

(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2023-79783

(P2023-79783A)

(43)公開日

令和5年6月8日(2023.6.8)

(51)Int. Cl.	F I	テーマコード(参考)
<i>C 2 3 C 4/11 (2016.01)</i>	<i>C 2 3 C 4/11</i>	<i>4 K 0 3 1</i>
<i>H 0 1 L 21/3065 (2006.01)</i>	<i>H 0 1 L 21/302 1 0 1 G</i>	<i>5 F 0 0 4</i>

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 15 頁)

(21)出願番号 特願2021-193417(P2021-193417)

(22)出願日 令和3年11月29日(2021.11.29)

(71)出願人 000004547

日本特殊陶業株式会社

愛知県名古屋市東区東桜一丁目1番1号

(74)代理人 100099793

弁理士 川北 喜十郎

(74)代理人 100154586

弁理士 藤田 正広

(72)発明者 千葉 理大

愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

日本特殊陶業株式会社内

Fターム(参考) 4K031 AA08 AB02 BA08 CB42 DA04

5F004 BB22 BB29

(54)【発明の名称】 溶射部材、溶射部材を備える半導体製造装置部品、溶射部材の製造方法、及び溶射部材を備える半導体製造装置部品の製造方法

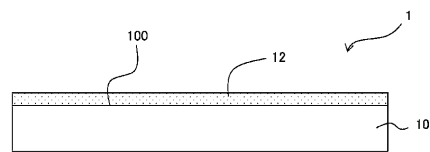
(57)【要約】

【課題】ジルコニア溶射膜の厚みがアルミニウム基材の被溶射面の表面粗さに比べて相対的に薄い場合であっても、十分な密着力および絶縁機能を発揮しうる溶射部材を提供する。

【解決手段】

溶射部材1は、アルミニウムの基材10と、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜12を備えている。基材10の、被溶射面100と溶射膜12との界面に対して直交する面の断面において、界面を挟んだ平行な2直線の距離は、10 μ m以上の長さにわたって0.2 μ m以下である。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、
前記基材の被溶射面を覆う溶射膜であって、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムであるイットリウム含有ジルコニアの溶射膜と、を備え、
前記溶射膜に覆われた前記基材の、前記基材の前記被溶射面と前記溶射膜との界面と直交する面の断面において、前記界面を挟む平行な 2 つの直線の間の距離を前記界面の平面度 H としたとき、
前記界面は、 $10\ \mu\text{m}$ 以上の長さにわたって $0.2\ \mu\text{m}$ 以下の平面度 H を有することを特徴とする溶射部材。

10

【請求項 2】

請求項 1 に記載の溶射部材を備えることを特徴とする半導体製造装置部品。

【請求項 3】

溶射部材の製造方法であって、
前記溶射部材は、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、前記基材の被溶射面を覆う溶射膜であって、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムであるイットリウム含有ジルコニアの溶射膜と、を備え、
前記製造方法は、
前記被溶射面の表面粗さ Ra が $0.001\ \mu\text{m} \sim 0.2\ \mu\text{m}$ である前記基材を加熱することと、

20

メジアン径が $0.5\ \mu\text{m} \sim 6\ \mu\text{m}$ の範囲に含まれる前記イットリウム含有ジルコニアの原料粉末及び水系の溶媒から調整されたスラリーを前記基材の前記被溶射面にプラズマ溶射して、厚さ $3\ \mu\text{m} \sim 350\ \mu\text{m}$ の前記溶射膜を形成することと、を備えることを特徴とする、溶射部材の製造方法。

【請求項 4】

ベースプレートを備える半導体製造装置部品の製造方法であって、
前記ベースプレートは溶射部材であり、
前記製造方法は、請求項 3 に記載の溶射部材の製造方法により、前記ベースプレートとしての溶射部材を製造することを含む、半導体製造装置部品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】**【0001】**

本発明は、溶射部材、溶射部材を備える半導体製造装置部品、溶射部材の製造方法、及び溶射部材を備える半導体製造装置部品の製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

特許文献 1 には、金属基板又は非金属基板の上に形成される溶射複合コーティングが開示されている。特許文献 1 に記載の溶射複合コーティングは、第 1 のセラミック材料相と第 2 のセラミック材料相を有する。第 1 のセラミック材料相は、ジルコニア、部分ジルコニア及び完全ジルコニアから選択されるジルコニア系コーティングを含み、セラミック複合コーティングに耐腐食性を提供するのに十分な量で存在する。第 2 のセラミック材料相は、セラミック複合コーティングに耐プラズマ浸食性を提供するのに十分な量で存在する。

