

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02018/155374

発行日 平成31年2月28日(2019.2.28)

(43) 国際公開日 平成30年8月30日(2018.8.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO4B 35/117 (2006.01)	CO4B 35/117	5F131
HO1L 21/683 (2006.01)	HO1L 21/68	R
HO2N 13/00 (2006.01)	HO2N 13/00	D

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 33 頁)

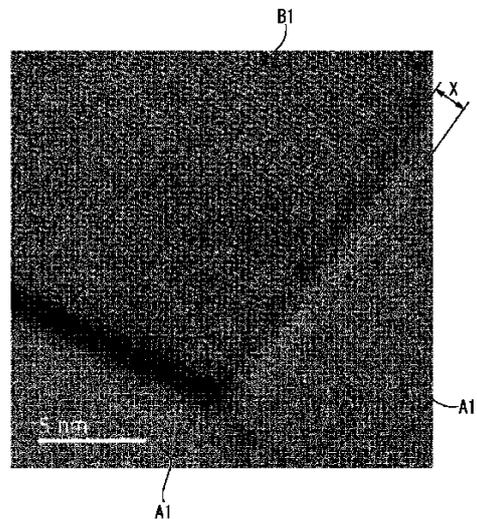
出願番号 特願2018-540079 (P2018-540079)	(71) 出願人 000183266 住友大阪セメント株式会社 東京都千代田区六番町6番地28
(21) 国際出願番号 PCT/JP2018/005719	
(22) 国際出願日 平成30年2月19日(2018.2.19)	
(31) 優先権主張番号 特願2017-32622 (P2017-32622)	(74) 代理人 100161207 弁理士 西澤 和純
(32) 優先日 平成29年2月23日(2017.2.23)	
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	(74) 代理人 100196058 弁理士 佐藤 彰雄
(31) 優先権主張番号 特願2017-32623 (P2017-32623)	(74) 代理人 100206999 弁理士 萩原 綾夏
(32) 優先日 平成29年2月23日(2017.2.23)	(72) 発明者 日▲高▼ 宣浩 東京都千代田区六番町6番地28 住友大 阪セメント株式会社内
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	(72) 発明者 釘本 弘訓 東京都千代田区六番町6番地28 住友大 阪セメント株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 複合焼結体、静電チャック部材、および静電チャック装置

(57) 【要約】

この複合焼結体は、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、粒界における酸化アルミニウムの結晶粒と、炭化ケイ素の結晶粒との界面に、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料を形成材料とする界面層を有する。



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、

前記酸化アルミニウムの少なくとも 2 つの結晶粒の間に位置する前記炭化ケイ素の結晶粒を少なくとも 1 つ含み、

前記酸化アルミニウムの前記結晶粒と、前記炭化ケイ素の前記結晶粒との粒界に、前記酸化アルミニウムおよび前記炭化ケイ素以外の材料を形成材料とする界面層を有する複合焼結体。

【請求項 2】

前記界面層の厚みが、0.6 nm 以上 2.5 nm 以下である請求項 1 に記載の複合焼結体。

【請求項 3】

体積固有抵抗値が、室温から 300 までの全範囲において $5 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上である請求項 1 または 2 に記載の複合焼結体。

【請求項 4】

前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、0.8 μm 以上 1.2 μm 以下であり、

前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の粒界に分散しており、

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して 50% 以上 60% 以下である請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の複合焼結体。

【請求項 5】

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい請求項 4 に記載の複合焼結体。

【請求項 6】

主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、

前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、0.8 μm 以上 1.2 μm 以下であり、

前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の粒界に分散しており、

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して 50% 以上 60% 以下である複合焼結体。

【請求項 7】

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい請求項 6 に記載の複合焼結体。

【請求項 8】

請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の複合焼結体を形成材料とし、一主面が板状試料を載置する載置面である基体と、

前記基体の前記一主面とは反対側の主面または前記基体の内部に設けられた静電吸着用電極と、を備える静電チャック部材。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の静電チャック部材と、

前記載置面に載置された前記板状試料を冷却する冷却手段と、を備え、

前記載置面には、前記板状試料を支持する複数の突起部が設けられ、

前記冷却手段は、前記複数の突起部の間に伝熱ガスを供給する静電チャック装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

10

20

30

40

50

【 0 0 0 1 】

本発明は、複合焼結体、静電チャック部材、および静電チャック装置に関するものである。

本願は、2017年2月23日に、日本に出願された特願2017-032622号および特願2017-032623号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

【 背景技術 】

【 0 0 0 2 】

近年、プラズマ工程を実施する半導体製造装置は、静電チャック装置を有している。静電チャック装置は、試料台に簡単に板状試料（例えばウエハ）を取付けて、固定することができる。また静電チャック装置は、そのウエハを所望の温度に維持することができる。静電チャック装置は、一主面がウエハを載置する載置面である基体と、載置面に載置したウエハとの間に静電気力（クーロン力）を発生させる静電吸着用電極と、を備えている（例えば、特許文献1参照）。

10

【 0 0 0 3 】

例えば、上述のような静電チャック装置をプラズマ工程で使用する場合、ウエハを載置する基体は、プラズマにより高温に加熱される。そのため、基体は、耐熱性を有し且つ絶縁性を有するセラミックス材料を用いて形成されている。

【 0 0 0 4 】

このような静電チャック装置では、ウエハと静電吸着用電極との間に発生させた静電気力を利用して、ウエハを固定している。すなわち、静電チャック装置がウエハを固定する際には、静電吸着用電極に電圧を印加し、ウエハと静電吸着用電極との間に静電気力を発生させる。一方、静電チャック装置の載置面に固定したウエハを取り外す際には、静電吸着用電極への電圧印加を停止し、ウエハと静電吸着用電極との間の静電気力を消失させる。

20

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 5 】

【 特許文献 1 】 特許第 4 7 4 4 8 5 5 号 公 報

【 発明の概要 】

30

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 6 】

しかしながら、従来の静電チャック装置は、例えばプラズマ工程実施後にウエハを取り外そうとする際、加熱された載置面とウエハとの間に吸着力が残存し、ウエハの取り外しが困難となることがある。このような状況が発生すると、作業効率が低下することから、改善が求められている。

【 0 0 0 7 】

また、半導体を用いたデバイスは高集積化される傾向にある。半導体を用いたデバイスの製造時には、配線の微細化（微細加工技術ともいう）や3D化（三次元実装技術ともいう）が必要とされている。そのため、半導体製造装置および半導体製造装置で使用する静電チャック装置の使用条件が厳しくなっている。このような使用条件の変更に従い、歩留まり良くウエハを処理可能な静電チャック装置が求められている。半導体製造装置には、（i）ウエハの面内温度分布（温度差）を低減させることや、（ii）深堀加工技術を実実に実施可能であること、が求められる。

40

【 0 0 0 8 】

なお、本明細書においては、「試料台に載置したウエハの面内温度分布（温度差）の度合い」のことを「均熱性」と称することがある。「均熱性が高い」とは、ウエハの面内温度分布が小さいことを意味する。

【 0 0 0 9 】

静電チャック装置においては、（i）ウエハの面内温度分布（温度差）を低減させるた

50

め、試料台に微細な溝を設け、当該溝に気体の冷媒（例えばヘリウム）を流動させることで、試料台に載置したウエハを冷却する技術が知られている。このような静電チャック装置において均熱性を高めるためには、冷媒のガス圧を高め冷却効率を向上させることが考えられる。一方、冷媒のガス圧を高める場合、冷媒から受ける圧力によってウエハが脱離しないように、静電チャック装置には高い吸着力が求められる。高い吸着力を得るには、静電チャック装置の基体の比誘電率が高いことが好ましい。

【0010】

また、静電チャック装置を用いる半導体製造装置においては、(ii)深堀加工技術を実践するため、加工時の印加電圧が増加する傾向にある。そのため、静電チャック装置には、高い耐電圧が求められる。

10

【0011】

しかし、比誘電率と耐電圧とは相反関係にあることが知られている。そのため、比誘電率と耐電圧とを両立するセラミックス焼結体が求められている。

【0012】

また、生産性を向上可能である静電チャック装置が求められている。

【0013】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであって、静電チャック装置に好適に用いられ、生産性を向上可能であり、高い比誘電率と高い耐電圧とを両立する複合焼結体を提供することを目的とする。また、このような複合焼結体を用いた静電チャック部材および静電チャック装置を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0014】

基体の形成材料であるセラミックス材料は、加熱されると導電しやすくなり、絶縁破壊される電圧（耐電圧）が低下する。上述したように、静電チャック装置は、プラズマ工程において高温に加熱される。そのため、セラミックス材料を基体の形成材料として用いた静電チャック装置は、使用条件によっては、耐電圧が低下した基体が絶縁破壊し、プラズマ工程での処理対象である半導体素子や配線パターン等を破損して、歩留まりを低下させるおそれがある。

【0015】

発明者は、セラミックス材料の上記事象に着目した。すなわち、基体の形成材料として用いるセラミックス材料の耐電圧が、高温条件であっても低下しにくいものであれば、基体の絶縁破壊を防ぎ、歩留まりを改善可能であると考えた。

30

【0016】

また、発明者が検討したところ、静電チャック装置がプラズマや内蔵されたヒータにより加熱され高温になったとき、ウエハを載置する載置面である基体の電気抵抗値（体積固有抵抗値）が低下し、通電しやすくなるのが、上記課題の要因の一つであることが分かった。基体が高温になった際に体積固有抵抗値が低下すると、静電吸着用電極への電圧印加を停止した後であっても、分極が解消しにくく、クーロン力が残存しやすいことが、ウエハの取り外しが困難となる要因の一つであると考えられる。

【0017】

発明者は、これらの考えに基づいて鋭意検討を重ねた結果、本発明を完成させた。

40

【0018】

本発明の一態様においては、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、粒界における前記酸化アルミニウムの結晶粒と、前記炭化ケイ素の結晶粒との界面に、前記酸化アルミニウムおよび前記炭化ケイ素以外の材料を形成材料とする界面層を有する複合焼結体を提供する。

【0019】

本発明の上記態様は、前記界面層の厚みが、0.6nm以上2.5nm以下である構成としてもよい。

【0020】

50

本発明の上記態様は、体積固有抵抗値が、室温から300 までの全範囲において $5 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上である構成としてもよい。

【0021】

本発明の他の態様は、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、 $0.8 \mu\text{m}$ 以上 $1.2 \mu\text{m}$ 以下であり、前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散しており、前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して、50%以上60%以下である複合焼結体を提供する。

【0022】

本発明の上記態様においては、前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい構成としてもよい。

【0023】

また、本発明の一態様は、上記の複合焼結体を形成材料とし、一主面が板状試料を載置する載置面である板状の基体と、前記基体の前記載置面とは反対側、または前記基体の内部に設けられた静電吸着用電極と、を有する静電チャック部材を提供する。

【0024】

また、本発明の一態様は、上記の静電チャック部材と、前記載置面に載置された前記板状試料を冷却する冷却手段と、を備え、前記載置面には、前記板状試料を支持する複数の突起部が設けられ、前記冷却手段は、前記複数の突起部の間に伝熱ガスを供給する静電チャック装置を提供する。

