(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017 年 4 月 6 日(06.04.2017)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2017/057550 A1

(51) 国際特許分類:
C04B 35/115 (2006.01) *G02B 1/02* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2016/078787

(22) 国際出願日: 2016 年 9 月 29 日(29.09.2016)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2015-193943 2015 年 9 月 30 日(30.09.2015) JP

(71) 出願人: 日本碍子株式会社 (NGK INSULATORS, LTD.) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 Aichi (JP).

(72) 発明者: 松島 潔 (MATSUSHIMA, Kiyoshi); 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 渡邊 守道 (WATANABE, Morimichi); 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 佐藤 圭 (SATO, Kei); 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 七瀧 努 (NANATAKI, Tsutomu); 〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人アイテック国際特許事務所 (ITEC INTERNATIONAL PATENT FIRM); 〒4600003 愛知県名古屋市中区錦二丁目１６番２６号ＳＣ伏見ビル Aichi (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

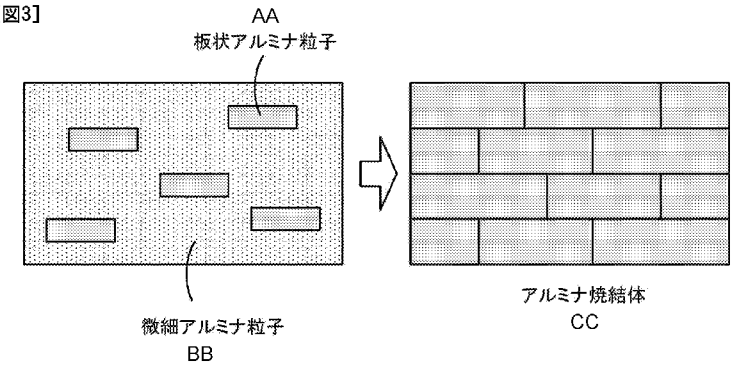
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー

[続葉有]

(54) **Title**: ALUMINA SINTERED BODY AND BASE SUBSTRATE FOR OPTICAL ELEMENT

(54) 発明の名称 : アルミナ焼結体及び光学素子用下地基板

[図3]



AA Plate-shaped alumina particle
BB Fine alumina particle
CC Alumina sintered body

(57) **Abstract**: An alumina sintered body, wherein: the c-plane orientation obtained via the Lotgering method by using an X-ray diffraction profile in the range of 2θ=20-70° when irradiating with X-rays is 5% or greater; the XRC half-value width when measuring the rocking curve is 15.0° or less; the F content measured according to D-SIMS is less than 0.99 ppm by mass; the crystal particle diameter is 15-200μm; and when viewing a photograph obtained by imaging a 712.99μm(vertical)×753.90μm(horizontal) visual field at a magnification of 2,000, there are no more than 100 pores having a diameter of 0.1μm or greater. As a result, an alumina sintered body according to the present invention exhibits excellent transparency, and high linear transmittance at a wavelength of 300-1,000nm when 0.5mm thick.

(57) 要約: 本発明のアルミナ焼結体は、Ｘ線を照射したときの２θ＝２０°～７０°の範囲におけるＸ線回折プロファイルを用いてロットゲーリング法により求めたｃ面配向度が５％以上かつロッキングカーブ測定におけるＸＲＣ半値幅が１５．０°以下であり、Ｄ－ＳＩＭＳで測定したときのＦ含有量が０．９９質量ｐｐｍ未満であり、結晶粒径が１５～２００μｍであり、縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍの視野を倍率２０００倍で撮影した写真を目視したときの直径０．１μｍ以上の気孔の数が１００個以下のものである。本発明のアルミナ焼結体は、０．５ｍｍ厚としたときの波長３００ｎｍ～１０００ｎｍにおける直線透過率が高く、透明性に優れる。

WO 2017/057550 A1

ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： アルミナ焼結体及び光学素子用下地基板

技術分野

[0001] 本発明は、アルミナ焼結体及び光学素子用下地基板に関する。

背景技術

[0002] 従来より、アルミナ焼結体として透明なものが知られている。例えば、非特許文献１では、ＭｇＯを加えたアルミナ懸濁液に磁場をかけてスリップキャストを行い、真空中１８５０℃で５時間焼成することにより、配向した粒子を備えた透明なアルミナ焼結体を作製している。例えば、１２テスラの磁場をかけて作製したアルミナ焼結体は、波長６００ｎｍにおける直線透過率が７０．３％であり、配向度も９７％と高い。また、８テスラの磁場をかけて作製したアルミナ焼結体は、波長６００ｎｍにおける直線透過率が５６％程度であり、配向度は７８％と高い。更に、磁場が６テスラ、４テスラと低下するのに伴い、直線透過率も配向度も低下している。これらの結果から、磁場の強さが増すにつれて直線透過率や配向度が高くなると結論づけている。

