



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년01월20일
(11) 등록번호 10-1338090
(24) 등록일자 2013년12월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/505 (2006.01) C04B 35/645 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0082809
(22) 출원일자 2012년07월27일
심사청구일자 2012년07월27일
(56) 선행기술조사문헌
JP04130055 A
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
최진삼
경상남도 진주시 가좌길29번길 63 (가좌동)
배원태
경상남도 진주시 진주대로 859 한주럭키아파트 1
3동 902호(주약동, 한주럭키아파트)
(74) 대리인
손민

전체 청구항 수 : 총 4 항

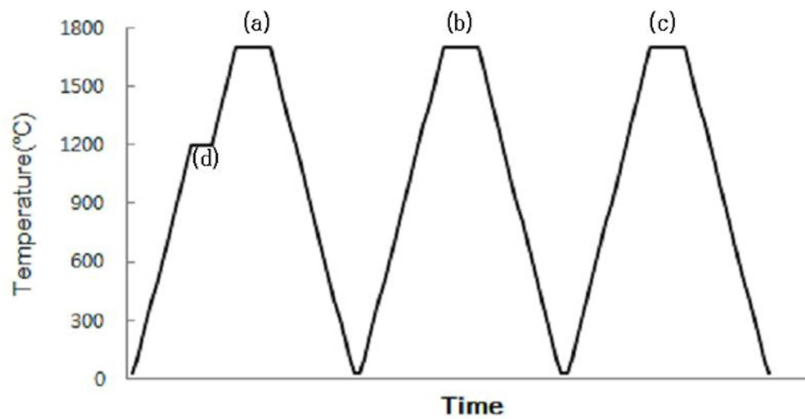
심사관 : 박환수

(54) 발명의 명칭 용융 이트리아를 출발물질로 이용하여 상압 소결한 고밀도 이트리아 세라믹 소결체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 난소결성 물질로 알려진 이트리아에 첨가물 도입 없이, 전통적인 상압소결 방법만으로도 균일한 입자의 크기를 가지고 이론 밀도에 근접하며, 플라즈마 저항성이 우수한 이트리아 소결체의 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도2



(56) 선행기술조사문헌
비특허1: 대한화학회지 28(3), 1984.06
JP10273364 A
JP2004269350 A
JP2004269350 A

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	03-2011-0368
부처명	중소기업청
연구사업명	산학연공동기술개발사업
연구과제명	반도체 제조 시스템용 대구경 이트리아 소결체 개발
기 여 율	1/1
주관기관	경상대학교
연구기간	2011.06.01 ~ 2012.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

- 1) 이트리아 분말을 2축 성형 및 정수압 성형하여 이트리아 성형체를 제조하는 단계;
 - 2) 상기 이트리아 성형체를 대기 하에서 6시간 내지 12시간 동안 1600℃ 내지 1700℃ 온도로 열처리한 후 냉각하는 단계; 및
 - 3) 상기 단계 2)를 추가로 2회 내지 4회 반복하는 단계를 포함하고,
- 상기 이트리아 분말은 고주파로 용융한 용융이트리아를 분쇄한 것이거나, 또는 이트리아를 1200℃ 내지 1300℃에서 12시간 내지 24시간 동안 하소한 것인,
- 이트리아 소결체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 이트리아 소결체가 4.90 g/cm³ 이상의 밀도, 120 MPa 이상의 굽힘강도, 및 6.0 GPa 이상의 비커스 경도를 가지는 것을 특징으로 하는 이트리아 소결체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 이트리아 분말이 이트리아를 제외한 다른 첨가물이 없는 것을 특징으로 하는 이트리아 소결체의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 2)의 열처리의 승온 속도 및 냉각시의 감온 속도는 5℃/분 내지 15℃/분인 것을 특징으로 하는 이트리아 소결체의 제조방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 난소결성 물질로 알려진 이트리아에 첨가물 도입 없이, 전통적인 상압소결 방법으로 균일한 입자의 크기를 가지고 이론 밀도에 근접하며, 플라즈마 저항성이 우수한 이트리아 소결체를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 이트륨(Yttrium)은 원자번호 39번의 원소로, 원소기호는 Y이다. 주기율표에서 스칸듐(Sc), 란타넘(La), 루테튬(Lu), 악티늄(Ac)과 함께 3족(3B족)에 속하는데, 이들 원소의 원자는 비활성 기체의 전자배치에 (n-1)d¹ns²의 전자를 추가로 갖는다. 이트륨은 대부분의 희토류 광물에 함께 들어가 있으며, 은백색 전이 금속으로 전성과 연성이 거의 없다. 이트륨은 공기 중에서 덩어리로는 산화물(Y₂O₃) 보호피막을 만들어 비교적 안정하나, 고온 가루 상태에서는 쉽게 반응하고 높은 온도에서는 불이 붙을 수 있다. 1000℃ 이상에서는 질소와도 반응하며, 물과도 쉽게 반응하여 수소를 발생시키고 Y(OH)₃를 생성한다. 대부분의 강산에는 잘 녹으나, 알칼리에는 녹지 않는다.

[0003] 가장 중요한 이트륨 화합물은 산화이트륨(Y₂O₃)이다. 이는 보통 희토류 광석에서 직접 생산되는데, 녹는점이 2425℃, 끓는점이 4300℃로 공기 중에서 높은 온도에서도 매우 안정하다. 이러한 Y₂O₃는 우수한 화학적 안정성과

내열성 때문에 고온용 기관 재료, 용융 금속의 도가니 및 노즐 등의 재료로 이용되며, 또한 열적으로 안정하고 넓은 파장범위에 걸쳐 적외선에 대한 투과성이 우수하여 광학용 재료로 이용되는 등 그 용도가 매우 다양하다. 이트리아는 2235℃까지는 상변화 없이 안정하며, AlN, SiC, SiAlON 등의 액상소결 조제, ZrO₂ 안정화제, 그리고 내플라즈마 물질로 관심의 대상이 되고 있다.

[0004] 그러나 이트리아 그 자체는 난소결성 및 입자의 이상 성장 등이 나타나는 문제점이 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 여러 연구가 진행되어 왔다.