【0025】

別の側面として言い換えると、本発明は以下の態様を有する。

[1] 主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、前記酸化アルミニウムの少なくとも2つの結晶粒の間に位置する前記炭化ケイ素の結晶粒を少なくとも1つ含み、前記酸化アルミニウムの前記結晶粒と、前記炭化ケイ素の前記結晶粒との粒界に、前記酸化アルミニウムおよび前記炭化ケイ素以外の材料を含む界面層を有する複合焼結体。

[2] 前記界面層の厚みが、 0.6nm 以上 2.5nm 以下である [1] に記載の複合焼結体。

[3] 体積固有抵抗値が、室温から300 までの全範囲において $5 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上である [1] または [2] に記載の複合焼結体。

[4] 前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、 $0.8 \mu\text{m}$ 以上 $1.2 \mu\text{m}$ 以下であり、前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の粒界に分散しており、前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して50%以上60%以下である [1] から [3] のいずれか1項に記載の複合焼結体。

[5] 前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい [4] に記載の複合焼結体。

[6] 主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、 $0.8 \mu\text{m}$ 以上 $1.2 \mu\text{m}$ 以下であり、前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散しており、前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して50%以上60%以下である複合焼結体。

[7] 前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい [6] に記載の複合焼結体。

10

20

30

40

50

[8] [1] から [7] のいずれか 1 項に記載の複合焼結体を形成材料とし、一主面が板状試料を載置する載置面である基体と、前記基体の前記一主面とは反対側の主面または前記基体の内部に設けられた静電吸着用電極と、を備える静電チャック部材。

[9] [8] に記載の静電チャック部材と、前記載置面に載置された前記板状試料を冷却する冷却手段と、を備え、前記載置面には、前記板状試料を支持する複数の突起部が設けられ、前記冷却手段は、前記複数の突起部の間に伝熱ガスを供給する静電チャック装置。

【発明の効果】

【 0 0 2 6 】

本発明によれば、静電チャック装置に好適に用いられ、生産性を向上可能である静電チャック用複合焼結体を提供することができる。高い比誘電率と高い耐電圧とを両立する複合焼結体を提供することができる。このような静電チャック用複合焼結体を用いた静電チャック部材、静電チャック装置を提供することができる。

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 7 】

【図 1】本発明の一態様における静電チャック装置を示す模式断面図である。

【図 2】実施例 1 A で体積固有抵抗値を測定する際の焼結体の様子を示す模式図である。

【図 3】実施例 1 A の複合焼結体の電子顕微鏡写真である。

【図 4】比較例 1 A の複合焼結体の電子顕微鏡写真である。

【図 5】実施例 1 A、比較例 1 A および参考例 1 A にて作製した各焼結体の体積固有抵抗率について、温度依存性を確認した結果を示すグラフである。

20

【図 6】本発明の一態様における複合焼結体の電気特性を説明する図である。

【図 7】本発明の一態様における複合焼結体の電気特性を説明する図である。

【図 8】本発明の一態様における複合焼結体の電気特性を説明する図である。

【図 9】水準 1 の複合焼結体を撮像した電子顕微鏡写真である。

【図 10】水準 2 の複合焼結体を撮像した電子顕微鏡写真である。

【図 11】水準 3 の複合焼結体を撮像した電子顕微鏡写真である。

【図 12】実施例 1 B の複合焼結体について、酸化アルミニウムの平均結晶粒径に対する、複合焼結体の比誘電率の関係を示すグラフである。

【図 13】実施例 1 B の複合焼結体について、酸化アルミニウムの平均結晶粒径に対する、耐電圧の関係を示すグラフである。

30

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 8 】

以下、図を参照しながら、本実施形態に係る静電チャック装置及び複合焼結体等について説明する。以下の複数の実施形態では、好ましい例や条件を共有してもよい。また、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において、数、量、位置及び形状等について変更、省略及び置換等してもよい。なお、以下の全ての図面においては、図面を見やすくするため、各構成要素の寸法や比率などは適宜異ならせてあることがある。

【 0 0 2 9 】

[静電チャック装置]

図 1 は、本実施形態の静電チャック装置を示す断面図である。本実施形態の静電チャック装置 1 は、静電チャック部 2 と、温度調節用ベース部 3 と、を備えている。静電チャック部 2 は、一主面（上面）側を載置面とした平面視円板状である。温度調節用ベース部 3 は、静電チャック部 2 の下方に設けられて、静電チャック部 2 を所望の温度に調整する。温度調節用ベース部 3 は、厚みのある平面視円板状である。また、静電チャック部 2 と温度調節用ベース部 3 とは、静電チャック部 2 と温度調節用ベース部 3 の間に設けられた接着剤層 8 を介して接着されている。

40

以下、順に説明する。

【 0 0 3 0 】

(静電チャック部)

静電チャック部 2（静電チャック部材ともいう）は、載置板 1 1 と、支持板 1 2 と、静

50

電吸着用電極 1 3 および絶縁材層 1 4 と、を有している。載置板 1 1 の上面は、半導体ウエハ等の板状試料 W を載置する載置面 1 1 a である。支持板 1 2 は、載置板 1 1 と一体化されている。支持板 1 2 は、載置板 1 1 の底部側を支持する。静電吸着用電極 1 3 は、載置板 1 1 と支持板 1 2 との間に設けられている。絶縁材層 1 4 は、静電吸着用電極 1 3 の周囲を絶縁している。載置板 1 1 および支持板 1 2 は、本発明における「基体」に該当する。言い換えれば、基体は、載置板 1 1 と支持板 1 2 からなる。

別の側面として、静電チャック部材は、一主面が板状試料を載置する載置面である基体と、前記基体の前記一主面とは反対側の主面または前記基体の内部に設けられた静電吸着用電極と、を備える。

【 0 0 3 1 】

上述したように、静電チャック装置においては、(i) ウエハの面内温度分布 (温度差) を低減させるため、試料台に微細な溝を設け、当該溝に気体の冷媒 (例えばヘリウム) を流動させることで、試料台に載置したウエハを冷却する技術が知られている。このような静電チャック装置において均熱性を高めるためには、冷媒のガス圧を高め冷却効率を向上させることが考えられる。一方、冷媒のガス圧を高める場合、冷媒から受ける圧力によってウエハが脱離しないように、静電チャック装置には高い吸着力が求められる。

【 0 0 3 2 】

以上に鑑みて、本実施形態において板状試料 W に対する載置板 1 1 の高い吸着力を得るには、静電チャック装置の基体である載置板 1 1 および支持板 1 2 の比誘電率が 1 2 以上であり、13 以上であることが好ましい。載置板 1 1 および支持板 1 2 の比誘電率の上限值は特に限定されないが、14 程度である。

【 0 0 3 3 】

また、静電チャック装置を用いる半導体製造装置においては、(i i) 深堀加工技術を実践するため、加工時の印加電圧が増加する傾向にある。そのため、静電チャック装置には、高い耐電圧が求められる。

【 0 0 3 4 】

以上に鑑みて、深堀加工時の加工条件において静電チャック装置の基体が破損しないためには、本実施形態の基体である載置板および支持板 1 2 の耐電圧は、19 kV 以上であり、16 kV 以上であることが好ましい。載置板 1 1 および支持板 1 2 の耐電圧の上限値は特に限定されないが、25 kV 程度である。

【 0 0 3 5 】

載置板 1 1 および支持板 1 2 は、互いに重ね合わせた面の形状を同じくする円板状の部材である。載置板 1 1 および支持板 1 2 は、機械的な強度を有する。かつ、載置板 1 1 および支持板 1 2 は、腐食性ガスおよびそのプラズマに対する耐久性を有するセラミック焼結体からなる。載置板 1 1 および支持板 1 2 の形成材料について、詳しくは後述する。

【 0 0 3 6 】

載置板 1 1 の載置面 1 1 a には、直径が板状試料 W の厚みより小さい突起部 1 1 b が複数所定の間隔で形成されている。これらの突起部 1 1 b は、板状試料 W を支える。

【 0 0 3 7 】

載置板 1 1、支持板 1 2、静電吸着用電極 1 3 および絶縁材層 1 4 を含めた全体の厚み、即ち、静電チャック部 2 の厚みは、一例として 0.7 mm 以上かつ 5.0 mm 以下である。なお、静電チャック部 2 の厚みには突起部 1 1 b が含まれる。言い換えれば、静電チャック部 2 の厚みは、支持板 1 2 の静電吸着用電極 1 3 と接する面とは反対の面から突起部 1 1 b の上面までの最小寸法である。

【 0 0 3 8 】

例えば、静電チャック部 2 の厚みが 0.7 mm を下回ると、静電チャック部 2 の機械的強度を確保することが難しくなる。言い換えれば、静電チャック部 2 の厚みが 0.7 mm 以上であると、静電チャック部 2 の機械的強度を確保することができる。静電チャック部 2 の厚みが 5.0 mm を上回ると、静電チャック部 2 の熱容量が大きくなる。これにより、載置される板状試料 W の熱応答性が劣化し、静電チャック部の横方向の熱伝達が増加す

10

20

30

40

50

る。よって、板状試料Wの面内温度を所望の温度パターンに維持することが難しくなる。つまり、静電チャック部2の厚みが5.0mm以下であると、静電チャック部2の熱容量が適切な値となり、載置される板状試料Wの熱応答性の劣化や、静電チャック部の横方向の熱伝達の増加が抑制される。よって、板状試料Wの面内温度を所望の温度パターンに維持することができる。なお、ここで説明した各部の厚さは一例であって、前記範囲に限るものではない。

【0039】

静電吸着用電極13は、電荷を発生させて静電吸着力で板状試料Wを固定するための静電チャック用電極として用いられる。静電吸着用電極13は、その用途によって、その形状や、大きさが適宜調整される。

10

【0040】

静電吸着用電極13は、酸化アルミニウム - 炭化タンタル ($Al_2O_3 - Ta_4C_5$) 導電性複合焼結体、酸化アルミニウム - タングステン ($Al_2O_3 - W$) 導電性複合焼結体、酸化アルミニウム - 炭化ケイ素 ($Al_2O_3 - SiC$) 導電性複合焼結体、窒化アルミニウム - タングステン ($AlN - W$) 導電性複合焼結体、窒化アルミニウム - タンタル ($AlN - Ta$) 導電性複合焼結体および酸化イットリウム - モリブデン ($Y_2O_3 - Mo$) 導電性複合焼結体等の導電性セラミックス、あるいは、タンングステン (W)、タンタル (Ta)、モリブデン (Mo) 等の高融点金属により形成されることが好ましい。

【0041】

静電吸着用電極13の厚みは、特に限定されるものではないが、例えば、 $0.1\mu m$ 以上かつ $100\mu m$ 以下の厚みを選択することができ、 $5\mu m$ 以上かつ $20\mu m$ 以下の厚みがより好ましい。

20

【0042】

静電吸着用電極13の厚みが $0.1\mu m$ を下回ると、十分な導電性を確保することが難しくなる。言い換えれば、静電吸着用電極13の厚みが $0.1\mu m$ 以上であると、十分な導電性を確保することができる。静電吸着用電極13の厚みが $100\mu m$ を越えると、静電吸着用電極13と載置板11および支持板12との間の熱膨張率差に起因し、静電吸着用電極13と載置板11および支持板12との接合界面にクラックが入り易くなる。言い換えれば、静電吸着用電極13の厚みが $100\mu m$ 以下であれば、静電吸着用電極13と載置板11および支持板12との接合界面にクラックが入り難くなる。