先行技術文献

非特許文献

[0003] 非特許文献1：Ceramics International vol.38, pp5557-5561(2012)

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] しかしながら、非特許文献１では、１２テスラという高磁場をかけないと、配向度が十分高くならず直線透過率が５０％以上のアルミナ焼結体を得ることができなかった。このような高磁場をかけながらスリップキャストを行う装置は、現在のところ限られた施設にしか存在しない。更に、得られた焼結体には多くの気孔がある。

[0005] 本発明はこのような課題を解決するためになされたものであり、直線透過

率が高く透明性に優れるアルミナ焼結体を提供することを主目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明のアルミナ焼結体は、Ｘ線を照射したときの２θ＝２０°～７０°の範囲におけるＸ線回折プロファイルを用いてロットゲーリング法により求めたｃ面配向度が５％以上かつロッキングカーブ測定におけるＸＲＣ半値幅が１５．０°以下であり、Ｄ－ＳＩＭＳ（ダイナミック二次イオン質量分析）で測定したときのＦ含有量が０．９９質量ｐｐｍ未満であり、結晶粒径が１５～２００μｍであり、縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍの視野を倍率２０００倍で撮影した写真を目視したときの直径０．１μｍ以上の気孔の数が１００個以下のものである。本発明のアルミナ焼結体は、配向度が十分高くなくても、直線透過率が高く、透明性に優れる。このように優れた透明性が得られた理由は定かではないが、ｃ面配向度、ＸＲＣ半値幅、Ｆ含有量、結晶粒径及び直径０．１μｍ以上の気孔の数がそれぞれ適正な値であったことが複合的に寄与した結果であろうと考えられる。

[0007] 本発明の光学素子用下地基板は、上述した本発明のアルミナ焼結体からなる基板である。光学素子としては、例えばＬＥＤ、ＬＤ、太陽電池、センサ、フォトダイオード、光学部材、窓材等が挙げられる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]チルト角の説明図。

[図2]板状アルミナ粒子の模式図で、（ａ）は平面図、（ｂ）は正面図。

[図3]ＴＧＧ法でアルミナ焼結体を作製する工程の模式図。

[図4]発光素子１０の概略断面図。

[図5]横型発光素子２０の概略断面図。

[図6]縦型発光素子３０の製造工程を示す概略断面図。

[図7]ロッキングカーブ測定の説明図。

[図8]アルミナ焼結体の研磨された断面の高倍率写真。

発明を実施するための形態

[0009] 本発明のアルミナ焼結体は、Ｘ線を照射したときの２θ＝２０°～７０°

の範囲におけるＸ線回折プロファイルを用いてロットゲーリング法により求めたｃ面配向度が５％以上かつロッキングカーブ測定におけるＸＲＣ半値幅が１５．０°以下であり、Ｄ－ＳＩＭＳで測定したときのＦ含有量が０．９９質量ｐｐｍ未満であり、結晶粒径が１５～２００μｍであり、縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍの視野を倍率２０００倍で撮影した写真を目視したときの直径０．１μｍ以上の気孔の数が１００個以下のものである。

[0010] ｃ面配向度は、ＸＲＤ装置（例えばリガク製、ＲＩＮＴ－ＴＴＲ ＩＩＩ）を用いてアルミナ焼結体の所定の断面（例えばｃ面に平行な断面）を平滑に研磨加工した後、その面に対してＸ線を照射したときの２θ＝２０°～７０°の範囲におけるＸ線回折プロファイルを用いて、以下の式により算出する。ｃ面とはアルミナの（００６）面である。式中、Ｐは本発明のアルミナ焼結体のＸＲＤから得られた値であり、P_0は標準α－アルミナ（ＪＣＰＤＳカードＮｏ．４６－１２１２）から算出された値である。本発明のアルミナ焼結体は、ｃ面配向度が５％以上のアルミナ焼結体である。ｃ面配向度は５％以上であればよく、好ましくは１０％以上、より好ましくは２０％以上、より好ましくは６０％以上、より好ましくは８０％以上、更に好ましくは９０％以上、特に好ましくは９６％以上である。

[0011] 尚、ＪＣＰＤＳカードＮｏ．４６－１２１２に示される通り、ｃ面であるアルミナ（００６）面の回折強度は他の指数面強度と比較して小さいため、ある程度配向していてもロットゲーリング法で求まるｃ面配向度は小さくなりやすい。したがってｃ面配向度５％は相当配向した状態を表している。例えば公知の論文（Journal of the Ceramics Society of Japan, pp198-202(2011)）には、ロットゲーリング法で求めたアルミナ成形体のｃ面配向度は、実際の配向度（配向粒子の割合）より著しく低いことが記載されている。この論文の表２によると、アルミナ成形体のロットゲーリング法のｃ面配向度が２．４％のとき、複屈折の測定より算出したｃ面配向粒子の割合は６９％に相当するとしている。したがって、本発明のアルミナ焼結体のロットゲーリング法ｃ面配向度が５％の場合、少なくとも７０％以上の焼結粒子がｃ面