[0005] 난소결성 문제를 해결하기 위해서, 소결 특성에 영향을 미치는 출발물질의 입자 크기 제어와 관련된 연구가 행해지고 있다. 이때, 소결 특성에 영향을 미치는 인자는 이트리아 파우더의 입자 크기 분포, 순도, 균질도, 응집 상태 및 입자 모양등이다. 이트리아의 난소결성 문제를 해결하기 위한 대표적인 방법은, Y₂O₃를 Y(OH)₃로 공침시켜 5nm의 나노 입자로 합성하는 공침법이다.

[0006] 또한, 입자의 이상성장 문제를 해결하기 위해서 첨가물을 첨가하여, 입자의 이상성장이 없는 치밀한 이트리아 소결체를 얻는 방법이 있다. 이때 첨가되는 첨가물로는 La, Th, Sr, Ca, B, P 등이 있다.

[0007] 이트리아 소결은 주로 HIP, Vacuum furnace, hot press 등의 특수장비를 이용하여 소결한다. 그러나 이러한 특수장비의 경우, 고온 또는 고압이 요구된다는 단점이 있다. 이트리아를 고온 또는 고압에서 소결하는 경우, 표면 침탄과 탄화 현상이 발생하는 문제점이 있다. 소결 온도가 올라갈수록, 소결과정에서 Y-O 구성성분이 분해 또는 휘발되어, 이트리아 결정이 산소 빈자리에 양이온이 침입하거나 포논 진동 스펙트럼이 변하게 된다. 이는 이트리아 소결체의 흑화로 이어지고, 따라서 특수장비를 이용한 고온 소결은 밝은 색의 이트리아 소결체를 얻기 어렵다는 문제점이 있다.

[0008] 이에 본 발명자는, 이트리아에 첨가물을 도입하지 않고 상압소결만으로도 균일한 입자의 크기를 가지고 이론 밀도에 근접하며 플라즈마 저항성이 우수한 이트리아 소결체를 제조하기 위해 연구하던 중, 출발 물질로 용융 이트리아 또는 하소한 이트리아를 사용하여 특정 열이력으로 소결하는 경우 고밀도 이트리아 소결체가 제조됨을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 첨가물을 첨가하지 않고도, 첨가물을 첨가하여 제조한 이트리아 소결체와 유사한 물성을 가지며, 상압소결 방법만으로도 입자의 이상성장이 없는 치밀한 이트리아 소결체를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 과제를 해결하기 위하여 본 발명은,

[0011] 1) 이트리아 분말을 2축 성형 및 정수압 성형하여 이트리아 성형체를 제조하는 단계;

[0012] 2) 상기 이트리아 성형체를 대기 하에서 6시간 내지 12시간 동안 1600℃ 내지 1700℃ 온도로 열처리한 후 냉각하는 단계; 및

[0013] 3) 상기 단계 2)를 추가로 2회 내지 4회 반복하는 단계를 포함하고,

[0014] 상기 이트리아 분말은 고주파로 용융한 용융이트리아를 분쇄한 것이거나, 또는 이트리아를 1200℃ 내지 1300℃에서 12시간 내지 24시간 동안 하소한 것인,

- [0015] 이트리아 소결체의 제조방법을 제공한다.
- [0016] 상기 단계 1은 이트리아 분말로부터 이트리아 성형체를 제조하는 단계로서, 일반적으로 사용되는 2축 성형 및 정수압 성형을 사용한다. 2축 성형시의 압력은 약 200 kg/cm²이 바람직하며, 정수압 성형시의 압력은 약 3000 bar가 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 이때 사용되는 이트리아 분말은 고주파로 용융한 용융이트리아를 분쇄한 것이거나, 또는 이트리아를 1200℃ 내지 1300℃에서 12시간 내지 24시간 동안 하소한 것을 사용한다.
- [0017] 용융 이트리아로부터 제조된 이트리아 분말의 경우, 이트리아를 고주파로 용융하여 이트리아 잉곳을 제조한 후 이를 나노 스케일로 분쇄하여 이트리아 분말을 제조한다. 용융에 사용되는 이트리아는 고순도인 것이 바람직하며, 99.9% 이상의 순도를 가지는 이트리아가 적합하다. 용융 이트리아의 분쇄시, 직경 약 300 μm의 ZrO₂ 볼을 이용할 수 있다. 상기 분쇄된 입자는 약 120℃에서 12시간 동안 건조하여 완성된다. 나노 스케일로 분쇄하는 방법에 대해서는 한국특허 등록번호 제10-0933547호에 기재되어 있으며, 상기 특허는 본 발명에 참조로서 포함된다. 상기 고주파의 주파수는 5 kHz 내지 500 kHz가 바람직하며, 5 kw 고주파 유도로 장치를 이용하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0018] 또한, 하소한 이트리아 분말의 경우, 이트리아를 1200℃ 내지 1300℃에서 12시간 내지 24시간 동안 하소하여 제조한다. 일반적으로 하기 식과 같이 희토류에서 나타나는 양이온 수화 반응은 1200℃ 이상에서도 영향을 미치는 것으로 알려져 있기 때문에, 이를 억제하기 위하여 1200℃ 내지 1300℃에서 하소하여 제조된 이트리아 분말을 사용한다.
- [0019]
$$\text{RE}(\text{H}_2\text{O})_n^{3+} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow [\text{RE}(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})_n^{-1,2+}] + \text{H}_3\text{O}^+$$
- [0020] (상기 식에서, RE는 희토류(Rare Earth), n은 양이온을 나타낸다)
- [0021] 상기 이트리아 분말은, 이트리아를 제외한 다른 첨가물, 예컨대 La, Th, Sr, Ca, B, P 등 2~3가 첨가물이 없는 순수 이트리아라는 특징이 있다.
- [0022] 상기 단계 2는 상기 이트리아 성형체를 대기 하에서 6시간 내지 12시간 동안 1600℃ 내지 1700℃ 온도로 열처리 한 후 냉각하는 단계이다. 상기 단계는 소결 단계로서, 본 발명에서는 대기하에서 전통적인 상압 소결 방법이라는 특징을 가지고 있다. 상기 열처리의 승온 속도 및 냉각시의 감온 속도는 5℃/분 내지 15℃/분인 것이 바람직하다. 또한, 상기 냉각은 상온(25℃)으로 냉각하는 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0023] 상기 단계 3은 상기 단계 2를 추가로 2회 내지 4회 반복하는 단계이다. 따라서, 열처리 및 냉각은 총 3회 내지 5회 반복된다. 특히 이러한 열처리 및 냉각 시의 온도 및 시간의 조절은 도 2에 따른 스케줄로 처리되는 것이 가장 바람직하다.
- [0024] 상기 제조방법에 의해 제조된 이트리아 소결체는 Y₂O₃의 결정상을 가지고 있으며, 90 g/cm³ 이상의 밀도, 120 MPa 이상의 굽힘강도, 및 6.0 GPa 이상의 비커스 경도를 가질 수 있다. 이는, 첨가물, 예컨대 La, Th, Sr, Ca, B, P 등 2~3가 첨가물을 도입하거나, 또는 특수장비를 이용하여 소결한 이트리아의 물성과 유사하며, 또한 입자의 이상성장이 일어나지 않는 이트리아 소결체를 얻을 수 있다.
- [0025] 따라서, 본 발명에 따른 제조방법으로 이트리아 소결체를 제조하는 경우, 첨가물을 첨가하거나 특수장비를 이용하지 않고도, 순수 이트리아 만으로 전통적 상압소결 방법으로 고밀도를 가지는 이트리아 소결체를 제조할 수 있다.