30

【0043】

このような厚みの静電吸着用電極13は、スパッタ法や蒸着法等の成膜法、あるいはスクリーン印刷法等の塗工法により容易に形成することができる。

【0044】

絶縁材層14は、静電吸着用電極13を囲繞して腐食性ガスおよびそのプラズマから静電吸着用電極13を保護する。絶縁材層14は、載置板11と支持板12との境界部、すなわち静電吸着用電極13以外の外周部領域を接合一体化する。言い換えれば、絶縁材層14は、載置板11と支持板12とに挟まれ、かつ静電吸着用電極13の外周を取り囲む領域に位置し、載置板11と支持板12と静電吸着用電極13とを互いに接着するよう固定している。載置板11および支持板12を構成する材料と同一組成または主成分が同一の絶縁材料により構成されている。

40

【0045】

(温度調整用ベース部)

温度調節用ベース部3は、静電チャック部2を所望の温度に調整する。温度調節用ベース部3は、厚みのある円板状である。この温度調節用ベース部3としては、例えば、その内部に冷媒を循環させる流路3Aが形成された液冷ベース等が好適である。

【0046】

この温度調節用ベース部3を構成する材料としては、熱伝導性、導電性および加工性に優れた金属、またはこれらの金属を含む複合材であれば特に制限はない。例えば、アルミニウム (Al)、アルミニウム合金、銅 (Cu)、銅合金およびステンレス鋼 (SUS)

50

等が好適に用いられる。この温度調節用ベース部 3 の少なくともプラズマに曝される面は、アルマイト処理が施されているか、あるいはアルミナ等の絶縁膜が成膜されていることが好ましい。

【0047】

温度調節用ベース部 3 の上面側には、接着層 6 を介して絶縁板 7 が接着されている。接着層 6 はポリイミド樹脂、シリコン樹脂およびエポキシ樹脂等の耐熱性、および、絶縁性を有するシート状またはフィルム状の接着性樹脂からなる。接着層は例えば厚み 5 ~ 100 μm 程度に形成される。絶縁板 7 は、ポリイミド樹脂、エポキシ樹脂およびアクリル樹脂などの耐熱性を有する樹脂の薄板、シートあるいはフィルムからなる。

【0048】

なお、絶縁板 7 は、樹脂シートに代え、絶縁性のセラミック板でもよく、またアルミナ等の絶縁性を有する溶射膜でもよい。

【0049】

(フォーカスリング)

フォーカスリング 10 は、温度調節用ベース部 3 の周縁部に載置される平面視円環状の部材である。フォーカスリング 10 は、例えば、載置面に載置される板状試料 W (ウエハ) と同等の電気伝導性を有する材料を形成材料としている。このようなフォーカスリング 10 を配置することにより、ウエハの周縁部においては、プラズマに対する電氣的な環境をウエハと略一致させることができる。よって、ウエハの中央部と周縁部とでプラズマ処理の差や偏りを生じにくくすることができる。

【0050】

(その他の部材)

静電吸着用電極 13 には、静電吸着用電極 13 に直流電圧を印加するための給電用端子 15 が接続されている。給電用端子 15 は、温度調節用ベース部 3、接着剤層 8 および支持板 12 を厚み方向に貫通する貫通孔 16 の内部に挿入されている。給電用端子 15 の外周側には、絶縁性を有する碍子 15a が設けられている。この碍子 15a により金属製の温度調節用ベース部 3 に対し給電用端子 15 が絶縁されている。

【0051】

図 1 では、給電用端子 15 を一体の部材として示しているが、複数の部材が電氣的に接続して給電用端子 15 を構成していてもよい。給電用端子 15 は、熱膨張係数が互いに異なる温度調節用ベース部 3 および支持板 12 に挿入されている。そのため、例えば、温度調節用ベース部 3 および支持板 12 に挿入されている部分について、それぞれ異なる材料で構成するとよい。

【0052】

給電用端子 15 のうち、静電吸着用電極 13 に接続され、支持板 12 に挿入されている部分 (取出電極) の材料としては、耐熱性に優れた導電性材料であれば特に制限されるものではないが、熱膨張係数が静電吸着用電極 13 および支持板 12 の熱膨張係数に近似したものが好ましい。例えば、 Al_2O_3 - TaC などの導電性セラミック材料からなる。

【0053】

給電用端子 15 のうち、温度調節用ベース部 3 に挿入されている部分は、例えば、タングステン (W)、タンタル (Ta)、モリブデン (Mo)、ニオブ (Nb) 及びコバル合金等の金属材料からなる。

【0054】

これら 2 つの部材は、柔軟性と耐電性を有するシリコン系の導電性接着剤で接続するとよい。

【0055】

静電チャック部 2 の下面側には、ヒータエレメント 5 が設けられている。ヒータエレメント 5 は、一例として、厚みが 0.2 mm 以下、好ましくは 0.1 mm 程度の一定の厚みを有する非磁性金属薄板である。ヒータエレメント 5 は、例えばチタン (Ti) 薄板、タングステン (W) 薄板およびモリブデン (Mo) 薄板等をフォトリソグラフィ法やレー

10

20

30

40

50

ザー加工により所望のヒータ形状に加工することで得られる。ヒータ形状としては、例えば帯状の導電薄板を蛇行させた形状であり、かつ全体輪郭が円環状である形状が挙げられる。

【0056】

このようなヒータエレメント5は、静電チャック部2に非磁性金属薄板を接着した後に、静電チャック部2の表面で加工成型することで設けてもよい。ヒータエレメント5は、静電チャック部2とは異なる位置でヒータエレメント5を加工成形したものを、静電チャック部2の表面に転写印刷することで設けてもよい。

【0057】

ヒータエレメント5は、接着層4により支持板12の底面に接着および固定されている。接着層4は、厚みの均一な耐熱性および絶縁性を有するシート状またはフィルム状のシリコン樹脂またはアクリル樹脂からなる。

【0058】

ヒータエレメント5には、ヒータエレメント5に給電するための給電用端子17が接続されている。給電用端子17を構成する材料は、先の給電用端子15を構成する材料と同じの材料を用いることができる。給電用端子17は、それぞれ温度調節用ベース部3に形成された貫通孔3bを充填するように設けられている。

【0059】

また、ヒータエレメント5の下面側には温度センサー20が設けられている。本実施形態の静電チャック装置1では、温度調節用ベース部3と絶縁板7を厚さ方向に貫通するように設置孔21が形成されている。これらの設置孔21の最上部には、温度センサー20が設置されている。なお、温度センサー20はできるだけヒータエレメント5に近い位置に設置することが望ましい。そのため、図1に示す構造から更に接着剤層8側に突き出るように設置孔21を延在して形成し、温度センサー20とヒータエレメント5とを近づけてもよい。

【0060】

温度センサー20は、一例としては、蛍光発光型の温度センサーが挙げられる。蛍光発光型の温度センサーは、石英ガラス等からなる直方体形状の透光体の上面側に蛍光体層が形成されている温度センサーである。この温度センサー20が透光性および耐熱性を有するシリコン樹脂系接着剤等によりヒータエレメント5の下面に接着されている。

【0061】

蛍光体層は、ヒータエレメント5からの入熱に応じて蛍光を発生する材料からなる。蛍光体層の形成材料としては、発熱に応じて蛍光を発生する材料であれば多種多様の蛍光材料を選択できる。蛍光体層の形成材料は、一例として、発光に適したエネルギー準位を有する希土類元素が添加された蛍光材料、AlGaAs等の半導体材料、酸化マグネシウム等の金属酸化物およびルビーやサファイア等の鉱物を挙げることができ、これらの材料の中から適宜選択して用いることができる。

【0062】

ヒータエレメント5に対応する温度センサー20は、それぞれ給電用端子15、17などと干渉しない位置であってヒータエレメント5の下面周方向の任意の位置にそれぞれ設けられている。

【0063】

温度計測部22は、これらの温度センサー20の蛍光からヒータエレメント5の温度を測定する。温度計測部22は、一例として、励起部23と、蛍光検出器24と、制御部25とから構成されている。励起部23は、温度調節用ベース部3の設置孔21の外側(下側)に前記蛍光体層に対し励起光を照射する。蛍光検出器24は、蛍光体層から発せられた蛍光を検出する。制御部25は、励起部23および蛍光検出器24を制御する。さらに制御部25は、前記蛍光に基づき主ヒータの温度を算出する。

【0064】

さらに、静電チャック装置1は、温度調節用ベース部3から載置板11までをそれらの

10

20

30

40

50

厚さ方向に貫通するように設けられたガス穴 28 を有している。ガス穴 28 の内周部には筒状の碍子 29 が設けられている。

【0065】

このガス穴 28 には、ガス供給装置（冷却手段）27 が接続される。ガス供給装置 27 からは、ガス穴 28 を介して板状試料 W を冷却するための冷却ガス（伝熱ガス）が供給される。冷却ガスは、ガス穴を介して載置板 11 の上面において複数の突起部 11b の間に形成される溝 19 に供給され、板状試料 W を冷却する。

【0066】

さらに、静電チャック装置 1 は、温度調節用ベース部 3 から載置板 11 までをそれらの厚さ方向に貫通するように設けられた不図示のピン挿通孔を有している。ピン挿通孔は、例えばガス穴 28 と同様の構成を採用することができる。ピン挿通孔には、板状試料離脱用のリフトピンが挿通される。

静電チャック装置 1 は、以上のような構成となっている。

【0067】

以下に、第 1 実施形態及び第 2 実施形態の複合焼結体について説明する。

【0068】

[第 1 実施形態の複合焼結体]

まず、第 1 実施形態の基体（載置板 11 および支持板 12）の材料である複合焼結体について詳述する。

本実施形態の載置板 11 および支持板 12 は、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体により形成されている。

本実施形態の 1 つの側面として、複合焼結体は、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、前記酸化アルミニウムの少なくとも 2 つの結晶粒の間に位置する前記炭化ケイ素の結晶粒を少なくとも 1 つ含み、前記酸化アルミニウムの前記結晶粒のうちの 1 つと、前記炭化ケイ素の前記結晶粒との粒界に、前記酸化アルミニウムおよび前記炭化ケイ素以外の材料を含む界面層を有する。

【0069】

本実施形態の複合焼結体は、酸化アルミニウムと炭化ケイ素の質量比が 97 : 3 ~ 88 : 12 であることが好ましく、96 : 4 ~ 93 : 7 であることがより好ましい。

【0070】

本実施形態の複合焼結体において、酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、0.8 μm 以上 1.2 μm 以下であることが好ましい。

【0071】

なお、本明細書において「平均結晶粒径」は、複合焼結体の一部を切り出して得られた試験片を用い、表面を走査型電気顕微鏡（SEM）で観察することにより撮影された画像から任意の 200 点の結晶粒についてその最大寸法を測定し、その平均値を算出することにより得られる。

