

| | |
|--------------|---|
| Title | プラズマ溶射法による静電吸着機能皮膜の創製に関する研究 |
| Author(s) | 竹内, 純一 |
| Citation | 大阪大学, 2016, 博士論文 |
| Version Type | VoR |
| URL | https://doi.org/10.18910/56001 |
| rights | |
| Note | |

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

論文内容の要旨

氏名 (竹内純一)

論文題名

プラズマ溶射法による静電吸着機能皮膜の創製に関する研究

論文内容の要旨

本研究は静電吸着力を発現する誘電体膜創製の研究成果をまとめたものであり、全7章からなる。

第1章では、本研究の背景と課題、解決方針について述べた。半導体製品やフラットパネルディスプレイの製造工程で静電吸着力を応用した静電チャックが利用されている。この静電チャックの課題として、半導体製造分野では、耐久性の低い樹脂フィルムや陽極酸化膜の代替技術確立と、処理ガスによる耐壊食性改善目的で、静電チャック基盤と誘電体を接合している樹脂接着剤排除の要求があった。一方、フラットパネルディスプレイ製造分野ではパネルの大型化に伴い、大きさに制限を受けない被覆加工技術の要求があった。本研究では、これらの課題を解決するため、静電吸着機能を発現する誘電体膜を金属基盤へ直接被覆でき、かつ対象物の大きさに制限を受けない溶射法の適用を検討した。

第2章では、低電圧で静電吸着力(ジョンセン・ラーベック力)を発現する誘電体膜を大気プラズマ溶射法で形成するため $Al_2O_3 \cdot TiO_2$ 系の材料を検討し、常温で適正な体積抵抗率を有する誘電体膜の TiO_2 の配合量は7.5mass%であることを見出した。その溶射皮膜の静電吸着力を確認したところ、実用的な吸着力を発現できるが大きな変動課題が確認された。その要因は環境影響に起因する体積抵抗率の変動であることを見出した。また、誘電体膜の組織構造と基礎的な電気的特性と機械的特性を明らかにし、静電チャックを設計するのに有益な判断材料を取得した。

第3章では、環境制御した溶射法である減圧プラズマ溶射法と $Al_2O_3-TiO_2$ 材料で改善検討を進め、安定的に静電吸着力を発現する誘電体膜を完成させた。ところが、ジョンセン・ラーベック力型誘電体膜は微小電流を誘電体表層に流すことにより、被吸着体とのギャップで逆極性の電荷を誘起して静電吸着力を得るため、残留電荷により離脱が難しく使いにくい課題を残した。また、その誘電体膜の断面組織構造と基礎的な電気的特性を明らかにし、静電チャックを設計する際の判断材料を取得した。

第4章では、プラズマ溶射法で残留吸着が生じにくい静電吸着力(クーロン力)を発現する誘電体膜の形成を検討した。大気プラズマ溶射法と減圧プラズマ溶射法で形成したそれぞれの Al_2O_3 皮膜の電気的特性と機械的特性、熱的特性、静電吸着特性には大きな有意差はなく、この誘電体膜はクーロン力を発現することを明らかにした。加工物の大きさに制限を受けない観点から大気プラズマ溶射法が好ましいと判断した。一方、溶射皮膜の粒子間結合力に関連する皮膜強さに係わる特性の皮膜硬さ、破壊応力、耐摩耗特性に関しては減圧プラズマ溶射皮膜に優位性があった。

第5章では、大気圧プラズマ溶射法と減圧プラズマ溶射法により形成した Al_2O_3 皮膜の電気的特性、機械的特性、熱的特性、静電吸着に優位差がなかった反面、皮膜強さに係る特性では有意差が生じた原因を明らかにするため、それぞれの皮膜のマクロ断面組織構造とミクロ断面組織構造を評価した。マクロ組織観察の結果、減圧プラズマ溶射皮膜の気孔率は低く、縦弾性係数に関与していることを実証した。また、銅めっきを用いた皮膜組織構造評価で、 Al_2O_3 粒子間の未接合部の面積率、皮膜の縦クラック数において両溶射法による差異は見られず、電気特性に差異がないことを実証した。一方、ミクロ組織観察の結果、 Al_2O_3 粒子間に接合層とみられる結晶が複雑に組み合わさった相が観察され、減圧プラズマ溶射皮膜の方がこの接合層の面積率が高いことと、微細な α 相(三方晶)が存在していることを明らかとした。この微細な α 相はナノインデントータによる評価の結果、縦弾性係数は膜中で最も高く、微小硬さも最も硬いことを見出し、減圧プラズマ溶射皮膜の方が皮膜強さに係る特性に優位性がある要因を示唆した。