40

【先行技術文献】**【特許文献】****【0003】**

【特許文献 1】 特表 2013 - 532770

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

50

特許文献 1 に記載の溶射複合コーティングにおいて、金属基板上に溶射複合コーティングを形成する場合、金属基板の被溶射面を粗面にし、その上にジルコニア系コーティングを形成していた。一般に金属基板上にジルコニア溶射膜等のセラミック溶射膜を形成するには、金属基板の被溶射面の表面粗さを大きくする必要がある。金属基板の表面粗さ相当の狭隘部に溶融粒子を侵入させて、狭隘部に進入した溶融粒子が固化することによるアンカー効果によって、溶射膜を被溶射面に固定化させるためである。金属基板の被溶射面の表面粗さが小さい場合（例えば、表面粗さ R_a が $0.001 \mu\text{m} \sim 0.2 \mu\text{m}$ である場合）には、上述のアンカー効果の影響が小さくなるため、金属基板の被溶射面にジルコニア溶射膜を直接形成することは非常に困難であった。また、溶射膜の厚みが金属基板の被溶射面の表面の粗さに対して相対的に小さい場合には、上述のアンカー効果の影響が小さくなり、溶射膜の機能を発揮させることが困難である場合が想定された。

10

【0005】

本発明は、かかる事情を鑑みてなされたものであり、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材の被溶射面に設けられたジルコニア溶射膜を含む溶射部材であって、ジルコニア溶射膜の厚みがアルミニウム基材の被溶射面の表面粗さに比べて相対的に薄い場合であっても、十分な密着力および絶縁機能を発揮しうる溶射部材及びそ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】**【0006】**

本発明の態様に従えば、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、前記基材の被溶射面を覆う溶射膜であって、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムであるイットリウム含有ジルコニアの溶射膜と、を備え、

20

前記溶射膜に覆われた前記基材の、前記基材の前記被溶射面と前記溶射膜との界面と直交する面の断面において、前記界面を挟む平行な 2 つの直線の間の距離を前記界面の平面度としたとき、

前記界面は、 $10 \mu\text{m}$ 以上の長さにわたって $0.2 \mu\text{m}$ 以下の平面度を有することを特徴とする溶射部材が提供される。

【0007】

上記構成において、溶射部材は、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜とを備えている。そして、基材の、被溶射面と溶射膜との界面に対して直交する面の断面において、界面を挟んだ平行な 2 直線の距離（平面度 H ）は、 $10 \mu\text{m}$ 以上の長さにわたって $0.2 \mu\text{m}$ 以下である。上記構成の溶射部材においては、被溶射面と溶射膜との界面が平滑であり、被溶射面と溶射膜との間に中間層を設ける必要がない。また、溶射膜の厚みが基材の被溶射面の表面粗さに比べ相対的に薄い場合であっても、十分な密着力および絶縁機能を発揮させることができる。

30

【0008】

本発明の別の態様に従えば、溶射部材の製造方法であって、

前記溶射部材は、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、前記基材の被溶射面を覆う溶射膜であって、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムであるイットリウム含有ジルコニアの溶射膜と、を備え、

40

前記製造方法は、

前記被溶射面の表面粗さ R_a が $0.001 \mu\text{m} \sim 0.2 \mu\text{m}$ である前記基材を加熱すること、

メジアン径が $0.5 \mu\text{m} \sim 6 \mu\text{m}$ の範囲に含まれる前記イットリウム含有ジルコニアの原料粉末及び水系の溶媒から調整されたスラリー（ジルコニアスラリー）を前記基材の前記被溶射面にプラズマ溶射して、厚さ $3 \mu\text{m} \sim 350 \mu\text{m}$ の前記溶射膜を形成することと、を備えることを特徴とする、溶射部材の製造方法が提供される。

【0009】

上記の構成において、溶射部材は、アルミニウム又はアルミニウム合金の基材と、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜とを備えている。被溶射面における表面粗さ R_a が $0.$

50

0.01 μm ~ 0.2 μm の範囲に含まれている基材を加熱する第1工程を有することで、溶射部材の被溶射面を平滑にすることができる。また、基材の被溶射面に対して、粒子径 D50 (メジアン径) が 0.5 μm ~ 6 μm の範囲に含まれるイットリウム含有ジルコニアの原料粉末および水系の溶媒から調整されたスラリーを、プラズマ溶射することにより、厚さ 3 μm ~ 350 μm の溶射膜を形成する第2工程を有している。これにより、アルミニウムの基材にイットリウム含有ジルコニアの溶射膜を製膜することができ、かつ溶射面の界面を平滑にすることができる。

【0010】

ここで、第1工程および第2工程によりスラリーに含まれる水分が基材に含まれるアルミニウムと反応して、Al - または Al - O - の結合手が生じ、これにイットリウム含有ジルコニアに含有されるイットリウム (Y) が化学結合して、更に O や Zr が結合することでイットリウム含有ジルコニアの溶射膜が成膜されていると考えられる。そのため、例えば表面粗さ Ra が 0.001 μm ~ 0.2 μm であるような、平滑な基材の上であってもイットリウム含有ジルコニアの溶射膜を製膜することができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】図1は、溶射部材1の概略説明図である。

