



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201000426 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：098106290

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 02 月 26 日

(51)Int. Cl.:

C04B35/505 (2006.01)

C04B35/622 (2006.01)

(30)優先權：2008/02/27

美國

12/072,630

(71)申請人：康寧公司 (美國) CORNING INCORPORATED (US)

美國

(72)發明人：坦納 克麥農威尼 TANNER, CAMERON WAYNE (FR)

(74)代理人：吳洛傑

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：8 共 42 頁

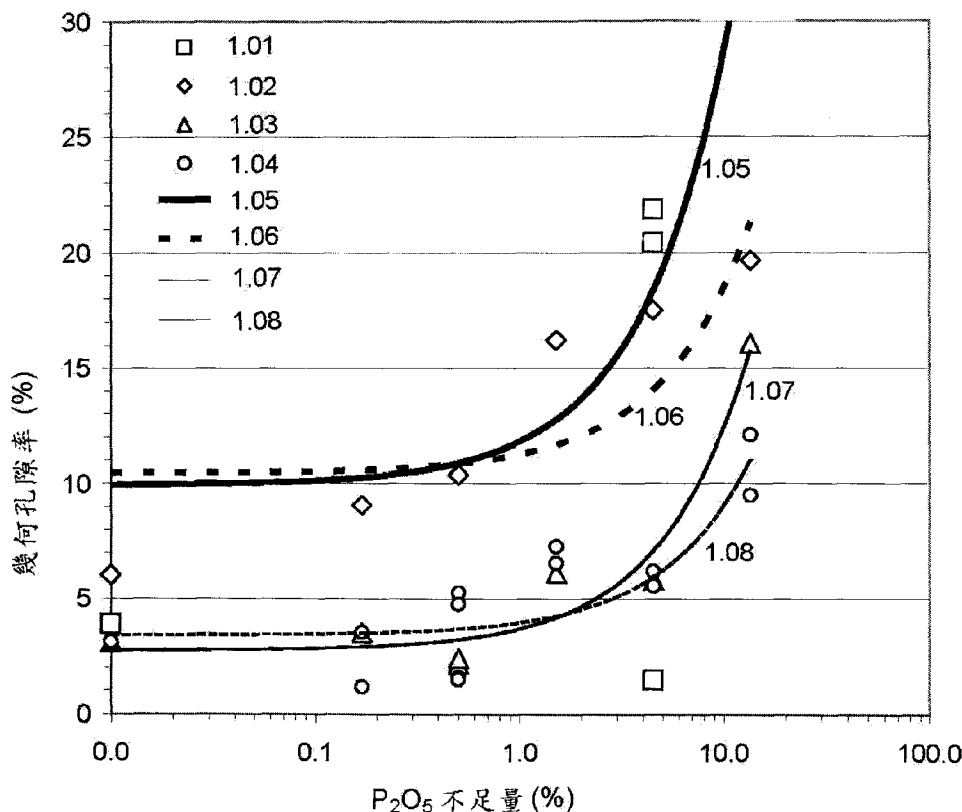
(54)名稱

改良合成磷酸鈮礦材料，及包含該材料物品及其製造方法

MODIFIED SYNTHETIC XENOTIME MATERIAL, ARTICLE COMPRISING SAME AND METHOD FOR MAKING THE ARTICLES

(57)摘要

本發明係關於合成燒結 YPO_4 複合材料包含組成份中過量的 Y_2O_3 ，以及製造這種材料的處理過程。 Y_2O_3 改良的燒結 YPO_4 複合材料和化學計量 YPO_4 材料作比較，顯示出改善的機械性質。可以使用改良的 YPO_4 材料製造不同的組件例如等管以使用在玻璃製造處理過程中。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201000426 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：098106290

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 02 月 26 日

(51)Int. Cl.:

C04B35/505 (2006.01)

C04B35/622 (2006.01)

(30)優先權：2008/02/27

美國

12/072,630

(71)申請人：康寧公司 (美國) CORNING INCORPORATED (US)

美國

(72)發明人：坦納 克麥農威尼 TANNER, CAMERON WAYNE (FR)

(74)代理人：吳洛傑

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：8 共 42 頁

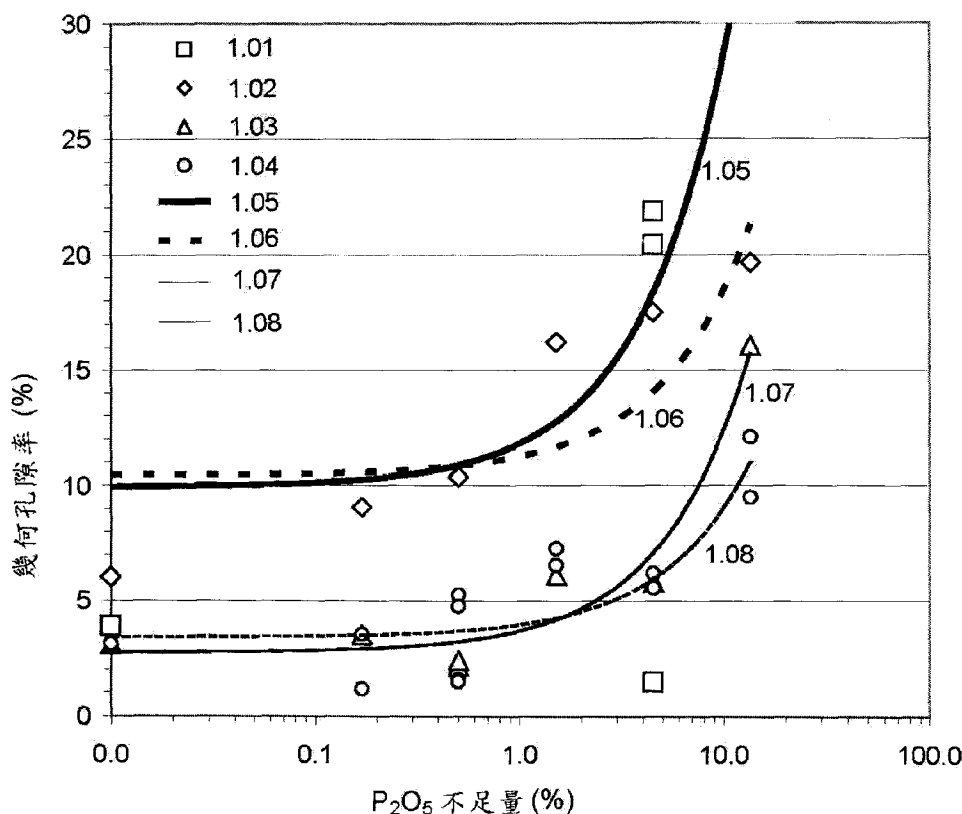
(54)名稱

改良合成磷酸鈮礦材料，及包含該材料物品及其製造方法

MODIFIED SYNTHETIC XENOTIME MATERIAL, ARTICLE COMPRISING SAME AND METHOD FOR MAKING THE ARTICLES

(57)摘要

本發明係關於合成燒結 YPO_4 複合材料包含組成份中過量的 Y_2O_3 ，以及製造這種材料的處理過程。 Y_2O_3 改良的燒結 YPO_4 複合材料和化學計量 YPO_4 材料作比較，顯示出改善的機械性質。可以使用改良的 YPO_4 材料製造不同的組件例如等管以使用在玻璃製造處理過程中。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於合成 YPO_4 材料, 製造該材料之方法以及包含該材料之物品。特別是, 本發明係關於組成份地以及結構性地改變包含氧化釔之 YO_4 材料, 包含該材料之物品以作為高溫應用以及製造該物品之方法。本發明有用於例如製造作為融合抽拉玻璃製造處理過程之等管。

【先前技術】

液晶顯示器(LCDs)提供絕佳的圖像品質, 小型的印跡, 比 CRT 可具效能, 而且可價廉地製造。正為了這些原因, LCD 市場正快速成長。以新產品而言, 有持續的趨勢引用大型有效面積的顯示器以更具效能地和其他顯示器技術競爭。此外, 產生大型顯示器的處理也可使用在平行製造小型的顯示器, 因而影響經濟規模以降低整個產生成本。

一種製造 LCD 玻璃片的方式是關於融合處理過程。融合處理的一個主要元件就是等管(isopipe)。現行的需求是產生大型 LCD 玻璃片。以融合抽拉機器(FDM)產生的最大玻璃片寬度是受等管長度的限制。因而, 需要越長的等管以產生越寬的玻璃片。

現今用來產生 LCD 玻璃薄片常見的等管是由鋁耐火材料所製成。等管的高溫潛變被認為會限制其運作的使用壽命。在等管上抽拉的顯示器玻璃過度潛變會無法產生一致厚度的薄片。潛變畸形將會導致玻璃流不平均的分佈。因此, 減少用來大量製造等管的防火材質本身的潛變速度可

使等管能更廣泛的被運用,延伸熔融抽拉程式至更高溫的玻璃,並將現行程式減少至最短時間和最低成本以延伸等管的使用壽命。

在這個等管的例子當中,潛變的速度是其材質,長度,及高度的函數。較長的等管更容易由於潛變而導致失敗。這種等管的失敗可能中斷玻璃的製造過程,並會拖延製造過程的時間。

譬如等管的聚晶陶瓷體潛變率會受到一些相關因素影響,可以被分類為微結構的因素(譬如孔隙性,顆粒大小,粒子形狀,以及次相安排)以及化學性因素例如化學計量以及雜質濃度。陶瓷體的微結構和化學組成份跟處理過程中的一些因素包括粉末最初的微粒大小,燒結溫度,污染物等息息相關。這些同樣的因素在材質的能力上扮演一個重要的角色以符合等管的其他需求,譬如強度。因此,我們寄望於修改防火材質的微結構屬性和化學組成份,使得潛變率降低且其他屬性仍可以維持滿足需求。最終,防火材質被使用於產生等管與其他玻璃製造程式所使用的元件。這裡描述的方法和組成份將滿足此需求。

【發明內容】

因而,本發明第一項係關於包含多種顆粒燒結 YPO_4 的複合材料,其具有由 $(\text{Y}_2\text{O}_3)_m \cdot (\text{P}_2\text{O}_5)_n$ 所構成之組成份以及相對於 Y_2O_3 的少量 P_2O_5 的 $\text{De}(\text{P})$, 其中 m 和 n 分別代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 的莫耳分數, $\text{De}(\text{P}) = ((m-n)/n) \times 100\%$, 以及 $0 < \text{De}(\text{P}) \leq 0.5\%$ 。在特定實施例中, $\text{De}(\text{P}) \geq 0.10\%$; 在特