に配向していると考えられる。

[0012] [数1]

$$c\text{面配向度}[\%]=\frac{p-p_0}{1-p_0}\times 100$$

$$p_0=\frac{I_0(006)}{\sum I_0(hkl)}$$

$$p=\frac{I_s(006)}{\sum I_s(hkl)}$$

[0013] ＸＲＣ半値幅は、アルミナ基板の表面をＸ線ロッキングカーブ法（オメガスキャン）で測定したＸ線ロッキングカーブの半値幅（ＸＲＣ・ＦＷＨＭ）である。ＸＲＣ・ＦＷＨＭは、アルミナ焼結体の配向軸（例えばｃ軸）と各アルミナ粒子の結晶軸の傾斜（チルト角）を評価するための指標であり、本発明者らは、このチルト角が小さくなることで、透明性が向上することを見出した。図１にチルト角の模式的な説明図を示す。チルト角は透明性の観点では小さい方が好ましい。ＸＲＣ・ＦＷＨＭは、１５．０°以下であればよく、好ましくは１０．０°以下、より好ましくは８．０°以下、より好ましくは５．０°以下、更に好ましくは３．２°以下、特に好ましくは２．６°以下、一層好ましくは１．０°以下である。

[0014] Ｄ－ＳＩＭＳで測定したときのＦの含有量は、０．９９質量ｐｐｍ未満が好ましく、０．９０質量ｐｐｍ以下が好ましく、検出限界（０．１質量ｐｐｍ）以下がより好ましい。Ｍｇの含有量は、ＩＣＰ（誘導結合プラズマ）発光分析で測定する。Ｍｇの含有量は、５０００質量ｐｐｍ以下が好ましく、３０００質量ｐｐｍ以下がより好ましく、１０００質量ｐｐｍ以下が更に好ましく、５００質量ｐｐｍ以下が特に好ましく、３５０ｐｐｍ以下が一層好ましい。また、Ｍｇの含有量は２０質量ｐｐｍ以上が好ましい。Ｍｇの添加形態としては、ＭｇＯやMgF_2、$MgNO_3$などが挙げられる。Ａｌ，Ｏ，Ｍｇ，Ｃ，Ｆ以外の不純物元素の含有量は、各１０質量ｐｐｍ以下であることが好ましい。Ｃについては１００質量ｐｐｍ以下であることが好ましく、７

０質量ｐｐｍ以下であることがより好ましく、５０質量ｐｐｍであることが更に好ましい。これらの含有量は、例えば、Ｃ，Ｓについては燃焼（高周波加熱）－赤外線吸収法、Ｎについては不活性ガス融解－熱伝導度法、Ｈについては不活性ガス融解－非分散型赤外線吸収法、それ以外の元素（主にＳｉ，Ｆｅ，Ｔｉ，Ｎａ，Ｃａ，Ｋ，Ｐ，Ｖ，Ｃｒ，Ｍｎ，Ｃｏ，Ｎｉ，Ｃｕ，Ｚｎ，Ｙ，Ｚｒ，Ｐｂ，Ｂｉ，Ｌｉ，Ｂｅ，Ｂ，Ｃｌ，Ｓｃ，Ｇａ，Ｇｅ，Ａｓ，Ｓｅ，Ｂｒ，Ｒｂ，Ｓｒ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｒｕ，Ｒｈ，Ｐｄ，Ａｇ，Ｃｄ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｓｂ，Ｔｅ，Ｃｓ，Ｂａ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗ，Ｉｒ，Ｐｔ，Ａｕ，Ｈｇ，Ｌａ，Ｃｅ，Ｐｒ，Ｎｄ，Ｓｍ，Ｅｕ，Ｇｄ，Ｔｂ，Ｄｙ，Ｈｏ，Ｅｒ，Ｔｍ，Ｙｂ，Ｌｕ）についてはＩＣＰ発光分析で測定することができる。

[0015] 結晶粒径は、焼結粒径の平均値である。結晶粒径は、アルミナ焼結体の所定の断面（例えばｃ面に平行な断面）を鏡面研磨した面にサーマルエッチング処理を施したあとその面の画像を撮影し、得られた画像において矩形の視野範囲を設定し、矩形の視野範囲に２本の対角線を引いたときに対角線が交わる全ての粒子に対し、粒子の内側の線分の長さを求め、それを平均した値に１．５を乗じた値とした。結晶粒径は、１５～２００μｍであればよく、好ましくは２０～２００μｍ、より好ましくは２５～１００μｍ、より好ましくは４０～１００μｍ、更に好ましくは４５～９５μｍである。