第6章では、溶射法により形成した誘電体膜がジョンセン・ラーベック力型、クーロン力型の静電吸着力を発現できることを実証した成果を用い、半導体製造装置用静電チャックとフラットパネルディスプレイ製造装置用大型静電チャックの実用化を達成できたことを説明した。

第7章は、本研究で得られた成果の総括である。

論文審査の結果の要旨及び担当者

| | | | |
|-----------------|-----|-----|-------|
| 氏 名 (竹 内 純 一) | | | |
| 論文審査担当者 | 職名 | 氏 名 | |
| | 主 査 | 教授 | 高橋 康夫 |
| | 副 査 | 教授 | 平田 好則 |
| | 副 査 | 教授 | 廣瀬 明夫 |
| | 副 査 | 教授 | 才田 一幸 |

論文審査の結果の要旨

半導体製品やフラットパネルディスプレイの製造工程には、微細な回路形成をする目的で、真空処理を必要とするプラズマ・エッチング装置、物理的蒸着装置、化学的蒸着装置などが使われる。これらの装置には、処理基板となるシリコンウエハや、マザーガラスを真空処理容器内で精度よく把持するために、静電吸着力を利用した静電チャックが使われる。この静電チャックの課題として、半導体製造分野では、耐久性の低い樹脂フィルムや陽極酸化皮膜の代替え技術の確立と、処理ガスによる耐壊食性向上目的で、静電チャック基盤と誘電体を接合している樹脂接着剤排除の要求があった。一方、パネル製造分野では大型テレビを初めとするディスプレイの大型化が進み 3m×3m に近い大きさの静電チャックの加工技術の要求があった。本研究は、この要求に応えるための課題解決型研究と見なすことができる。

本研究においては、これらの課題を解決するため、誘電体膜を金属基盤へ直接被覆でき、かつ対象物の大きさに制限を受けない加工技術として溶射法の適用を検討した。そこで、セラミックスを被覆するのに好適であるプラズマ溶射法で、静電吸着機能を発現する誘電体膜の開発に着手した。初めに低電圧で大きな静電吸着力を発現できるジョンセン・ラーベック力型の誘電体膜の形成を検討した。大気プラズマ溶射法と $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ 材料で静電吸着力の発現を確認できたが、その変動が大きい課題が見つかった。その要因を溶射環境影響による体積抵抗率の変動であることを見出し、環境制御した溶射法である減圧プラズマ溶射法と $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ 材料で検討を重ね、安定的に静電吸着能を発現する誘電体膜を完成させた。ところが、ジョンセン・ラーベック力型誘電体膜は微小電流を誘電体表層に流すことにより、被吸着体とのギャップに逆極性の電荷を帯電させ静電吸着力を得るため、残留電荷により離脱性が悪く使いにくい課題を残した。そこで高電圧を必要とするが、残留吸着力除去応答特性に優れた、クーロン力型の誘電体膜の形成を検討した。その結果大気プラズマ溶射法と Al_2O_3 材料でクーロン力を発現する誘電体膜を完成させた。これらの成果を応用して、半導体製造装置用静電チャックとパネル製造装置用大型静電チャックの実用化を達成できた。本論文はこれらの研究成果についてまとめたもので、全 7 章からなる。

第 1 章は、緒論であり、静電チャックの課題と研究の目的を明らかとしている。さらに、静電チャックの原理とプラズマ溶射法について論じ、研究の開発方針を記述している。

第 2 章では、低電圧で静電吸着力（ジョンセン・ラーベック力）を発現する誘電体膜を大気プラズマ溶射法で形成するための溶射材料に、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_2$ 系材料を検討し、その TiO_2 の配合量と体積抵抗率の関係を明らかにした。その結果、常温で適正な体積抵抗率を有する誘電体膜の TiO_2 の配合量は 7.5mass%

