

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7595668号
(P7595668)

(45)発行日 令和6年12月6日(2024.12.6)

(24)登録日 令和6年11月28日(2024.11.28)

(51)国際特許分類

H 0 1 L 21/3065(2006.01)
C 0 4 B 35/563 (2006.01)

F I

H 0 1 L 21/302 1 0 1 G
C 0 4 B 35/563

請求項の数 10 (全27頁)

| | | | |
|-------------------|-----------------------------|----------|---|
| (21)出願番号 | 特願2022-532664(P2022-532664) | (73)特許権者 | 524207459 ソルミックス カンパニー , リミテッド S o l m i c s C o . , L t d . 大韓民国、ギヨンギード、ピヨンテク - シ、ギヨンギ - デロ、1 0 4 3 、 A - 2 F |
| (86)(22)出願日 | 令和3年2月9日(2021.2.9) | | A - 2 F , 1 0 4 3 G y e o n g g i - d a e r o , P y e o n g t a e k - s i , G y e o n g g i - d o 1 7 7 8 4 , R e p u b l i c o f K o r e a |
| (65)公表番号 | 特表2023-511646(P2023-511646) | | |
| | A) | | |
| (43)公表日 | 令和5年3月22日(2023.3.22) | | |
| (86)国際出願番号 | PCT/KR2021/001726 | | |
| (87)国際公開番号 | WO2021/162422 | | |
| (87)国際公開日 | 令和3年8月19日(2021.8.19) | | |
| 審査請求日 | 令和4年7月27日(2022.7.27) | | |
| (31)優先権主張番号 | 10-2020-0017197 | | |
| (32)優先日 | 令和2年2月12日(2020.2.12) | | |
| (33)優先権主張国・地域又は機関 | 韓国(KR) | (74)代理人 | 110001139 S K弁理士法人 |
| (31)優先権主張番号 | 10-2020-0094459 | (74)代理人 | 100130328 弁理士 奥野 彰彦 |
| (32)優先日 | 令和2年7月29日(2020.7.29) | | |
| | 最終頁に続く | | 最終頁に続く |

(54)【発明の名称】 セラミック部品及びセラミック部品の製造方法

(57)【特許請求の範囲】**【請求項1】**

ボロンカーバイドを含むセラミック部品であって、
前記セラミック部品において炭素とホウ素との合計が90モル%以上であり、
前記セラミック部品の中心から距離が互いに異なる2つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれS1及びS2であり、
前記S1とS2は、互いに100mm以上離隔されており、
前記S1とS2との差は-150~+150MPaである、セラミック部品。

【請求項2】

前記セラミック部品の中心から距離が互いに異なる地点の表面での残留応力は、それぞれS1、S2、及びS3であり、
前記S1、S2及びS3は、互いに100mm以上離隔されており、
前記S1、S2、及びS3における最大値と最小値との差は-150~+150MPaである、請求項1に記載のセラミック部品。

【請求項3】

前記セラミック部品は、プラズマエッティング装置に適用される部品であり、
前記部品は、基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する本体部とを含み、
前記本体部は本体部上面を含み、
前記載置部は載置部上面を含み、

10

20

前記本体部上面で測定した残留応力と、前記載置部上面で測定した残留応力との差は - 150 ~ + 150 MPa である、請求項 1 に記載のセラミック部品。

【請求項 4】

ボロンカーバイドを含むフォーカスリングであって、

前記フォーカスリングは、炭素とホウ素を合計 90 モル% 以上含み、

基準面から第 1 高さを有する載置部と、前記基準面から第 2 高さを有する本体部とを含み、

前記載置部は、エッチング対象が載置される載置部上面を含み、

前記本体部は、プラズマによって直接エッチングされる本体部上面を含み、

前記載置部上面の一地点である PS 1 と前記本体部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力の差は、前記 PS 1 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均値の 40 % 以内であり、

前記フォーカスリングの中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S 1 及び S 2 であり、

前記 S 1 と S 2 は、互いに 100 mm 以上離隔されており、

前記 S 1 と S 2 との差は - 150 ~ + 150 MPa である、フォーカスリング。

【請求項 5】

前記フォーカスリングの中心から距離が互いに異なる 3 つの地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 350 MPa 以下である、請求項 4 に記載のフォーカスリング。

【請求項 6】

前記載置部と前記本体部との間に連結部をさらに含み、

前記連結部は、前記載置部上面と前記本体部上面とを連結する連結部上面を含み、

前記連結部上面の一地点である PS 2 を有する、請求項 4 に記載のフォーカスリング。

【請求項 7】

前記 PS 1 、前記 PS 2 及び前記 PS 3 のそれぞれで測定した残留応力における最大値と最小値との差は、前記 PS 1 、前記 PS 2 及び前記 PS 3 のそれぞれで測定した残留応力の平均の 25 % 以内である、請求項 6 に記載のフォーカスリング。

【請求項 8】

曲げ強度が 300 MPa 以上である、請求項 4 に記載のフォーカスリング。

【請求項 9】

ボロンカーバイド粉末を含む原料組成物をスラリー化し、顆粒化して原料顆粒を準備する第 1 ステップと、

前記原料顆粒を成形ダイに充填し、1800 以上の温度及び 15 MPa 以上の圧力で焼結して、前記ボロンカーバイド粉末が互いにネッキングされた焼結体を製造する第 2 ステップと、

前記焼結体を熱処理した後、形状加工を行ってセラミック部品を製造する第 3 ステップとを含み、

前記熱処理は、第 1 温度で 1 時間以上行われる 1 次処理と、第 2 温度で 1 時間以上行われる 2 次処理とを含み、前記第 1 温度は、前記第 2 温度よりも高い温度であり、

前記セラミック部品において炭素とホウ素との合計が 90 モル% 以上であり、

前記セラミック部品の中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S 1 及び S 2 であり、

前記 S 1 と S 2 は、互いに 100 mm 以上離隔されており、

前記 S 1 と S 2 との差は - 150 ~ + 150 MPa である、セラミック部品の製造方法。

【請求項 10】

前記第 1 温度は 1650 以上であり、

前記第 2 温度は 1400 以上である、請求項 9 に記載のセラミック部品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

30

40

50

具現例は、セラミック部品、セラミック部品の製造方法及び半導体素子の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

プラズマ処理装置は、チャンバ内に上部電極及び下部電極を配置し、下部電極の上に半導体ウエハ、ガラス基板などの基板を搭載し、両電極間に電力を印加する。両電極間の電界によって加速された電子、電極から放出された電子、または加熱された電子が処理ガスの分子と電離衝突を起こし、処理ガスのプラズマが発生する。プラズマ中のラジカルやイオンのような活性種は、基板の表面に所望の微細加工、例えば、エッティング加工を行う。近年、微細電子素子などの製造におけるデザインルールがますます微細化され、特にプラズマエッティングではより一層高い寸法精度が要求されているため、従来よりも著しく高い電力が用いられている。このようなプラズマ処理装置には、プラズマに影響を受けるフォーカスリングが内蔵されている。フォーカスリングは、エッジリング、コールドリングなどと呼ばれることもある。

10

【0003】

前記フォーカスリングの場合、電力が高くなると、定在波が形成される波長効果、及び電極の表面において電界が中心部に集中する表皮効果などによって、概ね基板上で中心部が極大となり、エッジ部が最も低くなることで、基板上のプラズマ分布の不均一性がひどくなる。基板上でプラズマ分布が不均一であると、プラズマ処理が一定に行われなくなり、微細電子素子の品質が低下する。図1は、一般的なプラズマチャンバ及びフォーカスリングを示す写真である。高機能性のフォーカスリングは、これを交換する周期の延長が必要である。これにより、プラズマチャンバを開放する周期が延びる。チャンバを開放する周期が延びると、ウエハを活用した微細電子素子の収率の向上が実現される。

20

【0004】

関連する先行特許文献としては、韓国公開特許第10-1998-0063542号、韓国公開特許第10-2006-0106865号などがある。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

具現例の目的は、セラミック部品の品質を向上させると同時に効率的に製造する方法を提供することにある。

30

【0006】

具現例の他の目的は、強度、相対密度などの特性に優れながらも、形状加工性に優れたセラミック部品を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記の目的を達成するために、具現例に係るセラミック部品は、

ボロンカーバイドを含み、

中心から距離が互いに異なる2つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれS1及びS2であり、

40

前記S1とS2との差は-600~+600 MPaであってもよい。

【0008】

—具現例において、前記セラミック部品は、中心から距離が互いに異なる地点の表面での残留応力が、それぞれS1、S2、及びS3であり、

前記S1、S2、及びS3における最大値と最小値との差は-600~+600 MPaであってもよい。

【0009】

—具現例において、前記セラミック部品は、プラズマエッティング装備に適用される部品であり、

前記部品は、基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する

50

本体部とを含み、

前記本体部は本体部上面を含み、

前記載置部は載置部上面を含み、

前記本体部上面で測定した残留応力と、前記載置部上面で測定した残留応力との差は - 600 ~ + 600 MPa であってもよい。

【0010】

上記の目的を達成するために、具現例に係るフォーカスリングは、

ボロンカーバイドを含み、

基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する本体部とを含み、

10

前記載置部は、エッティング対象が載置される載置部上面を含み、

前記本体部は、プラズマによって直接エッティングされる本体部上面を含み、

前記載置部上面の一地点である PS1 と前記本体部上面の一地点である PS3 で測定した残留応力の差は、前記 PS1 及び前記 PS3 で測定した残留応力の平均値の 40 % 以内であり、

中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S1 及び S2 であり、

前記 S1 と S2 との差は - 600 ~ + 600 MPa であってもよい。

【0011】

一具現例において、中心から距離が互いに異なる 3 つの地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 350 MPa 以下であってもよい。