발명의 효과

[0026] 본 발명은, 난소결성 물질로 알려진 이트리아에 첨가물 도입 없이, 전통적인 상압소결 방법만으로도 균일한 입자의 크기를 가지고 이론 밀도에 근접하며, 플라즈마 저항성이 우수한 이트리아 소결체를 제조방법을 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은, 본 발명의 일실시예에 따른 고주파로 용융한 이트리아 잉곳을 나타낸 사진이다.

도 2는, 본 발명의 일실시예에 따른 소결 스케줄을 나타낸 것이다. 도 2에서, (a) 내지 (c)는 대기하 1650±50℃, 6시간 내지 12시간을, (d)는 대기하 1250±50℃, 6시간을 의미하며, 각 승온 속도 및 감온 속도는 15℃/분이다.

도 3은, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체를 촬영한 사진이다. 도 3a는 용융 이트리아 소결체(실시예 1), 도 3b는 하소 이트리아 소결체(실시예 2), 도 3c는 고온 이트리아 소결체(비교예 1), 도 3d는 Hot press 이트리아 소결체(비교예 2)이다.

도 4는, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체의 밀도를 측정한 것이다.

도 5는, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체의 XRD 분석을 나타낸 것이다. 도 5a는 실시예 1의 XRD 패턴, 도 5b는 실시예 2의 XRD 패턴, 도 5c는 비교예 1의 XRD 패턴, 도 5d는 비교예 2의 XRD 패턴을 나타낸다. 또한, 도 5d'는 이트륨 원소 휘발에 따른 결정강도의 변화를 5d와 비교하여 나타낸 XRD패턴이다.

도 6은, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체의 미세구조사진을 나타낸 것이다. 도 6a는 용융 이트리아 소결체(실시예 1), 도 6b는 하소 이트리아 소결체(실시예 2), 도 6c는 고온 이트리아 소결체(비교예 1), 도 6d는 Hot press 이트리아 소결체(비교예 2)이다.

도 7은, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체의 영율과 비커스 하드니스를 나타낸 그래프이다.

도 8은, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 이트리아 소결체의 다이아몬드 압침 거동을 나타낸 것이다. 도 8a는 용융 이트리아 소결체(실시예 1), 도 8b는 하소 이트리아 소결체(실시예 2), 도 8c는 고온 이트리아 소결체(비교예 1), 도 8d는 Hot press 이트리아 소결체(비교예 2)이다.

도 9는, 본 발명의 일실시예 및 비교예에 따른 대조군과 이트리아 소결체의 M.O.R과 파괴 인성값을 나타낸 그래프이다.

도 10은, 이트리아 식각 저항성 프로파일이다. 도 10a는 Y_2O_3 , 도 10b는 ZrO_2 , 도 10c는 Y_2O_3 , 도 10d는 용융 Y_2O_3 , 도 10e는 Hot press Y_2O_3 이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 더욱 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[0029] 실시예 1: 용융 이트리아를 출발물질로 상압소결한 이트리아 소결체의 제조

[0030] 99.9% 순도의 이트리아 50 kg을 고주파 스컬에 채웠다. 스컬에 담긴 이트리아를 고주파로 가열하여 용융하여 용융된 이트리아 잉곳을 얻었다(도 1). 상기 이트리아 잉곳을 조분쇄 하였다. 그 후, 300 μm 의 ZrO_2 볼을 이용하여 나노스케일로 분쇄하였다. 분쇄된 이트리아를 120℃에서 12시간 건조하여 출발 물질을 수득하였다.

[0031] 60 pai 몰드에 상기 분쇄된 이트리아 30g 을 넣고, 200 kg/cm²의 압력으로 2축 성형하였다. 그 후, 상기 2축 성형체를 정수압 몰드에 넣고 3000 bar의 압력으로 정수압 성형하여 이트리아 성형체를 제조하였다. 상기 이트리아 성형체를 전기로에 넣고, 도 2와 같은 소결 스케줄로 소결하였다.

[0032] 실시예 2: 하소한 이트리아를 출발물질로 상압소결한 이트리아 소결체의 제조

[0033] 이트리아를 1250℃에서 12시간 동안 가열하여 하소하였다. 60 pai 몰드에 상기 이트리아 30g을 넣고, 3 kg/cm²의 압력으로 2축 성형하였다. 그 후, 상기 2축 성형체를 정수압 몰드에 넣고 3000 bar의 압력으로 정수압 이트리아 성형체를 제조하였다. 상기 이트리아 성형체를 전기로에 넣고, 도 2와 같은 소결 스케줄로 소결하였다.