定其他實施例中, $De(P) \geq 0.10\%$ 。

在本發明第一項特定實施例中, 燒結 YPO_4 的複合材料包含至少 95% 莫耳比之 $(Y_2O_3)_m \cdot (P_2O_5)_n$ (在特定實施例中至少 96%, 在特定實施例中至少 97%, 在特定實施例中至少 98%, 在特定實施例中至少 99%, 在特定實施例中至少 99.5%)。

在本發明第一項特定實施例中, 燒結 YPO_4 的複合材料具有幾何孔隙率為小於 10%; 在特定實施例中小於 9%; 在特定實施例中小於 8%; 在特定實施例中小於 7%; 在特定實施例中小於 5%。在特定實施例中, 在燒結 YPO_4 的複合材料中至少 90% 孔隙為閉合的 (在特定實施例中至少 95%, 在特定實施例中至少 98%)。

在本發明第一項特定實施例中, 燒結 YPO_4 的複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 300 微米, 在特定實施例中小於 100 微米, 在特定實施例中小於 40 微米。在特定實施例中, 燒結 YPO_4 材料具有平均顆粒尺寸至少為 10 微米。

在本發明第一項特定實施例中, 燒結 YPO_4 的複合材料在 1180°C 下潛變率為 200ppb/hr。在特定實施例中, 燒結複合材料在 1250°C 下潛變率為 600ppb/hr。

在本發明第一項特定實施例中, 燒結 YPO_4 的複合材料在 1180°C 下具有 Weibull 應力至少為 60MPa, 在特定實施例中至少為 100MPa, 在特定其他實施例中至少為 120MPa。

本發明第二項係關於可操作於溫度高於 1000°C 之物品, 其包含依據上述所說明本發明第一項之燒結 YPO_4 複合材料, 以及詳細說明於底下。在本發明第二項特定實施例

中,物品為應用於融合抽拉玻璃製造處理過程之等管。

本發明第三項為製造玻璃之裝置,其包含依據本發明第二項之物品。

本發明第三項為製造包含燒結 YPO_4 複合材料物品之方法,此方法包括下列步驟:(I)將 P_2O_5 來源的材料以及 Y_2O_3 來源的材料混合以產生一個包含比形成化學計量 YPO_4 所需還更多的 Y_2O_3 來源材料的混合物;(II)將混合物加熱以得到反應的材料;(III)從反應的材料產生微粒;(IV)將微粒形成預製件,以及(V)燒結預製件以獲得一個包含多種顆粒的燒結 YPO_4 複合材料的物品,其組成份包括 $(\text{Y}_2\text{O}_3)_m \cdot (\text{P}_2\text{O}_5)_n$, 以及相對於 Y_2O_3 的 P_2O_5 不足量 De(P) , 其中 m 和 n 分別代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 的莫耳分數, $\text{De(P)} = ((m-n)/n) \times 100\%$, 以及 $0 < \text{De(P)} \leq 0.5\%$ 。

在本發明第四項特定實施例中,在步驟(I)中, P_2O_5 來源材料包含 P_2O_5 ; 以及 Y_2O_3 來源材料包含 Y_2O_3 。

在本發明第四項特定實施例中,在步驟(III)中,形成顆粒具有平均顆粒尺寸為 0.1 至 100 微米;在特定實施例中為 0.1 至 45 微米;在特定其他實施例中為 0.1 至 30 微米;在特定其他實施例中為 0.1 至 15 微米。

在本發明第四項特定實施例中,步驟(IV)包含等壓地壓製顆粒。

在本發明第四項特定實施例中,步驟(V)包含在 1000°C 至 1475°C 溫度範圍內加熱預製件歷時至少 3 小時。

在本發明第四項特定實施例中,步驟(V)包含在 1600°C

至 1775°C 溫度範圍內加熱預製件歷時至少 24 小時至 1000 小時。

在本發明第四項特定實施例中, 在步驟(I)中選擇 P_2O_5 來源材料以及 Y_2O_3 來源材料之數量, 使得在步驟(V)中, 在所形成燒結 YPO_4 複合材料中 $0.1\% \leq De(P) \leq 0.5\%$, 在特定實施例中 $0.15\% \leq De(P) \leq 0.5\%$ 。

在本發明第四項特定實施例中, 在步驟(V)中燒結 YPO_4 複合材料幾何孔隙率為小於 10%; 在特定實施例中小於 9%; 在特定實施例中小於 8%; 在特定實施例中小於 7%。在特定實施例中, 在燒結 YPO_4 複合材料中孔隙為閉合的(至少 90% 數目, 在特定實施例中至少 95%, 在特定實施例中至少 98%, 在特定實施例中至少 99%)。

在本發明第四項特定實施例中, 在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 300 微米, 在特定實施例中為小於 100 微米, 在特定其他實施例中為小於 40 微米。

在本發明第四項特定實施例中, 在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸至少為 10 微米。在特定實施例中, 在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料在 1180°C 下潛變率為 200ppb/hr。在特定實施例中, 在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料在 1250°C 下潛變率為 600ppb/hr。

本發明一項特定實施例具有一項或多項下列優點。材料及等管能夠具有較高強度以及較低潛變率, 甚至於在高操作溫度下歷時一段長的時間。

【實施方式】

在此所說明材料, 化合物, 組成份, 物品, 裝置以及方法能夠藉由參考下列所揭示標的特定實施例之詳細說明以及包含其中之範例以及附圖能夠立即地瞭解。

在目前材料, 化合物, 組成份, 物品, 裝置以及方法被揭示出以及加以說明之前, 人們瞭解本發明並不受限於特定合成方法或特定試劑, 當然這些能夠加以變化。人們亦瞭解在此所使用名詞只作為說明特定項目以及並不預期作為限制。

同時, 整個說明中參考各種文獻。這些文獻所揭示內容全部加入於本申請案中以更完全說明本案所揭示內容之技術狀態。所揭示參考文獻亦獨立地以及特別地藉由在此參考加入包含其中之材料, 該材料說明於所提及參考句子中。

整個說明書之說明以及申請專利範圍所使用的"包含"以及其他時態之包含係指包括但是並不受限於以及並不預期排除例如其他添加劑, 成份, 整數, 或步驟。

必需說明說明書及申請專利範圍中, 單數形式之冠詞"a", "an" 以及"the" 亦包含複數之含意, 除非另有清楚地表示。例如"層" 包含該兩層或多層等。

"選擇性" 或"選擇性地" 係指所說明事件或情況會發生或不會發生, 以及事件或情況會發生或不會發生之實例。例如, 所謂"選擇性替代成份" 係指成份可或不可加以替代以及說明包含本發明未替代及替代情況。

所揭示材料, 化合物, 組成份, 以及方法為能夠使用, 能夠由市場取得或立即地藉由業界所熟知的技術加以合成。例如, 使用於配製所揭示化合物及組成份所使用之初始材料以及試劑可由市場上供應商取得或由業界熟知此技術者配製出。

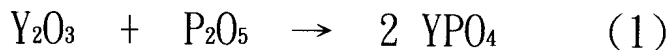
現在對所揭示的材料, 化合物, 組成份, 以及方法的特定實施例作詳細說明, 其舉例說明於所揭示之範例及附圖中。

這裡提到的合成燒結 YPO_4 複合材料包含過量的氧化釔。混合材料包含多種顆粒, 其組成份為 $(\text{Y}_2\text{O}_3)_m \cdot (\text{P}_2\text{O}_5)_n$, 並且相對於 Y_2O_3 的 P_2O_5 的 $\text{De}(\text{P})$ 不足量, 其中 m 和 n 分別代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 莫耳的分數, $\text{De}(\text{P}) = ((m-n)/n) \times 100\%$, 以及 $0 < \text{De}(\text{P}) \leq 0.5\%$ 。在特定燒結 YPO_4 複合材料的實施例中, $0.10\% \leq \text{De}(\text{P}) \leq 0.5\%$; 而一般的實施例是 $0.15\% \leq \text{De}(\text{P}) \leq 0.5\%$ 。為了現今應用的用途, 在複合材料中 P_2O_5 的不足量會等於 Y_2O_3 超出的量。在目前的應用中, $\text{De}(\text{P})$ 有時被稱為 " P_2O_5 不足量"。

相較於可用一般式 $\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ 表示之理想比的 YPO_4 材料, 這個燒結的 YPO_4 複合材料修正了微結構屬性。因此, 為了更方便的描述, 現今發明的這個燒結 YPO_4 複合材料在現今的應用中有時被歸屬於 "修正的 YPO_4 材質"。"微結構屬性" 這個名詞在此可以解釋為在顯微水準下可以影響整個修正 YPO_4 材料所構成的物品效能 (譬如機械特性) 的複合材料的屬性或特性。舉例來說, 要修正一個或多個微結構屬

性可以利用這裡敘述的方法去產生具有增強強度的物品。

一般來說,此方法包括:(I)將 P_2O_5 -來源材料以及 Y_2O_3 -來源材料混合以產生混合物;(II)將混合物加熱以得到反應材料;(III)從反應的材料產生微粒;(IV)形成微粒得到預製件;以及(V)燒結預製件以獲得一個包含多種顆粒的燒結 YPO_4 複合材料的物品,其組成份包括 $(Y_2O_3)_m \cdot (P_2O_5)_n$, 以及一個與 Y_2O_3 相關的過量的 P_2O_5 的 $De(P)$, 其中 m 和 n 代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 莫耳的分數, $De(P) = ((m-n)/n) \times 100\%$, 並且 $0 < De(P) \leq 0.5\%$ 。在特定實施例的步驟(I)中, P_2O_5 來源材料及 Y_2O_3 來源材料的量是可選擇的以提供比產生化學計量 YPO_4 所需更多的過量 Y_2O_3 。在特定其他實施例的步驟(I)中, P_2O_5 來源材料及 Y_2O_3 來源材料的數量是可選擇的,因此在步驟(II)中可產生基本的 YPO_4 計量,並且在步驟(IV)中額外的 Y_2O_3 來源材料被包含在預製件中。"化學計量的磷酸鈮礦" 或者"化學計量的 YPO_4 " 在這裡是如式子 1 所描述,從化學計量的 Y_2O_3 和 P_2O_5 產生出 YPO_4 材料:



因此,在化學計量的 YPO_4 材料中都不會有過量的 Y_2O_3 或者是 P_2O_5 。呈現在修正的 YPO_4 材料中的 Y_2O_3 量在以下將針對修正的微結構屬性來討論。

第一個步驟包含將 P_2O_5 來源材料和 Y_2O_3 來源材料混合以產生混合物。 P_2O_5 來源材料與 Y_2O_3 來源材料的量足以在加熱步驟之後仍維持著過量的氧化鈮。 P_2O_5 來源和 Y_2O_3 來源可以利用已知的技術加以混合。例如, P_2O_5 來源和 Y_2O_3

來源可以乾粉擾動混合。 P_2O_5 來源和/或 Y_2O_3 來源可以在溶液中和另一方混合。

在目前的應用中,"磷氧化物源"和" P_2O_5 來源"可互相交換使用。" P_2O_5 來源"可以是在反應中提供磷的任何材料以形成 YPO_4 。例如,在一項實施例中,在產生 YPO_4 或修正的 YPO_4 時,可使用元素磷作為 P_2O_5 來源。在另一個範例中,可使用不同濃度的 HPO_3 , H_3PO_4 作為 P_2O_5 來源以製造 YPO_4 和修正 YPO_4 的材料。又在另一個範例中, P_2O_5 來源可以是鹽,在提升溫度的空氣下可直接被轉換成 P_2O_5 。或者, P_2O_5 來源可以是 P_2O_5 。同樣地,在目前的應用中,"鈮氧化物源"和" Y_2O_3 -源"可互相交換使用。" Y_2O_3 來源"可以是在反應中提供鈮的任何材料以形成 YPO_4 。例如, Y_2O_3 來源可以是 Y_2O_3 。或者, Y_2O_3 來源可以是鹽,在提升溫度的空氣下可直接被轉換成 Y_2O_3 。在一項實施例中, P_2O_5 來源和 Y_2O_3 來源可以乾燥形式加以混合。

在另一實施例中, P_2O_5 來源包含磷酸,而 Y_2O_3 來源包含 Y_2O_3 來源(譬如 Y_2O_3)的 1 莫耳超出量。加熱混合物到提升的溫度會造成原始材料和產生這裡所定義修正的 YPO_4 材料之間的反應。

產生修正的 YPO_4 材料另外的方法將在以下說明。在一項實施例中, Y_2O_3 來源(譬如 Y_2O_3 本身或如上述提及的鈮鹽)可以和預先準備的化學計量 YPO_4 材料混合。在此實施例中, Y_2O_3 來源材料分佈在化學計量 YPO_4 材料以得到本發明修正的 YPO_4 。在另一個範例中,可以在含液體的擴散(譬如懸

浮)中, 釔氧化物能夠藉著在原處轉換釔鹽(譬如氫氧化釔或草酸鹽)成氧化物而沉澱於化學計量 YPO_4 上。

在 P_2O_5 來源和 Y_2O_3 來源混合之後, 以足夠的時間和足夠的溫度加熱混合物。加熱的時間和溫度可根據 Y_2O_3 來源的量相對於所使用 P_2O_5 來源的量, 材料的顆粒大小和分佈, 以及修正 YPO_4 材料所需的微結構和機械特性而有所不同。例如, 可以在不同的時間和溫度監控修正 YPO_4 材料所需的微結構和機械特性以最佳化所需的特性(請見範例)。在一項實施例中, 先從 $1,000^\circ\text{C}$ 到 $1,475^\circ\text{C}$, 從 $1,100^\circ\text{C}$ 到 $1,475^\circ\text{C}$, 或從 $1,200^\circ\text{C}$ 到 $1,475^\circ\text{C}$ 加熱混合物。在初始的加熱步驟後, 在從 $1,600^\circ\text{C}$ 到 $1,775^\circ\text{C}$ 的溫度燒結混合物 24 小時到 1,000 小時。在特定實施例中, 加熱步驟最好可以在密閉的容器或隔間中執行以使 P_2O_5 來源和/或 Y_2O_3 來源不會逸出, 得以改變修正 YPO_4 材料的最後組成份。

在加熱步驟後, 產生的材料包含超出量的 Y_2O_3 及 YPO_4 作為反應產物。修正 YPO_4 材料包含小於 5% 超出量的 Y_2O_3 。在其他實施例中, 修正 YPO_4 材料包含 0.01% 到小於 0.5%, 0.05% 到小於 0.5%, 0.1% 到小於 0.5%, 0.15% 到小於 0.5%, 0.15% 到小於 0.4%, 或 0.20% 到小於 0.40% 的 $\text{Y}_2\text{O}_3(\text{De(P)})$ 超出量。

在最後的修正 YPO_4 材料中呈現的 Y_2O_3 超出量可用來改變最後產品的一種或以上微結構特性。這裡使用的"改變"一詞包括改變修正 YPO_4 材料相對於沒有包含 Y_2O_3 超出量的化學計量 YPO_4 的微結構特性值。因此, 可以考量微結構特性值的增加或減少。如以上討論的, 譬如潛變率的機械特性可

能受材料微結構特性的影響。可利用這裡描述的方法來改變微結構特性的範例包括,但不限定是孔隙性,線性收縮,顆粒大小,和顆粒形狀。以下討論的每種微結構特性是針對改變修正 YPO_4 材料的機械特性。

大致而言,低孔隙水準容易和增加的燒結收縮相關。此外,收縮的程度也是根據於 P_2O_5 來源和 Y_2O_3 來源的初始顆粒大小分佈,形成條件,以及類似燒結時間和溫度的處理條件。當玻璃陶瓷在燒結期間遭到超過 10% 線性收縮時,可能發生令人討厭的破裂和扭曲。這些問題在大型物品(譬如等管)上特別明顯。藉著改變燒結時間和溫度,如以上提供的 Y_2O_3 超出量,和孔隙率小於 10%,小於 9%,或小於 8% 的修正 YPO_4 材料就可達成。在另一實施例中,孔隙率從 7% 到 9%。在其他實施例中,在大於 $1,600^\circ\text{C}$ 的溫度燒結至少 24 小時後,修正 YPO_4 材料的線性收縮小於 10%。

可利用這裡描述的方法來改變另一微結構特性包括粒子大小和顆粒形狀。聚晶陶瓷材料的潛變率大致和顆粒大小成反比。雖然較大顆粒大的陶瓷體較能抵抗潛變,但和較精細的顆粒材料比起來,在操作溫度下變得較弱。假使顆粒大小超過門檻值,過大的顆粒大小也會造成微破裂。

不希望被理論限制,我們相信修正 YPO_4 材料中呈現 Y_2O_3 超出量有助於在燒結處理期間藉由緩慢的顆粒增長來消除孔隙。 Y_2O_3 相會減少粒界的移動性,避免在燒結期間形成大型顆粒。緩慢的顆粒增長率可在燒結期間提供更多時間來移除孔隙。 Y_2O_3 超出量也可控制顆粒大小,使孔隙性最

小化,而潛變率也不會由於小型顆粒的形成,而受到不良的影響。在一項實施例中,修正 YPO_4 材料包含一種或以上的顆粒,其中顆粒大小小於特定實施例的 $300\text{ }\mu\text{m}$,小於特定其他實施例的 $100\text{ }\mu\text{m}$,或小於特定其他實施例的 $40\text{ }\mu\text{m}$ 。在另一實施例中,修正 YPO_4 材料的潛變率在 $1,180^\circ\text{C}$ 小於 200ppb/hr 或在 $1,250^\circ\text{C}$ 小於 600 ppb/hr 。

藉由控制顆粒大小,修正 YPO_4 材料可以有良好的機械強度。大致而言,大型顆粒的呈現可能會降低機械強度。在一項實施例中,修正 YPO_4 材料在 1200°C 下具有至少 60Mpa 的 Weibull 模數,在特定實施中為 100MPa 至 140MPa ,在特定實施中為 110MPa 至 140MPa ,在特定其他實施中為 120MPa 至 140MPa 。

修正 YPO_4 材料中呈現 Y_2O_3 超出量也可充當清除角色以隔絕一般的雜質,像是氧化矽和氧化鋁。不希望被理論限制,我們相信雜質可藉著 Y_2O_3 從敏感的粒界驅離以減少潛變而不會犧牲掉修正 YPO_4 材料的強度。

這裡產生的修正 YPO_4 材料可使用在產生玻璃或玻璃陶瓷材料的裝置上。大致而言,可使用修正 YPO_4 材料已形成用在玻璃或玻璃陶瓷製造系統的整塊裝置,或只是裝置塊的一部分。例如,譬如等管的裝置可以有一個核心和塗層,塗層接觸融態玻璃並覆蓋整個核心或一部分,在任一種情況下,修正 YPO_4 材料都可形成整個核心或一部分核心,及/或整個塗層或一部分塗層。在使用修正 YPO_4 材料作為塗層的情況,核心可以是第二種耐火材料。這種核心適合的材

料包括,但不限制是氧化鋁,氧化鎂,尖晶石,氧化鈦,氧化釷,或其組合。其他可使用作為核心的耐火材料包括鋇,碳化矽,和氧化鋇。塗層的施加可使用加上陶瓷塗層的標準方法譬如火焰噴霧或離子體噴霧。

在使用修正 YPO_4 材料作為核心的情況,塗層可以是第二種耐火材料,譬如耐火金屬,尖晶石,鋇,氧化鋁,或其組合。適合耐火材料的範例包括鉑,鉬,銻,銻,銻,銻,銻,銻,銻,和這些的合金。

使用在 LCD 玻璃片產生的等管在製造和維護上是非常昂貴的。在一項實施例中,可使用修正 YPO_4 材料來產生等管,減少孔隙性可延長等管的使用壽命。例如,假使等管是由高孔隙性的材料製成,尤其是熔態玻璃可以穿透的開放式孔隙。這會導致等管的性質在經過一段時間後根本性地改變。因此,在特定實施例中,本發明的燒結 YPO_4 複合材料有小於或等於 10% 形狀的孔隙,在特定實施例中小於或等於 10%,在特定實施例中小於或等於 8%,在特定其他實施範例中小於或等於 7%,在特定實施例中小於或等於 5%。在特定實施例中,最好至少 90%(例如為 93%, 95%, 97%, 98%, 99%) 的孔隙是密閉的。

