008.7.4)

(71) 出願人 000005278

株式会社ブリヂストン

東京都中央区京橋1丁目10番1号

(74) 代理人 100083806

弁理士 三好 秀和

(74) 代理人 100100712

弁理士 岩▲崎▼ 幸邦

(74) 代理人 100100929

弁理士 川又 澄雄

(74) 代理人 100095500

弁理士 伊藤 正和

(74) 代理人 100101247

弁理士 高橋 俊一

(74) 代理人 100098327

弁理士 高松 俊雄

最終頁に続く

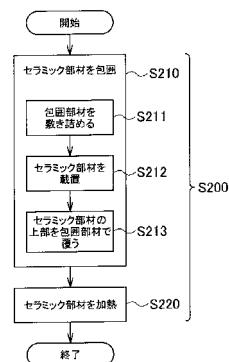
(54) 【発明の名称】セラミックス部材の純化方法及び高純度セラミックス部材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材に熱処理を施す場合において、加熱炉の規模を大きくすることなく、黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染を抑制したセラミックス部材の純化方法及び高純度セラミックス部材の製造方法を提供する。

【解決手段】本発明に係るセラミックス部材の純化方法は、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材を純化するセラミックス部材の純化方法であって、少なくとも珪素を含有する包囲部材を用いて前記セラミックス部材を包囲するステップと、前記包囲部材によって包囲された前記セラミックス部材を、前記加熱炉を用いて加熱するステップとを備える。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材を純化するセラミックス部材の純化方法であって、

少なくとも珪素を含有する包囲部材を用いて前記セラミックス部材を包囲するステップと、

前記包囲部材によって包囲された前記セラミックス部材を、前記加熱炉を用いて加熱するステップと

を備えるセラミックス部材の純化方法。

【請求項 2】

前記包囲するステップは、

前記セラミックス部材を被載置部に載置するステップと、

粉体状の前記包囲部材によって、前記被載置部に載置された前記セラミックス部材の上部を覆うステップと

を含む請求項 1 に記載のセラミックス部材の純化方法。

【請求項 3】

前記包囲するステップは、前記被載置部に粉体状の前記包囲部材を敷き詰めるステップを含む請求項 1 または 2 に記載のセラミックス部材の純化方法。

【請求項 4】

前記包囲部材は、炭化珪素である請求項 1 乃至 3 の何れか一項に記載のセラミックス部材の純化方法。

【請求項 5】

前記加熱するステップでは、前記加熱炉は、不活性ガス雰囲気に保たれる請求項 1 乃至 4 の何れか一項に記載のセラミックス部材の純化方法。

【請求項 6】

セラミックス部材を形成するステップと、

前記セラミックス部材を純化するステップとを備え、

前記セラミックス部材を純化するステップは、

少なくとも珪素を含有する包囲部材を用いて前記セラミックス部材を包囲するステップと、

前記包囲部材によって包囲された前記セラミックス部材を、黒鉛部材が用いられた加熱炉を用いて加熱するステップと

を含む高純度セラミックス部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材を純化するセラミックス部材の純化方法、及び高純度セラミックス部材の製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

従来、シリコンウエハの熱処理などに使用されるセラミックス部材の製造では、セラミックス部材に含有されている不純物を除去するため、研磨及び洗浄されたセラミックス部材を加熱炉（拡散炉）に入れ、熱処理を施す方法が用いられている。

【0003】

例えば、ハロゲンガス雰囲気中においてセラミックス部材に熱処理を施すことによって、セラミックス部材に含有される不純物を効果的に除去するセラミックス部材の純化方法が知られている（特許文献 1 参照）。

【特許文献 1】特開平 9 - 106953 号公報（第 3 頁、第 1 図）**【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】**