[0034] 비교예 1: 고온에서 소결한 이트리아 소결체의 제조

[0035] Y₂O₃ 파우더를 준비하였다. 60 pai 몰드에 상기 이트리아 파우더 30g을 넣고, 3 kg/cm²의 압력으로 2축 성형하였다. 그 후, 상기 2축 성형체를 정수압 몰드에 넣고 3000 bar의 압력으로 정수압 성형하여 이트리아 성형체를 제조하였다. 상기 이트리아 성형체를 전기로에 넣고, N₂, Ar 및 진공 분위기에서 1800~1950℃의 온도에서 3시간 30분 유지하여, 이트리아 소결체를 제조하였다.

[0036] 비교예 2: hot press를 이용한 이트리아 소결체의 제조

[0037] Y₂O₃ 파우더를 준비하였다. 80 mm × 110 mm × 130 mm(외경×내경×높이)의 흑연 몰드에 이트리아 파우더 60g을 넣었다. 이때, 소결 후 흑연 몰드와 이트리아 소결체의 분리를 용이하게 하기 위하여 carbon sheet를 분리막으로 이용하였다.

[0038] 상기 흑연 몰드를 Hot press에 장착하였다. 1300℃ 부터 1800℃에 이르기까지 각각 100℃ 간격으로 다른 온도에서 소결하였다. 이때 각 소결마다 승온 속도는 5 min/℃, 유지 시간은 8시간, 3 MPa의 압력, 그리고 3 kgf/cm²의 Ar가스가 흐르는 조건하에 소결하여 소결체를 제조하였다.

[0039] 상기 제조된 4개의 이트리아 소결체(실시예 1 및 2, 비교예 1 및 2)를 비교 분석하기 위하여, 다이아몬드 절단기로 20 mm × 18 mm × 2 mm 의 크기로 절단하여 각각 5개의 시편을 준비하였다.

[0040] 실험예 1: 각 소결체의 육안 비교

[0041] 상기 실시예 및 비교예에서 각기 제조된 이트리아 소결체의 사진을 도 3에 나타내고, 육안으로 소결체의 색상을 비교하였다. 그 결과, 실시예 1의 소결체(도 3a) 및 실시예 2의 소결체(도 3b)는 86.7 미만의 백색도(45° /0° Reflectometer)를 보였으며, 흰색에 가까운 색을 띠었다.

[0042] 그러나 고온 소결된 비교예 1의 경우, 표면 침탄과 탄화 현상이 발생하여 색상이 어두운 갈색을 띠었다(도 3c). 특히, 진공 소결한 경우의 색이 가장 어두웠으며, 대기, 아르곤, 질소 순으로 소결체의 색상이 다소 밝아지는 경향을 보였다. 그러나, 가장 밝은 질소 소결체의 경우도 실시예 1 및 2의 색상보다는 어두웠다.

[0043] 또한, Hot press로 소결된 소결체의 경우, 1300℃에서 소결한 소결체의 색상이 가장 밝았고, 소결 온도가 높아 질수록 점점 어두워지는 경향을 보여, 1800℃에서는 검은색이 되었다(도 3d).

[0044] 상기 비교결과를 통해, 용융 이트리아 소결체와 하소 이트리아 소결체의 색상이 가장 밝음을 확인하였다.

[0045] 실험예 2: 각 소결체의 밀도 비교

[0046] 아르키메데스법을 이용하여 각 소결체의 밀도를 측정하고 그 결과를 도 4에 나타내었다. 그 결과, 각 소결체의

소결밀도는 4.8 g/cm^3 내지 5.01 g/cm^3 사이의 범위로 나타나, 이론 밀도인 5.01 g/cm^3 에 근접한 값을 보여주었다.

[0047] 구체적으로, 용융된 이트리아의 밀도가 4.80 g/cm^3 으로 제일 낮았으며, 하소, 고온, Hot press 소결체 순으로 밀도가 증가하여 Hot press 소결체의 경우 이론 밀도와 거의 동일한 밀도를 나타내었다. 그러나, 각 소결체간의 미세한 차이는 존재하지만 전체적으로 이론 밀도와 큰 차이점이 없어, 첨가물이 없는 상압소결 방법으로도 이론 밀도에 근접한 소결체를 제조할 수 있음을 확인하였다.

[0048] 실험예 3: 각 소결체의 XRD 패턴비교

[0049] 각 소결체의 XRD 회절을 분석하고, 이를 도 5에 나타내었다. 도 5a는 실시예 1의 XRD 패턴, 도 5b는 실시예 2의 XRD 패턴, 도 5c는 비교예 1의 XRD 패턴, 도 5d는 비교예 2의 XRD 패턴을 나타낸다.

[0050] 그 결과, 각 실시예 및 비교예의 소결체의 결정상은 Y_2O_3 로 나타났으며, 서로간의 결정상의 차이는 크지 않은 것으로 나타났다. 그러나, Hot press 소결체(비교예 5, 도 5b)의 XRD 패턴은 $2\theta = 48^\circ$ 및 $2\theta = 53^\circ$ 부근에서 Y-O이온의 휘발에 의한 피크 강도의 반전을 보였다.

[0051] 실험예 4: 각 소결체의 SEM 사진 비교

[0052] 각 소결체의 소결 방법에 따른 미세구조를 관찰한 SEM 사진을 도 6에 나타내었다. 도 6a는 용융 이트리아 소결체, 도 6b는 하소 이트리아 소결체, 도 6c는 고온 소결체, 도 6d는 Hot press 이트리아 소결체의 SEM 사진이다.

[0053] 상기 SEM 사진을 이용한 미세구조 분석에서 용융 이트리아 소결체는 5nm의 균일한 입자가 발달한 미세구조를 나타내었다. 하소 후 소결한 시편의 경우에서도 5nm의 균일한 입자가 발달한 미세구조를 보여 출발물질과 열처리 이력에 의해서 이트리아 소결체의 미세구조를 제어할 수 있다는 점을 확인하였다. 그러나 고온 열처리와 hot press로 소결한 시편은 입계 부분이 명확하지 않는 유리질 형상의 미세구조를 나타내었고, 입계의 크기는 소결 온도에 비례하여 증가하는 형태를 보이고 있음을 확인하였다.