除了使用在等管,修正 YPO_4 材料也可用來形成所有或部分以下在一般應用上,會和熔態玻璃或玻璃陶瓷接觸的玻璃或玻璃陶瓷製造裝置的元件:管線,容器,通道,堰,攪拌器,磚,塊,閘門,牆,碗狀物,杓狀物,針狀物,套管,插塞,鑄模,環等。

範例：

底下所揭示範例顯示出依據所揭示內容之方法以及結果。這些範例並不會預期包含在此所揭示內容之全部實施例，而是顯示出代表性方法及結果。這些範例並不會預期排除業界熟知此技術者了解之本發明同等物以及變化。

已作嘗試以確保數目精確性(例如數量，溫度等)，不過其會產生一些誤差以及偏差。除非另有說明，溫度以 $^{\circ}\text{C}$ 為單位或在室溫下，以及壓力為或接近大氣溫度。處理條件存在許多變化及組合，其能夠使產品品質及性能最佳化。只需要合理的以及例行的試驗使該處理過程條件最佳化。

I. 試驗處理過程

配料組成份：

將氧化釔和無水的磷氧化物混合攪拌 60 分鐘，在坩鍋中以 190°C 反應 24 小時，再第二次以 $1,200^{\circ}\text{C}$ 反應 24 小時。研究 7 種燒結 YPO_4 複合材料(試樣 1-7)在燒結行為，顆粒增長，和潛變上化學計量的影響。配料和組成份的資料列於表 1。所有的反應都使用鉑坩鍋，只除了試樣 7 是在氧化矽坩鍋中反應。作為參考之用，試樣 8 的組成份等於試樣 3。

粉末合成以及處理

反應材料被乾研磨並以-325 網孔篩選。過篩後，每批材料的一半以空氣分類到 $-15\mu\text{m}$ 。藉由光分佈測量試樣 8 材料-325 網孔的顆粒大小，因為此種技術更適合測量廣大的大小分佈。針對試樣 2 的粉末可使用 Coulter 顆粒計數器。在空氣分類後，可決定試樣 8 在以 325 網孔過篩，和試樣 2

在-325 孔目/+15 μm 和-15 μm 級分的顆粒大小分佈(PS)。

以-325 網孔過篩的合成粉末藉著粉末 x 光繞射(XRD)加以分析, 監控反應以形成 YPO_4 , 和相位組合上化學計量的效果。

微結構:

藉由單軸和冷均壓(CIP)的結合, 形成加熱時間和溫度對孔隙性和顆粒大小影響的丸劑研究。以-325 網孔過篩的 YPO_4 粉末和空氣分類到-15 μm 的粉末在圓柱型鑄模中單軸加壓到 3,000 psi 的壓力。然後將丸劑真空密封到手套和 CIP' d 到 18,000 psi。每種組成份的丸劑和 PSD 以 1,600°C 加熱 48, 240, 和 1,000 小時, 以及以 1,750°C 加熱 100 小時。孔隙結果顯示於表 2。在每一個處理步驟監控試樣的尺寸以估計收縮和孔隙率。藉由先拋光然後熱蝕刻可顯示加熱丸劑的微結構。在光顯微鏡下檢視蝕刻試樣並照相。由影像的人工分析可得到平均顆粒大小。顆粒大小可藉由線性交錯法(表 3)來決定。可使用電子顯微探測分析(EPMA)來檢視型態, 分布, 和化學組成份。

潛變測試:

藉由在直徑~50 mm 長度 180 mm 的圓柱型橡膠鑄模中冷均壓(CIP)-325 網孔的粉末到 18,000 psi 的壓力, 形成用來產生機械潛變試樣的胚料。為每種組成份施壓兩個胚料, 一個以 1,750°C 加熱 4 小時, 另一個以 1,600°C 加熱 48 小時。每種情況都使用 100°C/小時的加熱和冷卻率。從鑄模填料, 施壓, 和加熱都要追蹤胚料的維度以監控收縮和幾何密度

/孔隙性的變化。以金屬線鋸開方式從胚料切割的 $\sim 3 \times 5 \times 155$ mm 標準大小潛變試樣。由於過度的孔隙性,在材料加熱至 $1,600^{\circ}\text{C}$ 時不執行潛變測試。以 $1,750^{\circ}\text{C}$ 加熱每種組成份的兩個潛變條,使用相同的加熱和冷卻率在 $1,750^{\circ}\text{C}$ 又額外再加熱小時。因而,在燒結的 YPO_4 複合材料上執行潛變測試,以 $1,750^{\circ}\text{C}$ 累積加熱時間4到100小時。

從CIP'd胚料切割的試樣8潛變條,直徑測得是 ~ 80 mm,以 $1,750^{\circ}\text{C}$ 加熱8小時,為了比較的緣故被包括在測試表列中。試樣8的兩個潛變條再加熱至 $1,750^{\circ}\text{C}$ 時間96小時。以三點彎曲設計測量彎曲的潛變率。

在三點彎曲的設計中測量彈性潛變率。測試裝置提供150mm的支撐全長。在 $1,180^{\circ}\text{C}$ 下,然後在 $1,250^{\circ}\text{C}$ 下每種樣本在1,000 psi的施加壓力下測量潛變率。潛變率是藉著分析試樣在中段隨著時間的偏斜曲線而決定。表4的值對應次要或穩定狀態的潛變。

強度:

以四點技術測量破裂模數(MOR)以瞭解標準燒結 YPO_4 複合材料隨著溫度強度上的變化,並決定磷氧化物缺乏的變化如何影響高溫強度。使用四點測試的彎曲條只是修正的潛變試樣。此修正是切割試樣的一半 ~ 77 mm的長度,並將伸拉邊緣去角。將潛變試樣切割成一半以適合放在測試設置內,提供更多的測試以增進統計的信心水準。測量試樣的橫截面大約 3×5 mm。在所有的測試中支撐全長是50.8 mm,負載全長是19.05 mm。應變率是 $17.8 \mu\text{m/s}$,而每個

測試的時間是 20 到 40 秒。

II. 改良氧化鈮材料特性

燒結以及微結構：

氧化鈮和磷氧化物在 1, 200°C 下反應以形成 YPO_4 ，在粉末 XRD 追蹤測試中很明顯地呈現過量的氧化鈮。試樣 1 的繞射高峰幾乎全部歸因於 YPO_4 。額外的高峰出現在包含過量氧化鈮的批料，在 2θ 的 27° 和 34° 之間。高峰的強度隨著列於表 1 的批料，過量氧化鈮的增加值而增長，只除了試樣 4 的例外。

線性收縮和幾何形狀孔隙性是所有 YPO_4 胚料和丸劑的特性。低的孔隙值(<10%)容易和較大的燒結收縮(>10%)有關聯，反之亦然。最佳的狀況是發生在線性收縮和孔隙性都很低的時候。在燒結期間，當陶瓷物品承受超過 10% 的線性收縮時可能發生令人討厭的破裂和扭曲。這些問題在類似等管的大型物件特別明顯。燒結等管的孔隙性不應該太高。除此之外，玻璃可穿透開放式孔隙。玻璃的穿透可藉著毛細管的力進到等管的本體，經過一段時間在其特性上導致輻射狀的改變。孔隙性應該維持在 10% 以下，最好低於 8% 以確保孔隙是密閉的。

以空氣分類到 $-15\mu m$ 的粉末燒結成低孔隙性，但是顯示令人討厭的大型收縮。在冷均壓之後， -325 孔目的粉末填滿空間，比 $-15\mu m$ 的粉末更有效地密集。形成的生胚在燒結期間有較高的密度和較低的收縮量，如圖 3 所示。雖然這裡沒有顯示出來，但 -325 孔目的粉末有較高的敲緊密度

可更有效地填滿鑄模,使得在冷均壓期間有較少的收縮。較大的鑄模需要較低敲緊密度的粉末像是 $-15\mu\text{m}$ 空氣分類的粉末以產生所想要最後尺寸的本體。或者,鑄模在壓製期間必須延伸來容納粉末零件的收縮。如果過度的壓實,延伸的鑄模會施加力在形成部分,導致形狀的扭曲或導致生胚破裂。

圖 1 顯示出過多氧化釔對燒結 YPO_4 複合材料試樣系列孔隙之影響。圖中參考數字表示如下:

- 101:由 $-15\mu\text{m}$ 粉末在 1600°C 燒結 48 小時製造出試樣;
- 102:由 $-15\mu\text{m}$ 粉末在 1600°C 燒結 240 小時製造出試樣;
- 103:由 $-15\mu\text{m}$ 粉末在 1600°C 燒結 1000 小時製造出試樣;
- 104:由 325 孔目粉末在 1750°C 燒結 1000 小時製造出試樣;
- 105:101 數據之線性玻璃料以顯示出趨勢;
- 106:102 數據之線性玻璃料以顯示出趨勢;
- 107:103 數據之線性玻璃料以顯示出趨勢;
- 108:104 數據之線性玻璃料以顯示出趨勢。

以同樣的燒結溫度和時間,當呈現過量的氧化釔時,孔隙率會較高。例如,如圖中的正方形所代表配製的 $-15\mu\text{m}$ 空氣分類粉末的丸劑以 $1,600^\circ\text{C}$ 燒結 240 小時,孔隙率會隨著過量的氧化釔而增加。在圖 2 中,將 $-15\mu\text{m}$ 粉末製成試樣的孔隙率畫成時間的函數。此圖顯示過量的氧化釔會使燒結的速率變慢,但還不需要為和批料不同化學計量的孔隙率設定較低的限制。圖中的參考編號如下:

- 201:在 1600°C 下燒結試樣 No. 1;

202: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 2;

203: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 3;

204: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 4;

205: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 5;

206: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 6;

207: 201 數據之對數標定以顯示出趨勢;

208: 202 數據之對數標定以顯示出趨勢;

209: 203 數據之對數標定以顯示出趨勢;

210: 204 數據之對數標定以顯示出趨勢;

211: 205 數據之對數標定以顯示出趨勢;

212: 206 數據之對數標定以顯示出趨勢;

213: $-15\ \mu\text{m}$ 粉末之後 CIP 孔隙率;