20

【0012】

一具現例において、前記載置部と前記本体部との間に連結部をさらに含み、

前記連結部は、前記載置部上面と前記本体部上面とを連結する連結部上面を含み、

前記連結部上面の一地点である PS2 を有することができる。

【0013】

一具現例において、前記 PS1、前記 PS2 及び前記 PS3 のそれぞれで測定した残留応力における最大値と最小値との差は、前記 PS1、前記 PS2 及び前記 PS3 のそれぞれで測定した残留応力の平均の 25 % 以内であってもよい。

【0014】

一具現例において、前記フォーカスリングは、曲げ強度が 300 MPa 以上であってもよい。

30

【0015】

上記の目的を達成するために、具現例に係る半導体素子製造用セラミック部品は、

ボロンカーバイドを含み、

中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S1 及び S2 であり、

前記 S1 と S2 との差は - 600 ~ + 600 MPa であってもよい。

【0016】

上記の目的を達成するために、具現例に係る半導体素子製造用フォーカスリングは、

ボロンカーバイドを含み、

基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する本体部とを含み、

40

前記載置部は、エッティング対象が載置される載置部上面を含み、

前記本体部は、プラズマによって直接エッティングされる本体部上面を含み、

前記載置部上面の一地点である PS1 と前記本体部上面の一地点である PS3 で測定した残留応力の差は、前記 PS1 及び前記 PS3 で測定した残留応力の平均値の 40 % 以内であり、

中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S1 及び S2 であり、

50

前記 S 1 と S 2 との差は - 6 0 0 ~ + 6 0 0 MPa であってもよい。

【 0 0 1 7 】

上記の目的を達成するために、具現例に係るセラミック部品の製造方法は、

ボロンカーバイド粉末を含む原料組成物をスラリー化し、顆粒化して原料顆粒を準備する第 1 ステップと、

前記原料顆粒を成形ダイに充填し、1 8 0 0 以上の温度及び 1 5 MPa 以上の圧力で焼結して、前記ボロンカーバイド粉末が互いにネッキングされた焼結体を製造する第 2 ステップと、

前記焼結体を熱処理した後、形状加工を行ってセラミック部品を製造する第 3 ステップとを含み、

前記熱処理は、第 1 温度で 1 時間以上行われる 1 次処理と、第 2 温度で 1 時間以上行われる 2 次処理とを含み、前記第 1 温度は、前記第 2 温度よりも高い温度であり、

前記セラミック部品の中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S 1 及び S 2 であり、

前記 S 1 と S 2 との差は - 6 0 0 ~ + 6 0 0 MPa であってもよい。

【 0 0 1 8 】

一具現例において、前記第 1 温度は 1 6 5 0 以上であり、

前記第 2 温度は 1 4 0 0 以上であってもよい。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 9 】

具現例のセラミック部品の製造方法は、品質を向上させると同時に効率的に、半導体素子を製造する装備に使用されるセラミック部品を製造することができる。

【 0 0 2 0 】

具現例のセラミック部品は、強度、相対密度などの他の特性を優れたレベルに維持またはさらに優れるようにしながらも、残留応力の分布が比較的均一であり、形状加工性が遙かに優れる。

【 0 0 2 1 】

具現例のフォーカスリング及びフォーカスリングの製造方法は、耐エッチング性、耐衝撃性などの物性に優れ、同時に形状加工性なども遙かに優れたフォーカスリングを、効率的にかつ高い成功率で製造することができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 2 】

【図 1】具現例に係るセラミック部品の例示であるフォーカスリングを上から見た様子を説明する概略図である。

【図 2】具現例に係るセラミック部品の例示であるフォーカスリングの断面を説明する概略図である。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 2 3 】

以下、発明の属する技術分野における通常の知識を有する者が容易に実施できるように、一つ以上の具現例について添付の図面を参照して詳細に説明する。しかし、具現例は、様々な異なる形態で実現可能であり、ここで説明する実施例に限定されない。明細書全体にわたって類似の部分に対しては同一の図面符号を付した。

【 0 0 2 4 】

本明細書において、ある構成が他の構成を「含む」とするとき、これは、特に反対の記載がない限り、それ以外の他の構成を除くものではなく、他の構成をさらに含むこともできることを意味する。

【 0 0 2 5 】

本明細書において、ある構成が他の構成と「連結」されているとするとき、これは、「直接的に連結」されている場合のみならず、「それらの間に他の構成を介在して連結」されている場合も含む。

【 0 0 2 6 】

本明細書において、A 上に B が位置するという意味は、A 上に直接当接して B が位置するか、またはそれらの間に他の層が位置しながら A 上に B が位置することを意味し、A の表面に当接して B が位置することに限定されて解釈されない。

【 0 0 2 7 】

本明細書において、マーカッシュ形式の表現に含まれた「これらの組み合わせ」という用語は、マーカッシュ形式の表現に記載された構成要素からなる群から選択される 1 つ以上の混合又は組み合わせを意味するものであって、前記構成要素からなる群から選択される 1 つ以上を含むことを意味する。

【 0 0 2 8 】

本明細書において、「A 及び / 又は B」の記載は、「A、B、または、A 及び B」を意味する。

【 0 0 2 9 】

本明細書において、「第 1」、「第 2」又は「A」、「B」のような用語は、特に説明がない限り、同一の用語を互いに区別するために使用される。

【 0 0 3 0 】

本明細書において、単数の表現は、特に説明がなければ、文脈上解釈される単数又は複数を含む意味で解釈される

【 0 0 3 1 】

本明細書において、「差」という表現は、ある値から他の値を引いたことを意味し、別途の言及がなければ、大きい値から小さい値を引いたものとして表示する。

【 0 0 3 2 】

本明細書において、ボロンカーバイドは、ホウ素と炭素をベース (base) とするあらゆる化合物を指す。前記ボロンカーバイドは、ボロンカーバイド材料に添加剤及び / 又はドーピング材料が含まれているか、または含まれていないものであってもよく、具体的には、ホウ素と炭素との合計が 90 モル % 以上であるものであってもよい。前記ボロンカーバイドは、ホウ素と炭素との合計が 95 モル % 以上であるものであってもよい。前記ボロンカーバイドは、ホウ素と炭素との合計が 98 モル % 以上であるものであってもよい。前記ボロンカーバイドは、ホウ素と炭素との合計が 99 モル % 以上であるものであってもよい。本明細書において、ボロンカーバイドは、单一相又は複合相であってもよく、これらが混合されたものであってもよい。ボロンカーバイドの单一相は、ホウ素及び炭素の化学量論的相 (phase)、及び化学量論的組成から外れた非化学量論的相の両方を含み、複合相とは、ホウ素及び炭素をベース (base) とする化合物のうちの少なくとも 2 つが所定の比率で混合されたことをいう。また、本明細書でのボロンカーバイドは、前記ボロンカーバイドの单一相又は複合相に不純物が追加されて固溶体をなす場合、またはボロンカーバイドを製造する工程で不可避に追加される不純物が混入された場合のいずれも含む。前記不純物の例としては、鉄、銅、クロム、ニッケル、アルミニウムなどの金属などが挙げられる。

【 0 0 3 3 】

本明細書において、バルクボロンカーバイドは、コーティング層と区別されるものであって、一定の厚さを有する蒸着ボロンカーバイド、焼結ボロンカーバイドなどを意味し、コーティング層と区別する目的で平均 1 mm 以上の厚さを有するものと定義する。

【 0 0 3 4 】

本明細書において、別途の説明なしに「A 値と B 値との差が C 以下」ということは、A 値と B 値との差の絶対値が C 以下であることを意味し、より明確には、A 値と B 値との差が -C ~ +C であることを意味する。

【 0 0 3 5 】

本明細書において、残留応力は、X 線回折 (X-ray diffraction) で測定した結果を基準として説明する。

【 0 0 3 6 】

10

20

30

40

50

以下、本発明をより詳細に説明する。

【0037】

セラミック部品の製造方法

前記目的を達成するために、一具現例に係るセラミック部品の製造方法は、ボロンカーバイド粉末を含む原料組成物をスラリー化し、顆粒化して原料顆粒を準備する第1ステップと、

前記原料顆粒を成形ダイに充填し、1800以上 の温度及び15 MPa以上の圧力で焼結して、前記ボロンカーバイド粉末が互いにネッキングされた焼結体を製造する第2ステップと、

前記焼結体を熱処理した後、形状加工を行ってセラミック部品を製造する第3ステップとを含み、

前記熱処理は、第1温度で1時間以上行われる1次処理、及び第2温度で1時間以上行われる2次処理を含み、前記第1温度は、前記第2温度よりも高い温度であり、

前記セラミック部品の中心から距離が互いに異なる2つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれS1及びS2であり、

前記S1とS2との差は-600~+600 MPaであってもよい。

【0038】

原料組成物はボロンカーバイド粉末を含む。ボロンカーバイド粉末は、高純度（ボロンカーバイド含量が99.9重量%以上）が適用されてもよい。前記ボロンカーバイド粉末は、低純度（ボロンカーバイド含量が95重量%以上99.9重量%未満）が適用されてもよい。

【0039】

前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、150 μm以下の粒径を有するものが適用されてもよい。

【0040】

前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、約1.5 μm以下の平均粒径を有してもよい。前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、約0.3 μm~約1.5 μmの平均粒径を有してもよい。前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、約0.4 μm~約1.0 μmの平均粒径を有してもよい。また、前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、約0.4 μm~約0.8 μmの平均粒径を有してもよい。平均粒径が小さい粉末を適用する場合、より容易に焼結体の緻密化を得ることができる。

【0041】

前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、2~10 μmの粒径を有してもよい。前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、3~8 μmの粒径を有してもよい。前記ボロンカーバイド粉末は、D₅₀を基準として、4~6 μmの粒径を有してもよい。このような粒径の範囲を有するボロンカーバイド粉末を適用する場合、焼結体の緻密化と共に、工程の生産性も向上させることができる。