10

20

30

40

50

【0004】

しかしながら、上述した従来のセラミックス部材の純化方法には、次のような問題があった。すなわち、ハロゲンガス雰囲気中においてセラミックス部材に熱処理を施す加熱炉は、ハロゲンガスを生成する装置が必要なため、アルゴンガスなどを用いる加熱炉と比較して規模が大きくなる。また、ハロゲンガスが用いられる場合、加熱炉から外部に排出される排出ガスの浄化が必要となる。

【0005】

一方、アルゴンガスなどの不活性ガス雰囲気中においてセラミックス部材に熱処理を施した場合、加熱炉の断熱材として用いられる黒鉛部材に含有されているボロンの拡散によって、セラミックス部材が汚染され易い問題がある。

10

【0006】

そこで、本発明は、このような状況に鑑みてなされたものであり、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材に熱処理を施す場合において、加熱炉の規模を大きくすることなく、黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染を抑制したセラミックス部材の純化方法及び高純度セラミックス部材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】**

上述した課題を解決するため、本発明は、次のような特徴を有している。まず、本発明の第1の特徴は、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材を純化するセラミックス部材の純化方法であって、少なくとも珪素を含有する包囲部材を用いて前記セラミックス部材を包囲するステップ(S210)と、前記包囲部材によって包囲された前記セラミックス部材を、前記加熱炉を用いて加熱するステップ(S220)とを備えることを要旨とする。

20

【0008】

本発明の第1の特徴によれば、加熱炉に用いられる黒鉛部材に含有されているボロンが拡散した場合、セラミックス部材を包囲する炭化珪素粉体に含まれる珪素が、加熱炉内に拡散したボロンと結合する。そのため、炭化珪素粉体に包囲されたセラミックス部材に含まれる珪素と、加熱炉内に拡散したボロンとが結合することが抑制される。したがって、セラミックス部材が、黒鉛部材に含有されているボロンによって汚染されることを抑制することができる。

30

【0009】

本発明の第2の特徴は、本発明の第1の特徴に係り、前記包囲するステップは、前記セラミックス部材を被載置部に載置するステップ(S212)と、粉体状の前記包囲部材によって、前記被載置部に載置された前記セラミックス部材の上部を覆うステップ(S213)とを含むことを要旨とする。

【0010】

本発明の第3の特徴は、本発明の第1又は第2の特徴に係り、前記包囲するステップは、前記被載置部に粉体状の前記包囲部材を敷き詰めるステップ(S211)を含むことを要旨とする。

40

【0011】

本発明の第4の特徴は、本発明の第1乃至第3の何れか一つの特徴に係り、前記包囲部材は、炭化珪素であることを要旨とする。

【0012】

本発明の第5の特徴は、本発明の第1乃至第4の何れか一つの特徴に係り、前記加熱するステップでは、前記加熱炉は、不活性ガス雰囲気に保たれることを要旨とする。

【0013】

本発明の第6の特徴は、セラミックス部材を形成するステップ(S100)と、前記セラミックス部材を純化するステップ(S200)とを備え、前記セラミックス部材を純化するステップは、少なくとも珪素を含有する包囲部材を用いて前記セラミックス部材を包

50

囲するステップ(S 210)と、前記包囲部材によって包囲された前記セラミックス部材を、黒鉛部材が用いられた加熱炉を用いて加熱するステップ(S 220)とを含む高純度セラミックス部材の製造方法であることを要旨とする。

【発明の効果】

【0014】

本発明の特徴によれば、加熱炉の規模を大きくすることなく、黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染を抑制したセラミックス部材の純化方法及び高純度セラミックス部材の製造方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

次に、本発明に係るセラミックス部材の純化方法及び高純度セラミックス部材の製造方法の実施形態について、図面を参照しながら説明する。

【0016】

具体的には、(1)高純度セラミックス部材の製造方法、(2)実施例、(3)比較例、(4)不純物及びボロン含有量評価、(5)作用・効果、及び(6)その他の実施形態について説明する。

【0017】

なお、以下の図面の記載において、同一または類似の部分には、同一または類似の符号を付している。ただし、図面は模式的なものであり、各寸法の比率などは現実のものとは異なることに留意すべきである。