214: 提供 P_2O_5 不足量之趨勢。

加入過量的氧化釔到批料以產生對粒狀結構有強烈影響的 YPO_4 材料。在化學計量的 YPO_4 中觀察到未控制(自形的)的粒狀增長。在化學計量的試樣 1 組成份也觀察到類似的行為。粒狀大小從一區到另一區有相當的變化。加入過量的氧化釔到批料已證實緩慢的顆粒增長和限制, 因而產生更同質性為結構的燒結 YPO_4 材料。圖 3 和圖 4 分別顯示在這項研究中, 檢視 YPO_4 複合材料試樣整個過量氧化釔範圍, 以 1,750°C 加熱 96 小時, 和以 1,600°C 加熱 1000 小時的微結構圖(S 表示圖 3 和圖 4 中的試樣邊號)。顆粒的大小會隨著批料中過量氧化釔增加的值而逐漸減小。可嘗試藉著測量顆粒的大小來量化此種效果。表 3 顯示以線性截取技術所

測得的平均顆粒大小的主要。平均顆粒大小作為圖 5 燒結時間的函數,和作為圖 6 和 7 燒結溫度分別是 1750°C 和 1600°C 過量氧化釷的函數。

在圖 5 中,參考數字代表如下:

- 501: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 1;
- 502: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 2;
- 503: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 3;
- 504: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 4;
- 505: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 5;
- 506: 在 1600°C 下燒結試樣 No. 6;
- 507: 501 數據之線性標定以顯示出趨勢;
- 508: 502 數據之對數標定以顯示出趨勢;
- 509: 503 數據之對數標定以顯示出趨勢;
- 510: 504 數據之線性標定以顯示出趨勢;
- 511: 505 數據之線性標定以顯示出趨勢;
- 512: 506 數據之線性標定以顯示出趨勢(與 511 重疊);
- 513: 初始粉末 d_{50} ;
- 514: 提高 P_2O_5 不足量之趨勢。

在圖 6 中,參考數字代表如下:

- 601: 由 $-15\mu m$ 粉末燒結 4 小時製造出試樣;
- 602: 由 $-15\mu m$ 粉末燒結 96 小時製造出試樣;
- 603: 由 -325 孔目粉末燒結 4 小時製造出試樣;
- 604: 由 -325 孔目粉末燒結 96 小時製造出試樣;
- 605: 初始粉末 d_{50} 。

在圖 7 中, 參考數字代表如下:

701: 由 $-15\mu\text{m}$ 粉末燒結 1000 小時製造出試樣;

702: 由 -325 孔目粉末燒結 1000 小時製造出試樣;

703: 初始粉末 d_{50} 。

在圖 8 中, 參考數字代表如下:

801: 試樣燒結 4 小時以及在 1180°C 下測試;

802: 試樣燒結 4 小時以及在 1250°C 下測試;

803: 試樣燒結 100 小時以及在 1180°C 下測試;

801: 試樣燒結 100 小時以及在 1250°C 下測試;

將顯示於圖中的 -325 孔目和 $-15\mu\text{m}$ 粉末的初始平均顆粒大小當作參考點以判斷顆粒增長的程度。當大約 1.0-1.5%過量的氧化釷加入批料時, 相對於原始顆粒大小, 平均顆粒大小沒有發生任何變化。實驗證實可以藉著選擇初始的 PSD 以及加入適量的過量氧化釷到批料以控制燒結 YPO_4 複合材料的顆粒大小。

潛變以及破裂模數:

針對某範圍化學計量的燒結 YPO_4 複合材料, 在 1000psi 的負載下, 以 1,180 和 1,250 $^{\circ}\text{C}$ 測量的彈性潛變率, 列示於表 4, 繪製於圖 8。表中也包括潛變試樣的幾何孔隙率。幾何孔隙率($P(g)$)計算如下:

$$P(g) = \left(1 - \frac{\rho_m}{\rho_t}\right) \times 100\%$$

其中 ρ_m 是實際材料測得的密度, 而 ρ_t 是稠密材料的理論密度。不管特定組成份為何, 所有試樣的理論密度是 4.22 g/cm^3 。

大致而言,像是燒結 YPO_4 複合材料的聚晶陶瓷的潛變會隨著顆粒大小減小和孔隙率增長而增加。我們嘗試標定潛變資料,透過潛變指數建立機制以解釋孔隙率的影響。雖然潛變結果是有一些趨勢,但也有明顯的分散。然而,圖中顯示在 1180°C 的潛變率會隨著過量氧化釔的增加而增加,會隨著燒結時間的減少而增加。顆粒大小會隨著燒結 YPO_4 複合材料的過量氧化釔的增加而下降,較短的燒結時間,顆粒大小也較小。燒結 YPO_4 複合材料的潛變行為至少在品質上是和聚晶陶瓷潛變的理論預測是一致的。這種趨勢的另一種可能解釋是潛變率不是受顆粒大小的影響,而是受次相的影響。配製一個範圍顆粒大小的燒結 YPO_4 複合材料,但需要固定數量的次相和孔隙率以作為區別。類似的趨勢在 $1,250^\circ\text{C}$ 的收集資料並不明顯。

在以表 1 所列示過量氧化釔的數量,在 $1,750^\circ\text{C}$ 燒結 4 小時的燒結 YPO_4 複合材料上進行 MOR 測試。MOR 測試在 $1,200^\circ\text{C}$ 下進行,因為這接近等管的使用溫度。源自於測得資料的 Weibull 參數和應力列於表 5。Weibull 應力是在整個過量氧化釔的研究範圍,從 120 到 140 MPa 材料強度的指示器。試樣 2 中,Weibull 應力從化學計量的組成份到過量的氧化釔稍稍的增加。試樣 3 中,Weibull 應力更進一步增加。然後在過量的氧化釔較高的濃度開始下降。稍微增加過量的氧化釔所碰到的強化效果可能和顆粒大小的減少有關(請見表格 3 和圖 6)。更進一步增加過量的氧化釔並不會明顯減少顆粒大小,而是開始干擾稠化作用。這可檢視列在

表的孔隙率而得知。在這項研究內,只藉由從化學計量的組成份(試樣 1)到大量的過量氧化釷的材料(試樣 6)兩個因素而改變。

邊緣效應:

從破裂應力分析得到的 Weibull 應力和參數列示於表 5。從靠近邊緣和從本體試樣的 Weibull 應力差異是小於 5 個百分比。然而 Weibull 模數互相之間和從隨機試樣有明顯的不同。從邊緣,本體和隨機位置是 11, 15.8 和 22.6。從邊緣和本體位置的 Weibull 模數低於隨機試樣的 Weibull 模數。這說明選擇的邊緣和本體試樣在測試前可能已先行處理過。

整個說明書中,參考各個公開文獻。公開文獻所揭示內容整個在此加入本申請案中作為參考以更完全地說明在此描述之化合物,組成份以及方法。

能夠對在此所描述之材料,方法以及物品作各種變化及改變。在此所描述材料,方法以及物品之其他實施例可由在此所揭示材料,方法以及物品之實施例可了解。預期說明書及範例視為示範性。

【圖式簡單說明】

附圖在此加入以及構成說明書之部份,其顯示出數個說明於底下之實施例。

圖 1 顯示出合成燒結 YPO_4 材料試樣系列之幾何孔隙率的曲線,為 P_2O_5 缺少數量的函數。

圖 2 顯示出合成燒結 YPO_4 材料試樣系列之幾何孔隙率

的曲線, 為燒結時間的函數。

圖 3 顯示出在 1750°C 燒結 96 小時之拋光及熱蝕刻合成燒結 YPO_4 材料試樣系列之相片。

圖 4 顯示出在 1600°C 燒結 1000 小時之拋光及熱蝕刻合成燒結 YPO_4 材料試樣系列之相片。

圖 5 顯示出顆粒尺寸之曲線圖, 為合成燒結 YPO_4 材料試樣系列燒結時間之函數。

圖 6 顯示出顆粒尺寸之曲線圖, 為分別在 1750°C 下燒結 4 小時以及 96 小時之 P_2O_5 缺少數量的函數。

圖 7 顯示出顆粒尺寸之曲線圖, 為在 1600°C 下分別燒結 48, 24, 及 1000 小時之合成燒結 YPO_4 材料試樣系列的 P_2O_5 缺少數量的函數。

圖 8 顯示出在 1180°C 及 1250°C 下潛變率分別為在 1750°C 下燒結 4 及 1000 小時之合成燒結 YPO_4 材料試樣系列的 P_2O_5 缺少數量的函數。

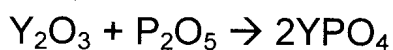
【主要元件符號說明】

無。

表 1

試樣編號	P ₂ O ₅ 不足量	坩堝	Y2 (g)	P4 (g)
1	0	Pt	1842.255	1169.625
2	0.17	Pt	1842.255	1167.63
3	0.5	Pt	1842.255	1163.775
4	1.5	Pt	1842.255	1152.075
5	4.5	Pt	1842.255	1116.99
6	13.5	Pt	1842.255	1011.72
7	0.5	SiO ₂	1842.255	1163.775

批料配方:



3 kg 具有理想化學計算量批料要求: 1842.0705g Y₂O₃ 及 1157.928g P₂O₅.

批料材料表示及其顆粒等效:

Y2 = Y₂O₃, 99.99%

P4 = P₂O₅, 99.0%

在 190°C 煅燒 24 小時.

在 120°C 反應 24 小時.