【0072】

また、本実施形態の複合焼結体において、炭化ケイ素の平均結晶粒径は、0.1 μm 以上 0.5 μm 以下であることが好ましい。

【0073】

また、本実施形態の複合焼結体は、粒界における酸化アルミニウムの結晶粒と、炭化ケイ素の結晶粒との界面に、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料を形成材料とする界面層を有する。言い換えれば、複合焼結体は、酸化アルミニウムの少なくとも 2 つの結晶粒の間に位置する炭化ケイ素の結晶粒を少なくとも 1 つ含み、酸化アルミニウムの前記結晶粒のうちの 1 つと、炭化ケイ素の前記結晶粒との粒界に、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料を含む界面層を有する。

【0074】

ここで、「粒界」とは、多結晶焼結体である複合焼結体において、複合焼結体を構成する結晶粒同士の境目（界面）のことを指す。多結晶焼結体においては、結晶方位の異なる

10

20

30

40

50

結晶粒の境目は、界面として顕在化する。

【 0 0 7 5 】

界面層は、複合焼結体の一部を切り出して得られた試験片を用い、表面を透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察することで確認することができる。

【 0 0 7 6 】

界面層の材料は、「酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料」、すなわち酸化アルミニウムでもなく、炭化ケイ素でもない材料である。

【 0 0 7 7 】

ここで、本実施形態の複合焼結体が、酸化アルミニウムと炭化ケイ素からなる複合焼結体であるとする、界面層を構成する元素は、アルミニウム (Al)、酸素 (O)、ケイ素 (Si)、炭素 (C) の4種に限られる。発明者が確認したところ、本実施形態の複合焼結体が有する界面層は、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素ではない材料が形成材料となっていることが分かった。界面層の形成材料、即ち酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料とは、少なくともケイ素原子を含む酸化物であると推測される。または、炭化ケイ素や酸化アルミニウムと、ケイ素を含む酸化物との混晶であることも考えられる。これらは、導電体である炭化ケイ素と比べると高抵抗である蓋然性が高い。ケイ素を含む酸化物の例としては、シリカ等が挙げられる。

以上より、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料は、少なくとも酸素とケイ素とを含み、任意にアルミニウム及び炭素の少なくとも一方を含んでもよい。酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料は、ケイ素原子を含む酸化物又は炭化ケイ素及び酸化アルミニウムの少なくとも1つと、ケイ素を含む酸化物との混晶であってもよい。より具体的には、酸化アルミニウムおよび炭化ケイ素以外の材料は、シリカ又は、炭化ケイ素及び酸化アルミニウムの少なくとも1つと、シリカとの混晶であってもよい。

【 0 0 7 8 】

このような界面層を有する複合焼結体では、高抵抗化する傾向にある。

まず、本実施形態の複合焼結体を構成する物質のうち、主相である酸化アルミニウムは絶縁体であり、副相である炭化ケイ素は導電体である。また、炭化ケイ素の結晶粒は、酸化アルミニウムの結晶粒界に存在する。つまり、炭化ケイ素の結晶粒は、少なくとも二つの酸化アルミニウムの結晶粒の間に存在する。そのため、複合焼結体に通電しようとする、電子は、酸化アルミニウムの結晶粒内に侵入して移動するよりも、導電体である炭化ケイ素の結晶粒が配置された酸化アルミニウムの結晶粒界に沿って移動すると考えられる。

【 0 0 7 9 】

このとき、本願の複合焼結体においては、結晶粒界を移動する電子に対して抵抗となりうる界面層が存在している。そのため、界面層が存在しない従来の複合焼結体と比べ、全体が高抵抗化する。

【 0 0 8 0 】

本実施形態のように導電体と絶縁体とが混在する複合焼結体においては、温度の上昇と共に導電体 (炭化ケイ素) の抵抗値が増加する一方で、絶縁体 (酸化アルミニウム) の抵抗値が低下する。両者のバランスにより、複合焼結体では、温度の上昇にしたがって高温域では体積固有抵抗率が低下する傾向にある。本実施形態の複合焼結体においては、体積固有抵抗率の温度依存性の小さい界面層の存在により、体積固有抵抗率が低下しにくい。結果として高温域においても高い体積固有抵抗率を維持することができる。

【 0 0 8 1 】

本実施形態の複合焼結体は、体積固有抵抗値が、室温 (24) から 300 までの全範囲において 5×10^{-15} ・ cm 以上であることが好ましい。

【 0 0 8 2 】

ここで、「室温 (24) から 300 までの範囲」は、静電チャック装置の使用環境の温度条件を考慮して定めたものである。すなわち、本実施形態の複合焼結体を構成材料として有する静電チャック装置は、室温 (24) から、プラズマ処理工程における温度

10

20

30

40

50

条件として想定される温度を上回る温度（300）までの範囲において、体積固有抵抗率が高く維持される。そのため、高温域においてウエハの取り外しが困難になることなく、また、ウエハに過度の電流が流れることが抑制され、生産性が向上する。

【0083】

界面層の厚みは、0.6 nm以上2.5 nm以下であると好ましい。ここで、界面層の「厚み」とは、界面層が確認できる透過型電子顕微鏡写真において、平行な2本の線分で界面層を挟んだ時の線分間の距離に該当する。同一視野において界面層の任意の複数箇所（例えば5箇所）の厚みを測定し、得られた測定値の平均値を「界面層の厚み」として採用する。

【0084】

界面層の厚みが0.6 nm以上であると、導電しにくく、絶縁破壊される電圧（耐電圧）が低下しにくい。

一方、界面層の厚みが2.5 nm以下であると、分極能の小さい界面層の割合が多くなり過ぎず、比誘電率が低下しにくい。そのため、本実施形態の複合焼結体を静電チャック装置の基体に採用した場合、ウエハを固定する静電吸着力を十分な大きさとすることができる。

【0085】

なお、炭化ケイ素（SiC）には、結晶構造が多数あることが知られており、立方晶系で3C型（閃亜鉛鉱型）の結晶構造を有するもの、4H型および6H型等の六方晶系でウルツ鉱型の結晶構造を有するもの、菱面体晶系で15R型の結晶構造を有するもの、が挙げられる。このうち、3C型の結晶構造を有するものを「 β -SiC」と称する。また、それ以外の結晶構造を有するもの全てを「 α -SiC」と称する。

【0086】

本実施形態の載置板11および支持板12は、複合焼結体に含まれる炭化ケイ素が β -SiCであることが好ましい。また、複合焼結体においては、 β -SiCの結晶粒が、マトリクス材料である酸化アルミニウムの結晶粒に取り囲まれる状態で分散して存在していることが好ましい。複合焼結体において、 β -SiCの体積比率は、焼結体全体体積に対して4体積%以上15体積%以下が好ましく、6体積%以上10体積%以下がより好ましい。

【0087】

β -SiCの体積比率が4体積%より少ないと、炭化ケイ素粒子による電子導電性の発現効果が少ない。また、 β -SiCの体積比率が15体積%より多いと、炭化ケイ素粒子同士の接触を生じ炭化ケイ素粒子を介した抵抗値低下を生じるおそれがある。

【0088】

また、本実施形態の複合焼結体においては、アルミニウムおよびケイ素以外の金属不純物含有率が、複合焼結体の総質量に対し100 ppm以下であることが好ましい。金属不純物含有率は、複合焼結体の総質量に対し50 ppm以下であることが好ましく、25 ppm以下であることがより好ましい。

【0089】

ここで、金属不純物として着目すべき元素は、カルシウム（Ca）、クロム（Cr）、鉄（Fe）、ニッケル（Ni）、銅（Cu）、ナトリウム（Na）、マグネシウム（Mg）、カリウム（K）、チタン（Ti）、マンガン（Mn）、亜鉛（Zn）、バリウム（Ba）およびイットリウム（Y）である。

【0090】

[第2実施形態の複合焼結体]

次に、第2実施形態の基体（載置板11および支持板12）の材料である複合焼結体について、詳述する。

本実施形態の載置板11および支持板12は、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体により形成されている。

本実施形態の1つの側面として、複合焼結体は、主相である酸化アルミニウムと、副相

10

20

30

40

50

である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、 $0.8\ \mu\text{m}$ 以上 $1.2\ \mu\text{m}$ 以下であり、前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散しており、前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して 50% 以上 60% 以下である。

【0091】

本実施形態の複合焼結体において、酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、 $0.8\ \mu\text{m}$ 以上 $1.2\ \mu\text{m}$ 以下である。

【0092】

また、本実施形態の複合焼結体において、炭化ケイ素の結晶粒は、酸化アルミニウムの結晶粒内および酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に分散している。

10

【0093】

また、本実施形態の複合焼結体において、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して 50% 以上 60% 以下である。酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の割合は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が大きいほど多くなる傾向にある。

【0094】

なお、本発明において、複合焼結体における「酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合」は、複合焼結体の任意の視野の走査型電子顕微鏡写真において、炭化ケイ素の結晶粒を目視で数えた結果に基づいて算出する。すなわち、拡大倍率 10000 倍の電子顕微鏡写真において、無作為に抽出した炭化ケイ素の結晶粒 150 個を「炭化ケイ素の結晶粒全体の個数」とし、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の割合を求める。同様の処理を2つの視野の電子顕微鏡写真において行い、平均値を「酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合」として求める。

20

【0095】

載置板11および支持板12の材料である複合焼結体は、上述のような構成であることにより、高い比誘電率と高い耐電圧とを両立することができる。

【0096】

本実施形態の複合焼結体においては、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が大きくなり、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合が増加すると、比誘電率は増加する傾向にある。

30

【0097】

また、本実施形態の複合焼結体においては、酸化アルミニウムの平均結晶粒径を大きくし、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を増加させると、ある平均結晶粒径までは耐電圧が増加し、その後、耐電圧が低下する傾向にある。

【0098】

この耐電圧の変化の傾向は、次のようなモデルで説明できると考えられる。

図6~8は、本実施形態の複合焼結体の電気特性を説明する図であり、複合焼結体の結晶を模式的に示した図である。図6は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が $0.8\ \mu\text{m}$ 未満である複合焼結体A2の電気特性を説明する図である。図7は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が $0.8\ \mu\text{m}$ 以上 $1.2\ \mu\text{m}$ 以下である複合焼結体B2の電気特性を説明する図である。図8は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が $1.2\ \mu\text{m}$ を超えている複合焼結体C2の電気特性を説明する図である。また、図6に示す複合焼結体A2の長さL1、図7に示す複合焼結体B2の長さL2、図8に示す複合焼結体C2の長さL3はそれぞれ同じであるとする。

40

【0099】

各図の六角形は、それぞれ主相である酸化アルミニウムの結晶粒を示している。また、各図の破線は、電圧印加時に電子が移動する経路を示す。

50

【0100】

本実施形態の複合焼結体を構成する物質のうち、主相である酸化アルミニウムは絶縁体であり、副相である炭化ケイ素は導電体である。また、炭化ケイ素の結晶粒は、酸化アルミニウムの結晶粒内と、酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界との両方に存在する。そのため、複合焼結体に通電しようとする、電子は、導電体である炭化ケイ素の結晶粒が配置された結晶粒界を移動しやすい。