【0018】

したがって、具体的な寸法などは以下の説明を参照して判断すべきものである。また、図面相互間においても互いの寸法の関係や比率が異なる部分が含まれていることは勿論である。

【0019】

(1)高純度セラミックス部材の製造方法

(1.1)高純度セラミックス部材の製造方法の全体概略

まず、本実施形態に係る高純度セラミックス部材の製造方法の全体概略について、図1を参照しながら説明する。図1は、セラミックス部材の製造方法の全体概略を説明する流れ図である。

【0020】

本実施形態に係る高純度セラミックス部材の製造方法は、図1に示すように、セラミックス部材を形成する工程S 100と、セラミックス部材を純化する工程S 200とを有する。

【0021】

工程S 100は、図1に示すように、セラミックス部材の原料となる炭化珪素粉体を合成する工程S 110と、炭化珪素粉体を粉碎する工程S 120と、炭化珪素顆粒を形成する工程S 130と、炭化珪素焼結体を形成する工程S 140と、炭化珪素焼結体の形状を加工する工程S 150と、炭化珪素焼結体の表面から不純物を除去する工程S 160とを有する。

【0022】

工程S 110では、触媒を用いて高純度有機系材料を反応させることにより、セラミックス部材の原料となる炭化珪素粉体を合成する。具体的には、不活性ガス雰囲気下において、炭化珪素粉体の原料となる高純度有機系材料と触媒との混合物を1800℃以上で焼成する。これにより、炭化珪素粉体が得られる。

【0023】

工程S 120では、ジェットミルなどを用いて、炭化珪素粉体の粉碎を行う。

【0024】

工程S 130では、粉碎された炭化珪素粉体に、フェノール樹脂などをバインダーとして添加する。そして、バインダーが添加された炭化珪素粉体を、スプレードライなどの造

10

20

30

40

50

粒装置を用いて処理する。これにより、炭化珪素顆粒が形成される。

【0025】

工程S140では、ホットプレスなどを用いて、炭化珪素顆粒を1800以上で加熱する。これにより、炭化珪素焼結体が形成される。

【0026】

工程S150では、研削加工、切削加工、放電加工などを用いて、炭化珪素焼結体の形状を加工する。

【0027】

工程S160では、酸、界面活性剤などを用いて、加工された炭化珪素焼結体の表面から不純物を除去する。

【0028】

以上の工程S110乃至S160により、炭化珪素を含むセラミックス部材が形成される。

【0029】

工程S200では、黒鉛部材が用いられた加熱炉によって、上記の工程S100により形成されたセラミックス部材を純化する。工程S200については、本発明の特徴的部分に係るため、後に詳述する。以上の工程S100及びS200により、高純度セラミックス部材が製造される。

【0030】

(1.2)セラミックス部材の純化方法

次に、セラミックス部材を純化する工程S200(セラミックス部材の純化方法)について、図2及び図3を参照しながら説明する。図2は、工程S200を説明する流れ図である。また、図3は、後述する工程S210を説明する図である。なお、図3では、加熱炉の断面図を示している。

【0031】

工程S200は、セラミックス部材に含有されている不純物を除去することにより、セラミックス部材を純化する工程である。ここで、不純物とは、セラミックス部材を用いてシリコンウェハに熱処理を施す工程において、シリコンウェハに取り込まれることにより、シリコンウェハの絶縁抵抗の低下やSiO₂の耐電圧低下を引き起こす元素を示す。不純物の一例としては、Cr、Fe、Co、Ni、Cu、Znなどが挙げられる。

【0032】

工程S200は、図2に示すように、セラミックス部材を包囲部材によって包囲する工程S210と、セラミックス部材を加熱する工程S220とを有する。

【0033】

工程S210は、図2に示すように、次の三工程を有する。まず、第1の工程は、包囲部材を敷き詰める工程S211である。本工程S211では、図3(a)に示すように、加熱炉100内に設けられた載置台110上に、第1の包囲部材210を敷き詰める。