[0054] 실험예 5: 각 소결체의 영율 및 비커스 하드니스 비교

[0055] 각 소결체의 영율 및 비커스 하드니스를 도 7에 나타내었다. 그 결과, 영율은 110 내지 170 Gpa 범위, 비커스 하드니스는 6.3 내지 6.5 Gpa의 값을 나타내었다. 160 Gpa 정도의 탄성율을 가지는 상업용 이트리아 소결체와 비교해 보았을때, 유사한 값을 나타냄을 확인하였다. 다만, 용융 이트리아 또는 하소 이트리아 소결체의 영율이 상대적으로 조금 높게 나타났는데, 이는 이들이 비정질상 소결체보다 높은 탄성율을 가지기 때문이다.

[0056] 실험예 6: 각 소결체의 비커스 압침 결과 비교

[0057] 각 소결체에 비커스 압침을 한 후, 그 결과를 도 8에 나타내었다. 도 8a는 용융 이트리아 소결체, 도 8b는 하소 이트리아 소결체, 도 8c는 고온 소결체, 도 8d는 Hot press 이트리아 소결체의 다이아몬드 압침 거동이다.

[0058] 도 8a와 도 8b의 경우 주위에 안개 형상이 나타나지 않았다. 그러나 도 8c와 도 8d에서는 탐침 주위에 퍼져나간 안개 형상이 관찰되었다. 비커스 압침시, 응력전파에 따른 크랙 길이는 소결입자의 크기에 비례하는 것으로, 입자가 작을수록 크랙 전파 길이가 짧다. 따라서, 도 8c 와 도 8d의 안개형상은 이트리아 입계의 크기와 유리질 발달에 기인한 것으로, 용융 및 하소 이트리아 소결체가 더 미세한 소결입자를 가지고 있음을 확인하였다.

[0059] 실험예 7: 각 소결체의 M.O.R 비교

[0060] 각 소결체의 파단계수(M.O.R: Modulus of Rupture)값을 도 9에 나타내었다. 각 소결체의 파단계수 값은 110 Mpa 내지 160 Mpa 정도로 기계적 값의 차이는 크지 않았다. 또한, 내플라즈마 장비에서 사용되는 상업용 이트리아 대조군의 파단계수 값(130 Mpa)과 유사함을 확인하였다.

[0061] 실험예 8: 각 소결체의 식각 저항성 프로파일 및 내플라즈마 평가에 따른 무게감소율 비교

[0062] 각 소결체의 식각 저항성 프로파일을 도 9에 나타내었다. 도 10a는 Al₂O₃, 도 10b는 ZrO₂, 도 10c는 Y₂O₃, 도 10d는 용융 Y₂O₃ 소결체, 도 10e는 Hot press 이트리아 소결체의 프로파일이다. 또한, 내플라즈마 평가에 따른 무게 감소율을 하기 표 1에 나타내었다.

[0063] 그 결과, 소결방법에 따른 정도의 차이는 있지만 전체적으로 이트리아는 0.02% 내지 0.03%로 나타나, 0.07% Al₂O₃, 0.08% ZrO₂ 보다 우수한 플라즈마 저항성을 나타냄을 확인하였다.

표 1

[0064]

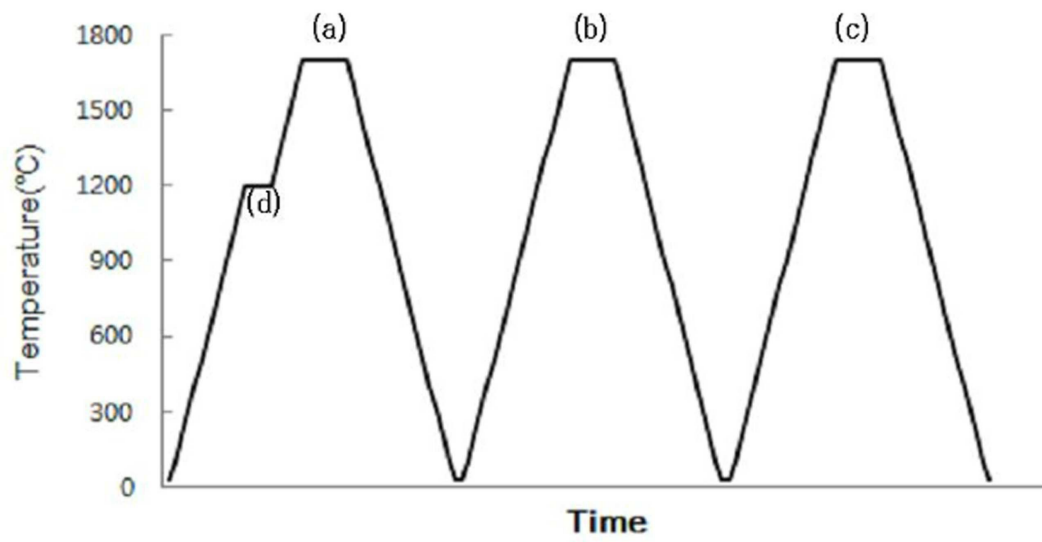
Materials	Corrosive Depth(μm)	Expose Time(min)	Relatively Corrosive Rate(%)
Al ₂ O ₃	1.31	60	0.07
ZrO ₂	1.45	60	0.08
Y ₂ O ₃ (Fused Yttria)	0.54	60	0.02
Y ₂ O ₃ (Hot Pressed)	0.41	60	0.03
Si-Wafer	3.14	10	0.314
Quartz	2.94	10	0.294