【0101】

図6の複合焼結体A2において、電圧を印加し、符号A12から符号A22に電流を流そうとすると（電子を移動させようとする）、電子は、結晶粒界に沿って移動すると考えられる。すなわち、複合焼結体A2のように酸化アルミニウムの結晶粒の平均結晶粒径が0.8μm未満と小さい場合、電子は、酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に沿って符号A12と符号A22とを結ぶ最短距離を移動すると考えられる。

10

【0102】

同様に、図7の複合焼結体B2において、電圧を印加し、符号B12から符号B22に電流を流そうとすると、電子は、酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に沿って移動すると考えられる。このとき、図7の複合焼結体B2は、図6の複合焼結体A2よりも酸化アルミニウムの平均結晶粒径が大きい。そのため、複合焼結体B2においては、結晶粒界に沿って符号B12と符号B22とを結ぶ最短距離が、図6に示す構成の複合焼結体A2よりも長くなり、電子の移動距離が長くなる。その結果、同じ電圧を印加したときに、図7の複合焼結体B2は、図6の複合焼結体A2よりも電流が流れにくくなり、耐電圧が高くなると考えられる。

20

【0103】

一方、図8の複合焼結体C2において、電圧を印加し、符号C12から符号C22に電流を流そうとした場合には傾向が異なる。すなわち、複合焼結体C2においては、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が大きい分、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の個数割合が複合焼結体A2, B2よりも多くなる。そのため、複合焼結体C2の酸化アルミニウムの結晶粒は、複合焼結体A2, B2の酸化アルミニウムの結晶粒よりも絶縁性が低下する。

【0104】

複合焼結体C2においては、酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に沿って符号C12と符号C22とを結ぶ最短距離が、図7に示す構成の複合焼結体B2よりも長くなる。その結果、酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に沿って符号C12と符号C22とを結ぶ最短距離を電子が移動した場合、複合焼結体B2の場合より電子の移動距離が長くなる。一方で、上述のように、複合焼結体C2においては、酸化アルミニウムの結晶粒の絶縁性が低下している。そのため、複合焼結体C2に電圧を印加すると、結晶粒界に沿って電子が移動するよりも、酸化アルミニウムの結晶粒内を電子が移動する方がエネルギー的に有利になる。そのため、図8の複合焼結体C2は、図7の複合焼結体B2よりも電流が流れやすくなり、耐電圧が低下すると考えられる。

30

【0105】

発明者らの検討により、主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が、0.8μm以上1.2μm以下であり、炭化ケイ素の結晶粒が、酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の結晶粒界に分散しており、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合が、炭化ケイ素の結晶粒全体の50%以上60%以下である複合焼結体は、上述のような性質を示し、高い比誘電率と高い耐電圧とを両立することができることが分かった。

40

【0106】

複合焼結体において、酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、焼結温度を制御することにより調節可能である。焼結温度が高くなると、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が大きくなる傾向にある。焼結温度が低くなると、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が小さくなる

50

傾向にある。

【0107】

また、複合焼結体において、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、焼結温度を制御することにより調整可能である。焼結温度が高くなると酸化アルミニウムの粒成長が促進される。そのため、焼結温度が高くなると、粒内に存在する炭化ケイ素の結晶粒の個数割合が増加する傾向にある。一方、焼結温度が低くなると、酸化アルミニウムの粒成長が抑制される。そのため、焼結温度が低くなると、粒内に存在する炭化ケイ素の結晶粒の個数割合が低減する傾向にある。

【0108】

本実施形態の載置板11および支持板12は、複合焼結体に含まれる炭化ケイ素が - SiCであることが好ましい。また、複合焼結体においては、 - SiCの結晶粒が、マトリクス材料である酸化アルミニウムの結晶粒に取り囲まれる状態で分散して存在していることが好ましい。複合焼結体において、 - SiCの体積比率は、複合焼結体全体の体積に対し4体積%以上15体積%以下が好ましく、6体積%以上10体積%以下がより好ましい。

10

【0109】

- SiCの体積比率が4体積%より少ないと、炭化ケイ素の結晶粒による電子導電性の発現効果が少ない。また、 - SiCの体積比率が15体積%より多いと、炭化ケイ素の結晶粒同士の接触を生じ炭化ケイ素の結晶粒を介した抵抗値低下を生じるおそれがあるためである。

20

【0110】

また、本実施形態の複合焼結体においては、アルミニウムおよびケイ素以外の金属不純物含有量が、複合焼結体の総質量に対し100ppm以下であることが好ましい。金属不純物含有量は、複合焼結体の総質量に対し50ppm以下であることが好ましく、25ppm以下であることがより好ましい。

【0111】

金属不純物として着目すべき元素は、カルシウム(Ca)、クロム(Cr)、鉄(Fe)、ニッケル(Ni)、銅(Cu)、ナトリウム(Na)、マグネシウム(Mg)、カリウム(K)、チタン(Ti)、マンガン(Mn)、亜鉛(Zn)、バリウム(Ba)およびイットリウム(Y)である。

30

【0112】

[複合焼結体の製造方法]

本実施形態に係る複合焼結体は、酸化アルミニウム粒子と炭化ケイ素粒子とを、それぞれ高速で噴射してお互いに衝突させながら混合する工程と、混合する工程で得られたスラリーから分散媒を除去した後、成形する工程と、得られる成形体を、非酸化性雰囲気下、25MPa以上の圧力で押し固めながら1600以上に加熱して加圧焼結する工程と、を有する製造方法により製造することができる。

【0113】

本実施形態に係る複合焼結体の製造方法では、用いる酸化アルミニウム粒子は、酸化アルミニウムの含有量が酸化アルミニウム粒子全体の総質量に対し99.99質量%以上であることが好ましい。このような高純度の酸化アルミニウム粒子は、ミョウバン法を用いることにより調製可能である。ミョウバン法を用いて調整した酸化アルミニウム粒子は、例えばパイヤー法を用いて調製した酸化アルミニウム粒子と比べると、金属不純物であるナトリウム原子の含有量を大幅に低減することが可能である。また、所望の純度の酸化アルミニウム粒子が得られるのであれば、種々の方法を採用可能である。

40

【0114】

本明細書において、酸化アルミニウム粒子をミョウバン法で調製する場合、以下の操作を行う。

まず硫酸アルミニウムと硫酸アンモニウムを加熱下で純水に溶解し、続いて攪拌冷却することにより、無色透明な結晶が得られる。さらに高純度化するために、再結晶を繰り返

50

してミョウバン中の不純物を除去する。その後、例えば 1 1 5 0 に加熱することにより、三酸化硫黄が脱離し酸化アルミニウムが得られる。

【 0 1 1 5 】

本明細書において、酸化アルミニウム粒子をパイヤー法で調製するとは、以下の操作を行うことを意味する。まず、ボーキサイトを例えば 2 5 0 の水酸化ナトリウム水溶液で洗浄する。この際、ボーキサイトに含まれる酸化アルミニウムは、水酸化アルミニウムとなり、水溶液中に溶解する。ボーキサイトに含まれる酸化アルミニウム以外の成分は、固体の不純物として過により除去される。次に水溶液を冷却することにより、水酸化アルミニウムを沈殿させる。その後、例えば 1 0 5 0 に加熱することにより、水酸化アルミニウムから脱水が生じ、酸化アルミニウムが得られる。

10

【 0 1 1 6 】

混合する工程においては、2流粒子衝突型の粉碎混合装置を用い、分散媒に分散させた酸化アルミニウム粒子と、分散媒に分散させた炭化ケイ素粒子とをそれぞれ加圧することで高速で噴射してお互いに衝突させながら混合する。これにより、酸化アルミニウム粒子と炭化ケイ素粒子とが粉碎され、これらの粉碎粒子を含む分散液が得られる。

【 0 1 1 7 】

酸化アルミニウム粒子と炭化ケイ素粒子とを衝突させる際、大きい粒子は、衝突時の運動エネルギーが大きく、粉碎されやすい。一方、小さい粒子は、衝突時の運動エネルギーが小さく、粉碎されにくい。そのため、上記粉碎混合装置を用いて得られる酸化アルミニウム粒子と炭化ケイ素粒子は、粗大粒子や過粉碎の粒子の少ない、粒度分布幅の狭い粒子となる。したがって、2流粒子衝突型の粉碎混合装置を用いて粉碎混合した混合粒子を用いると、焼結工程において、粗大粒子を核とする異常粒成長を抑制することができる。

20

【 0 1 1 8 】

例えば、ボールミルやビーズミル等のメディアを用いて粉碎混合すると、各メディアの破損に起因した不純物の混入が生じるおそれがある。これと比較して、本実施形態のように粉碎混合装置を用いて粉碎混合することにより、純物の混入を抑制することが可能である。

【 0 1 1 9 】

成形する工程においては、まず、粉碎混合装置で得られた分散液をスプレードライすることにより、酸化アルミニウム粒子と炭化ケイ素粒子との混合粒子からなる顆粒を得る。

30

【 0 1 2 0 】

次いで、目的とする焼結体の形状に応じて、得られた顆粒を一軸成形（一軸プレス成形）する。

【 0 1 2 1 】

次いで、得られた成形体を不活性ガス雰囲気下、常圧で（プレス圧を加えることなく）例えば 5 0 0 に加熱し、成形体に含まれる水分や分散媒等の夾雑物を除去する。不活性ガスとしては、窒素またはアルゴンを用いることができる。この操作においては、成形体を変性することなく成形体から夾雑物を除去できるならば、加熱温度は 5 0 0 に限られない。

【 0 1 2 2 】

さらに、夾雑物を除去した成形体を、大気中、例えば 4 0 0 で加熱して成形体を構成する混合粒子を酸化処理する酸化工程を有することが好ましい。この酸化処理により、混合粒子に含まれる炭化ケイ素粒子の表面には酸化膜が形成される。酸化膜には、混合粒子に含まれる金属不純物が溶け出しやすいため、混合粒子に含まれる金属不純物が粒子表面に偏って存在することになる。すると、後述する加圧焼結する工程において、金属不純物を除去しやすいため好ましい。

40

【 0 1 2 3 】

加圧焼成する工程においては、まず、上述の成形体を、真空雰囲気（第 1 の非酸化性雰囲気）において、1 6 0 0 よりも低い温度且つ常圧で（プレス圧を加えることなく）加熱（予備加熱）する。このような操作によれば、予備加熱時の温度を適宜設定することに

50

より、混合粒子に含まれるアルカリ金属等の金属不純物が蒸発し、金属不純物を容易に除去できる。そのため、このような操作によれば、混合粒子の純度を向上しやすくなる。また、基体の体積抵抗値を制御しやすくなる。

【0124】

また、成形する工程において、上述したように夾雑物を除去した成形体に対し酸化処理を施すと、真空雰囲気下で予備加熱することにより、粒子表面に形成された酸化膜が揮発する。同時に、酸化膜に含まれる金属不純物が蒸発する。そのため、成形体から金属不純物を容易に除去できる。したがって、このような操作によれば、混合粒子の純度を向上しやすくなる。また、基体の体積抵抗値を制御しやすくなる。