【0034】

第2の工程は、セラミックス部材を載置する工程S212である。本工程S212では、図3(b)に示すように、載置台110上に敷き詰められた第1の包囲部材210を介して、載置台110上にセラミックス部材300を載置する。

【0035】

第3の工程は、セラミックス部材の上部を包囲部材で覆う工程S213である。本工程S213では、図3(c)に示すように、第1の包囲部材210を介して載置台110上に載置されたセラミックス部材300の上部を、第2の包囲部材220によって覆う。

【0036】

なお、本実施形態では、第1の包囲部材210及び第2の包囲部材220として、炭化珪素粉体を用いる。以上の三工程S211乃至工程S213により、セラミックス部材が炭化珪素粉体により包囲される。

【0037】

10

20

30

40

50

工程 S 210 の後に行われる工程 S 220 では、炭化珪素粉体によって包囲されたセラミックス部材を、加熱炉を用いて加熱する。このとき、加熱炉内を、Ar ガスあるいはN₂ ガスなどの不活性ガス雰囲気に保つ。

【0038】

以上の工程 S 210 及び S 220 により、セラミックス部材に含有される不純物が除去され、セラミックス部材が純化される。また、工程 S 210 において、炭化珪素粉体を用いてセラミックス部材を包囲することにより、加熱炉に用いられる黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染が抑制される。以上により、高純度セラミックス部材が得られる。

【0039】

(2) 実施例

本実施例では、上述したセラミックス部材の純化方法に基づいて、セラミックス部材を純化した。具体的には、図1に示す工程 S 100 により形成されるセラミックス部材を、図2に示す工程 S 200 により純化することにより、高純度セラミックス部材を得た。なお、工程 S 220 においては、加熱炉内の温度を 1700 ~ 2200 とし、加熱時間を約 3 ~ 30 時間とし、加熱炉内を Ar ガスまたは N₂ ガス雰囲気に保った。

【0040】

(3) 比較例

本比較例では、従来の純化方法に基づいて、セラミックス部材を純化した。具体的には、セラミックス部材を、炭化珪素粉体などの包囲部材で包囲せずに加熱することにより、高純度セラミックス部材を得た。なお、セラミックス部材の加熱条件は、上記実施例と同様に、加熱炉内の温度を 1700 ~ 2200 とし、加熱時間を約 3 ~ 30 時間とし、加熱炉内を Ar ガスまたは N₂ ガス雰囲気に保った。

【0041】

(4) 不純物及びボロン含有量評価

上述した実施例及び比較例に係る高純度セラミックス部材について、不純物及びボロン含有量を測定した。具体的には、G D - M S (グロー放電質量分析) 法を用いて、高純度セラミックス部材中の不純物 (Cr, Fe, Co, Cu, Zn) の含有量 (ppm) と、ボロンの含有量 (ppm) とを測定した。測定結果を表1に示す。

【表1】

高純度セラミックス部材中の不純物及びボロン含有量 (ppm)

	B	Cr	Fe	Co	Cu	Zn
実施例	0.053	0.021	0.020	0.000	0.003	0.002
比較例	0.370	0.021	0.014	0.000	0.002	0.011

【0042】

表1に示すように、比較例に係る高純度セラミックス部材におけるボロン (B) 含有量は 0.370 ppm であるのに対し、実施例に係る高純度セラミックス部材におけるボロン含有量は 0.053 ppm であった。つまり、上述した実施例によれば、比較例と比較して、ボロンによるセラミックス部材の汚染を大幅に抑制できることが確認された。なお、セラミックス部材におけるボロン含有量は、0.3 ppm 以下、好ましくは 0.1 ppm 以下であることが求められる。従って、上述した実施例によれば、高純度セラミックス部材におけるボロン含有量を 0.1 ppm 以下に抑制することができるため、有用である。また、表1に示すように、実施例に係る高純度セラミックス部材における不純物 (Cr, Fe, Co, Cu, Zn) 含有量は、比較例に係る高純度セラミックス部材と同程度の値を維持することができることが確認された。