表 2

孔隙率 (%)										
試樣	燒結溫度 1600°C						燒結溫度 1750°C			
	-15 微米			-325 孔目			-15 微米		-325 孔目	
	48	240	1000	48	240	1000	4	96	4	96
1	4	6	3	21	18	10	1	3	3	3
2	18	9	4	23	16	9	1	2	2	3
3	17	10	2	23	19	13	1	5	2	2
4	20	16	6	26	ND	ND	4	3	7	5
5	22	18	6	23	20	15	0	4	6	1
6	39	20	16	24	22	17	9	8	11	2
7	1	1	2	24	21	13	2	4	5	5

表 3

平均顆粒大小 (微米)										
試樣	燒結溫度 1600°C						燒結溫度 1750°C			
	-15 微米			-325 孔目			-15 微米		-325 孔目	
	48	240	1000	48	240	1000	4	96	4	96
1	13	11	59	9	12	23	19	55	17	38
2	11	12	23	8	10	21	13	53	16	27
3	13	9	21	8	10	ND	ND	15	10	25
4	ND	6	15	ND	ND	18	9	15	9	19
5	4	5	10	8	8	ND	11	19	10	17
6	ND	5	ND	8	ND	8	11	13	9	17
7	19	ND	56	9	12	14	11	39	16	40

表 4

固有潛變率 (ppb/hr)							
試樣編號	P ₂ O ₅ 不足量	1750°C/4hr			1750°C/100hr		
		孔隙率 (%)	1180°C	1250°C	孔隙率 (%)	1180°C	1250°C
1	0	3	16	239	3.1	4	281
2	0.2	2.4	11	152	3.4	29	217
3	0.5	1.5	94	282	1.6	64	230
4	1.5	6.9	104	361	5	64	171
5	4.5	5.9	112	441	1.1	111	95
6	13.5	10.8	77	588	2	90	361
7	0.5	5	112	556	5.2	28	467
8	0.5	2.3	38	460	2.3	196	375

表 5

試樣編號	溫度 (°C)	Weibull 參數		n
		應力(MPa)	模數	
8	25	96.9	14.3	37
8	400	109	15	30
8	800	128.4	20.3	34
8	1200	95.2	22.6	31
8-邊緣	1200	95.6	11	10
8-中央	1200	91.6	15.8	10
1	1200	131.4	25.5	12
2	1200	138	11.1	12
3	1200	140.9	9.5	8
4	1200	121.5	11.1	10
5	1200	125.5	10.4	10
6	1200	113.4	6.5	10
7	1200	125.1	16.3	9

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 98106290

※ 申請日： 98.2.26

※IPC 分類： C04B37/505

351622

一、發明名稱：(中文/英文)

改良合成磷酸鈮礦材料，及包含該材料物品及其製造方法

MODIFIED SYNTHETIC XENOTIME MATERIAL, ARTICLE COMPRISING SAME
AND METHOD FOR MAKING THE ARTICLES

二、中文發明摘要：

本發明係關於合成燒結 YPO_4 複合材料包含組成份中過量的 Y_2O_3 ，以及製造這種材料的處理過程。 Y_2O_3 改良的燒結 YPO_4 複合材料和化學計量 YPO_4 材料作比較，顯示出改善的機械性質。可以使用改良的 YPO_4 材料製造不同的組件例如等管以使用在玻璃製造處理過程中。

三、英文發明摘要：

Synthetic sintered YPO_4 composite materials comprising excess amount of Y_2O_3 in the composition and process for making such materials. The Y_2O_3 -modified sintered YPO_4 composite material exhibits improved mechanical properties compared to stoichiometric YPO_4 materials. The modified YPO_4 materials can be used to produce different components used in the glass-making process such as, for example, an isopipe.

七、申請專利範圍：

1. 一種包含多種顆粒之燒結 YPO_4 複合材料, 其具有由 $(\text{Y}_2\text{O}_3)_m \cdot (\text{P}_2\text{O}_5)_n$ 所構成之組成份, 其中 m 和 n 分別代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 的莫耳分數, 以及 $0 < \text{De}(\text{P}) = ((m-n)/n) \times 100\% \leq 0.5\%$ 。
2. 依據申請專利範圍第 1 項之複合材料, 其中 $\text{De}(\text{P}) \geq 0.10\%$ 。
3. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中燒結 YPO_4 複合材料具有幾何孔隙率為小於 10%。
4. 依據申請專利範圍第 3 項之複合材料, 其中在燒結 YPO_4 複合材料中至少 90% 孔隙為閉合的。
5. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 300 微米。
6. 依據申請專利範圍第 5 項之複合材料, 其中燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 10 微米。
7. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中燒結 YPO_4 複合材料在 1180°C 下具有潛變率為小於 200ppb/hr。
8. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中燒結複合材料在 1250°C 下具有潛變率為小於 600ppb/hr。
9. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中燒結複合材料在 1200°C 下具有 Weibull 應力至少為 60MPa。
10. 依據申請專利範圍第 1 或 2 項之複合材料, 其中複合材料構成可在高於 1000°C 下操作之物品。
11. 依據申請專利範圍第 10 項之複合材料, 其中物品為等管。

12. 依據申請專利範圍第 10 項之複合材料, 其中物品構成玻璃熔融裝置。

13. 一種製造包含燒結 YPO_4 複合材料物品之方法, 此方法包括下列步驟:

(I) 將 P_2O_5 來源的材料以及 Y_2O_3 來源的材料混合以產生包含比形成化學計量 YPO_4 所需還更多的 Y_2O_3 來源材料之混合物;

(II) 將混合物加熱以得到反應的材料;

(III) 從反應的材料產生微粒;

(IV) 將微粒形成預製件, 以及

(V) 燒結預製件以獲得包含多種顆粒的燒結 YPO_4 複合材料的物品, 其組成份包括 $(\text{Y}_2\text{O}_3)_m \cdot (\text{P}_2\text{O}_5)_n$, 以及相對於 Y_2O_3 的 P_2O_5 不足量為 $\text{De}(\text{P})$, 其中 m 和 n 分別代表複合材料中 Y_2O_3 和 P_2O_5 的莫耳分數, $\text{De}(\text{P}) = ((m-n)/n) \times 100\%$, 以及 $0 < \text{De}(\text{P}) \leq 0.5\%$ 。

14. 依據申請專利範圍第 13 項之方法, 其中在步驟(I)中 P_2O_5 來源的材料包含 P_2O_5 , 以及 Y_2O_3 來源的材料包含 Y_2O_3 。

15. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(III)中所形成顆粒具有平均顆粒尺寸為 0.1 至 100 微米。

16. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(IV)中包含均壓顆粒。

17. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中包含在 1000°C 至 1475°C 溫度範圍內加熱預製件歷時 3 小時。

18. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中包含在 1600°C 至 1775°C 溫度範圍內加熱預製件歷時 24 小時。
19. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(I)中選擇 P_2O_5 來源的材料以及 Y_2O_3 來源的材料之數量使得在步驟(V)中所產生燒結 YPO_4 複合材料中 $0.10\% \leq De(P) \leq 0.5\%$ 。
20. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中燒結 YPO_4 複合材料具有幾何孔隙率為小於 10%。
21. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中燒結 YPO_4 複合材料中至少 90% 孔隙為閉合的。
22. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 300 微米; 或小於 100 微米; 或小於 40 微米。
23. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料具有平均顆粒尺寸為小於 10 微米。
24. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中所形成燒結 YPO_4 複合材料在 1180°C 下具有潛變率為小於 200ppb/hr。
25. 依據申請專利範圍第 13 或 14 項之方法, 其中在步驟(V)中所形成燒結複合材料在 1250°C 下具有潛變率為小於 600 ppb/hr。