【図2】図2は、溶射部材1の、被溶射面100と溶射膜12との界面の平面度Hを説明するための概略説明図である。

【図3】図3は、溶射部材1の製造方法を示すフローチャートである。

【図4】図4は、第1工程を説明するための概略説明図である。

【図5】図5は、第2工程を説明するための概略説明図である。

【図6】図6は、半導体製造装置部品の一例としての静電チャック300を説明するための説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明の実施形態に係る溶射部材の一例として、溶射部材1について説明する。図1に示されるように、溶射部材1は、板状の基材10と、基材10の周面の1つである被溶射面100に設けられた、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムの溶射膜12とを備える。以下の説明において、イットリウムを含有する酸化ジルコニウムを、イットリウム含有ジルコニア、又は、単にジルコニアと呼ぶ。本実施形態において、基材10はアルミニウム又はアルミニウム合金 (Al 合金) で形成された板状の部材である。Al 合金としては、例えば、1000番台、2000番台、5000番台、6000番のものが挙げられる。被溶射面100の表面粗さ Ra は 0.001 μm ~ 0.2 μm であることが好ましい。なお、被溶射面100の表面粗さ Ra は 0.001 μm ~ 0.1 μm であることがさらに好ましい。溶射膜12の厚さは 5 μm ~ 350 μm であることが好ましい。

【0013】

以下の説明において、被溶射面100と溶射膜12との界面を、単に界面と呼ぶ。なお、被溶射面100と溶射膜12との間に空間が生じている箇所は、被溶射面100及び溶射膜12の表面の両方を界面とする。本明細書において、界面の平面度を、基材10の、界面に対して直交する面の断面において、界面を挟んだ平行な2直線の距離として定義する。ここで、「直交する」とは、被溶射面100が平面または曲面である場合は、被溶射面100の法線方向と断面の法線方向が 90° ± 10° で交差することをいう。本実施形態の溶射部材1においては、界面の平面度 H (図2参照) は、10 μm 以上の長さにならなくて 0.2 μm 以下になっている。

【0014】

次に、溶射部材1の製造方法について図3~5を参照しつつ説明する。図3に示されるように、アルミニウム (Al) またはアルミニウム合金で形成された板状の基材10を準備する (S11)。上述のように Al 合金として、1000番台、2000番台、5000番台、6000番の Al 合金を用いることができる。板状の基材10の少なくとも一方

の主面が被溶射面100である。被溶射面100の表面粗さRaは0.001 μ m~0.2 μ mである。なお、被溶射面100の表面粗さRaが0.001 μ m~0.2 μ mとなるように基材1の溶射面10に対して表面処理を施してもよい。表面処理としては、サンドブラストのような粗面化処理は必要とせず、研削加工やその後研磨加工することが好ましい。

【0015】

次に、第1工程として、基材10の被溶射面100の活性化処理を行う(S12)。活性化処理において、まず基材10が加熱される。具体的には、図4に示されているように、第1非酸化性ガス供給装置211から第1プラズマ溶射装置210に対して第1非酸化性ガスが供給され、第1プラズマ溶射装置210またはこれを構成するノズルから基材10の被溶射面100に第1非酸化性ガスのプラズマP1が照射される。第1非酸化性ガスとして、例えば、Arガス、H₂ガス又はN₂ガスを用いることができる。あるいは、第1非酸化性ガスとして、Arガス、H₂ガス、N₂ガスの任意の組み合わせの混合ガスを用いることができる。

10

【0016】

活性化処理を行うことにより、基材10の被溶射面100が活性化される。被溶射面100を活性化するとは、被溶射面100に酸化層を形成することを含む。なお、活性化処理において、第1非酸化性プラズマガスP1を照射することに代えて、大気雰囲気または非酸化性雰囲気でホットプレート等の加熱装置を用いて基材10を加熱してもよい。

【0017】

次に、第2工程として、基材10の溶射面にイットリウム含有ジルコニアの溶射膜12を成膜する(S13)。具体的には、先ず、イットリウムを含有し、粒子径D50(メジアン径)が0.5 μ m~6 μ mであるジルコニア(イットリウム含有ジルコニア)の原料粉末と、水系の溶媒とを調整して、ジルコニアスラリー(以下、単にスラリーという)を作製する。図5に示されるように、作製したスラリーを、スラリー供給装置222から第2プラズマ溶射装置220またはこれを構成するノズルに対して供給する。第2非酸化性ガス供給装置221から第2プラズマ照射装置220に対して第2非酸化性ガスが供給され、第2非酸化性ガスまたはそのプラズマP2を用いて第2プラズマ溶射装置220またはこれを構成するノズルから基材10の被溶射面100に当該スラリーがプラズマ溶射される。なお、イットリウム含有ジルコニアに含まれるイットリウムはY₂O₃換算で2mol%~8mol%であるのが好ましい。

20

30

【0018】

第2非酸化性ガスは、第1非酸化性ガスと同一であってもよく、相違していてもよい。第1プラズマ溶射装置210および第2プラズマ溶射装置220として共通のプラズマ溶射装置が用いられる場合、第1工程および第2工程が、当該共通のプラズマ溶射装置において基材10を搬送する必要なく連続的に実施されうる。この場合には、溶射部材1の製造コストの低減を図ることができる。第1プラズマ溶射装置210および第2プラズマ溶射装置220は別個のプラズマ溶射装置であってもよい。