【0042】

原料組成物は、添加剤をさらに含むことができる。前記添加剤は、粉末状、液相または気相で前記セラミック部品を製造する工程に投入されてもよい。前記添加剤として使用される物質の例としては、カーボン、ボロンオキシド、シリコン、シリコンカーバイド、シリコンオキシド、ボロンナイトライド、ボロンまたはシリコンナイトライドなどが挙げられる。前記添加剤は、前記原料物質を基準として、約0.1重量%~約30重量%の含量で含まれてもよい。

【0043】

添加剤は焼結特性改善剤であってもよい。前記焼結特性改善剤は、前記原料物質に含まれて焼結体の物性を向上させる。前記焼結特性改善剤は、カーボン、ボロンオキシド、シリコン、シリコンカーバイド、シリコンオキシド、ボロンナイトライド、ボロン、シリコンナイトライド及びこれらの組み合わせからなる群から選択されたいずれか1つであってもよい。前記焼結特性改善剤は、前記原料物質全体を基準として、約30重量%以下含ま

10

20

30

40

50

れてもよい。具体的に、前記焼結特性改善剤は、前記原料物質全体を基準として、約 0.001 重量% ~ 約 3.0 重量% 含まれてもよい。前記焼結特性改善剤は、前記原料物質全体を基準として、約 0.1 ~ 1.5 重量% 含まれてもよい。前記焼結特性改善剤は、前記原料物質全体を基準として、約 1 ~ 1.0 重量% 含まれてもよい。前記焼結特性改善剤が 3.0 重量% を超えて含まれる場合には、むしろ、焼結体の強度を低下させることがある。

【0044】

前記原料物質は、前記焼結特性改善剤以外の残量として、ボロンカーバイド粉末などのボロンカーバイド原料を含むことができる。前記焼結特性改善剤は、ボロンオキシド、カーボンまたはこれらの組み合わせを含むことができる。

【0045】

前記焼結特性改善剤としてカーボンが適用される場合、前記カーボンは、フェノール樹脂、ノボラック樹脂のような樹脂の形態で添加されてもよく、または前記樹脂が炭化工程を通じて炭化した形態のカーボンが適用されてもよい。前記樹脂の炭化工程は、通常、高分子樹脂を炭化させる工程が適用されてもよい。前記フェノール樹脂は、残炭量が 4.0 重量% 以上であるものを適用できる。

【0046】

前記焼結特性改善剤としてカーボンが適用される場合、前記カーボンは 1 ~ 1.0 重量% 適用されてもよい。前記カーボンは 1 ~ 8 重量% 適用されてもよい。前記カーボンは 2 ~ 6 重量% 適用されてもよい。前記カーボンは 3 ~ 5 重量% 適用されてもよい。このような含量で前記焼結特性改善剤としてカーボンを適用する場合、粒子間のネッキング現象を良好に誘導し、粒子サイズが比較的大きく、相対密度が比較的高い焼結体を得ることができる。但し、前記カーボンを 1.0 重量% を超えて含む場合、加圧焼結過程で二酸化炭素などのガスの発生が過多となり、作業性が低下することがある。

【0047】

前記焼結特性改善剤はボロンオキシドを適用することができる。前記ボロンオキシドは、B₂O₃ に代表されるものであって、前記ボロンオキシドを適用すると、焼結体の気孔内に存在する炭素との化学反応などを通じてボロンカーバイドを生成し、残留炭素の排出を助けることで、より緻密化された焼結体を提供することができる。

【0048】

前記焼結特性改善剤として前記ボロンオキシドと前記カーボンが共に適用される場合、前記焼結体の相対密度をさらに高めることができ、これは、気孔内に存在するカーボン領域が減少し、より緻密度が向上した焼結体を製造することができる。

【0049】

前記ボロンオキシドと前記カーボンは 1 : 0.8 ~ 4 の重量比で適用されてもよい。このような場合、さらに相対密度が向上した焼結体を得ることができる。

【0050】

前記焼結特性改善剤は、その融点が約 100 ~ 約 1000 であってもよい。より詳細には、前記添加剤の融点は約 150 ~ 約 800 であってもよい。前記添加剤の融点は約 200 ~ 約 400 であってもよい。これによって、前記添加剤は、前記原料物質が焼結される過程で前記ボロンカーバイド粒子の間に容易に拡散することができる。

【0051】

原料組成物は、必要に応じて、分散剤、溶媒などをさらに含むことができる。

【0052】

前記原料組成物は、半導体工程中に固体状態の副産物を発生させ得る物質を含まないか、または非常に低い含量で含む。例えば、前記副産物を発生させ得る物質の例としては、鉄、銅、クロム、ニッケルまたはアルミニウムなどの金属などが挙げられる。前記副産物を発生させ得る物質の含量は、前記原料物質を基準として 500 ppm 以下であってもよい。

【0053】

スラリー化は、ボールミリングなどの方法により、十分かつ実質的に均一に原料組成物

10

20

30

40

50

を混合する過程である。溶媒と共に適用され得、メタノール、エタノール、ブタノールなどのようなアルコール、または水が溶媒として適用され得る。前記溶媒は、前記スラリー全体を基準として、約60体積%～約80体積%の含量で適用されてもよい。ポールミリングは、具体的にポリマーボールが適用され得、前記スラリー配合工程は、約5時間～約20時間行うことができる。

【0054】

顆粒化は、前記スラリーが噴射されながら、前記スラリーに含まれた溶媒が蒸発などによって除去され、原料物質が顆粒化される方式で行われ得る。このように製造される顆粒化された原料物質粒子は、粒子自体が全体的に丸い形状を有し、粒度が比較的一定であるという特徴を有することができる。

10

【0055】

顆粒化過程を経た原料顆粒は、その大きさが50～160μmであってもよい。前記原料顆粒は、その大きさが60～100μmであってもよい。このような特徴を有する原料顆粒を適用する場合、以降の焼結などの過程でモールドへの充填が容易であり、作業性をさらに向上させることができる。

【0056】

第2ステップは、原料顆粒を成形ダイに充填し、焼結して、前記ボロンカーバイド粉末が互いにネッキングされた焼結体を製造するステップである。

【0057】

加圧焼結の方法でバルク状のボロンカーバイド焼結体を製造しようとする試みは多数あつた。しかし、通常、クーポンという縦横約30mm以下の小さい試験片として製造・評価する。直径が比較的大きいバルク状のボロンカーバイド焼結体（以下、ボロンカーバイドと混用する）は、その製造が容易ではない。

20

【0058】

発明者らは、比較的大きいサイズのボロンカーバイド焼結体を製造する際に、特に、加圧焼結方式で製造されたボロンカーバイド加圧焼結体は、バルク状に製造するまでは安定的であるが、後述するリング状に形状加工する際にクラック、割れなどが非常に高い比率で発生し得るという点を実験的に確認した。そして、このような特性を有する理由の一つとして、ボロンカーバイド焼結体全体で不均一な残留応力特性を有するためであると判断した。

30

【0059】

前記成形ダイは、450mm以上の長さ又は直径を有するものであってもよい。現在、フォーカスリングのようなセラミック部品は、一般に320mm以上の直径を有するリング状に適用される。したがって、前記セラミック部品を製造するためには、非常に大きい直径又は長さを有するバルクボロンカーバイド焼結体が必要である。焼結過程で焼結体の大きさが小さくなるのが一般的であり、以降の形状加工を行う過程で損失される部分などを考慮すると、成形ダイは、450mm以上の直径を有することがよい。成形ダイは450～600mmの直径を有するものであってもよい。

【0060】

前記焼結は、焼結温度及び焼結圧力下で行うことができる。

40

【0061】

前記焼結温度は、約1800～約2500であってもよい。前記焼結温度は、約1800～約2200であってもよい。前記焼結圧力は、約10～約110MPaであってもよい。前記焼結圧力は、約17～約30MPaであってもよい。このような焼結温度及び/又は焼結圧力下で前記成形ステップを行う場合、より効率的に高耐エッチング性及び高密度のボロンカーバイドを製造することができる。

【0062】

前記焼結時間は、0.5～10時間が適用されてもよい。前記焼結時間は、0.5～7時間が適用されてもよい。前記焼結時間は、0.5～4時間が適用されてもよい。

50

【 0 0 6 3 】

前記焼結時間は、加圧焼結方式が、常圧で行う焼結工程と比較して非常に短い時間であり、このように短い時間を適用しても、同等またはさらに優れた強度を有するボロンカーバイド焼結体を製造することができる。

【 0 0 6 4 】

前記焼結は、還元雰囲気で行うことができる。還元雰囲気は、ボロンカーバイド粉末が空気中の酸素と反応して形成され得るボロンオキシドのような物質を還元させることで、ボロンカーバイドの含量がさらに高くなり、炭素が凝集した領域が減少した、高耐エッチング性のボロンカーバイド焼結体を製造することができる。

【 0 0 6 5 】

焼結過程において、ボロンカーバイド粉末は成長し、互いにネッキングされて、強度が大きい焼結体を形成する。また、共に適用される添加剤は、温度及び圧力に応じてその状態及び成分が変化しながら、ボロンカーバイド粉末の成長を抑制又は促進させるものと考えられる。併せて、加圧と共に行われる焼結により得られるボロンカーバイド焼結体は、一般的の常圧焼結により得られるボロンカーバイド焼結体と比較して、より緻密な微細構造を有することができる。

【 0 0 6 6 】

形状加工性を向上させるために、バルクボロンカーバイドを含む焼結体には追加の熱処理などを行うことができる。

【 0 0 6 7 】

前記熱処理は、第1温度で1時間以上行われる1次処理と、第2温度で1時間以上行われる2次処理とを含み、前記第1温度は、前記第2温度よりも高い温度である。

【 0 0 6 8 】

前記第1温度は1650以上であり、前記第2温度は1400以上であってもよい。このような温度範囲で前記1次処理及び前記2次処理を行う場合、より効果的に熱処理を行うことができる。