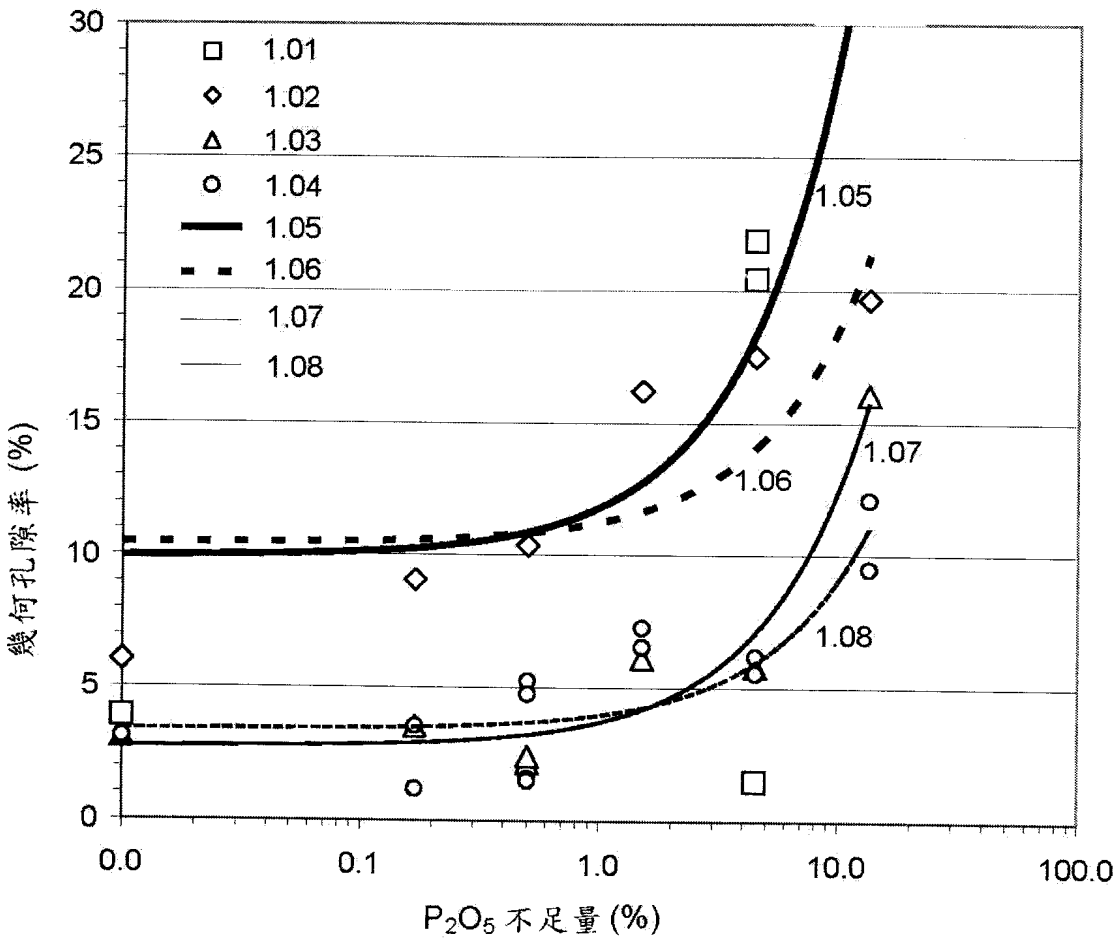


圖 1

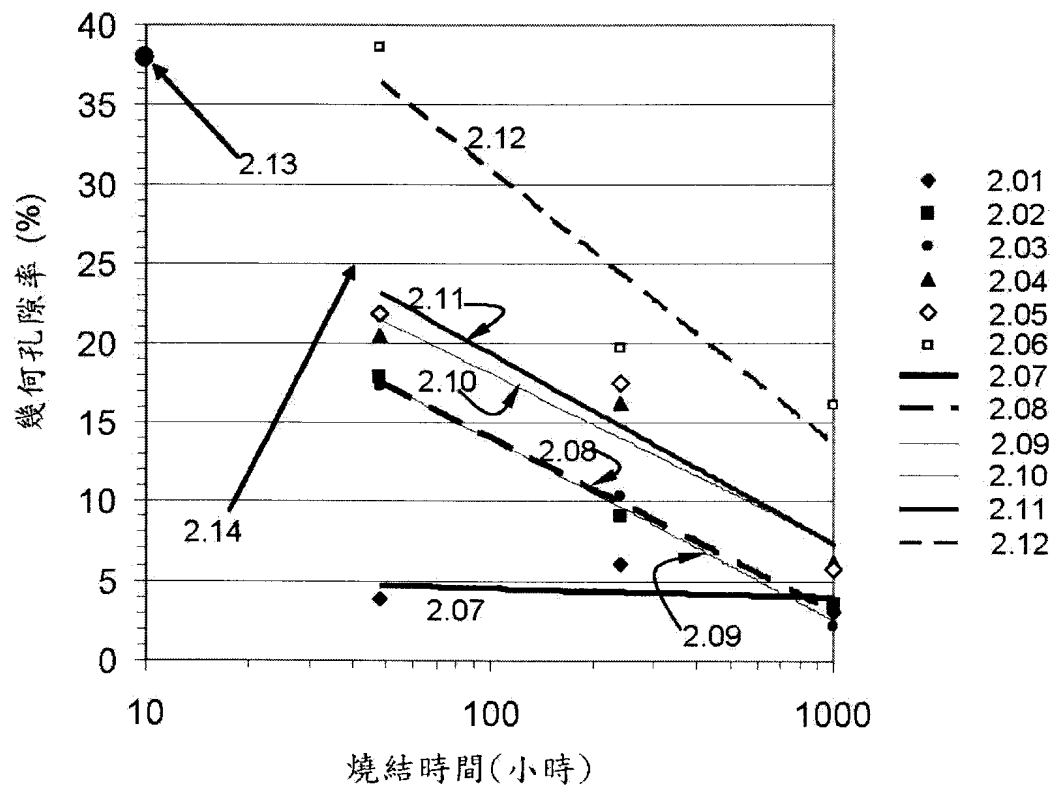
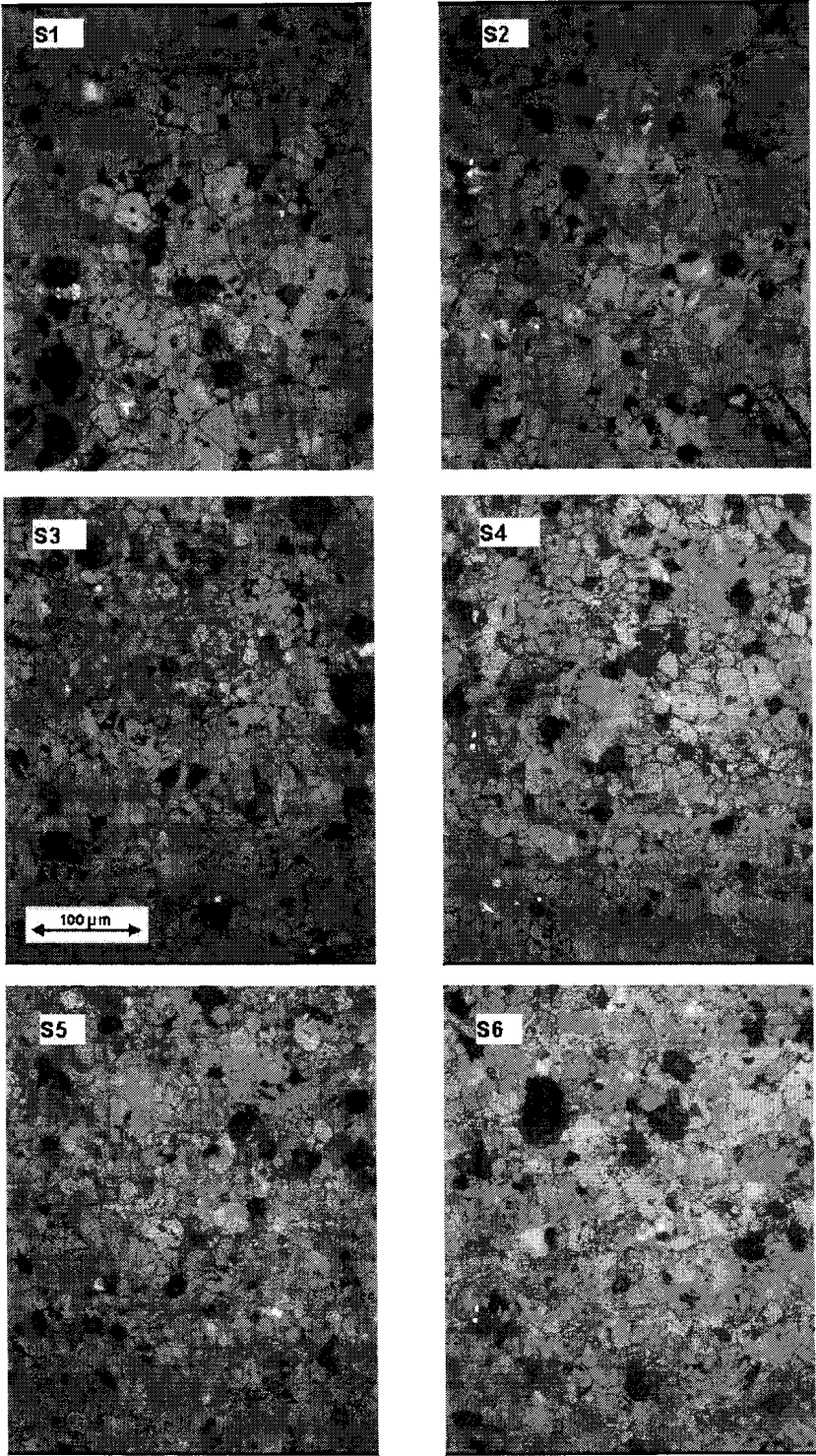