【0019】

これらの結果、図1に示されているように、基材10の被溶射面100を覆うように、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜12が形成される。溶射膜12の厚さは5 μ m~350 μ mに調節されることが好ましい。溶射膜12の厚さが3 μ m未満であると当該溶射膜12の絶縁性が低下する恐れがある。また、溶射膜12の厚さが350 μ mを超えると当該溶射膜12の内部応力が大きくなり密着力の低下または剥離が生じる恐れがある。溶射膜12の気孔率は0.1~5%に調節されることが好ましい。

40

【0020】

また、第2工程が複数回にわたり繰り返されてもよい。例えば、1回目の第2工程により基材10の被溶射面100を被覆する第1溶射膜が形成された後、2回目の第2工程により当該第1溶射膜をさらに被覆する第2溶射膜が形成されてもよい。

【実施例】

50

【0021】

以下、本発明について実施例1～6を用いて更に説明する。但し、本発明は、以下に説明する実施例に限定されない。なお、下に示される表1、2には、実施例1～6及び比較例1～5の結果をまとめた表が示されている。

【0022】

[実施例1]

<第1工程>

基材10として、被溶射面100の表面粗さRaが $0.2\mu\text{m}$ であり、縦横寸法 $20\text{mm} \times 30\text{mm}$ 、厚み 3mm の矩形の板状のアルミニウム基材が準備された。被溶射面100は研削加工の後に研磨されて調整された。第1プラズマ溶射装置210（高速プラズマ溶射装置）を用いることにより、第1非酸化性ガスのプラズマP1が基材10の被溶射面100に対して照射された（図3参照）。第1非酸化性ガスとして、Arガス、 N_2 ガスおよび H_2 ガスの混合ガスが用いられた。溶射装置を構成するノズルに対するArガスの供給量が 100l/min に制御され、 N_2 ガスの供給量 70l/min に制御され、かつ、 H_2 ガスの供給量が 60l/min に制御された。

10

【0023】

第1プラズマ溶射装置210を構成するノズルに対する印加電流が 250A に制御されることにより、当該ノズルへの供給電力が 65kW に調節された。ノズルの先端と基材10の被溶射面100との間隔が 75mm に調節された。基材10に対するノズルの走査速度または変位速度が 850mm/s に調節された。そして、Arガス、 N_2 ガスおよび H_2 ガスの混合ガスのプラズマP1が生成され、当該プラズマP1がノズルの先端から基材10の被溶射面100に対して照射または噴射された。これにより、基材10の被溶射面100が活性化された（図4参照）。

20

【0024】

<第2工程>

第1プラズマ溶射装置210がそのまま第2プラズマ溶射装置220として用いられた。ジルコニアを含むスラリーが第2非酸化性ガスのプラズマP2を用いて基材10の被溶射面100に対してプラズマ溶射された（図5参照）。スラリーは、イットリウムを Y_2O_3 換算で $3\text{mol}\%$ 含み、粒子径 $D50$ （メジアン径）が $3\mu\text{m}$ である純度 99.9% 以上のジルコニア原料粉末 300g と、水 700g と、により調整された。第2非酸化性ガスとして、Arガス、 N_2 ガスおよび H_2 ガスの混合ガスが用いられた。第2プラズマ溶射装置220を構成するノズルに対するArガスの供給量が 100l/min に制御され、 N_2 ガスの供給量 70l/min に制御され、かつ、 H_2 ガスの供給量が 60l/min に制御された。これにより、溶射速度が $600\sim 700\text{mm/s}$ に制御された。

30

【0025】

第2プラズマ溶射装置220を構成するノズルに対する印加電流が 250A に制御されることにより、当該ノズルへの供給電力が 65kW に調節された。ノズルの先端と基材10の被溶射面100との間隔が 75mm に調節された。基材10に対するノズルの走査速度または変位速度が 850mm/s に調節された。そして、Arガス、 N_2 ガスおよび H_2 ガスの混合ガスのプラズマP2が生成され、当該プラズマP2により溶融された原料粉末がノズルの先端から基材10の被溶射面100に対して噴射された。これにより、基材10の溶射面10に厚さ $150\mu\text{m}$ の溶射膜12を形成した（図1参照）。これにより、実施例1の溶射部材1が作製された。なお、溶射膜12の厚さは、渦電流膜厚計により測定された。

40

【0026】

<実施例2>

被溶射面100の表面粗さRaが $0.005\mu\text{m}$ の基材10が準備されたことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、実施例2の溶射部材1が作製された。

【0027】

<実施例3>

50

第1工程(図3、S12参照)において、基材10が非酸化性ガスプラズマの溶射ではなく、ホットプレートに載置された状態で加熱されることにより、基材10の被溶射面100を活性化したことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、実施例3の溶射部材が作製された。

【0028】

<実施例4>

第2工程(図3、S13参照)において、粒径D50が $0.5\mu\text{m}$ のジルコニア原料粉末が用いられてスラリーが調整されたことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、実施例4の溶射部材が作製された。