도면

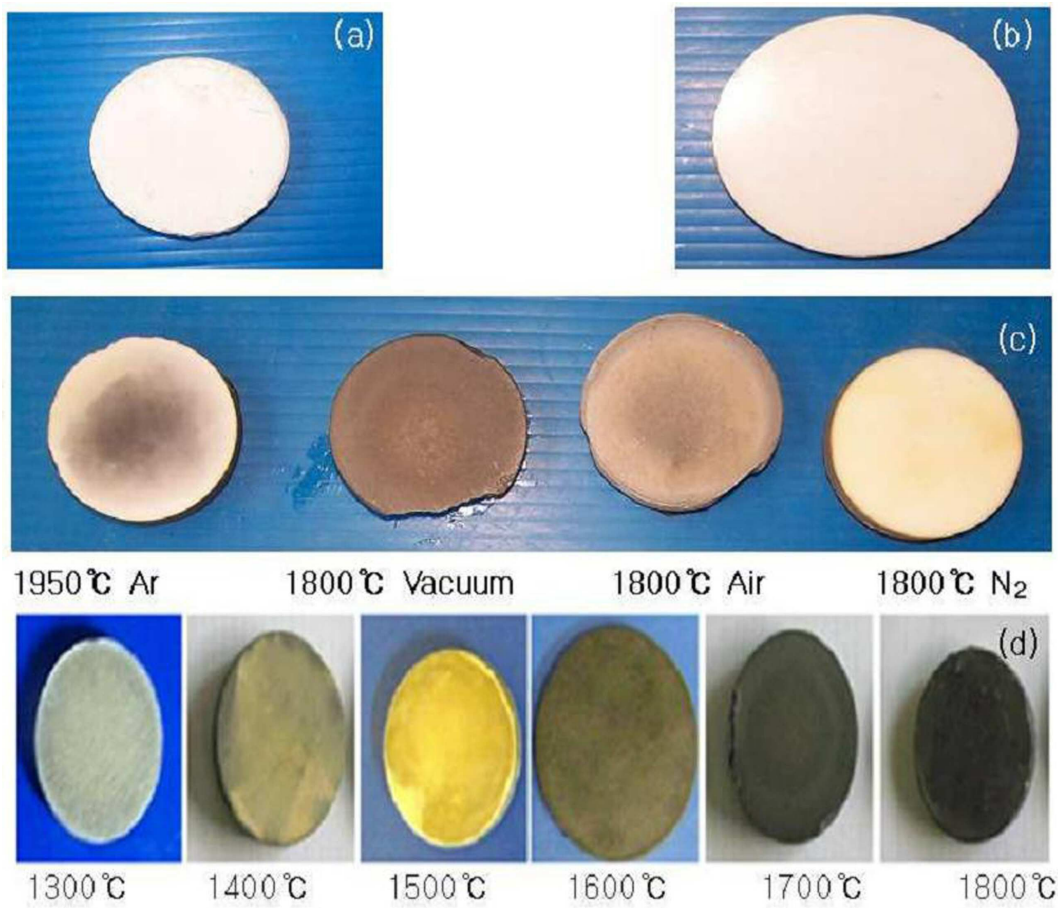
도면1



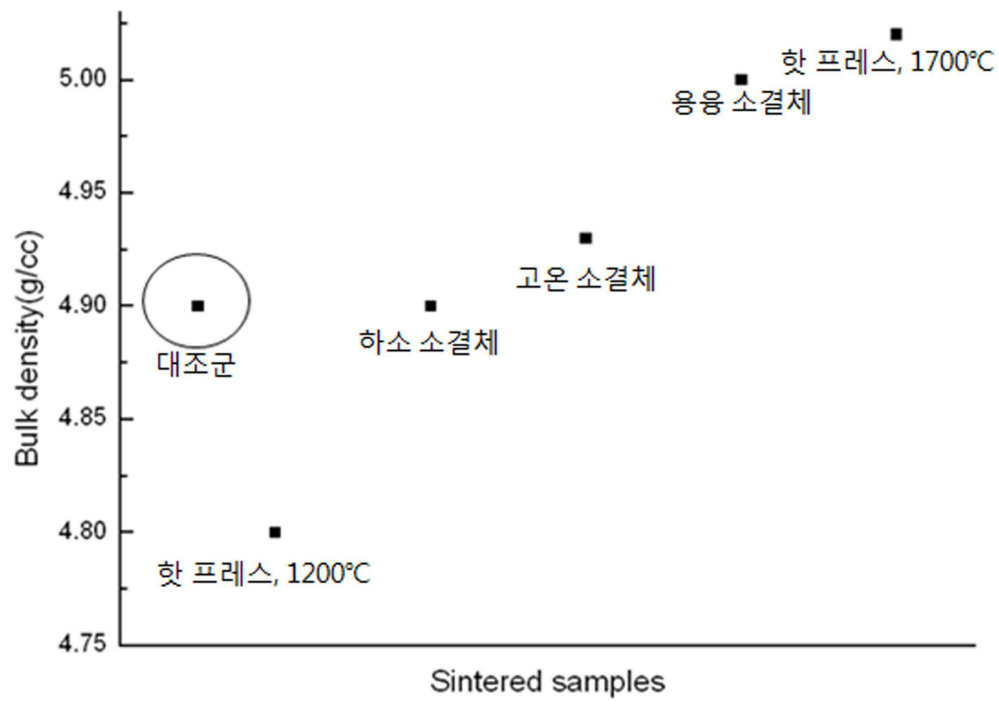
도면2