【 0 0 6 9 】

前記第1温度は1650～1950の温度であってもよい。前記1次処理は2～8時間行われてもよい。

【 0 0 7 0 】

前記第2温度は1400～1600の温度であってもよい。前記2次処理は2～8時間行われてもよい。

【 0 0 7 1 】

前記熱処理が第1温度及び第2温度として適用される場合、焼結体の形状加工性が非常に高くなる。これは、熱処理によって残留応力分布の変化などが誘導されるためであると考えられる。

【 0 0 7 2 】

形状加工は、前記焼結体の一部を分離又は除去して意図する形状を有するように加工する過程である。形状加工は、焼結体をリング状のようにセラミック部品の外形に加工するリング加工と、リング加工を経たボロンカーバイドをフォーカスリングのようなリング状部品の形態に加工する狭義の形状加工とを含む。

【 0 0 7 3 】

前記形状加工は、放電加工、ウォータージェット方式、レーザー方式などが適用されてもよいが、これに限定されるものではない。

【 0 0 7 4 】

前記形状加工によりボロンカーバイド焼結体がセラミック部品の形状を備えた後には、ポリッキング過程をさらに経ることができ、ポリッキング過程は、セラミック部品の表面粗さを低下させる過程である。前記ポリッキング過程は、工業用ダイヤモンドを含有するスラリーを適用した研磨過程などで行われてもよく、パーティクル特性に優れたセラミック部品を得るために、最大高さ粗さ R_t が $15 \mu m$ 以下になるように加工することがよい

10

20

30

40

50

。具体的には、前記セラミック部品の表面の最大高さ粗さ R_t は $0 \sim 25 \mu m$ であってもよい。前記最大高さ粗さ R_t は $0 \sim 12 \mu m$ であってもよい。前記最大高さ粗さ R_t は $0 \sim 10 \mu m$ であってもよい。前記最大高さ粗さ R_t は $0 \sim 2 \mu m$ であってもよい。このような表面粗さ特性を有する場合、プラズマチャンバ内で前記セラミック部品が物理的な方式によりパーティクルを形成することを抑制することができる。

【0075】

第2ステップのボロンカーバイド焼結体を、第3ステップで熱処理を経ずにすぐに形状加工を行う場合、形状加工の成功率が10%未満、ほぼ0%に近く著しく低い。残留応力の不均衡など、ボロンカーバイド内に発生した不均衡が、このように形状加工性が低く示される重要な原因の一つであると考えられる。10

【0076】

具現例のセラミック部品は、相対的に大面積であるバルクボロンカーバイドを含む焼結体を形状加工して得られ、ボロンカーバイドが代表的な難削素材の一つであるという点もまた、形状加工の成功率に影響を与える要素の一つであると考えられる。

【0077】

前記セラミック部品は、外径と内径との差が $10 \sim 80 mm$ であってもよい。前記外径と内径との差は $15 \sim 60 mm$ であってもよい。前記外径と内径との差は $20 \sim 50 mm$ であってもよい。前記セラミック部品は、このような形態を有するリング状部品であってもよい。20

【0078】

前記セラミック部品は、厚さが $1 \sim 45 mm$ であってもよい。前記セラミック部品の厚さは $1.5 \sim 40 mm$ であってもよい、前記セラミック部品の厚さは $2 \sim 38 mm$ であってもよい。

【0079】

前記セラミック部品は、内径が $160 mm$ 以上であってもよい。前記セラミック部品は、内径が $200 mm$ 以上であってもよい。また、前記セラミック部品は、前記内径が $300 mm$ 以上であってもよい。前記セラミック部品は、内径が $450 mm$ 以下であってもよい。

【0080】

ボロンカーバイドを含む焼結体を、このように大きい直径を有する形態にするためには、相対的に大面積である焼結体の形状加工が必要である。また、ボロンカーバイド自体が高強度の難削素材であり、ボロンカーバイドをより緻密かつより強い強度を有するようになる研究開発も持続されているため、ボロンカーバイドの形状加工時に発生し得る困難はさらに大きくなる。30

【0081】

発明者らは、形状加工中にボロンカーバイド焼結体自体が損傷する場合、例示的に割れの発生、クラックの発生などの現象が発生する場合、測定したボロンカーバイド焼結体の残留応力の不均衡が相対的にひどく示されるという点を確認した。このように割れやクラックが発生したボロンカーバイド焼結体は、耐エッティング性の部分的不均一などを発生させることがあり、リング状部品の形態への加工が実質的に不可能であり、たとえ加工に成功したとしても廃棄対象である。したがって、発明者らは、残留応力の不均衡が一定レベル以下であるボロンカーバイド焼結体がリング状部品に加工可能であるという点を具現例の一特徴として提示する。40

【0082】

熱処理を経た焼結体は、互いに $100 mm$ 以上の距離を置いた位置1、位置2、及び位置3で測定した残留応力の標準偏差が、前記位置1、前記位置2及び前記位置3で測定した残留応力の平均の10%以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は、前記平均の7%以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は、前記平均の5%以下であってもよい。また、前記残留応力の標準偏差は、前記平均の0%以上であってもよい。前記残留応50

力の標準偏差は、前記平均の 1 %以上であってもよい。

【0083】

このような残留応力の標準偏差の特性を有する場合、ボロンカーバイド焼結体全体で比較的均一な残留応力が分布し、残留応力の不均衡に起因する破損、割れ、欠陥などの現象を著しく減少させることができる。

【0084】

反面、前記第2ステップのボロンカーバイド（熱処理前のボロンカーバイド、特に焼結体の場合）は、互いに 100 mm 以上の距離を置いた位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が、前記位置 1、位置 2 及び位置 3 で測定した残留応力の平均の 10 %超であってもよい。

10

【0085】

前記第2ステップのボロンカーバイド焼結体が有する残留応力の標準偏差、及び前記第3ステップのボロンカーバイド焼結体が有する残留応力の標準偏差は、平均値に対する相対値で表す。通常、第2ステップのボロンカーバイド焼結体の残留応力の平均値が、熱処理を経た第3ステップのボロンカーバイド焼結体の残留応力の平均値よりも大きいため、残留応力の標準偏差値は、第3ステップの熱処理を経たボロンカーバイド焼結体の場合が、第2ステップの熱処理を経る前のボロンカーバイド焼結体よりも小さく示され得る。

【0086】

前記位置 1、位置 2 及び位置 3 は、例示的に、円盤状であるボロンカーバイド焼結体において縁、中央、そして、縁と中央との間に、これらのそれぞれとの距離が 100 mm 以上である地点で測定され得る。但し、前記位置 1、位置 2 及び位置 3 が、円盤状である焼結体の中央から同じ距離に位置しない。

20

【0087】

前記第3ステップにおいて熱処理した後、形状加工する前のボロンカーバイド焼結体は、それぞれ 100 mm 以上の距離を置いた位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が 100 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 80 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 50 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 0 MPa 以上であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 10 MPa 以上であってもよい。このような場合、より安定的に形状加工が可能である。

【0088】

前記第3ステップにおいて熱処理した後、形状加工する前のボロンカーバイド焼結体は、100 mm 以上の距離を置いた位置 1 と位置 2 で測定した残留応力の差が 300 MPa 以下であってもよい。前記位置 1 と位置 2 で測定した残留応力の差は 250 MPa 以下であってもよい。前記位置 1 と位置 2 で測定した残留応力の差は 200 MPa 以下であってもよい。前記位置 1 と位置 2 で測定した残留応力の差は 150 MPa 以下であってもよい。前記位置 1 と位置 2 で測定した残留応力の差は 120 MPa 以下であってもよい。このように残留応力の差が比較的小さい場合、より安定的に形状加工が可能である。

30

【0089】

前記第3ステップにおいて熱処理した後、形状加工する前のボロンカーバイド焼結体は、それぞれ 100 mm 以上の距離を置いた位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の最大値と最小値との差が 300 MPa 以下であってもよい。前記最大値と最小値との差は 250 MPa 以下であってもよい。前記最大値と最小値との差は 200 MPa 以下であってもよい。前記最大値と最小値との差は 150 MPa 以下であってもよい。前記最大値と最小値との差は 120 MPa 以下であってもよい。このように残留応力の最大値と最小値との差が比較的小さい場合、より安定的に形状加工が可能である。

40

【0090】

前記第3ステップにおいて熱処理した後、形状加工する前のボロンカーバイド焼結体は、互いに 100 mm 以上の距離を置いた位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が、前記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の平均値の 7 %以内であってもよい。前記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が、前

50

記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の平均値の 5 % 以内であってもよい。前記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が、前記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の平均値の 3 % 以内であってもよい。位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の標準偏差が、前記位置 1、位置 2、及び位置 3 で測定した残留応力の平均値の 0 % 超であってもよい。このように残留応力の標準偏差が残留応力の平均値と比較して小さい値を有する場合、より安定した形状加工が可能である。

【 0 0 9 1 】

前記の残留応力についての説明は、形状加工前のボロンカーバイド焼結体に対して説明したが、形状加工を経た後のボロンカーバイド焼結体にも一部適用され得る。特に、形状加工を経た後の焼結体は、外径に該当する面またはこれと近い本体上面で測定した残留応力と、内径に該当する面またはこれと近い載置部上面で測定した残留応力に差が大きい。

10

【 0 0 9 2 】

リング状部品であるボロンカーバイド焼結体で残留応力を測定する場合、互いに段差をおいて異なる厚さを有する本体部及び載置部を含むリング状部品において、少なくとも一地点 (P S 3) は載置部上面で、他の少なくとも一地点 (P S 1) は本体部上面で測定され得る。このように測定する場合、残留応力の不均衡の有無をさらに明確に確認することができる。具体的な内容は後述する。

【 0 0 9 3 】

前記の残留応力は、X 線回折 (X - r a y d i f f r a c t i o n) で測定した結果を基準として説明する。但し、残留応力の測定方法はこれに限定されない。