【0029】

<実施例5>

第2工程(図3、S13参照)において、粒径D50が $6\mu\text{m}$ のジルコニア原料粉末が用いられてスラリーが調整されたことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、実施例5の溶射部材が作製された。

【0030】

<実施例6>

第2工程(図3、S12参照)において、基材10の被溶射面100に厚さ $3\mu\text{m}$ の溶射膜12が形成された。これ以外は、実施例1と同一条件にしたがって、実施例6の溶射部材が作製された。

【0031】

<実施例7>

第1工程(図3、S12参照)において、基材10の被溶射面100に研磨加工が施されることにより、被溶射面100の表面粗さRaが $0.2\mu\text{m}$ の基材10が準備されたことと、被溶射面100が研削加工により調整されたことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、実施例7の溶射部材が作製された。

【0032】

<比較例1>

第1工程(図3、S12参照)において、基材10の被溶射面100にサンドブラスト加工が施されることにより、被溶射面100の表面粗さRaが $2\mu\text{m}$ の基材10が準備されたことを除いて、実施例1と同一条件にしたがって、比較例1の溶射部材が作製された。

【0033】

<比較例2>

第2工程(図3、S13参照)において、湿式溶射ではなく乾式溶射が採用された。粒径D50が $30\mu\text{m}$ のジルコニア原料からなる顆粒が用いられ、キャリアガスとしてArガス、N₂ガスおよびH₂ガスの混合ガスが用いられた。第2プラズマ溶射装置220を構成するノズルに対するArガスの供給量が 100l/min に制御され、N₂ガスの供給量 70l/min に制御され、かつ、H₂ガスの供給量が 70l/min に制御された。これにより、溶射速度が $600\sim 700\text{mm/s}$ に制御された。

【0034】

第2プラズマ溶射装置220を構成するノズルに対する印加電流が $100\sim 110\text{A}$ の範囲で制御されることにより、当該ノズルへの供給電力が $50\sim 60\text{kW}$ に調節された。ノズルの先端と基材1の被溶射面10との間隔が 80mm に調節された。基材1に対するノズルの走査速度または変位速度が $100\sim 1000\text{mm/s}$ の範囲に含まれるように調節された。

【0035】

これら以外は、実施例1と同一条件にしたがって、比較例2の溶射部材が作製された。

【0036】

<比較例3>

第2工程(図3、S13参照)において、水ではなくエタノールを溶媒としてスラリー

10

20

30

40

50

が調整された。これ以外は、実施例 1 と同一条件にしたがって、比較例 3 の溶射部材が作製された。

【 0 0 3 7 】

< 比較例 4 >

第 2 工程 (図 3、S 1 3 参照) において、基材 1 0 の被溶射面 1 0 0 に厚さ 4 0 0 μ m の溶射膜 1 2 が形成された。これ以外は、実施例 1 と同一条件にしたがって、比較例 4 の溶射部材が作製された。

【 0 0 3 8 】

< 比較例 5 >

第 2 工程 (図 3、S 1 3 参照) において粒径 D 5 0 が 9 μ m のジルコニア原料粉末が用いられてスラリーが調整されたことを除いて、実施例 1 と同一条件にしたがって、比較例 5 の溶射部材が作製された。

【 0 0 3 9 】

なお、以下に示される表 1 の基材加熱方法の欄において、「 1 」はプラズマ照射を意味し、「 2 」はホットプレートによる加熱を意味する。

【 0 0 4 0 】

【表 1】

	第 1 工程			第 2 工程				
	基 材 表 面 粗 さ Ra/ μ m	基 材 加 熱 方 法*	ガ ス	ス ラ リ ー			ガ ス	溶 射 膜 厚 さ μ m
				原 料 粉 末	D50 μ m	溶 媒		
実施例 1	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
実施例 2	0.005	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
実施例 3	0.1	2	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
実施例 4	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	0.5	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
実施例 5	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	6	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
実施例 6	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₃	3
実施例 7	0.2	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₃	150
比較例 1	2	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₂	150
比較例 2	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	30	— (乾式)	Ar/N ₂ /H ₂	150
比較例 3	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	エタノール	Ar/N ₂ /H ₂	150
比較例 4	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	3	水	Ar/N ₂ /H ₂	400
比較例 5	0.1	1	Ar/N ₂ /H ₂	ジルコニア	9	水	Ar/N ₂ /H ₂	150

【0041】

< 剥離の有無の評価 >

実施例 1 ~ 7 および比較例 1 ~ 5 の溶射部材において、基材 10 に対する溶射膜 12 の剥離の有無（および溶射膜 12 の形成有無）を目視で確認した。表 2 に示されているように、実施例 1 ~ 7 の溶射部材 1 においては、溶射膜 12 の剥離は確認されなかった。また、比較例 1 ~ 5 の溶射部材 1 においては、溶射膜 12 が基材 10 から一部剥離しているこ