【0125】

なお、本実施形態において「真空」とは、「大気圧より低い圧力の基体で満たされた空間内の状態」のことであり、JIS規格において工業的に利用できる圧力として定義された状態のことを指す。本実施形態においては、真空雰囲気は、低真空(100Pa以上)であってもよいが、中真空(0.1Pa~100Pa)であると好ましく、高真空(10⁻⁵Pa~0.1Pa)であるとより好ましい。

【0126】

本実施形態の複合焼結体の製造方法においては、例えば、真空雰囲気下、1200で4時間以上予備加熱した後、大気圧までアルゴンで気圧を戻す。

【0127】

次いで、予備加熱を施した成形体を、アルゴン雰囲気(第2の非酸化性雰囲気)において、5MPa以上の圧力で押し固めながら1600以上に加熱して加圧焼結する。このような操作によれば、成形体に含まれる酸化アルミニウム粒子や炭化ケイ素粒子の焼結が進行し、気孔の少ない緻密な焼結体を得られる。

【0128】

本実施形態の複合焼結体の製造方法においては、例えば、アルゴン雰囲気下、1600以上1850以下で、焼結圧力25MPa以上50MPa以下の範囲で焼結する。

【0129】

このような方法で製造して得られた焼結体は、金属不純物含有率が低減し高純度なものとなる。金属不純物含有率が目標値に達しない場合には、予備加熱の時間を長くする、または予備加熱の温度を高くするとよい。

以上のようにして、本実施形態の複合焼結体を製造することができる。

【0130】

得られた複合焼結体を所望の形状に研削することで、静電チャック部材を構成する基体である載置板11および支持板12をそれぞれ形成することができる。載置板11の載置面11aに形成された突起部11bについては、公知の方法により適宜形成可能である。

【0131】

以上のような構成の複合焼結体によれば、静電チャック装置に好適に用いられ、生産性を向上可能である静電チャック用複合焼結体を提供することができる。

【0132】

また、以上のような構成の静電チャック装置によれば、生産性を向上可能である静電チャック装置を提供することができる。

【0133】

以上、添付図面を参照しながら本発明に係る好適な実施の形態例について説明したが、本発明は係る例に限定されないことは言うまでもない。上述した例において示した各構成部材の諸形状や組み合わせ等は一例であって、本発明の主旨から逸脱しない範囲において設計要求等に基づき種々変更可能である。

【0134】

例えば、本明細書においては、第1実施形態の複合焼結体と、第2実施形態の複合焼結体とを別々に説明したが、複合焼結体が、第1実施形態に記載の側面と、第2実施形態に記載の側面との双方を備えるものであってもよい。

10

20

30

40

50

【実施例】

【0135】

以下に本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0136】

[実施例1A]

本実施例においては、直流三端子法により円盤状の焼結体の体積固有抵抗値を測定した。

【0137】

(使用機器)

スクリーン印刷機：MODEL MEC - 2400型、ミタニマイクロニクス株式会社製

抵抗率測定装置：西山製作所製

絶縁計：デジタル絶縁計(型式DSM - 8103、日置電機株式会社製)

【0138】

(測定条件)

温度：室温(24)、50、100、150、200、250、300

雰囲気：窒素(純度99.99995%、流量200ml/分)

印加電圧：0.5kV、1kV

【0139】

(測定方法)

スクリーン印刷機を用いて、銀ペースト(NP - 4635、株式会社ノリタケカンパニーリミテッド製)を焼結体の上面および下面に印刷し、大気中100で12時間乾燥させた。その後、銀ペーストを大気中450で1時間焼き付け、主電極、ガード電極、対極を形成した。図2は、本実施例で体積固有抵抗値を測定する際の焼結体の様子を示す模式図である。図2において、符号100は焼結体、符号110は主電極、符号120はガード電極、符号130は対極を示す。

【0140】

このとき、主電極直径は1.47cmであり、ガード電極の内径は1.60cmであった。

【0141】

上述のように各電極を形成した焼結体に対し、各測定温度において直流電圧を印加し、1分間充電後の電流を測定して、焼結体の体積抵抗を求めた。その後、焼結体の厚み、および電極面積を用いて下記式(1)より体積固有抵抗率(ρ_v)を算出した。

$$\rho_v = S / t \times R_v = S / t \times V / I \quad \dots (1)$$

(S：電極の有効面積(cm^2)、t：焼結体の厚み(cm)、 R_v ：体積抵抗、V：直流電圧(V)、I：電流(A))

【0142】

(誘電正接)

本実施例においては、プレジジョン・インピーダンス・アナライザー(型番：4294A、Agilent Technologies社製)、および誘電体テスト・フィクスチャ(型番：16451B、Agilent Technologies社製)を用い、平行平板法にて誘電正接を測定した。

【0143】

(複合焼結体の組織観察)

加圧焼結後に得られる複合焼結体から一部を切り出して得られた試験片を用い、走査型電子顕微鏡を用いて複合焼結体の組織観察を行った。

(測定条件)

装置名：日立ハイテクノロジー株式会社製、型番：S - 4000

試料作製：サーマルエッチング(1400 x 30min, Ar雰囲気)

10

20

30

40

50

(複合焼結体の界面観察)

加圧焼結後に得られる複合焼結体から一部を切り出して得られた試験片を用い、透過型電子顕微鏡を用いて複合焼結体の組織観察を行った。

(測定条件)

装置名：原子分解能分析電子顕微鏡 JEM-ARM200F Dual-X、JEO L 製

EDX検出器：JED-2300、JEO L 製

観察条件：加速電圧200kV、ビーム径：約0.2nm

試料作製：機械研磨+イオンミリング(PIPS691、Gatan製、加速電圧~4kV)

10

【0144】

(複合焼結体の作製)

出発原料として、平均粒子径が0.03 μ mであり熱プラズマCVDで合成された - SiC型の炭化ケイ素(-SiC)粒子と、平均粒子径が0.1 μ mであり金属不純物含有量が酸化アルミニウム(Al_2O_3)粒子の総質量に対し95ppmの酸化アルミニウム(Al_2O_3)粒子とを用いた。

【0145】

- SiC粒子と Al_2O_3 粒子との全体の質量に対し、- SiC粒子が8質量%となるように秤量し、分散剤が入った蒸留水に投入した。- SiC粒子と Al_2O_3 粒子とを投入した分散液について、超音波分散装置にて分散処理の後、2流粒子衝突型の粉碎混合装置を用いて粉碎混合した。

20

【0146】

得られた混合溶液をスプレードライ装置にて噴霧乾燥させ、- SiCと Al_2O_3 との混合粒子とした。

【0147】

混合粒子をプレス圧8MPaで一軸プレス成形し、直径320mm \times 15mm厚の成形体とした。

【0148】

次いで、成形体を窒素雰囲気下、プレス圧を加えることなく500まで昇温させ、水分および分散剤(夾雑物)を除去した。その後、夾雑物を除去した成形体を大気中400

30

に加熱し、成形体に含まれる - SiC粒子の表面を酸化した。

【0149】

得られた成形体を黒鉛製のモールドにセットし、加圧焼結を行った。まず、成形体を、真空雰囲気下、プレス圧を加えることなく1200まで昇温させた。その後、アルゴン雰囲気下、プレス圧40MPa、1800で焼結を行い、実施例1Aの複合焼結体を得た。

【0150】

実施例1Aの複合焼結体の金属不純物含有量は、複合焼結体の総質量に対し、80ppmであった。なお、本実施例において金属不純物含有量は、ICP-MS法にて測定した値を採用した。

40

【0151】

(比較例1A)

Al_2O_3 粒子として、金属不純物含有量が Al_2O_3 粒子と金属不純物の総質量に対し800ppm、平均粒子径が0.5 μ mのものを用いた。また、夾雑物を除去した成形体を、室温から焼結温度に至るまで真空雰囲気に曝すことなく、アルゴン雰囲気下で熱処理(焼結)を行ったこと以外は、実施例1Aと同様にして、比較例1Aの焼結体を得た。

【0152】

比較例1Aの焼結体の金属不純物含有量は、複合焼結体の総質量に対し、795ppmであった。なお金属不純物含有量は、実施例1Aと同様にICP-MS法にて測定した値を採用した。

50

【 0 1 5 3 】

(参考例 1 A)

出発原料である -SiC 粒子を用いないこと以外は、実施例 1 A と同様にして、参考例 1 A の焼結体を得た。

【 0 1 5 4 】

図 3 および 4 は、作製した複合焼結体の電子顕微鏡写真である。図 3 は、実施例 1 A の複合焼結体、図 4 は比較例 1 A の複合焼結体を示す。各写真において、符号 A 1 で示す結晶は酸化アルミニウム、符号 B 1 で示す結晶は炭化ケイ素を示す。

【 0 1 5 5 】

図 3 に示すように、実施例 1 A の複合焼結体においては、酸化アルミニウムの結晶と炭化ケイ素の結晶との粒界に、酸化アルミニウムの結晶とも炭化ケイ素の結晶とも異なる 1 nm 程度の領域が観察された。すなわち、酸化アルミニウムの結晶と炭化ケイ素の結晶との粒界に、1 nm 程度の界面層 X が確認できた。

10

【 0 1 5 6 】

一方、図 4 に示すように、比較例 1 A の複合焼結体においては、酸化アルミニウムの結晶と炭化ケイ素の結晶との粒界に界面層は確認できなかった。

【 0 1 5 7 】

図 5 は、作製した各焼結体の体積固有抵抗率について、温度依存性を確認した結果を示す片対数グラフである。図 5 は、横軸が測定温度 (単位:)、縦軸が体積固有抵抗率 (単位: $\cdot \text{cm}$) を示している。

20

【 0 1 5 8 】

図 5 に示すように、実施例 1 A の複合焼結体は、 -70 から 300 までの広範囲において、体積固有抵抗率が $5 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ 以上であることが確認できた。一方、比較例 1 A の複合焼結体では、 300 において体積固有抵抗率が $1 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ を下回っていた。なお、参考例 1 A の酸化アルミニウム焼結体は、温度上昇に応じて、体積固有抵抗率が低下する傾向を見せ、 150 において体積固有抵抗率が $1 \times 10^{15} \cdot \text{cm}$ を下回っていた。

【 0 1 5 9 】

実施例 1 A と比較例 1 A との複合焼結体について、図 5 で体積固有抵抗率を測定した温度にて誘電正接を測定した結果を表 1 に示す。誘電正接の測定は、 100 kHz 、 500 kHz 、 1 MHz で行った。

30

【 0 1 6 0 】

【表 1】

	実施例 1			比較例 1		
	100k Hz	500k Hz	1 MHz	100k Hz	500k Hz	1 MHz
-70°C	0.0025	0.0025	0.0028	0.0021	0.0033	0.0045
0°C	0.0025	0.0021	0.002	0.0027	0.0031	0.0036
25°C	0.0022	0.0017	0.0016	0.0033	0.0033	0.0033
150°C	0.0072	0.0042	0.0039	0.0107	0.0073	0.0066
300°C	0.0463	0.0291	0.0226	0.0573	0.0372	0.0291

40

【 0 1 6 1 】

測定の結果、実施例 1 A の複合焼結体は、比較例 1 A の複合焼結体と比べ、誘電正接が低下していることが確認できた。

【 0 1 6 2 】

[実施例 1 B]

(比誘電率・誘電正接)