圖2

圖 3

3/8



4/8

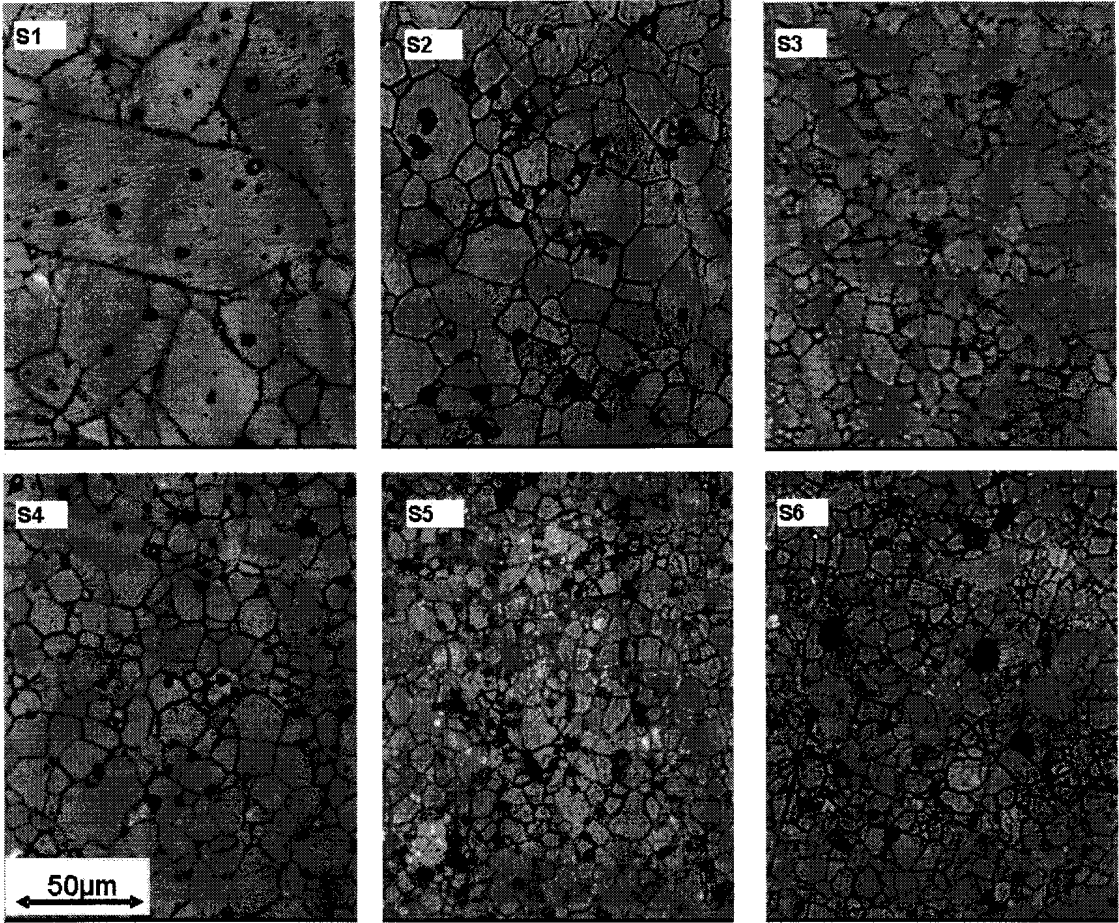


圖 4

5/8

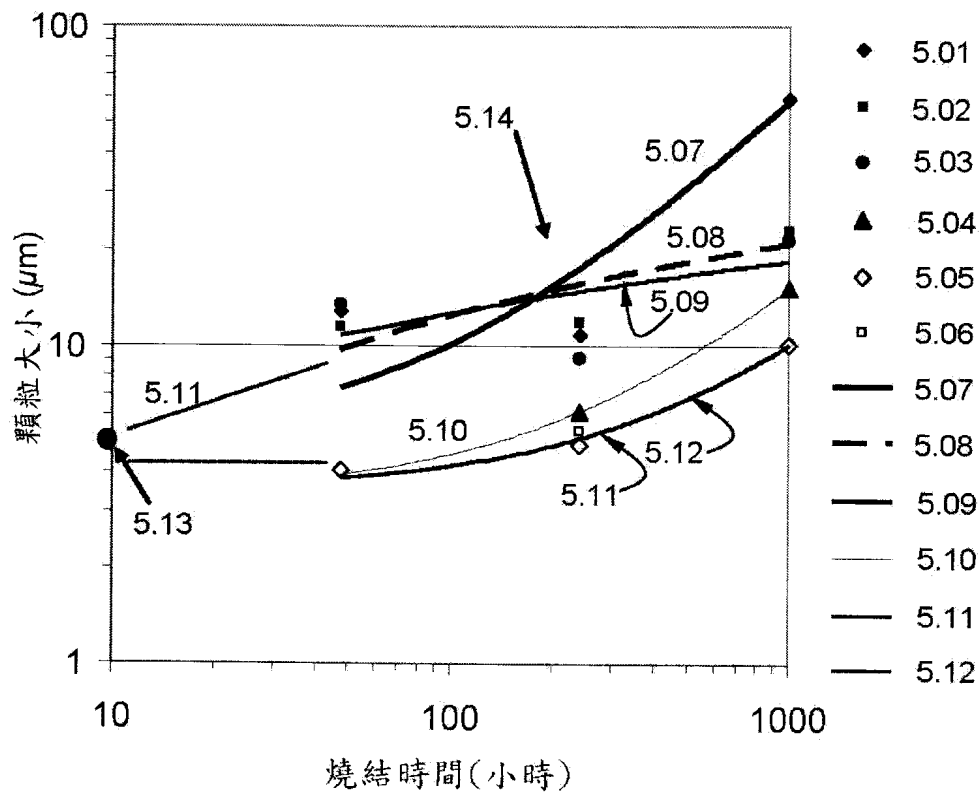


圖5

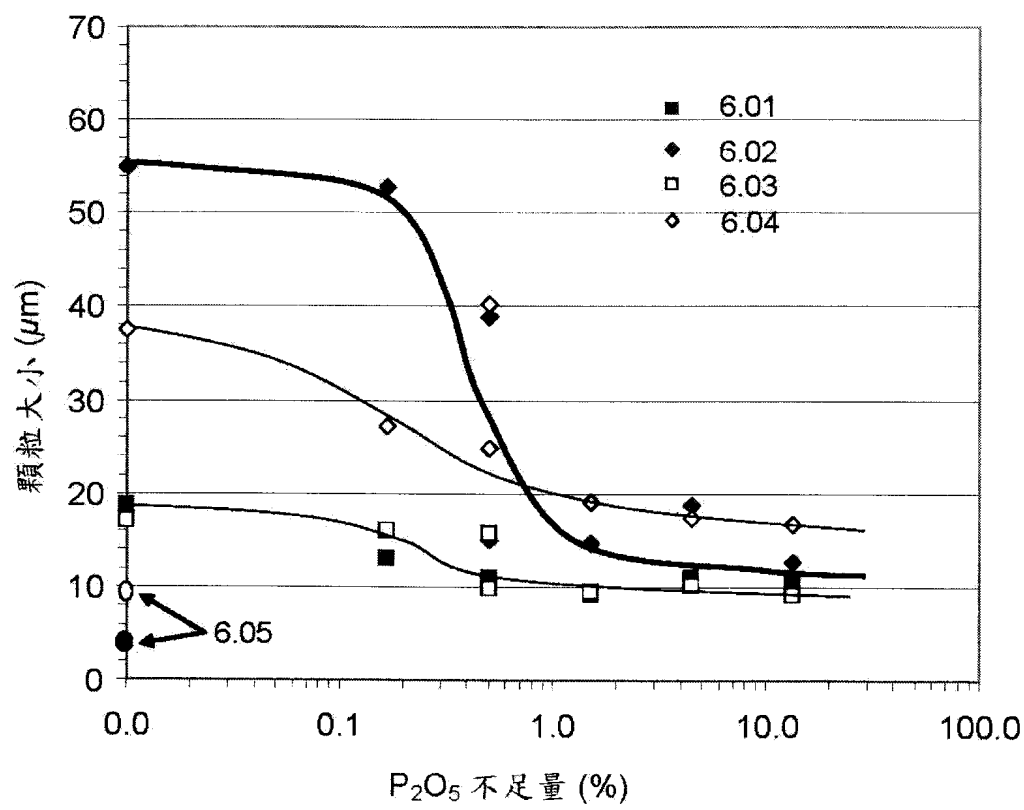


圖6

7/8

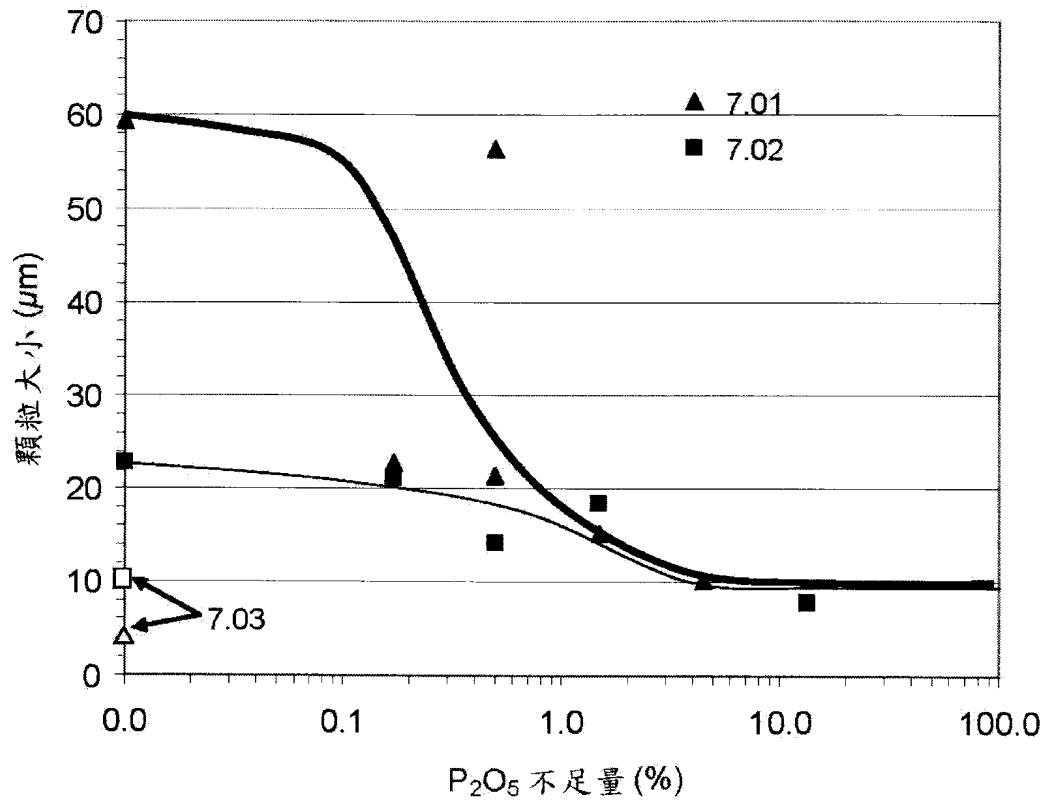


圖7

8/8

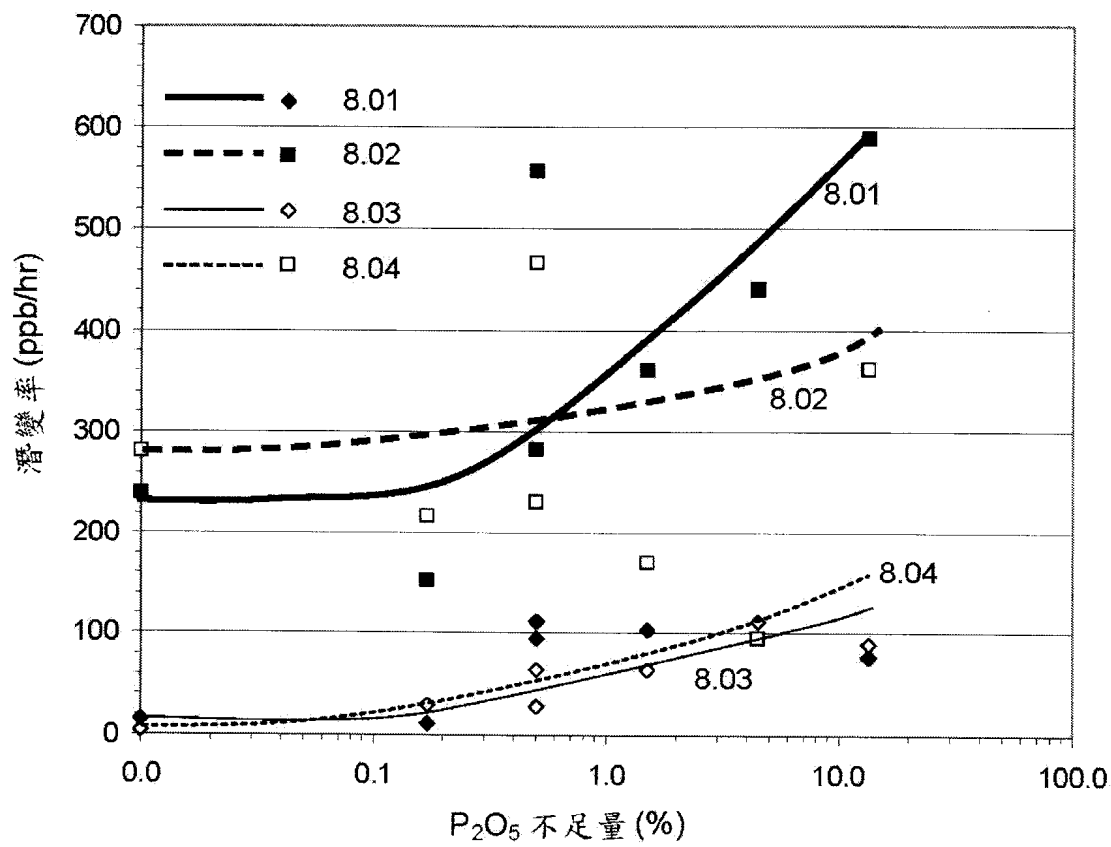


圖8

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：圖 1。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無。

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：