と、または、溶射膜 1 2 にクラックが生じていることが確認された。

【 0 0 4 2 】

< 電気絶縁性の評価 >

耐電圧試験において、溶射膜 1 2 に 1 5 × 1 0 m m の A g 電極を形成し、溶射部材 1 が絶縁油中に浸された状態で、A g 電極と基材 1 0 との間に A C 6 0 H z の電圧 (1 0 0 0 V / m m) が印加され、ブレイクダウンの有無が評価された。表 2 において、1 0 0 0 V / m m 以上確保できたものを とし、1 0 0 0 V / m m 未満でブレイクダウンしたものを × とした。表 2 に示されているように、実施例 1 ~ 7 の溶射部材 1 においては、ブレイクダウンは発生しなかった。これに対して、比較例 1 ~ 5 の溶射部材 1 においては、ブレイクダウンの発生が確認された。

10

【 0 0 4 3 】

< 剥離強度の測定 >

実施例 1 ~ 7 および比較例 1 ~ 5 の溶射部材において、基材 1 0 に対する溶射膜 1 2 の剥離強度を測定した。剥離強度試験において、溶射膜 1 2 に直径 1 5 m m の円板状の金属板を有機接着材で接着し、溶射部材の周囲を固定したうえで接着した金属板を垂直に引っ張り上げ剥離したときの強度を測定した。表 2 に示されるように、実施例 1 ~ 7 の溶射部材 1 においては、いずれも、剥離強度が 1 0 0 M P a 以上であることが分かった。これに対して、比較例 1 ~ 5 の溶射部材 1 においては、剥離強度が 1 0 0 M P a 未満 (剥離強度が 6 5 M P a 以下) であることが分かった。

【 0 0 4 4 】

< 平面度 H の測定 >

実施例 1 ~ 7 および比較例 1 ~ 5 の溶射部材において、基材 1 0 と溶射膜 1 2 との界面の平面度 H を測定した。5 0 0 0 倍の S E M 断面画像において、界面を挟んだ平行な 2 直線の距離が 1 0 μ m 以上の長さにわたって 0 . 2 μ m 以下のものを とし、1 0 μ m 以上の長さにわたって 0 . 2 μ m を超えるものを × とした。表 2 に示されるように、実施例 1 ~ 6 の溶射部材 1 においては、いずれも、平面度 H が 1 0 μ m 以上の長さにわたって 0 . 2 μ m 以下であることが分かった。これに対して、比較例 1 ~ 5 の溶射部材 1 においては、平面度 H が 1 0 μ m 以上の長さにわたって 0 . 2 μ m を超えていることが分かった。

20

【 0 0 4 5 】

【表 2】

	剥離有無 ○:無 ×:有	耐電圧性	剥離強度 MPa	平面度H
実施例 1	○	○	120	○
実施例 2	○	○	105	○
実施例 3	○	○	125	○
実施例 4	○	○	130	○
実施例 5	○	○	100	○
実施例 6	○	○	115	○
実施例 7	○	○	110	○
比較例 1	×	×	55	×
比較例 2	×	×	<30	×
比較例 3	×	×	40	×
比較例 4	×	×	65	×
比較例 5	×	×	<30	×

【0046】

以上の結果から、実施例 1～7 の溶射膜 12 は、比較例 1～5 の溶射膜 12 よりも、基板 10 に対する密着性に優れていることがわかった。実施例 1～7 の溶射膜 12 は、比較例 1～5 の溶射膜 12 よりも、耐電圧性に優れていることがわかった。実施例 1～7 の溶射膜 12 は、比較例 1～5 の溶射膜 12 よりも、耐剥離性に優れていることがわかった。実施例 1～7 の溶射膜 12 における基材 10 と溶射膜 12 との界面は、比較例 1～5 の溶射膜 12 における基材 10 と溶射膜 12 との界面よりも、凹凸が小さく平面度 H が小さいことが分かった。実施例 1～7 に示す通り本発明により基材の表面粗さが小さくても良好な密着性、絶縁性を有する溶射部材ができることが確かめられた。特に実施例 2 では、基材の表面粗さが非常に小さくても平面度の高い溶射部材が作製でき、表面精度の高い溶射部材に適用できることがわかった。また実施例 6 では、基材の表面粗さが小さいため溶射膜の厚みが 3 μm と非常に薄くても、良好な密着性、絶縁性を有する溶射部材ができることが確かめられた。

30

【0047】

比較例 1 では、ジルコニアの粒径に鑑みて基材 10 の被溶射面 100 の表面粗さ R_a が過度に大きい。そのため、被溶射面 100 の表面の微細構造における狭隘部にジルコニアの溶融粒子が侵入することによる溶射膜 12 の基材 10 に対するアンカー効果が十分に発現しなかったと推察される。また被溶射面 100 の表面粗さ R_a が過度に大きいため平面度 H が 0.2 μm より大きくなったと推察される。

40

【0048】

比較例 2 では、ジルコニアの粒径が基材 10 の被溶射面 100 の表面粗さ R_a よりも過度に大きい。そのため、被溶射面 100 の表面の微細構造における狭隘部にジルコニアの溶融粒子が侵入することによる溶射膜 12 の基材 10 に対するアンカー効果が十分に発現しなかったと推察される。また、被溶射面 100 の表面の微細構造における狭隘部にジルコニアの溶融粒子が侵入することができないため界面に一部剥離が生じ、平面度 H が 0.2 μm より大きくなったと推察される。