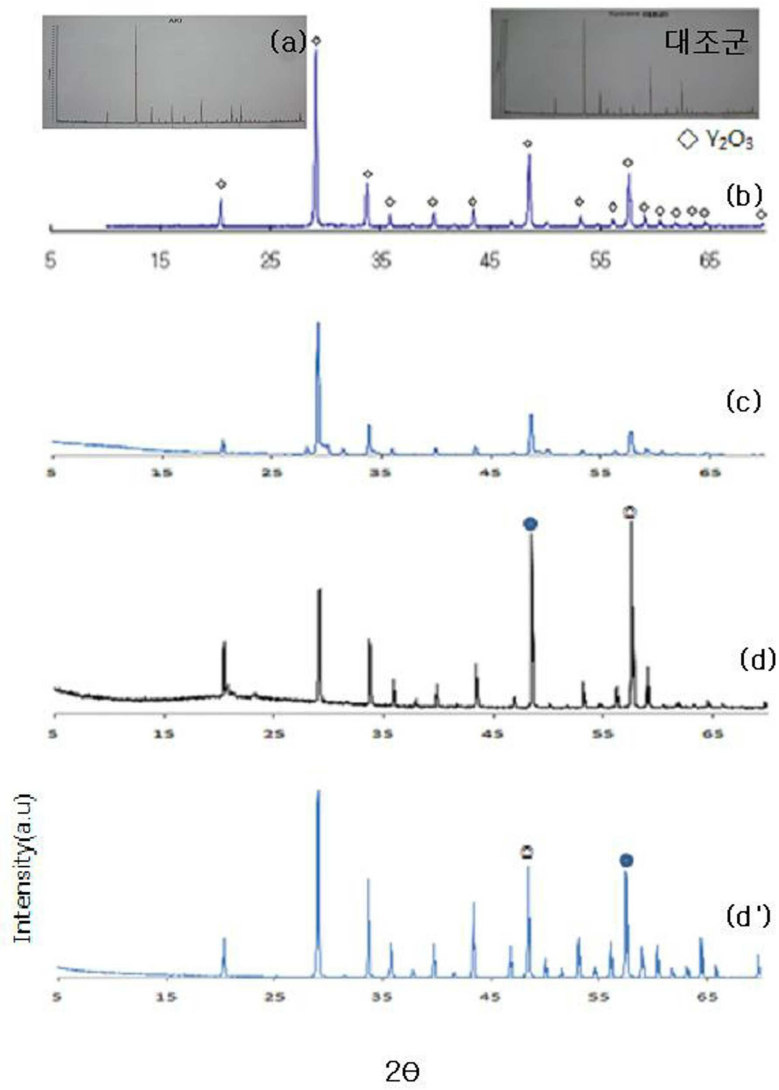
도면3



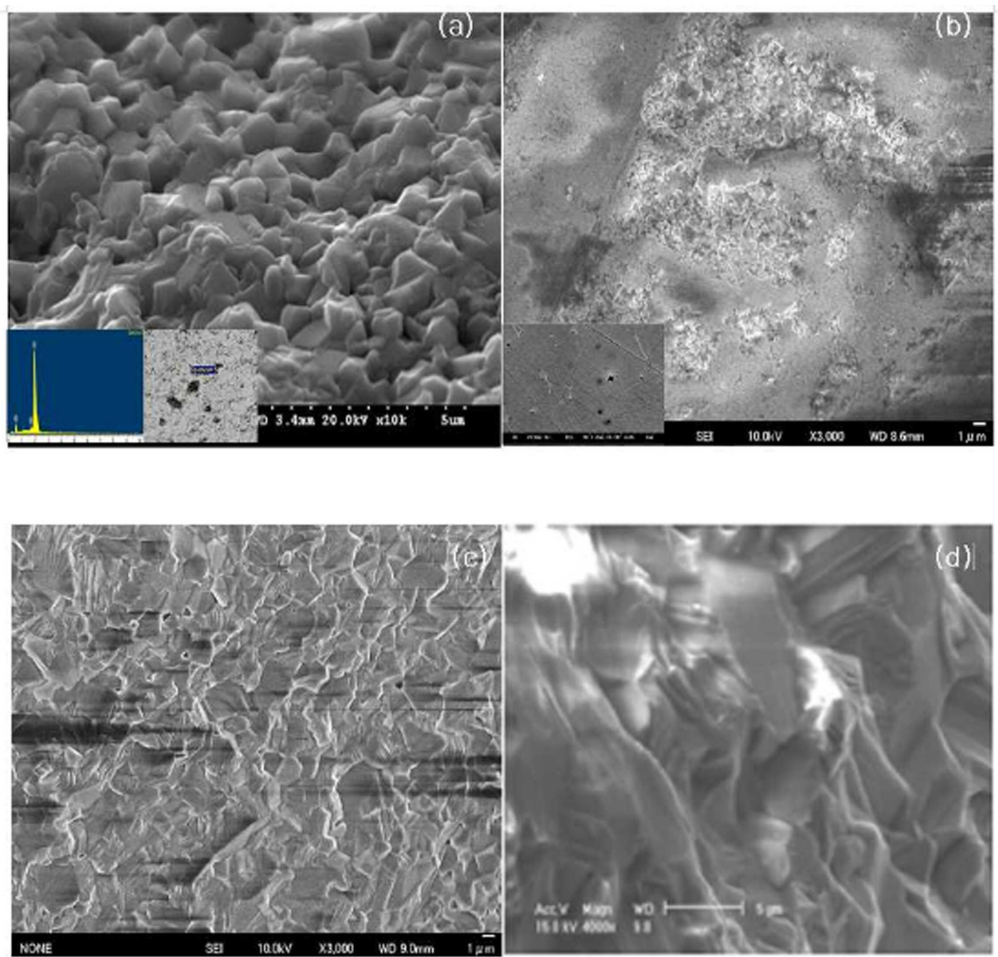
도면4



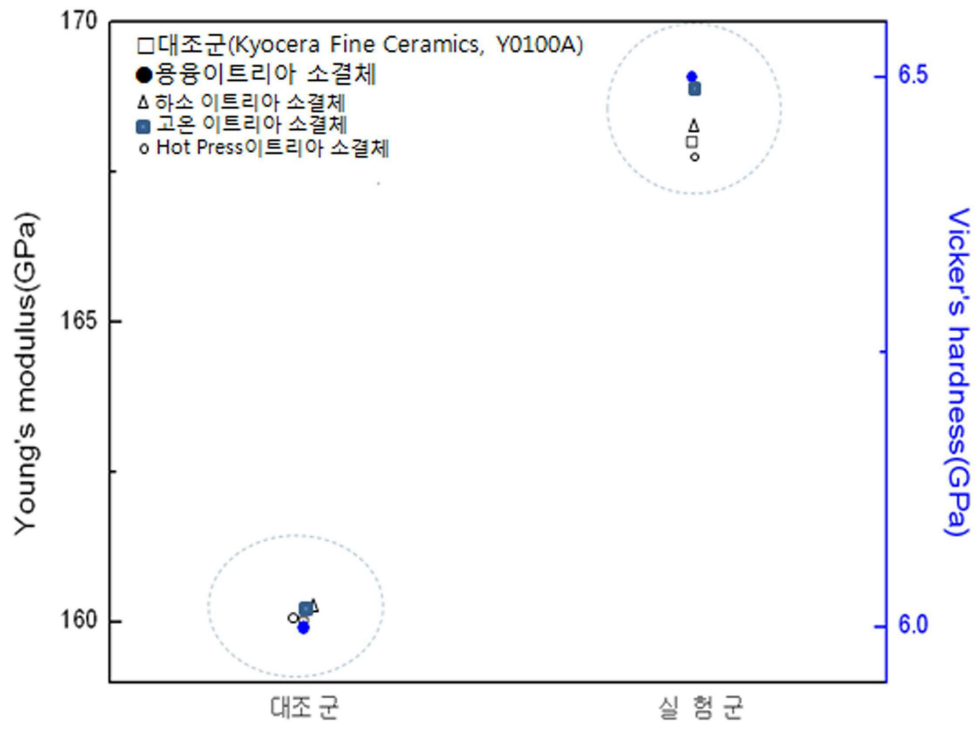