【0043】

10

20

30

40

50

以上より、上述した実施例によれば、加熱炉に用いられる黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染を抑制しつつ、不純物の含有量を低減できることが確認された。

【0044】

(5) 作用・効果

本実施形態に係る高純度セラミックス部材の製造方法は、セラミックス部材を形成する工程S100と、セラミックス部材を純化する工程S200とを有する。セラミックス部材を純化する工程S200では、包囲部材によってセラミックス部材を包囲する工程S210が行われた後に、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材を加熱する工程S220が行われる。セラミックス部材を加熱する工程S220では、加熱炉内は不活性ガス雰囲気に保たれる。

10

【0045】

このような高純度セラミックス部材の製造方法によれば、加熱炉に用いられる黒鉛部材に含有されているボロンが拡散した場合、セラミックス部材を包囲する炭化珪素粉体に含まれる珪素が、加熱炉内に拡散したボロンと結合する。そのため、炭化珪素粉体に包囲されたセラミックス部材に含まれる珪素と、加熱炉内に拡散したボロンとが結合することが抑制される。したがって、セラミックス部材が、黒鉛部材に含有されているボロンによって汚染されることを抑制することができる。

【0046】

また、上述した高純度セラミックス部材の製造方法によれば、セラミックス部材の純化には不活性ガスが用いられるため、ハロゲンガスが用いられる場合と比較して加熱炉の規模を小さくすることができる。

20

【0047】

以上より、本実施形態に係る高純度セラミックス部材の製造方法によれば、黒鉛部材が用いられた加熱炉によってセラミックス部材に熱処理を施す場合において、加熱炉の規模を大きくすることなく、黒鉛部材に含有されているボロンによるセラミックス部材の汚染を抑制することができる。

【0048】

(6) その他の実施形態

上述したように、本発明の実施形態を通じて本発明の内容を開示したが、この開示の一部をなす論述及び図面は、本発明を限定するものであると理解すべきではない。この開示から当業者には様々な代替実施の形態、実施例及び運用技術が明らかとなろう。

30

【0049】

例えば、上述した実施形態では、載置台上に包囲部材を敷き詰める工程S211の後に、載置台上に敷き詰められた包囲部材上にセラミックス部材を載置する工程S212を行う場合について説明したが、これに限るものではない。例えば、上述した工程S211及び工程S212に代えて、セラミックス部材を載置台上に直接載置する工程を行ってよい。

【0050】

また、上述した実施形態では、包囲部材として炭化珪素を用いたが、これに限るものではなく、包囲部材として用いられる材料は少なくとも珪素を含有していればよい。

40

【0051】

また、上述した実施形態では、粉体状の包囲部材によってセラミックス部材を包囲したが、これに限るものではなく、例えば筐体状の包囲部材の内部にセラミックス部材を収容することによりセラミックス部材を包囲してもよい。

【0052】

また、上述した実施形態では、載置台上に敷き詰める第1の包囲部材と、セラミックス部材の上部を覆う第2の包囲部材とに同じ材料（炭化珪素粉体）を用いたが、これに限るものではなく、第1の包囲部材及び第2の包囲部材としてそれぞれ異なる材料を用いてよい。

50

【0053】

また、上述した実施形態では、セラミックス部材を純化する工程S200を行う前に、炭化珪素焼結体の形状を加工する工程S150と、炭化珪素焼結体の表面から不純物を除去する工程S160とを行う場合について説明したが、これに限るものではない。例えば、工程S200を行う前には工程S150及び工程S160を行わずに、工程S200を行った後に、工程S200により純化されたセラミックス部材の形状を加工する工程と、加工されたセラミックス部材の表面から不純物を除去する工程とを行ってもよい。