20

【 0 0 9 4 】

前記セラミック部品は、基準面から第 1 高さを有する載置部と、前記基準面から第 2 高さを有する本体部とを含み、前記本体部は本体部上面を含み、前記載置部は載置部上面を含むことができる。

【 0 0 9 5 】

前記本体部上面及び載置部上面はポリッシングされたものであってもよい。

【 0 0 9 6 】

セラミック部品についてのより具体的な説明は、以下の説明と重複するので、その記載を省略する。

【 0 0 9 7 】

30

セラミック部品 1 0

図 1 は、具現例に係るセラミック部品を上から見た様子を説明する概略図であり、図 2 は、具現例に係るセラミック部品の断面を説明する概略図である。他の一具現例に係るセラミック部品を、図 1 及び図 2 を参照してより詳細に説明する。

【 0 0 9 8 】

具現例に係るセラミック部品 1 0 は、

ボロンカーバイドを含み、

中心から距離が互いに異なる 2 つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれ S 1 及び S 2 であり、

前記 S 1 と S 2 との差は - 6 0 0 ~ + 6 0 0 M P a であってもよい。

40

【 0 0 9 9 】

セラミック部品 1 0 は、第 1 高さを有する載置部 2 0 0 と、第 2 高さを有する本体部 1 0 0 とを含む。前記本体部 1 0 0 と前記載置部 2 0 0 は互いに区分して説明するが、これらは互いに区分されて設けられてもよく、またはその境界の区分なしに一体に設けられてもよい。

【 0 1 0 0 】

前記載置部 2 0 0 は第 1 高さを有する。

【 0 1 0 1 】

前記本体部 1 0 0 は第 2 高さを有する。

【 0 1 0 2 】

50

前記第1高さ及び前記第2高さは、基準面（例示的に本体部の底面及び載置部の底面から択一）を基準として、それぞれ本体部上面及び載置部上面までの高さを意味する。

【0103】

前記第1高さと第2高さは互いに異なる高さであってもよく、具体的に第2高さが第1高さよりも高くてよい。

【0104】

前記載置部200は載置部上面206を含む。前記載置部と前記載置部上面は、別途の層の区分がない一体型であってもよく、または前記載置部と前記載置部上面が、断面で観察したとき、互いに層が区分される区分型であってもよい。区分型の場合、前記載置部上面は、蒸着層又はコーティング層の形態であってもよい。前記蒸着層又はコーティング層は、例示的にボロンカーバイド層であってもよい。前記載置部上面が区分型である場合、前記蒸着層又はコーティング層の形態の載置部上面は、エッチング前を基準として載置部の厚さの1～40%の厚さを有してもよい。前記載置部上面は、エッチング前を基準として載置部の厚さの5～25%の厚さを有してもよい。

10

【0105】

前記本体部100は本体部上面106を含む。前記本体部と前記本体部上面は、別途の層の区分がない一体型であってもよく、または前記本体部と前記本体部上面が、断面で観察したとき、互いに層が区分される区分型であってもよい。区分型の場合、前記本体部上面は、蒸着層又はコーティング層の形態であってもよい。前記蒸着層又はコーティング層は、例示的にボロンカーバイド層であってもよい。前記本体部上面が区分型である場合、前記蒸着層又はコーティング層の形態の本体部上面は、エッチング前を基準として本体部の厚さの1～40%の厚さを有してもよい。前記本体部上面は、エッチング前を基準として本体部の厚さの5～25%の厚さを有してもよい。

20

【0106】

前記セラミック部品10は、前記載置部200と前記本体部100とを連結する連結部150をさらに含むことができる。

【0107】

前記載置部200と前記本体部100は互いに高さが異なり、前記連結部150は、これらの互いに異なる高さを連結することができる。

30

【0108】

前記本体部100、前記載置部200、そして前記連結部150は互いに区分して説明するが、これらは、互いに区分されて設けられてもよく、またはその境界の区分なしに一体に設けられてもよい。

【0109】

前記連結部150は、前記載置部上面206と前記本体部上面106とを連結する連結部上面156を含む。

【0110】

前記連結部150と前記連結部上面156は、別途の層の区分がない一体型であってもよく、または前記連結部と前記連結部上面が、断面で観察したとき、互いに層が区分される区分型であってもよい。区分型の場合、前記連結部上面は、蒸着層又はコーティング層の形態であってもよい。前記蒸着層又はコーティング層は、例示的にボロンカーバイド層であってもよい。前記連結部上面が区分型である場合、前記蒸着層又はコーティング層の形態の連結部上面は、エッチング前を基準として連結部の厚さの1～40%の厚さを有してもよい。前記連結部上面は、エッチング前を基準として連結部の厚さの5～25%の厚さを有してもよい。

40

【0111】

例示的に、前記連結部角度(As)は、載置部非露出面を基準として約30°～約70°であってもよい。前記連結部角度は、約40°～約60°であってもよい。このような連結部角度を有する場合、プラズマイオンの流れをより安定的に制御することができる。

【0112】

50

前記連結部角度は、前記連結部上面を全体的に断面で観察したとき、線状又は非線状であってもよく、連結部角度は、断面において載置部上面と連結部上面が会うP1（図示せず）と、連結部上面と本体部上面が会うP2（図示せず）との2点間を直線で連結する仮想の線を基準として測定する。

【0113】

前記載置部200、前記連結部150、及び前記本体部100は、それぞれリング状であってもよいが、これに限定されるものではなく、適用対象に応じて変形可能である。

【0114】

前記セラミック部品10は、ボロンカーバイドを含む焼結体を形成加工したものであって、全体的に90重量%以上がボロンカーバイドからなることができる。前記セラミック部品は、93重量%以上がボロンカーバイドからなるものであってもよい。前記セラミック部品10は、必要に応じて追加的にコーティング層などをさらに含むことができる。

10

【0115】

前記セラミック部品10は、曲げ強度が300MPa以上であってもよい。前記曲げ強度は450MPa以下であってもよい。

【0116】

前記セラミック部品10は、外径と内径との差が10～80mmであり、厚さが1～4.5mmであってもよい。外径と内径との差、及び厚さについての具体的な説明は、上述した説明と重複するので、その記載を省略する。

20

【0117】

前記セラミック部品10は、内径が160mm以上であってもよい。前記内径についての具体的な説明は、上述した説明と重複するので、その記載を省略する。

【0118】

前記セラミック部品10は、中心から距離が互いに異なる2つの地点の表面で測定した残留応力がそれぞれS1及びS2であり、前記S1とS2との差は-600～+600MPaであってもよい。前記S1とS2との差は-300～+300MPaであってもよい。前記S1とS2との差は-200～+200MPaであってもよい。前記S1とS2との差は-150～+150MPaであってもよい。このような特徴を有するセラミック部品は、より安定した加工性、及び安定性を有することができる。

30

【0119】

前記セラミック部品10は、中心から距離が互いに異なる地点の表面での残留応力がそれぞれS1、S2、及びS3であり、前記S1、S2、及びS3における最大値と最小値との差は-600～+600MPaであってもよい。前記最大値と最小値との差は-300～+300MPaであってもよい。前記最大値と最小値との差は-200～+200MPaであってもよい。前記最大値と最小値との差は-150～+150MPaであってもよい。このような特徴を有するセラミック部品は、より安定した加工性、及び安定性を有することができる。

【0120】

前記本体部上面の一地点であるPS1及び前記載置部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の最大値と最小値との差は、前記PS1と前記PS3の平均値の40%以内であってもよい。前記本体部上面の一地点であるPS1及び前記載置部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の最大値と最小値との差は、前記PS1と前記PS3の平均値の15%以内であってもよい。前記本体部上面の一地点であるPS1及び前記載置部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の最大値と最小値との差は、前記PS1と前記PS3の平均値の10%以内であってもよい。前記本体部上面の一地点であるPS1及び前記載置部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の最大値と最小値との差は、前記PS1と前記PS3の平均値の1～10%であってもよい。このような特徴を有するセラミック部品は、より安定した加工性、及び安定性を有することができる。

40

【0121】

前記セラミック部品10は、前記本体部上面の一地点であるPS1で測定した残留応力

50

と、前記載置部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力との差が - 600 ~ + 600 MPa であってもよい。前記本体部上面の一地点である PS 1 で測定した残留応力と、前記載置部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力との差は - 300 ~ + 300 MPa であってもよい。前記本体部上面の一地点である PS 1 で測定した残留応力と、前記載置部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力との差は - 200 ~ + 200 MPa であってもよい。前記本体部上面の一地点である PS 1 で測定した残留応力と、前記載置部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力との差は - 150 ~ + 150 MPa であってもよい。また、前記本体部上面の一地点である PS 1 で測定した残留応力と、前記載置部上面の一地点である PS 3 で測定した残留応力との差は - 130 ~ + 130 MPa であってもよい。このような場合、さらに高密度でありながらも、加工性に優れたセラミック部品を得ることができる。

【 0122 】

前記セラミック部品 10 は、前記本体部上面の一地点である PS 1、前記載置部上面の一地点である PS 3、及び前記連結部上面の一地点である PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差が 300 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 250 MPa 以下であってもよい。また、前記セラミック部品は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差が 150 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 75 MPa 以下であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 0 MPa 超であってもよい。前記残留応力の標準偏差は 0.1 MPa 以上であってもよい。このような標準偏差を有する場合、さらに高密度でありながらも、優れた加工性を有するセラミック部品を得ることができる。

【 0123 】

前記セラミック部品 10 は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差が、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均の 20% 以下であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均の 15% 以下であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均の 10% 以下であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力の標準偏差は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均の 8% 以下であってもよい。このような特徴を有する場合、さらに高密度であり、かつ優れた加工性を有するセラミック部品を得ることができる。

【 0124 】

前記セラミック部品 10 は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均との差が - 350 ~ + 350 MPa であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均との差が - 300 ~ + 300 MPa であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均との差が - 250 ~ + 250 MPa であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力は、前記 PS 1、前記 PS 2 及び前記 PS 3 で測定した残留応力の平均との差が - 200 ~ + 200 MPa であってもよい。このように特徴を有する場合、さらに高密度であり、かつ優れた加工性を有するセラミック部品を得ることができる。