実施例 1 A と同様に、プレジジョン・インピーダンス・アナライザー (型番: 4294 A、Agilent Technologies 社製)、および誘電体テスト・フィクス

50

チャ（型番：16451B、Agilent Technologies社製）を用い、平行平板法にて比誘電率・誘電正接を測定した。

【0163】

（耐電圧）

本実施例においては、高圧電源（型番HGR10-20P、松定プレジジョン社製）を用い、複合焼結体を直径20mmの円柱状電極で挟んだ後、室温のシリコン油中にて昇温速度1kV/秒で電圧を印加したとき、試験片に1 μ Aの電流が流れる電圧（耐電圧）を測定した。

【0164】

（酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合）

本実施例においては、複合酸化物（複合焼結体）の表面を3 μ mのダイヤモンドペーストで鏡面研磨した後、アルゴン雰囲気下、1400 で30分サーマルエッチングを施した。

得られた焼結体の表面を、走査型電子顕微鏡（日立ハイテクノロジー株式会社製、型番：S-4000）を用いて、拡大倍率10000倍で組織観察を行った。

【0165】

得られた電子顕微鏡写真において、無作為に抽出した炭化ケイ素の結晶粒150個を「炭化ケイ素の結晶粒全体」とし、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の割合を求めた。同様の処理を2つの視野の電子顕微鏡写真において行い、平均値を「酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合」として求めた。

【0166】

（水準1）

実施例1Aの複合焼結体と同じ工程により、水準1の複合焼結体を得た。

【0167】

水準1の複合焼結体の金属不純物含有量は、80ppmであった。なお、水準1において金属不純物含有量は、ICP-MS法にて測定した値を採用した。

【0168】

また、水準1の複合焼結体について、上述の条件にて電子顕微鏡写真を撮影した。図9は、撮像した電子顕微鏡写真である。相対的に黒く写っている部分が炭化ケイ素の結晶粒、白く写っている部分が酸化アルミニウムの結晶粒である。

【0169】

得られた電子顕微鏡写真から酸化アルミニウムの平均結晶粒径を求めたところ、0.65 μ mであった。また、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を求めたところ、45%であった。

【0170】

（水準2）

アルゴン雰囲気下、プレス圧40MPa、1845 で焼結を行ったこと以外は、水準1と同様にして、水準2の複合焼結体を得た。

【0171】

また、水準2の複合焼結体について、上述の条件にて電子顕微鏡写真を撮影した。図10は、撮像した電子顕微鏡写真である。得られた電子顕微鏡写真から酸化アルミニウムの平均結晶粒径を求めたところ、1.05 μ mであった。また、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を求めたところ、55%であった。

【0172】

（水準3）

アルゴン雰囲気下、プレス圧40MPa、1875 で焼結を行ったこと以外は、水準1と同様にして、水準3の複合焼結体を得た。

【0173】

また、水準3の複合焼結体について、上述の条件にて電子顕微鏡写真を撮影した。図1

10

20

30

40

50

1 は、撮像した電子顕微鏡写真である。得られた電子顕微鏡写真から酸化アルミニウムの平均結晶粒径を求めたところ、 $1.52\ \mu\text{m}$ であった。また、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を求めたところ、 65% であった。

【0174】

(水準4)

アルゴン雰囲気下、プレス圧 $40\ \text{MPa}$ 、 1750 で焼結を行ったこと以外は、水準1と同様にして、水準4の複合焼結体を得た。

【0175】

また、水準4の複合焼結体について、上述の条件にて電子顕微鏡写真を撮影した得られた電子顕微鏡写真から酸化アルミニウムの平均結晶粒径を求めたところ、 $0.56\ \mu\text{m}$ であった。また、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を求めたところ、 39% であった。

10

【0176】

図12は、本実施例の複合焼結体について、酸化アルミニウムの平均結晶粒径に対する、複合焼結体の比誘電率の関係を示すグラフである。図12においては、横軸が酸化アルミニウムの平均結晶粒径(単位： μm)、縦軸が $1\ \text{MHz}$ の交流電圧印加時の比誘電率(単位：無次元)を示している。また、図12には、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散する炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を併記している。

【0177】

図12に示すように、本実施例の複合焼結体は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径の増加に伴い、比誘電率が増加する傾向にあることが分かる。

20

【0178】

図13は、本実施例の複合焼結体について、酸化アルミニウムの平均結晶粒径に対する、耐電圧の関係を示すグラフである。図13においては、横軸が酸化アルミニウムの平均結晶粒径(単位： μm)、縦軸が上述した測定条件において試験片に $1\ \mu\text{A}$ の電流が流れる電圧(単位： kV)を示している。また、図13には、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散する炭化ケイ素の結晶粒の個数割合を併記している。

【0179】

図13に示すように、本実施例の複合焼結体は、酸化アルミニウムの平均結晶粒径の増加に伴って耐電圧が増加し、平均結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 付近に極大を示した後、酸化アルミニウムの平均結晶粒径の増加に伴って耐電圧が低下する傾向にあることが分かる。

30

【0180】

上述したように、静電チャック装置においては、(i)ウエハの面内温度分布(温度差)を低減させるため、試料台に微細な溝を設け、当該溝に気体の冷媒(例えばヘリウム)を流動させることで、試料台に載置したウエハを冷却する技術が知られている。このような静電チャック装置において均熱性を高めるためには、冷媒のガス圧を高め冷却効率を向上させることが考えられる。一方、冷媒のガス圧を高める場合、冷媒から受ける圧力によってウエハが脱離しないように、静電チャック装置には高い吸着力が求められる。高い吸着力を得るには、静電チャック装置の基体の比誘電率が13以上であることが好ましい。

【0181】

また、静電チャック装置を用いる半導体製造装置においては、(ii)深堀加工技術を確実に実施するため、加工時の印加電圧が増加する傾向にある。そのため、静電チャック装置には、高い耐電圧が求められる。深堀加工時の加工条件において静電チャック装置の基体が破損しないためには、基体の耐電圧は、 $16\ \text{kV}$ 以上であることが好ましい。

40

【0182】

本実施形態の結果から、酸化アルミニウムの平均結晶粒径が $0.8\ \mu\text{m}$ 以上 $1.2\ \mu\text{m}$ 以下、酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している炭化ケイ素の結晶粒の個数割合が炭化ケイ素の結晶粒全体の 50% 以上 60% 以下である複合焼結体は、高い比誘電率および高い耐電圧を両立することが分かった。

【0183】

50

以上の結果より、本発明が有用であることが分かった。

【産業上の利用可能性】

【0184】

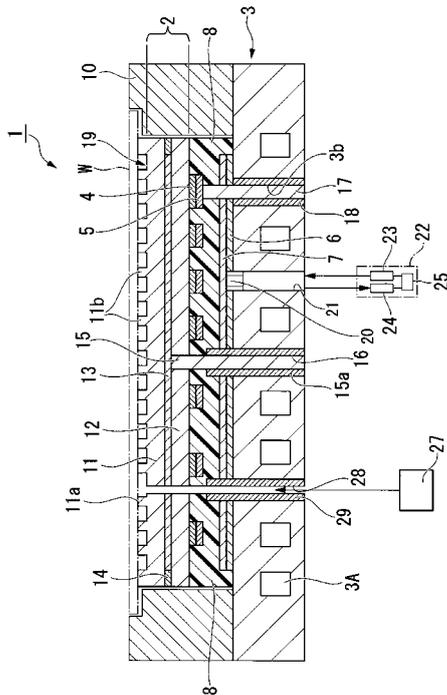
本発明は、静電チャック装置に好適に用いられ、生産性を向上可能である静電チャック用複合焼結体を提供することができる。また、高い比誘電率と高い耐電圧とを両立する静電チャック用複合焼結体を提供することができる。また、このような静電チャック用複合焼結体を用いた静電チャック部材、静電チャック装置を提供することができる。

【符号の説明】

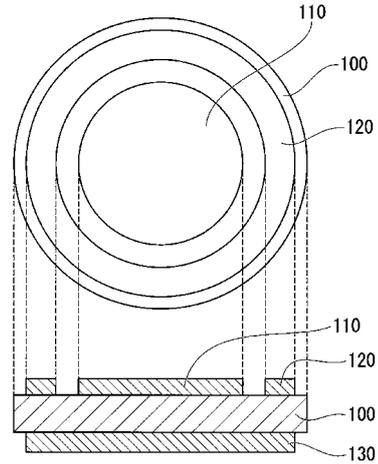
【0185】

1 ... 静電チャック装置、11 ... 載置板（基体）、11a ... 載置面、12 ... 支持板（基体）、13 ... 静電吸着用電極、W ... 板状試料、A1 ... 酸化アルミニウム、B1 ... 炭化ケイ素、X ... 界面層