であることを見出した。その知見を用い、溶射皮膜の静電吸着力の発現を確認した。しかし、静電吸着力変動課題が発生し、その要因が溶射環境要因であることを見出した。また、溶射皮膜の組織構造と基礎的な電気的特性と機械的特性を明らかにし、静電チャックを設計するに役立つ判断材料を取得した。溶射皮膜での静電吸着力発現を確認した研究事例は極めて少なく、重要な知見である。

第3章では、大気中での環境変化の影響を受けない減圧プラズマ溶射法で静電吸着力（ジョンセン・ラーベック力）を安定的に発現する誘電体膜の形成を検討し、常温でジョンセン・ラーベック力を発現できる適正な体積抵抗率を有する誘電体膜の TiO_2 の配合量は 7.5mass% であることを見出した。その誘電体膜は非常に安定した体積抵抗率が得られ、安定した静電吸着力を発現することを明らかとした。さらに、その誘電体膜の断面組織構造と基礎的な電気的特性を明らかにし、静電チャックを設計する際の判断材料を取得した。これにより半導体製造装置用静電チャックの実用化に成功しており、極めて重要な成果である。

第4章では、静電吸着力（クーロン力）を発現する誘電体膜の形成を検討し、大気プラズマ溶射法と減圧プラズマ溶射法で形成した Al_2O_3 皮膜の電気的特性と機械的特性、熱的特性、静電吸着特性を比較し大きな有意差がないことを明らかにした。加工の大きさに制限を受けない観点から大気プラズマ溶射法が好ましいと判断した。一方、溶射皮膜の粒子間結合力に係る皮膜強さに係わる特性の皮膜硬さ、破壊応力、耐摩耗特性に関しては減圧プラズマ溶射皮膜の優位性が明らかとなった。これにより、クーロン力型の静電チャックの実用化に成功しており、極めて重要な成果であり、新規性を有すると見なせる。

第5章では、大気圧プラズマ溶射法と減圧プラズマ溶射法により形成した Al_2O_3 皮膜の電気的特性、機械的特性、静電吸着に優位差がなかった反面、皮膜強さに係る特性では有意差が生じた原因を明らかにするため、それぞれの皮膜のマクロ断面組織構造とミクロ断面組織構造を評価した。マクロ組織観察の結果、減圧プラズマ溶射皮膜の気孔率は低く、縦弾性係数が低い要因を実証した。また、銅めっきを用いた皮膜組織構造観察により、 Al_2O_3 粒子間の未接合部の面積率、皮膜の縦クラック数において両溶射法による差異は見られず、電気特性に差異がないことを示唆した。一方、ミクロ断面観察の結果、 Al_2O_3 粒子間に接合層とみられる結晶が複雑に組み合わせられた相が観察され、減圧プラズマ溶射皮膜の方がこの接合層の面積率が高いこと、大気プラズマ溶射皮膜には見られない、微細な α 相（三方晶）が存在していることが明らかとなった。この α 相はナノインデンテータによる評価の結果、縦弾性係数は膜中で最も高く、微小硬さも最も硬いことを見出し、減圧プラズマ溶射皮膜の方が皮膜強さに関わる特性に優位性がある要因を示唆した。このように総合的に皮膜構造を比較した事例は稀で重要な成果である。

第6章では、本研究で得られた成果を用い、応用した工業的な背景とその応用例について報告している。半導体エッチャー向け静電チャックおよび、フラットパネル製造装置向け大型の静電チャックの実用化に世界で初めて成功しており非常に重要な成果であり、技術的に大きな貢献に繋がると期待できる。

第7章は、本研究で得られた成果の総括である。

以上のように、本論文は溶射法により形成した誘電体膜が静電吸着力を発現できることを実証し、ジョンセン・ラーベック力型、クーロン力型の半導体製造装置用静電チャックの加工技術を完成させた。その結果、昨今の携帯電話の小型化、高速化に大きく寄与した。また、クーロン力型静電チャックの加工技術は、フラットパネルディスプレイ製造装置向け大型の静電チャックへも展開でき、近年の大型ディスプレイ製品の加工技術に大きく寄与した。

よって本論文は博士論文(工学)として価値あるものと認める。