【 0125 】

前記セラミック部品 10 は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力が、最大値と最小値との差がその平均の 25% 以内であってもよい。前記セラミック部品は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力が、最大値と最小値との差がその平均の 20% 以内であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2 でそれぞれ測定した残留応力は、最大値と最小値との差がその平均

10

20

30

40

50

の 15 %以内であってもよい。また、前記セラミック部品は、前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2でそれぞれ測定した残留応力が、最大値と最小値との差がその平均の 10 %以内であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2でそれぞれ測定した残留応力は、最大値と最小値との差がその平均の 5 %以内であってもよい。前記 PS 1、前記 PS 3、及び前記 PS 2でそれぞれ測定した残留応力は、最大値と最小値との差がその平均の 1 %以上であってもよい。このような残留応力の分布を有する場合、さらに安定した形状加工が可能であり、さらに安定した耐エッティング性材料を得ることができる。

【 0 1 2 6 】

前記セラミック部品 10 は、中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 350 MPa 以下であってもよい。前記セラミック部品は、中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 300 MPa 以下であってもよい。前記中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差は 250 MPa 以下であってもよい。前記中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差は 200 MPa 以下であってもよい。前記セラミック部品は、中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 120 MPa 以下であってもよい。前記中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差は 100 MPa 以下であってもよい。前記中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差は 0 MPa 超であってもよい。前記中心から距離が互いに異なる地点の表面で測定した残留応力の標準偏差は 0.1 MPa 以上であってもよい。発明者らが確認した結果では、リング状の焼結体の場合、中心から距離が互いに同一である複数の地点の表面で測定した残留応力は、その差が大きくなかった。したがって、前記のような特徴を有する場合、実質的に残留応力の分布が相対的に均一であるので、加工性、安定性などに優れたフォーカスリングを提供することができる。

【 0 1 2 7 】

前記セラミック部品 10 は、ポリッシング処理されたものであって、前記本体部上面の最大高さ粗さ R_t は 10 μm 以下であり、前記載置部上面の最大高さ粗さ R_t は 15 μm 以下であってもよいという点は、上述した通りである。

【 0 1 2 8 】

前記セラミック部品 10 は、ポリッシング処理されたものであって、前記連結部上面の最大高さ粗さ R_t は 30 μm 以下であってもよい。連結部上面の最大高さ粗さ R_t は 15 μm 以下であってもよい。連結部上面の最大高さ粗さ R_t は 10 μm であってもよい。前記連結部上面の最大高さ粗さ R_t は 0.1 μm 以上であってもよい。

【 0 1 2 9 】

このような場合、プラズマエッティング時に物理的な要因により発生し得るパーティクル形成の問題を実質的に抑制することができる。

【 0 1 3 0 】

フォーカスリングの製造方法及びフォーカスリング

一具現例に係るフォーカスリングの製造方法は、加工前のボロンカーバイドを含む材料を設けるステップと、前記材料を熱処理した後、形状加工を行ってフォーカスリングを製造するステップとを含む。

【 0 1 3 1 】

前記フォーカスリングを製造するステップは、熱処理過程、及び形状化過程を含むことができる。

【 0 1 3 2 】

前記フォーカスリングを製造するステップは、熱処理過程、形状化過程、及びポリッシング過程を含むことができる。

【 0 1 3 3 】

前記熱処理は、第 1 温度で 1 時間以上行われる 1 次処理と、第 2 温度で 1 時間以上行われる 2 次処理とを含み、前記第 1 温度は、前記第 2 温度よりも高い温度である。

【 0 1 3 4 】

10

20

30

40

50

前記加工前のボロンカーバイドは、焼結体の製造方法により製造されたものであってもよい。前記加工前のボロンカーバイドは、焼結体の加圧製造方法により製造されたものであってもよい。前記加工前のボロンカーバイドは、焼結体の常圧製造方法により製造されたものであってもよい。

【0135】

前記ボロンカーバイドは、蒸着方式により製造されたものであってもよい。

【0136】

前記焼結体の製造方法は、ボロンカーバイド粉末を含む原料組成物をスラリー化し、顆粒化して原料顆粒を準備する第1ステップと、前記原料顆粒を成形ダイに充填し、焼結して、前記ボロンカーバイド粉末が互いにネッキングされた焼結体を製造する第2ステップとを含む。

10

【0137】

前記フォーカスリングの製造方法において、熱処理過程、原料組成物、ボロンカーバイド粉末、第1ステップ及び第2ステップ、焼結などは、上述した説明と重複するので、その記載を省略する。

【0138】

前記フォーカスリングは、基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する本体部とを含み、前記載置部は、エッチング対象が載置される載置部上面を含み、前記本体部は、プラズマによって直接エッチングされる本体部上面を含む。

20

【0139】

前記載置部上面の一地点であるPS1と前記本体部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の差は、前記PS1及び前記PS3で測定した残留応力の平均値の40%以内である。

【0140】

前記フォーカスリングを製造するステップは、前記載置部と前記本体部を含むフォーカスリングの形状に前記材料をエッチング又はカッティングする過程を含む、形状化過程を含む。

30

【0141】

前記フォーカスリングを製造するステップは、前記形状化過程の後にポリッシング過程をさらに含む。

【0142】

前記ポリッシング過程は、前記載置部上面及び前記本体部上面を含む上面をポリッシングし、表面粗さを調節する過程である。

【0143】

前記形状化過程及びポリッシング過程は、上述した説明と重複するので、その記載を省略する。

【0144】

具現例に係るフォーカスリングは、

ボロンカーバイドを含み、

基準面から第1高さを有する載置部と、前記基準面から第2高さを有する本体部とを含み、

40

前記載置部は、エッチング対象が載置される載置部上面を含み、

前記本体部は、プラズマによって直接エッチングされる本体部上面を含み、

前記載置部上面の一地点であるPS1と前記本体部上面の一地点であるPS3で測定した残留応力の差は、前記PS1及び前記PS3で測定した残留応力の平均値の40%以内であり、

中心から距離が互いに異なる2つの地点の表面で測定した残留応力は、それぞれS1及びS2であり、

前記S1とS2との差は -600 ~ +600 MPa であってもよい。

【0145】

50

前記 P S 1 で測定した残留応力は、前記 P S 3 で測定した残留応力よりも大きい値であつてもよい。

【 0 1 4 6 】

前記フォーカスリングは、中心から距離が互いに異なる 3 つの地点の表面で測定した残留応力の標準偏差が 3 5 0 M P a 以下であつてもよい。

【 0 1 4 7 】

前記フォーカスリングは、前記載置部と前記本体部との間に連結部をさらに含むことができる。

【 0 1 4 8 】

前記フォーカスリングは、前記連結部が、前記載置部上面と前記本体部上面とを連結する連結部上面を含むことができる。 10

【 0 1 4 9 】

前記フォーカスリングは、前記連結部上面の一地点である P S 2 を有する。

【 0 1 5 0 】

前記フォーカスリングは、前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 のそれぞれで測定した残留応力における最大値と最小値との差が、前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 のそれぞれで測定した残留応力の平均の 2 5 % 以内であるものであつてもよい。

【 0 1 5 1 】

前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 のそれぞれで測定した残留応力の標準偏差は、前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 で測定した残留応力の平均の 2 0 % 以下であつてもよい。 20

【 0 1 5 2 】

前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 のそれぞれで測定した残留応力の標準偏差は 3 0 0 M p a 以下であつてもよい。

【 0 1 5 3 】

前記 P S 1 、前記 P S 2 及び前記 P S 3 で測定した残留応力は、これらの平均との差が - 3 5 0 ~ + 3 5 0 M P a であつてもよい。

【 0 1 5 4 】

前記フォーカスリングは、曲げ強度が 3 0 0 M P a 以上であつてもよい。

【 0 1 5 5 】

前記フォーカスリングは、厚さが 1 ~ 4 5 m m であつてもよい。 30

【 0 1 5 6 】

前記フォーカスリングは、厚さが 1 ~ 4 5 m m であるボロンカーバイドを含むことができる。

【 0 1 5 7 】

前記フォーカスリングは、前記載置部の内径が 1 6 0 m m 以上であつてもよい。

【 0 1 5 8 】

前記フォーカスリングは、前記本体部の外径と前記載置部の内径との差が 1 0 ~ 8 0 m m であつてもよい。

【 0 1 5 9 】

前記フォーカスリングのその他の残留応力の特徴、中心から距離が互いに異なる 2 つの地点及び 3 つの地点での残留応力の特徴、表面粗さの特徴は、上述した説明と重複するので、その記載を省略する。 40

【 0 1 6 0 】

フォーカスリングの中心とは、リング状のフォーカスリングは、円の中心がフォーカスリングの中心に該当し、リング状ではないフォーカスリングは、長軸と短軸との交差点を中心とする。

【 0 1 6 1 】

半導体素子の製造方法

一具現例に係る半導体素子の製造方法は、上述したフォーカスリングを適用して基板を

10

20

30

40

50

エッティングする過程を含んで半導体素子を製造する。

【0162】

前記基板は、Si基板、SiC基板、またはGaN基板であってもよい。

【0163】

以下、具体的な実施例を通じて本発明をより具体的に説明する。下記の実施例は、本発明の理解を助けるための例示に過ぎず、本発明の範囲がこれに限定されるものではない。

【0164】

実施例1. セラミック部品の製造

1) 加圧焼結法を適用した円板状の焼結体の製造

下記表1に提示された含量の比率でボロンカーバイド粉末（粒度D₅₀=0.7μm）、フェノール樹脂（残炭率約42重量%）などの原料物質及び溶媒をスラリー配合機に入れ、ボールミル方式で混合して、スラリー化された原料物質を製造した。このスラリー化された原料物質を噴霧乾燥させて顆粒化された原料物質を製造した。