[0016] 直径０．１μｍ以上の気孔の数は、以下のようにしてカウントする。すなわち、本発明のアルミナ焼結体の任意の断面をイオンミリングによって研磨したあと、その研磨した断面を走査型電子顕微鏡にて倍率２０００倍に拡大し、縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍの視野における直径０．１μｍ以上の気孔の数を目視してカウントする。イオンミリングによって研磨するのは、断面から脱粒が生じないからである。なお、イオンミリングを用いる研磨装置としては、例えば、日本電子製のクロスセクションポリッシャが挙げられる。倍率２０００倍に拡大した写真では気孔は黒点として現れるため、直径０．１μｍ以上の気孔サイズであれば目視で十分認識することがで

きる。こうした気孔の数は、１００個以下であればよく、好ましくは５０個以下、より好ましくは３５個以下、更に好ましくは１５個以下、特に好ましくは８個以下である。

[0017] 本発明のアルミナ焼結体は、該アルミナ焼結体から取り出した厚み０．５ｍｍの試料の波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率が高い値（例えば５０％以上）になる。直線透過率は、分光光度計（例えばＰｅｒｋｉｎＥｌｍｅｒ製、Ｌａｍｂｄａ９００）を用いて測定することができる。なお、試料の厚みを他の厚みに換算する場合には、以下の換算式を利用すればよい。この式は、Scripta Materialia vol.69, pp362-365(2013)から引用した。式中、Ｔ１は直線透過率の実測値、Ｔ２は換算後の直線透過率、ｔ１は厚みの実測値、ｔ２は換算後の厚み、Ｒは材料由来の表面反射（アルミナの場合０．１４）である。この直線透過率は５５％以上が好ましく、６０％以上がより好ましく、７０％以上が更に好ましい。

T2=(1-R)(T1/(1-R))^(t2/t1)

[0018] 本発明のアルミナ焼結体において、ｃ面配向度が５％以上かつＸＲＣ半値幅が１５．０°以下であり、Ｆ含有量が検出限界以下（０．１質量ｐｐｍ以下）であり、結晶粒径が２０～２００μｍであり、気孔の数が５０個以下の場合、より透明性が増すため好ましい。すなわち、こうしたアルミナ焼結体から厚み０．５ｍｍの試料を取り出して波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率を測定すると、測定値は５５％以上になる。

[0019] 本発明のアルミナ焼結体において、ｃ面配向度が６０％以上かつＸＲＣ半値幅が５．０°以下であり、Ｆ含有量が検出限界以下であり、結晶粒径が４０～９５μｍであり、気孔の数が３５個以下の場合、より透明性が増すため好ましい。すなわち、こうしたアルミナ焼結体から厚み０．５ｍｍの試料を取り出して波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率を測定すると、測定値は６０％以上になる。

[0020] 本発明のアルミナ焼結体において、ｃ面配向度が６０％以上かつＸＲＣ半値幅が５．０°以下であり、Ｆ含有量が検出限界以下であり、結晶粒径が４

５～９５μｍであり、気孔の数が２０個以下の場合、一層透明性が増すため好ましい。すなわち、こうしたアルミナ焼結体から厚み０．５ｍｍの試料を取り出して波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率を測定すると、測定値は７０％以上になる。

[0021] 本発明のアルミナ焼結体において、ｃ面配向度が９６％以上かつＸＲＣ半値幅が２．６°以下であり、Ｆ含有量が検出限界以下であり、結晶粒径が４５～９５μｍであり、気孔の数が２個以下の場合、より一層透明性が増すため好ましい。

[0022] 本発明のアルミナ焼結体は、膜を形成するための下地基板として利用可能であり、例えば、ＧａＮ，ＺｎＯ，ＡｌＮ，ＳｉＣ，ＩｎＮなどを成膜するための下地基板として利用可能である。本発明のアルミナ焼結体は、成膜する前に表面を研磨することが好ましい。こうすれば、表面の凹凸がなくなるため、成膜しやすいし膜に欠陥が生じにくい。

[0023] 本発明のアルミナ焼結体は、例えば、アスペクト比が３以上の板状アルミナ粉末と平均粒径が板状アルミナ粉末よりも小さい微細アルミナ粉末とを含むアルミナ原料粉末を、板状アルミナ粉末と微細アルミナ粉末との混合割合が質量比でＴ：（１００－Ｔ）としたときにＴが０．００１以上、１未満となるように調製し、そのアルミナ原料粉末を含む成形用原料を成形して成形体にし、その成形体を焼成することにより製造することができる。