【0049】

比較例 3 では、スラリーの溶媒であるエタノールがアルミニウム基材との反応性に乏し

50

いたため、後述のような化学結合が発現せず、基材10および溶射膜12の密着性が発現しなかったと推察される。そのため界面に一部剥離が生じ、平面度Hが $0.2\mu\text{m}$ より大きくなったと推察される。

【0050】

比較例4では、溶射膜12が過度に厚いため、膜応力が緩和されず、基材10との熱膨張係数の差に由来する熱応力が溶射膜12と基材10との界面（被溶射面100）に集中して剥離が生じたと推察される。そのため界面に一部剥離が生じ、平面度Hが $0.2\mu\text{m}$ より大きくなったと推察される。

【0051】

比較例5では、酸化イットリウム原料粉末の粒径が大きすぎるため、流動性のあるスラリーが調整できなかったと推察される。そのため、被溶射面100の表面に溶射膜の形成が十分になされず、微細構造における狭隘部にジルコニアの溶融粒子が侵入することができない組織となり、界面に一部剥離が生じ、平面度Hが $0.2\mu\text{m}$ より大きくなったと推察される。

【0052】

<実施形態の作用効果>

【0053】

実施例1～7の溶射部材1は、アルミニウムの基材10と、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜12を備えている。被溶射面100における表面粗さRaが $0.001\mu\text{m} \sim 0.2\mu\text{m}$ の範囲に含まれている基材10を加熱する第1工程を有することで、溶射部材1の被溶射面100を平滑にすることができる。また、基材10の被溶射面100に対して、粒子径D50（メジアン径）が $0.5\mu\text{m} \sim 6\mu\text{m}$ の範囲に含まれるイットリウム含有ジルコニアの原料粉末および水系の溶媒から調整されたスラリーを、プラズマ溶射することにより、厚さ $3\mu\text{m} \sim 350\mu\text{m}$ の溶射膜を形成する第2工程を有している。これにより、アルミニウムの基材10にイットリウム含有ジルコニアの溶射膜を製膜することができ、かつ溶射面の界面を平滑にすることができる。

【0054】

ここで、第1工程および第2工程によりスラリーに含まれる水分がアルミニウムの基材10と反応してAl-またはAl-O-の結合手が生じ、これにジルコニアに含有されるイットリウム（Y）が化学結合して、更にOやZrが結合することでジルコニアの溶射膜が成膜されていると考えられる。そのため、例えば表面粗さRaが $0.001\mu\text{m} \sim 0.2\mu\text{m}$ であるような、平滑なアルミニウムの基材10の上であってもジルコニアの溶射膜を製膜することができたものと推察される。

【0055】

なお、従来のジルコニアの溶射膜の成膜方法においては、上述のように、基材の表面粗さ相当の狭隘部に溶融粒子が侵入し、進入した溶融粒子が固化することによるアンカー効果によって堆積するメカニズムを利用していた。これに対して、本発明においては、基材10の被溶射面100に非酸化性ガスプラズマを照射したり、基材10をホットプレートにより加熱したりすることにより、基材10の被溶射面100を加熱して活性化している。その後水系の溶媒を含むスラリーがプラズマ溶射されることにより、アルミニウムの基材10とジルコニアの溶射膜12との境界（界面）において化学的な反応が作用して、アルミニウムの表面にジルコニアの溶射膜が強固に結合し、成膜されることが主たる製膜の効果であると推定した。この化学反応にジルコニアに含まれるイットリウムが寄与しているものと推定される。また境界を例えば $\times 100000$ 倍の視野で拡大してSEM観察しても明確には判別できない。このためこのような化学結合による製膜が主たる製膜メカニズムであると推定される。

【0056】

上述のように、実施例1～7の溶射部材1は、アルミニウムの基材10と、イットリウム含有ジルコニアの溶射膜12を備えている。基材10の、被溶射面100と溶射膜12との界面に対して直交する面の断面において、界面を挟んだ平行な2直線の距離は、10

10

20

30

40

50

μm以上の長さにわたって0.2 μm以下である。このように、溶射部材1においては、被溶射面100と溶射膜12との界面が平滑であり、被溶射面100と溶射膜12との間に中間層を設ける必要がない。また、溶射膜12の厚みが基材10の被溶射面100の表面粗さに比べ相対的に薄い場合であっても、十分な密着力および絶縁機能を発揮させることができる。

【0057】

<変更形態>

上述の実施形態及び実施例1～7は、あくまで例示に過ぎず、適宜変更しうる。例えば、基材10の形状、寸法は上記実施例1～7には限られず、適宜変更しうる。また、実施例1、2、4、6、7の第1工程において、第1非酸化性ガスのプラズマP1と、第2非酸化性ガスのプラズマP2とを基材10の被溶射面100に照射していた。本発明はそのような態様には限られず、プラズマを生成するためのガスは適宜変更しうる。