【0165】

顆粒化された原料物質を円盤状の成形ダイに充填し、下記表1に提示された温度、圧力及び時間を適用して、直径が約488mmである加圧焼結円盤状焼結体（熱処理前）を製造した。

【0166】

熱処理1は、加圧焼結円盤状焼結体を1400～1600の温度で2～5時間熱処理を行った。

【0167】

熱処理2は、加圧焼結円盤状焼結体を1650～1950の温度で2～3.5時間1次処理を行い、1400～1600の温度で3～6時間2次処理を行った。

【0168】

熱処理3は、加圧焼結円盤状焼結体を1650～1950の温度で4～6時間1次処理を行い、1400～1600の温度で3～6時間2次処理を行った。

【0169】

2) 常圧焼結法を適用した円板状の焼結体の製造

下記表1に提示された含量の比率でボロンカーバイド粉末（粒度D₅₀=0.7μm）、フェノール樹脂（残炭率約42重量%）などの原料物質及び溶媒をスラリー配合機に入れ、ボールミル方式で混合して、スラリー化された原料物質を製造した。このスラリー化された原料物質を噴霧乾燥させて顆粒化された原料物質を製造した。

【0170】

顆粒化された原料物質を、円盤状の中空を有するゴムモールドに充填し、CIP(Cold Isostatic Press)機器にローディングした後、加圧して、外径が約488mm以上であるグリーン体(green body)を製造した。このグリーン体は、フォーカスリングの形状を有するようにグリーン加工した後、炭化工程を行った。炭化工程が行われたグリーン体は、焼結炉で下記表1で提示する温度及び時間で常圧焼結した。直径が488mmであり、中空を有する常圧焼結円盤状焼結体を製造した。それぞれの円盤状の焼結体を下記表1でサンプルと略称する。

【0171】

10

20

30

40

50

【表 1】

| 実施例# | 添加剤 1 (重量%)* | 添加剤 2 (重量%)** | ボロンカーバイド粉末 (重量%) | 焼結温度 (°C) | 焼結時間 (時間) | 焼結圧力 (Mpa) | 焼結前の直 径 (mm) |
|----------|-----------------|------------------|---------------------|--------------|--------------|---------------|--------------------|
| 加圧サンプル 1 | 4 | - | 残量 | 1950 | 5 | 25 | 488 |
| 加圧サンプル 2 | 4 | - | 残量 | 1950 | 5 | 25 | 488 |
| 加圧サンプル 3 | 4 | - | 残量 | 1950 | 5 | 25 | 488 |
| 常圧サンプル | 10 | 2 | 残量 | 2380 | 15 | 常圧 | 488 |

* 添加剤 1 は、フェノール樹脂を適用する。

** 添加剤 2 は、ボロンオキシドを適用する。

【0172】

3) 円板状の焼結体の残留応力の測定

X 線回折 (X-ray diffraction) を用いて円板状の焼結体の残留応力を測定した。

【0173】

直径が約 488 mm である円盤状の焼結体の中央である位置 1、縁から直径の 10 % 以内である位置 3、そして、前記位置 1 と位置 3 との中間である位置 2 の計 3 点の残留応力を測定した。位置 1、位置 2、及び位置 3 は、それぞれ 100 mm 以上の距離を有する地点である。同じ組成及び加圧条件で製造した加圧サンプル 2 を活用して、熱処理の有無による残留応力の程度を確認し、下記表 2 に示した。

【0174】

測定に適用した円盤状の焼結体は、その厚さが 8 ~ 40 mm として多様に製造された。下記表 2 において、常圧焼結円盤状焼結体は常圧サンプル、加圧焼結円盤状焼結体は加圧サンプルと略称する。下記表 2 での熱処理は、上述した熱処理 3 による熱処理を適用した。下記表 2 での標準偏差は、マイクロソフト社のエクセルで STDEV.P 関数を適用して計算した（以下、標準偏差の測定において同一）。

【0175】

【表 2】

| | 熱処理 | 位置 1 (MPa) | 位置 2 (MPa) | 位置 3 (MPa) | 平均 (MPa) | 標準偏差 (MPa) | 最大-最小 (MPa) |
|----------------|-----|---------------|---------------|---------------|-------------|---------------|----------------|
| 加圧サンプル 2(熱処理前) | 無 | 1905.3 | 2174.7 | 2304.9 | 2128.3 | 166.4026 | 399.6 |
| 加圧サンプル 2(熱処理後) | 有 | 2030.9 | 2108.3 | 2138.4 | 2092.5 | 45.28063 | 107.5 |

【0176】

前記表 2 を参照すると、熱処理を行った加圧サンプルと熱処理を行わなかった加圧サンプルは、位置別に残留応力の差が著しいという点が確認できた。特に、互いに異なる 3 つの位置で測定した残留応力の平均値は大きな差を示さないが、標準偏差は約 3.6 倍以上の差が示され、最大値と最小値との差も約 3.7 倍以上の差が示された。このような差が、後述する形状加工過程で非常に高い確率で発生する割れ現象の原因の一つであると考えられる。

【0177】

4) リング状のセラミック部品に形状加工

前記の 1) で製造した加圧焼結円板状焼結体は、熱処理を行わなかったもの及び熱処理を行ったものをそれぞれ形状加工を行った。前記の 2) で製造した常圧焼結円板状焼結体も形状加工を行った。セラミック部品として、図 1 及び図 2 に提示された形態のフォーカスリングを製造した。

【 0 1 7 8 】

セラミック部品の形状は、外径が約 388 mm であり、内径が約 300 mm であり、セラミック部品の縁部が載置される載置部の高さが約 2.5 mm であり、上面の高さが約 4.5 mm であるリング状であった。

【 0 1 7 9 】

前記の常圧焼結円板状焼結体の場合、放電加工機を適用して形状加工を行った。前記の加圧焼結円板状焼結体の場合、ウォータージェット方式で形状加工を行った。

10

【 0 1 8 0 】

各サンプルは、形状加工が完了するまで焼結体が割れたりクラックが形成されたりしない場合にのみ形状加工性があるものと評価し、各製造方法 / 热処理方法に応じて、テスト数量及び形状加工性の成功率（適用した円板状の焼結体の全数量に対する、形状加工の完了までクラックや割れが発生しなかったフォーカスリングの比率）を評価し、下記表 3 に示した。

【 0 1 8 1 】

【表 3】

| サンプル | 熱処理条件 | テスト数量 | 形状加工性 (%) |
|------------|--------|-------|-----------|
| 常圧焼結円板状焼結体 | 熱処理しない | 30 | 100 |
| 加圧焼結円板状焼結体 | 熱処理しない | 20 | 0 |
| 加圧焼結円板状焼結体 | 熱処理 1 | 4 | 0 |
| 加圧焼結円板状焼結体 | 熱処理 2 | 67 | 89 |
| 加圧焼結円板状焼結体 | 熱処理 3 | 51 | 100 |

20

【 0 1 8 2 】

。 前記表 3 を参照すると、常圧焼結の場合とは異なって、加圧焼結の場合には、熱処理の有無、及びどのような熱処理を行ったかが、形状加工性の有無と関連して重要な意味を有するという点が確認できた。これは、前記の表 2 の残留応力の測定結果と関連する結果であると考えられ、加圧成形時に形成された焼結体内の残留応力の不均衡が、比較的精密な形状加工が要求されるフォーカスリングの形状加工過程で、焼結体自体にクラックを発生させたり、焼結体自体が割れるようにする原因になるものと考えられる。前記の熱処理 2 及び熱処理 3 の場合、十分な熱処理を通じてこのような残留応力を除去するなどの要因により、形状加工性が向上したものと考えられる。このように製造されたセラミック部品は、ポリッシング過程を経た後、以降の物性評価を適用した。

30

【 0 1 8 3 】

実施例 2 . セラミック部品の物性の評価

製造されたセラミック部品を用いて、以下の物性を評価した。

40

1) 相対密度の評価

相対密度 (%) は、アルキメデス法で測定し、その結果を下記表 4 に提示した。

【 0 1 8 4 】

2) 曲げ強度の評価

曲げ強度は、10個のセラミック部品を準備し、ASTM C 1161 Flexural Strength Test Method に準拠してUTM装備（製造社：H & P）で測定した後、最小値と最大値を除いた値の平均を下記表 4 に提示した。

【 0 1 8 5 】

3) 表面粗さの測定及びパーティクルの発生の有無

パーティクルの形成の有無は、エッティング率特性の評価時の雰囲気、または評価後に装

50

備のチャンバ内に残っているパーティクルの有無で評価した。表面粗さは、最大高さ粗さを基準として測定し、本体部上面及び載置部上面でそれぞれ4個以上のサンプルを測定した後、平均を計算し、本体部上面の場合に約10.7 μm、載置部上面の場合に約4.6 μmと測定された。

【0186】

それぞれのセラミック部品を、下記表4でサンプルと略称する。セラミック部品は、全て約5mmの厚さを有し、外径が約388mm、内径が290mm以上であるものを適用した。

【0187】

【表4】

10

| 実施例# | 相対密度(%) | 曲げ強度(Mpa) | パーティクルの発生 |
|---------|---------|-----------|-----------|
| 加圧サンプル1 | 93 | 308 | 無 |
| 加圧サンプル2 | 95 | 429 | 無 |
| 加圧サンプル3 | 99.9 | 476 | 無 |
| 常圧サンプル | 95 | 240 | 無 |

【0188】

前記結果を参照すると、常圧サンプルの場合、曲げ強度の面において加圧サンプルとかなりの差を示すという点が確認できた。このような差は、類似の相対密度を有するサンプルであるとしても、製造方式の差によって曲げ強度にかなりの差を示すという点を示す結果であって、曲げ強度の測定が、加圧セラミック部品と常圧セラミック部品を区分できる特性の一つであると考えられる。