[0024] 板状アルミナ粉末のアスペクト比は、平均粒径／平均厚さである。ここで、平均粒径は、粒子板面の長軸長の平均値、平均厚さは、粒子の短軸長の平均値である。これらの値は、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）で板状アルミナ粉末中の任意の粒子１００個を観察して決定する。図２は、板状アルミナ粒子の模式図であり、（ａ）は平面図、（ｂ）は正面図である。板状アルミナ粒子は、平面視したときの形状が略六角形状であり、その粒径は図２（ａ）に示したとおりであり、厚みは図２（ｂ）に示したとおりである。アスペクト比が３以上の板状アルミナ粉末を含むアルミナ原料粉末を使用することにより、最終的に得られるアルミナ焼結体の配向度が高くなる。板状アルミナ粉

末の平均粒径は、高配向化の観点からは大きい方が好ましく、１．５μｍ以上が好ましく、５μｍ以上がより好ましく、１０μｍ以上が更に好ましく、１５μｍ以上が特に好ましい。但し、緻密化の観点からは小さい方が好ましく、３０μｍ以下が好ましい。こうしたことから、高配向と緻密化を両立するには平均粒径が１．５μｍ～２０μｍであることが好ましい。

[0025] 成形前の混合粉末のＦの含有量は、焼成後のアルミナ焼結体に含まれるＦの含有量が０．９９質量ｐｐｍ未満となるように設定することが好ましく、０．９０質量ｐｐｍ以下となるように設定することがより好ましく、実質的にゼロ（検出限界以下）にすることが更に好ましい。板状アルミナ粉末と微細アルミナ粉末を含む混合粉末を成形することにより、成形時（テープ成形、押出成形、鋳込み成形、射出成形、一軸プレス成形等）に板状粒子が配向しやすくなる。また、焼成時に、板状アルミナ粉末が種結晶（テンプレート）となり、微細アルミナ粉末がマトリックスとなって、テンプレートがマトリックスを取り込みながらホモエピタキシャル成長する。こうした製法は、ＴＧＧ（Ｔｅｍｐｌａｔｅｄ　Ｇｒａｉｎ　Ｇｒｏｗｔｈ）法と呼ばれる。ＴＧＧ法でアルミナ焼結体を作製する工程の模式図を図３に示す。ＴＧＧ法では、板状アルミナ粉末と微細アルミナ粉末の粒径や混合比によって、得られるアルミナ焼結体の微細構造を制御することができ、板状アルミナ粉末単体を焼成する場合に比べて緻密化しやすく、配向度が向上しやすい。

[0026] 成形体を焼成する際の焼成温度（最高到達温度）は１８００℃以上が好ましく、１８５０℃以上がより好ましく、１８５０～２０５０℃がより好ましく、１９００～２０００℃が更に好ましい。また、焼成方法は、加圧焼成が好ましい。加圧焼成としては、例えばホットプレス焼成やＨＩＰ焼成、プラズマ放電焼成（ＳＰＳ）などが挙げられる。なお、加圧焼成前に常圧予備焼成を行ってもよい。ＨＩＰ焼成を行うときにはカプセル法を用いることもできる。ホットプレス焼成の場合の圧力は、５０ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上が好ましく、２００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上がより好ましい。ＨＩＰ焼成の場合の圧力は、１０００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上が好ましく、２０００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上がより好ま

しい。焼成雰囲気は特に限定はないが、大気、窒素、Ａｒ等の不活性ガス、真空雰囲気下のいずれかが好ましく、窒素、Ａｒ雰囲気下が特に好ましく、窒素雰囲気が最も好ましい。窒素雰囲気が良い理由は定かではないが、高い透明性が得られる。焼成中の最高到達温度からの降温時において、直ちに除圧してもよいが、所定温度（１０００～１４００℃（好ましくは１１００～１３００℃）の範囲で設定された温度）まで５０ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上のプレス圧を印加し、その後除圧してもよい。

[0027] 本発明の光学素子用下地基板は、上述した本発明のアルミナ焼結体からなる基板である。光学素子としては、発光素子や受光素子が挙げられる。例えば、本発明の光学素子用下地基板にＧａＮ層を成膜することで、サファイアを下地基板に用いた場合に比べて大型で安価なＬＥＤ等の発光基板として用いることができる。本発明の光学素子用下地基板は、透明なためレーザーリフトオフによる基板剥離が可能となる。また、下地基板を剥離しない場合には、下地基板側からも光を取り出すことができる。なお、ＧａＮ層のほかにＺｎＯ層，ＡｌＮ層，ＩｎＮ層なども形成することができる。