【0054】

このように、本発明は、ここでは記載していない様々な実施の形態などを含むことは勿論である。したがって、本発明の技術的範囲は、上述の説明から妥当な特許請求の範囲に係る発明特定事項によってのみ定められるものである。

10

【図面の簡単な説明】

【0055】

【図1】本発明の実施形態に係る高純度セラミックス部材の製造方法を説明する流れ図である。

【図2】本発明の実施形態に係るセラミックス部材の純化方法を説明する流れ図である。

【図3】セラミックス部材を包囲部材によって包囲する工程を説明する図である。

【符号の説明】

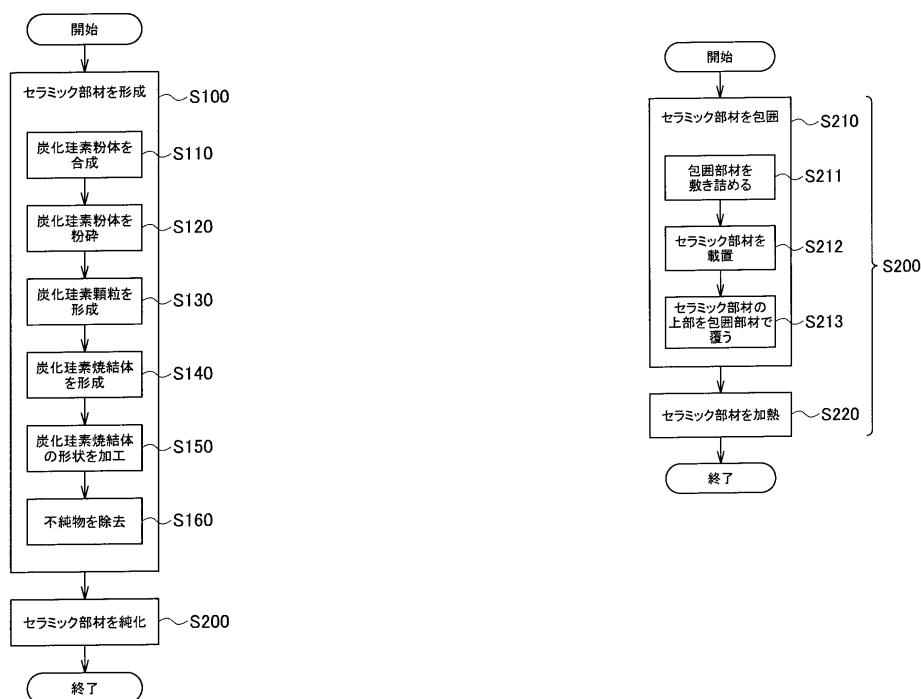
【0056】

100...加熱炉、110...載置台、210...第1の包囲部材、220...第2の包囲部材、
300...セラミックス部材。

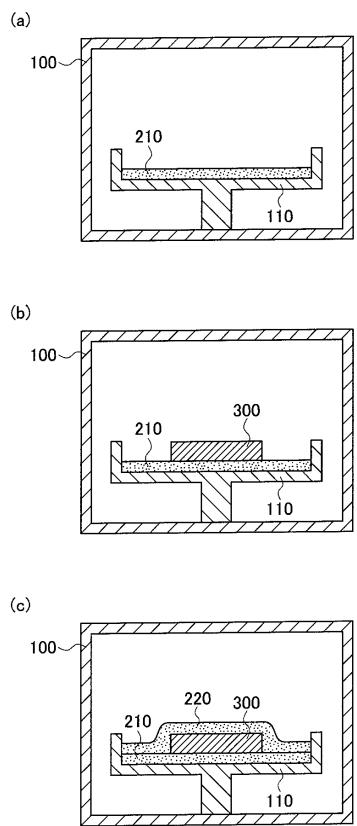
20

【図1】

【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 長谷 和人

東京都小平市小川東町3-1-1 株式会社ブリヂストン技術センター内