20

【0189】

加圧サンプルや常圧サンプル全体で、プラズマ装備内においてフッ素又は塩素を含むプラズマ雰囲気でパーティクルは発生しないことを確認した。また、外径と内径との差が比較的小小さく、厚さも比較的薄いセラミック部品の形状への加工が、常圧サンプルだけでなく加圧サンプルの場合も、熱処理を経た場合に可能であるという点を確認した。

【0190】

4) セラミック部品の残留応力の測定

熱処理1を経た場合をサンプル1、熱処理2を経た場合をサンプル2、そして、熱処理3を経た場合をサンプル3とし、X線回折(X-ray diffraction)を用いてリング状部品の表面で残留応力を測定した。

30

【0191】

前記で製造したセラミック部品を、本体部上面(図2の図面符号206、PS1)、連結部上面(図2の図面符号156、PS2)及び載置部上面(図2の図面符号106、PS3)でそれぞれ残留応力を測定し、その結果を下記表5に示した。本体部上面は位置1、連結部上面を位置2、そして載置部上面を位置3で示した。

【0192】

追加的に、下記表に示さなかったが、同じサンプルの本体部上面同士、同じサンプルの連結部上面同士、そして、同じサンプルの載置部上面同士は、有意な残留応力の差が観察されなかった。

40

【0193】

50

【表 5】

| 区分 | サンプル 1(熱処理 1) | | | サンプル 2(熱処理 2) | | | サンプル 3(熱処理 3) | | |
|---|---------------|--------|--------|---------------|--------|--------|---------------|--------|--------|
| 位置 | PS1 | PS2 | PS3 | PS1 | PS2 | PS3 | PS1 | PS2 | PS3 |
| 残留応力 (Mpa) # | 1813.9 | 1662.5 | 1249.4 | 1508.6 | 1311.8 | 1400.1 | 1700.6 | 1624.6 | 1556.5 |
| 標準偏差# | 102.5 | 90.1 | 82.9 | 107.2 | 127.6 | 121.3 | 103.5 | 91.5 | 89.2 |
| 残留応力に 対する標準 偏差の比率 (%) | 5.65% | 5.42% | 6.64% | 7.11% | 9.73% | 8.66% | 6.09% | 5.63% | 5.73% |
| 3つの地点の 残留応力の 平均(Mpa) | 1575.3 | | | 1406.8 | | | 1627.2 | | |
| 各地点の値 -3つの地点 の残留応力 の平均 *(Mpa) | 238.63 | 87.23 | 325.87 | 101.77 | 95.03 | 6.73 | 73.37 | 2.63 | 70.73 |
| 各地点の値 -3つの地点 の残留応力 の平均*(%) | 15.1% | 5.5% | 20.7% | 7.2% | 6.8% | 0.5% | 4.5% | 0.2% | 4.3% |
| 3つの地点の 残留応力の 標準偏差 (Mpa) | 238.6 | | | 80.5 | | | 58.9 | | |
| 3つの地点の 残留応力の 平均に対する 標準偏差 (%) | 15.14% | | | 5.72% | | | 3.62% | | |
| PS3とPS1と の差*(Mpa) | 564.5 | | | 108.5 | | | 144.1 | | |
| PS3とPS1の 平均 | 1531.7 | | | 1454.4 | | | 1628.6 | | |
| PS3とPS1と の差*(%**) | 36.9% | | | 7.5% | | | 8.8% | | |

* 差値は、全て絶対値で示す。PS1、PS2、PS3と略称するが、各地点での残留応力値を意味する。

** 差%は、平均値に対する差値の%を意味する。

残留応力及び標準偏差は、XRDを用いてサンプルを回転させながら数回測定した残留応力値を平均して残留応力として、前記残留応力の計算に活用された測定値の標準偏差を標準偏差として提示する。

【0194】

前記表5の結果を参照すると、具現例の熱処理を行って焼結体を加工してリング状部品を形成したことを示した。前記のサンプル1～3の全てにおいて、形状加工が可能であるという点は共通しているが、それぞれ測定した残留応力の程度は差が生じた。

【0195】

PS3とPS1との残留応力値の差は、サンプル1の場合が最も大きく示され、サンプル3とサンプル2の順に示された。反面、位置PS1～PS3で測定された残留応力値の標準偏差は、サンプル3が最も小さく示され、サンプル2がその次と示された。残留応力平均自体は、サンプル2よりもサンプル3がさらに大きかった。製造過程、加工方法など様々な原因によって、材料自体に残留する残留応力値自体は多少差があり得ると考えられ

10

20

30

40

50

る。このような残留応力値間の差は、同じサンプル内で残留応力の不均衡を意味するものと考えられるため、その値や比率が低いほど、加工効率性が高く、様々な加工方法を適用可能であるという点を示す結果であると考えられる。

【0196】

以上、本発明の好ましい実施例について詳細に説明したが、本発明の権利範囲は、これに限定されるものではなく、添付の特許請求の範囲で定義している本発明の基本概念を利用した当業者の様々な変形及び改良形態もまた本発明の権利範囲に属する。

【符号の説明】

【0197】

| | | |
|-------|------------------|----|
| 1 | エッティング対象 | 10 |
| 1 0 | フォークスリング、セラミック部品 | |
| 1 0 0 | 本体部 | |
| 2 0 0 | 載置部 | |
| 1 0 6 | 本体上面 | |
| 2 0 6 | 載置部上面 | |
| 1 5 0 | 連結部 | |
| 1 5 6 | 連結部上面 | |

20

30

40

50

【図面】

【図1】

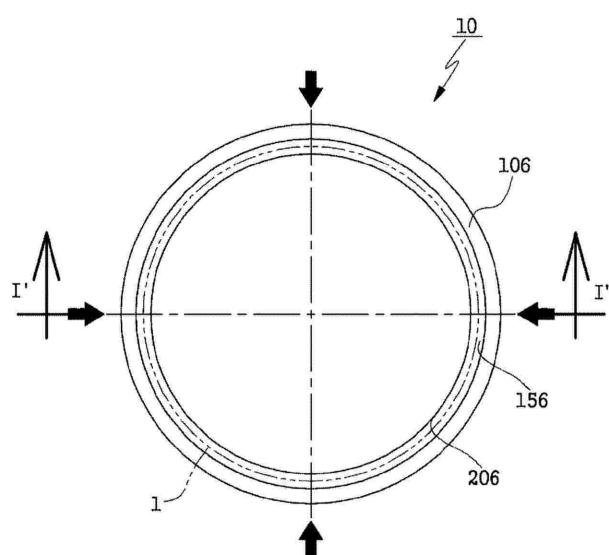


図1

【図2】

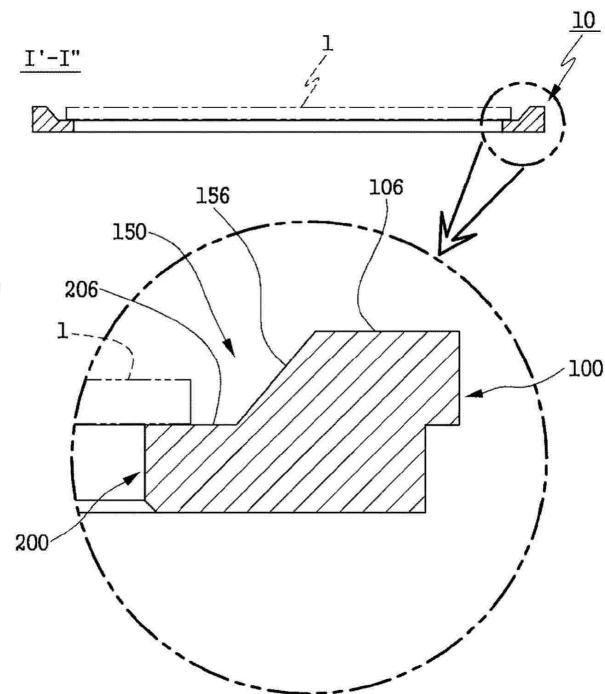


図2

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(33) 優先権主張国・地域又は機関

韓国(KR)

(31) 優先権主張番号 10-2020-0094460

(32) 優先日 令和2年7月29日(2020.7.29)

(33) 優先権主張国・地域又は機関

韓国(KR)

(74) 代理人 100130672

弁理士 伊藤 寛之

(72) 発明者 ファン、ソンシク

大韓民国、ソウル、ドンデムン - グ、ハンチョン - ロ 37 - ギル、33、104 - 1403.

(72) 発明者 オ、ジュンロク

大韓民国、ソウル、ガンナム - グ、ソンルン - ロ 121 - ギル、30.

(72) 発明者 ミン、キヨンヨル

大韓民国、ギヨンギード、ヨンイン - シ、ギフン - グ、サウン - ロ 126ボン - ギル、10、103 - 603.

(72) 発明者 キム、キヨンイン

大韓民国、ギヨンギード、ファソン - シ、ドンタン - デロ 14 - ギル、6 - 22、201.

(72) 発明者 カン、ジュンクン

大韓民国、ギヨンギード、ピヨンテク - シ、タンヒョン - ロ、88、702.

(72) 発明者 ハン、ヨンウク

大韓民国、ギヨンギード、ピヨンテク - シ、サンソジエ - ロ、55、306 - 1901

審査官 小 高 孔頌

(56) 参考文献 特開2015-124137 (JP, A)

特開平07-097264 (JP, A)

特表2007-513257 (JP, A)

特開2001-261457 (JP, A)

特開2004-161512 (JP, A)

特開2003-231005 (JP, A)

米国特許出願公開第2010/0297350 (US, A1)

米国特許出願公開第2015/0284296 (US, A1)

米国特許第05505899 (US, A)

国際公開第2018/105297 (WO, A1)

韓国登録特許第10-1628689 (KR, B1)

特表2008-537703 (JP, A)

(58) 調査した分野 (Int.Cl., DB名)

H 01 L 21 / 3065

C 04 B 35 / 563