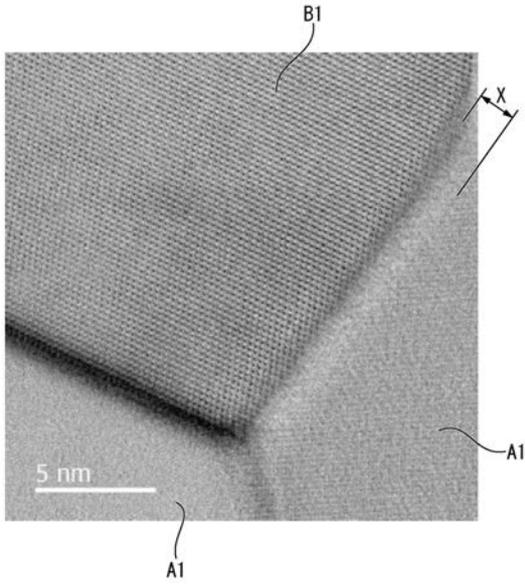
【図1】



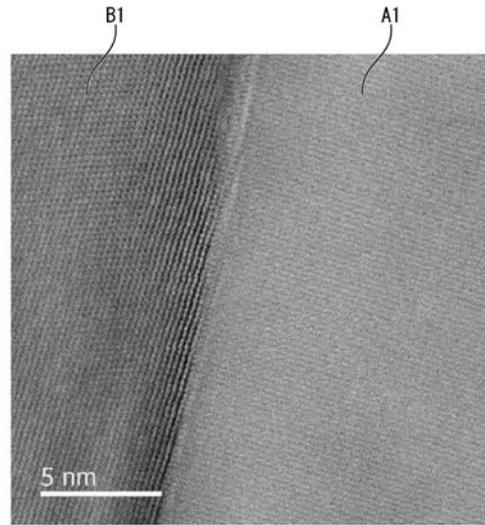
【図2】



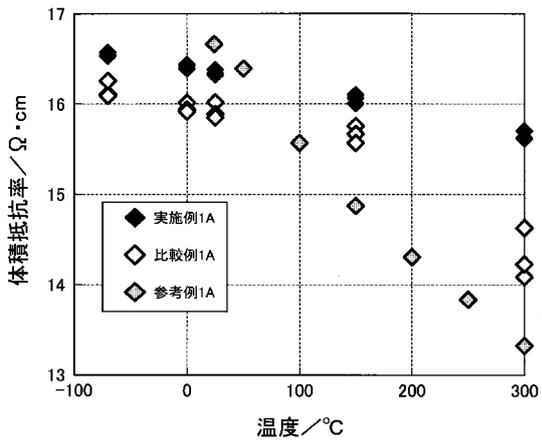
【 図 3 】



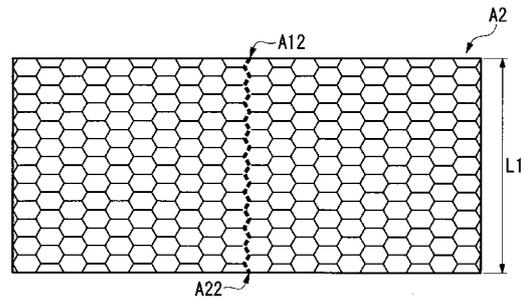
【 図 4 】



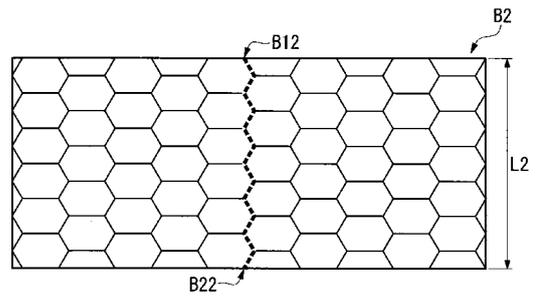
【 図 5 】



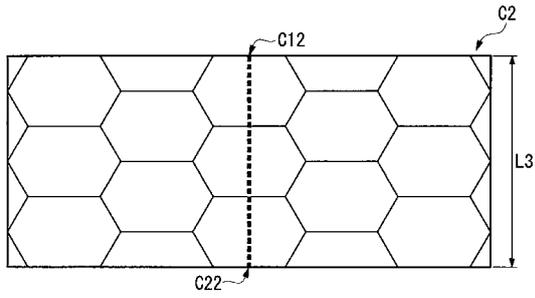
【 図 6 】



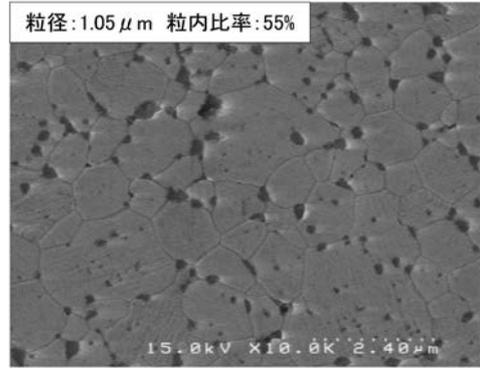
【 図 7 】



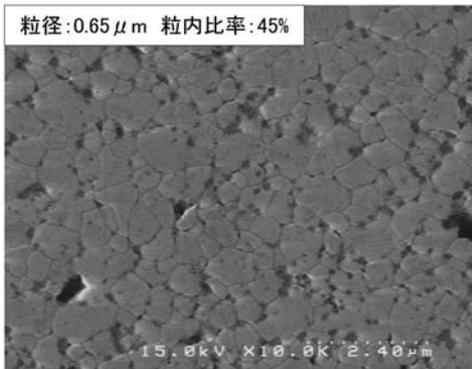
【 図 8 】



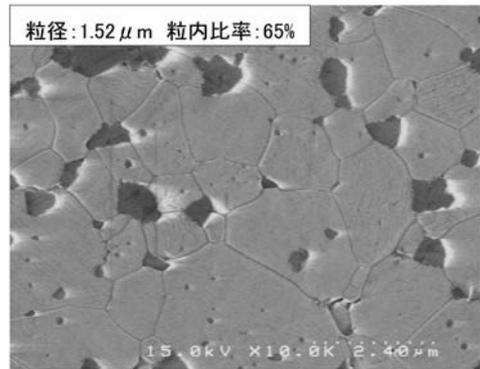
【 図 1 0 】



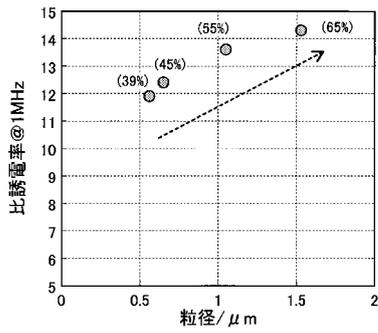
【 図 9 】



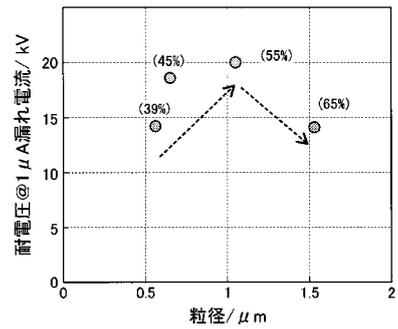
【 図 1 1 】



【 図 1 2 】



【 図 1 3 】



【手続補正書】

【提出日】平成30年7月31日(2018.7.31)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、

前記酸化アルミニウムの少なくとも2つの結晶粒の間に位置する前記炭化ケイ素の結晶粒を少なくとも1つ含み、

前記酸化アルミニウムの前記結晶粒と、前記炭化ケイ素の前記結晶粒との粒界に、前記酸化アルミニウムおよび前記炭化ケイ素以外の材料を形成材料とする界面層を有し、

アルミニウムおよびケイ素以外の金属不純物含有率が、前記複合焼結体の総質量に対し100ppm以下である複合焼結体。

【請求項2】

前記界面層の厚みが、0.6nm以上2.5nm以下である請求項1に記載の複合焼結体。

【請求項3】

体積固有抵抗値が、室温から300 までの全範囲において $5 \times 10^{15} \text{ } \cdot \text{cm}$ 以上である請求項1または2に記載の複合焼結体。

【請求項4】

前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、0.8 μm 以上1.2 μm 以下であり、

前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の粒界に分散しており、

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して50%以上60%以下である請求項1から3のいずれか1項に記載の複合焼結体。

【請求項5】

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい請求項4に記載の複合焼結体。

【請求項6】

主相である酸化アルミニウムと、副相である炭化ケイ素と、を含むセラミックスの複合焼結体であり、

前記酸化アルミニウムの平均結晶粒径は、0.8 μm 以上1.2 μm 以下であり、

前記炭化ケイ素の結晶粒は、前記酸化アルミニウムの結晶粒内および前記酸化アルミニウムの結晶粒同士の粒界に分散しており、

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の個数割合は、前記炭化ケイ素の結晶粒全体の個数に対して50%以上60%以下であり、

アルミニウムおよびケイ素以外の金属不純物含有率が、前記複合焼結体の総質量に対し100ppm以下である複合焼結体。

【請求項7】

前記酸化アルミニウムの結晶粒内に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径は、前記酸化アルミニウムの結晶粒界に分散している前記炭化ケイ素の結晶粒の平均結晶粒径よりも小さい請求項6に記載の複合焼結体。

【請求項8】

請求項1から7のいずれか1項に記載の複合焼結体を形成材料とし、一主面が板状試料

を載置する載置面である基体と、

前記基体の前記一主面とは反対側の主面または前記基体の内部に設けられた静電吸着用電極と、を備える静電チャック部材。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の静電チャック部材と、

前記載置面に載置された前記板状試料を冷却する冷却手段と、を備え、

前記載置面には、前記板状試料を支持する複数の突起部が設けられ、

前記冷却手段は、前記複数の突起部の間に伝熱ガスを供給する静電チャック装置。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2018/005719
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl. C04B35/117(2006.01) i, H01L21/683(2006.01) i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl. C04B35/117, H01L21/683 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018 Registered utility model specifications of Japan 1996-2018 Published registered utility model applications of Japan 1994-2018 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JSTChina/JST7580 (JDreamIII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	SCHMID, H. K. et al., Microstructural characterization of Al ₂ O ₃ -SiC nanocomposites, Journal of the European Ceramic Society, 1998, vol. 18, pp. 39-49	1-7 8-9
X Y A	JP 2006-206376 A (NGK SPARK PLUG CO.) 10 August 2006, claim 1, table 1 (Family: none)	1-2 8-9 3-7
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 20.04.2018		Date of mailing of the international search report 15.05.2018
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/005719

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 5-178657 A (SUMITOMO CEMENT CO., LTD.) 20 July	6-7
Y	1993, claim 1, paragraph [0011]	8-9
A	(Family: none)	1-5
X	JP 8-267305 A (NGK SPARK PLUG CO.) 15 October	6-7
Y	1996, claim 1, paragraph [0016]	8-9
A	(Family: none)	1-5
Y	WO 2015/137270 A1 (SUMITOMO OSAKA CEMENT CO.,	8-9
A	LTD.) 17 September 2015, paragraphs [0057],	1-7
	[0060], [0091]-[0116]	
	& US 2017/0057875 A1, paragraphs [0115], [0121],	
	[0122], [0169]-[0203] & CN 105980331 A & KR 10-	
	2016-0131007 A	
A	JP 9-283606 A (SUMITOMO OSAKA CEMENT CO., LTD.) 31	1-9
	October 1997, entire text	
	(Family: none)	
A	JP 5-295352 A (NORITAKE CO., LTD.) 09 November	1-9
	1993, entire text	
	(Family: none)	

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 8 / 0 0 5 7 1 9	
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C04B35/117(2006.01)i, H01L21/683(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C04B35/117, H01L21/683			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2018年 日本国実用新案登録公報 1996-2018年 日本国登録実用新案公報 1994-2018年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) JSTPlus/JSTChina/JST7580 (JDreamIII)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
X Y	SCHMID H. K. et al., Microstructural Characterization of Al ₂ O ₃ -SiC Nanocomposites, Journal of the European Ceramic Society, 1998, Vol. 18, p.39-49	1-7 8-9	
X Y A	JP 2006-206376 A (日本特殊陶業株式会社) 2006.08.10, 請求項1, 表1 (ファミリーなし)	1-2 8-9 3-7	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。	
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 20.04.2018		国際調査報告の発送日 15.05.2018	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 原 和秀 電話番号 03-3581-1101 内線 3465	4T 7876

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 8 / 0 0 5 7 1 9
C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y A	JP 5-178657 A (住友セメント株式会社) 1993. 07. 20, 請求項 1, [0011] (ファミリーなし)	6-7 8-9 1-5
X Y A	JP 8-267305 A (日本特殊陶業株式会社) 1996. 10. 15, 請求項 1, [0016] (ファミリーなし)	6-7 8-9 1-5
Y A	WO 2015/137270 A1 (住友大阪セメント株式会社) 2015. 09. 17, [0057], [0060], [0091]-[0116] & US 2017/0057875 A1, [0115], [0121]-[0122], [0169]-[0203] & CN 105980331 A & KR 10-2016-0131007 A	8-9 1-7
A	JP 9-283606 A (住友大阪セメント株式会社) 1997. 10. 31, 全文 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 5-295352 A (株式会社ノリタケカンパニーリミテド) 1993. 11. 09, 全文 (ファミリーなし)	1-9

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT

Fターム(参考) 5F131 AA02 CA03 CA32 CA68 EA03 EB14 EB17 EB18 EB19 EB22
EB24 EB78 EB79 EB81 EB82 EB84 KA23 KA54

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。