도면5



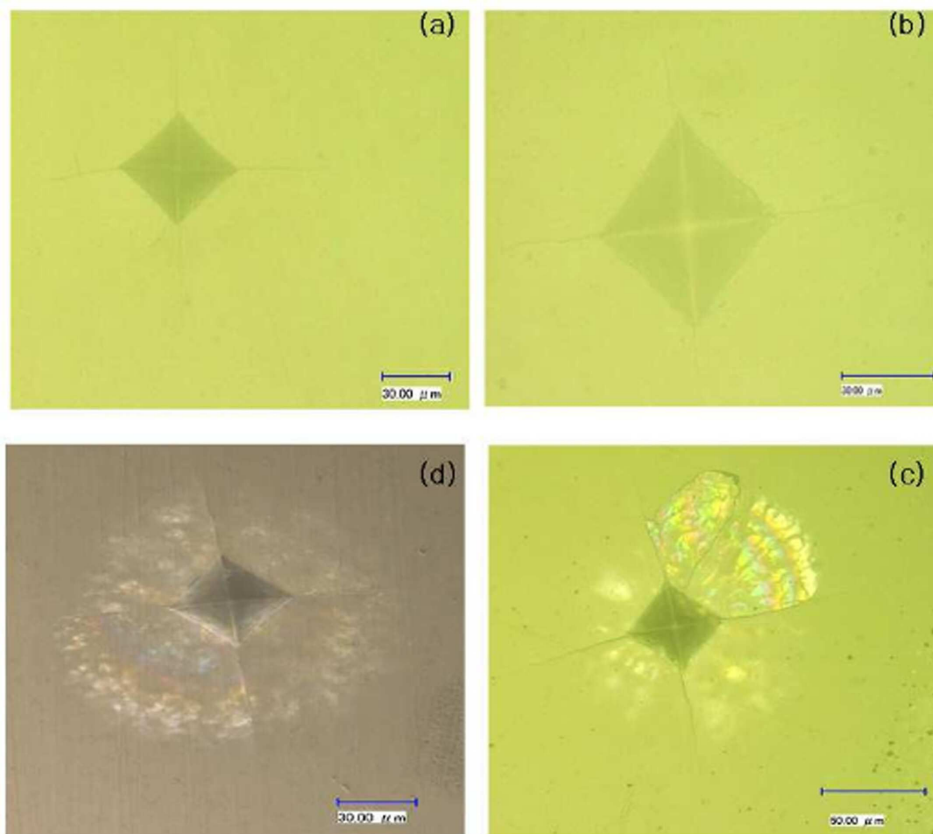
도면6



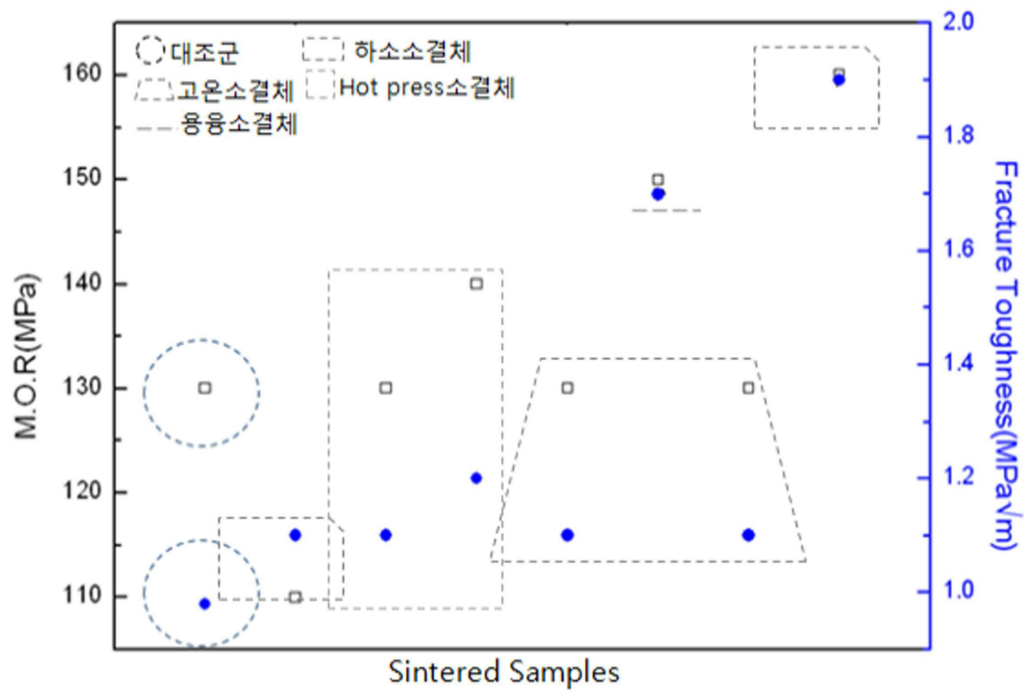
도면7



도면8



도면9



도면10