10

【0058】

上記実施形態及び実施例1～7においては、溶射部材1として、板状の基材10の被溶射面100にイットリウム含有ジルコニウムの溶射膜12を成膜した部材を例に挙げて説明したが、本発明の溶射部材はこのような部材には限られない。例えば、半導体製造装置部品に含まれる溶射部材に、本発明に係る溶射部材を用いてもよい。例えば、半導体製造装置部品としての静電チャックに、本発明に係る溶射部材を用いてもよい。図6に示されるように、静電チャック300は、溶射部材1としてのアルミニウム合金により形成された基材10と、基材10の被溶射面に溶射された厚み30 μmの溶射膜12とを備えている。この静電チャック300において、基材10は高周波電力用の電極としてまたは直流電極として用いられる。これにより、静電チャック300は、溶射膜12の上に載置されるシリコンウェハなどの基板との間に電位差を生じせしめてシリコンウェハなどの基板を静電吸着させることができる。静電チャック300を製造する場合において、溶射部材1を上記の製造方法で製造できる。

20

【0059】

以上、発明の実施形態及びその変更形態を用いて説明したが、本発明の技術的範囲は上記の記載の範囲には限定されない。上記実施の形態に多様な変更または改良を加えることが当業者に明らかである。そのような変更または改良を加えた形態も本発明の技術的範囲に含まれることが請求の範囲の記載からも明らかである。

30

【0060】

明細書、及び図面中において示した製造方法における各処理の実行順序は、特段に順序が明記されておらず、また、前の処理の出力を後の処理で用いるので無い限り、任意の順序で実行しうる。便宜上、「まず、」「次に、」等を用いて説明したとしても、この順で実施することが必須であることを意味するわけではない。

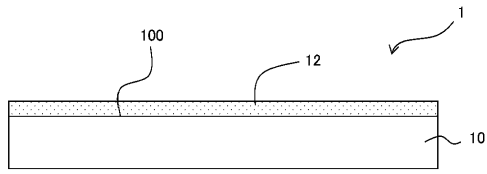
【符号の説明】

【0061】

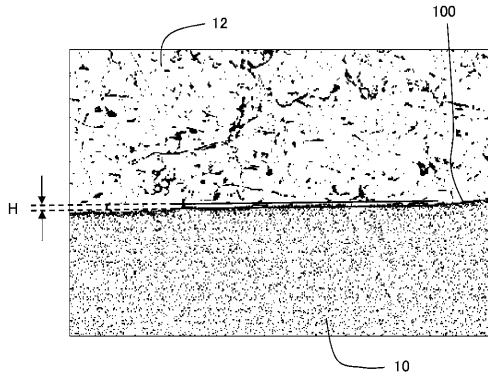
- 1 溶射部材
- 10 基材
- 12 溶射膜
- 100 被溶射面
- 210 第1プラズマ溶射装置
- 211 第1非酸化性ガス供給装置
- 220 第2プラズマ溶射装置
- 221 第2非酸化性ガス供給装置
- 222 スラリー供給装置
- 300 静電チャック

40

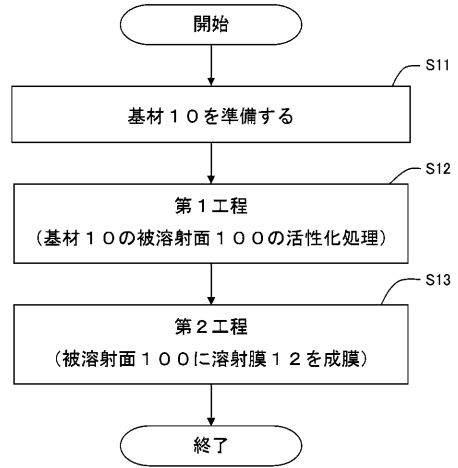
【図 1】



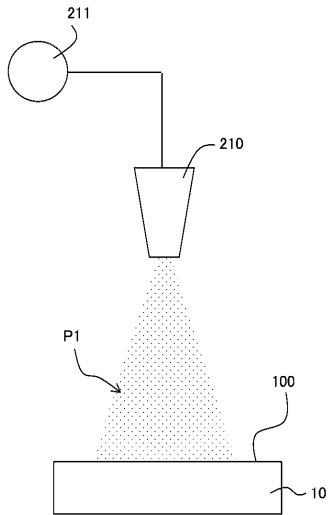
【図 2】



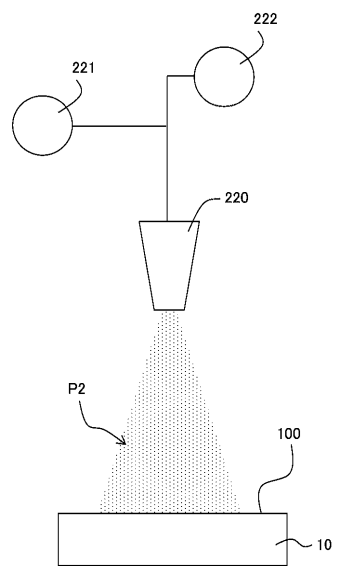
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【図 6】