[0028] 本発明の光学素子用下地基板を発光素子に利用した例を以下に示す。発光素子１０は、図４に示すように、下地基板１２と、下地基板１２上に形成された発光機能層１４とを備えている。発光機能層１４は、電圧を印加することによりＬＥＤの発光原理に基づき発光するものであり、ここでは下地基板１２に近い側からｎ型層１４ｃ、活性層１４ｂ、ｐ型層１４ａの順に積層されている。この発光機能層１４は、ＧａＮ系材料、ＺｎＯ系材料、ＡｌＮ系材料などで作製されている。

[0029] 横型発光素子２０は、図５に示すように、発光素子１０のうち発光機能層１４の外周部にｎ型層１４ｃの表面が段差面となるように形成され、ｎ型層１４ｃの段差面にカソード電極２２が取り付けられ、ｐ型層１４ａの表面に透光性アノード電極２４を介してアノード電極パッド２５が設けられたものである。この横型発光素子２０によれば、発光機能層１４の法線方向だけでなく、水平方向にも電流が流れる。

[0030] 縦型発光素子３０は、図６の下段に示すように、発光機能層１４のｎ型層１４ｃの表面にカソード電極３４、ｐ型層１４ａの表面にアノード電極３２を介して実装基板１６が取り付けられたものである。この縦型発光素子３０は、発光素子１０（図６の上段）のｐ型層１４ａの表面にアノード電極３２を形成し、実装基板１６にアノード電極３２を接合し（図６の中段）、下地基板１２をレーザーリフトオフ法で除去し、露出したｎ型層１４ｃの表面にカソード電極３４を形成することにより作製される。この縦型発光素子３０によれば、発光機能層１４の法線方向に電流が流れる。このようにレーザーリフトオフ法が利用できるのは、下地基板１２の直線透過率が大きく透光性が高いからである。また、本発明の透明アルミナ焼結体は、光学素子用下地基板や光学素子以外にも、エピタキシャル成長用基板、静電チャックなどに用いることができる。

実施例

[0031] ［実験例１］

１．アルミナ焼結体の作製

（１）粉末混合、テープ成形

市販の板状アルミナ粉末（ＹＦＡ１００３０、キンセイマテック製、平均粒径１０μｍ、平均厚み０．３５μｍ、アスペクト比２９）０．９質量部と、微細なアルミナ粉末（ＴＭ－ＤＡＲ、平均粒径０．１μｍ、大明化学製）９９．１質量部とを混合し、混合アルミナ粉末とした。板状アルミナ粉末と微細なアルミナ粉末との質量比をＴ：（１００－Ｔ）で表すとＴ＝０．９である。この混合アルミナ粉末１００質量部に対し、酸化マグネシウム（５００Ａ、宇部マテリアルズ製）０．０１２５質量部（１２５質量ｐｐｍ）と、バインダーとしてポリビニルブチラール（品番ＢＭ－２、積水化学工業製）７．８質量部と、可塑剤としてジ（２－エチルヘキシル）フタレート（黒金化成製）３．９質量部と、分散剤としてトリオレイン酸ソルビタン（レオドールＳＰ－Ｏ３０、花王製）２質量部と、分散媒として２－エチルヘキサノールとを加えて混合した。分散媒の量は、スラリー粘度が２００００ｃＰと

なるように調整した。このようにして調製されたスラリーを、ドクターブレード法によってＰＥＴフィルムの上に乾燥後の厚さが２０μｍとなるようにシート状に成形した。得られたテープを直径５０．８ｍｍ（２インチ）の円形に切断した後１５０枚積層し、厚さ１０ｍｍのＡｌ板の上に載置した後、パッケージに入れて内部を真空にすることで真空パックとした。この真空パックを８５℃の温水中で１００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}の圧力にて静水圧プレスを行い、円板状の成形体を得た。

[0032] （２）焼成

得られた成形体を脱脂炉中に配置し、６００℃で１０時間の条件で脱脂を行った。得られた脱脂体を黒鉛製の型を用い、ホットプレスにて窒素中、焼成温度（最高到達温度）１９７５℃で４時間、面圧２００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}の条件で焼成し、アルミナ焼結体を得た。なお、焼成温度から降温する際に１２００℃までプレス圧を維持し、１２００℃未満の温度域ではプレス圧をゼロに開放した。

[0033] （３）表面研磨

得られたアルミナ焼結体の板面に対しダイヤモンド砥粒を用いて表裏両面を鏡面研磨して厚さ０．５ｍｍとし、研磨した焼結体（試料）をアセトン、エタノール、イオン交換水の順でそれぞれ１０分間洗浄し、ｃ面配向度、直線透過率、密度（気孔有無観察）用の試料を得た。

[0034] ２．アルミナ焼結体の特性

（１）ｃ面配向度の算出

得られたアルミナ焼結体の配向度を確認するため、ＸＲＤによりｃ面配向度を測定した。鏡面研磨後のアルミナ焼結体に対し、その研磨面に対してＸＲＤ装置（リガク製、ＲＩＮＴ－ＴＴＲ　ＩＩＩ）を用いてＸ線を照射したときの２θ＝２０～７０°の範囲でＸＲＤプロファイルを測定した。具体的には、ＣｕＫα線を用いて電圧５０ｋＶ、電流３００ｍＡという条件で測定した。ｃ面配向度は、ロットゲーリング法によって算出した。具体的には、前出の式により算出した。実験例１のアルミナ焼結体のｃ面配向度は１００

％であった。

[0035]（２）ロッキングカーブ測定

アルミナ焼結体の板面（ｃ面配向度測定と同じ面）に対し、図７のようにＸ線源と検出器を連動させてスキャンし、得られたカーブの半値幅（ＸＲＣ・ＦＷＨＭ）を測定した。このように２θ（検出器と入射Ｘ線とのなす角度）の値をその回折ピーク位置に固定し、ω（試料基板面と入射Ｘ線とのなす角度）のみ走査する測定方法をロッキングカーブ測定とよぶ。装置はリガク製、ＲＩＮＴ－ＴＴＲ　ＩＩＩを用い、ＣｕＫα線を用いて電圧５０ｋＶ、電流３００ｍＡという条件でωの走査範囲を３．８°～３８．８°とした。実験例１のアルミナ焼結体のＸＲＣ・ＦＷＨＭは３．２°であった。

[0036]（３）純度

（３－１）Ｆの定量分析

鏡面研磨後のアルミナ焼結体をＤ－ＳＩＭＳ（ＣＡＭＥＣＡ製ＩＭＳ－６ｆ）にて分析した。測定条件は下記のとおりとした。

・一次イオン種：Cs^+

・一次イオン加速エネルギー：１４～１５ｅＶ

・二次イオン極性：Ｎｅｇａｔｉｖｅ

・電荷補償：Ｅ－ｇｕｎ

・スパッタサイクル：１００～５００サイクル

２００－３００スパッタサイクル間の平均値をＦ量として用いた。定量分析の際は分析試料と同組成（ＡｌＯ）の濃度既知の標準試料を分析試料と同条件で測定し、相対感度係数を求めて定量を行った。その結果、焼結体中のＦ量は検出限界（０．１質量ｐｐｍ）以下であった。

（３－２）Ｍｇの定量分析

アルミナ焼結体を純度９９．９％のアルミナ乳鉢で粉砕した後、ＪＩＳＲ１６４９に準拠した加圧硫酸分解法にて板状アルミナ粉末を溶解し、ＩＣＰ（誘導結合プラズマ）発光分析装置（日立ハイテクサイエンス製　ＰＳ３５２０ＵＶ－ＤＤ）にて定量分析した。実験例１のアルミナ焼結体のＭｇ量は

６４質量ｐｐｍ検出された。

（３－３）その他の元素の定量分析

Ｃ，Ｓ：炭素・硫黄分析装置（ＬＥＣＯ製　ＣＳ８４４）を用いて燃焼（高周波加熱）－赤外線吸収法にて分析した。

Ｎ：酸素・窒素分析装置（堀場製作所製　ＥＭＧＡ－６５０Ｗ）を用いて、不活性ガス融解－熱伝導度法にて分析した。

Ｈ：水素分析装置（堀場製作所製　ＥＭＧＡ－９２１）にて不活性ガス融解－非分散型赤外線吸収法にて分析した。

上記以外の不純物元素（主にＳｉ，Ｆｅ，Ｔｉ，Ｎａ，Ｃａ，Ｍｇ，Ｋ，Ｐ，Ｖ，Ｃｒ，Ｍｎ，Ｃｏ，Ｎｉ，Ｃｕ，Ｚｎ，Ｙ，Ｚｒ，Ｐｂ，Ｂｉ，Ｌｉ，Ｂｅ，Ｂ，Ｃｌ，Ｓｃ，Ｇａ，Ｇｅ，Ａｓ，Ｓｅ，Ｂｒ，Ｒｂ，Ｓｒ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｒｕ，Ｒｈ，Ｐｄ，Ａｇ，Ｃｄ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｓｂ，Ｔｅ，Ｃｓ，Ｂａ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗ，Ｉｒ，Ｐｔ，Ａｕ，Ｈｇ，Ｌａ，Ｃｅ，Ｐｒ，Ｎｄ，Ｓｍ，Ｅｕ，Ｇｄ，Ｔｂ，Ｄｙ，Ｈｏ，Ｅｒ，Ｔｍ，Ｙｂ，Ｌｕ）：ＪＩＳＲ１６４９に準拠した加圧硫酸分解法にて板状アルミナ粉末を溶解し、ＩＣＰ（誘導結合プラズマ）発光分析装置（日立ハイテクサイエンス製　ＰＳ３５２０ＵＶ－ＤＤ）にて分析した。

[0037] （４）気孔

得られたアルミナ焼結体の任意の断面をダイヤモンド砥粒を用いて予備研磨した後、クロスセクションポリッシャ（ＣＰ）（日本電子製、ＩＢ－０９０１０ＣＰ）で研磨した。ＣＰはイオンミリングの範疇に属する。ＣＰを用いたのは、研磨面に脱粒が生じないからである。得られた断面を走査型電子顕微鏡（日本電子製、ＪＳＭ－６３９０）にて撮影した。観察する倍率は、具体的には、縦４７．５３μｍ×横５０．２６μｍの視野を倍率２０００倍で撮影した写真を、縦１５枚分、横１５枚分連続的な写真（縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍ）となるように並べ、目視により直径０．１μｍ以上の気孔数をカウントした。図８の写真のように、気孔と気孔でない部分とは、明暗がはっきりしているため目視で容易に区別することができる。実

験例１のアルミナ焼結体で確認された気孔数は３３個であった。なお、気孔の直径は、気孔の外周上の２定点の距離が最大となる長さとした。

[0038] （５）結晶粒径

鏡面研磨後のアルミナ焼結体を、純度９９．５質量％の高純度アルミナ製のさや（容積７５０ｃｍ^3）に入れ、大気中で１５５０℃で４５分間、サーマルエッチング処理を行った。本サーマルエッチング処理を行うことにより、粒内部と粒界部でエッチングレートが異なるために粒界を鮮明に観察できるようになる。そのサーマルエッチング処理を行った面の画像を走査型電子顕微鏡（日本電子製、ＪＳＭ－６３９０）にて撮影した。視野範囲は、次のようにして設定した。すなわち、得られた画像上に長方形を配置してその対角線を引いた場合に、いずれの対角線も１０個から３０個の粒子と交わるように長方形のサイズを設定し、その長方形を視野範囲に設定した。そして、その長方形の２本の対角線と交わる全ての粒子に対し、個々の粒子の内側の線分の長さを平均したものに１．５を乗じた値を板面の平均粒径とした。実験例１のアルミナ焼結体の平均粒径（結晶粒径）は４４μｍであった。

[0039] （６）直線透過率

得られたアルミナ焼結体を、１０ｍｍ×１０ｍｍの大きさに切り出し、φ６８ｍｍの金属製定盤の最外周部に９０°おきに４個固定し、ＳｉＣ研磨紙上で、金属製定盤と研磨治具の荷重のみ（合わせて１３１４ｇ）をかけた状態で＃８００で１０分、＃１２００で５分ラップ研磨（予備研磨）した。その後、セラミック定盤上でダイヤモンド砥粒を用いたラップ研磨を行った。ラップ研磨は、砥粒サイズ１μｍで３０分、その後、砥粒サイズ０．５μｍで２時間行った。研磨後の１０ｍｍ×１０ｍｍ×０．５ｍｍ厚の試料をアセトン、エタノール、イオン交換水の順でそれぞれ３分間洗浄した後、分光光度計（Ｐｅｒｋｉｎ　Ｅｌｍｅｒ製、Ｌａｍｂｄａ９００）を用いて波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率を測定した。実験例１のアルミナ焼結体の波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率は６０．４％以上であった。

[0040] 以上の実験例１のアルミナ焼結体の製造条件及び特性を表１にまとめた。なお、表１の直線透過率の欄には、波長３００～１０００ｎｍにおける直線透過率の最小値を記載した。

[0041] [表1]

実験例	アルミナ焼結体の製造条件*1									アルミナ焼結体の特性						
	板状粒子	T*2	MgO添加量（質量ppm）	焼成方法	プレス圧（kg/cm²）	焼成温度（℃）	キープ時間（h）	プレス開放温度（℃）	c面配向度（%）	XRC・FWHM（°）	F含有量（質量ppm）	Mg含有量（質量ppm）	不純物量（質量ppm）	気孔数	焼結体の平均粒径（μm）	直線透過率（%）
1	YFA10030	0.9	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	100.0	3.2	ND*3	64	P:14	33	44	60.4
2	YFA10030	0.9	125	ホットプレス	200	1900	4	1200	99.8	3.5	ND*3	65	P:21	42	26	57.9
3	YFA10030	0.9	125	ホットプレス	200	1850	4	1200	99.1	4.2	ND*3	65	P:24 Na:10	69	21	54.1
4	YFA10030	0.7	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	100.0	2.7	ND*3	64	P:11	28	48	64.6
5	YFA10030	0.35	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	100.0	2.4	ND*3	65	検出限界以下	20	51	72.8
6	YFA10030	0.1	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	100.0	2.6	ND*3	63	検出限界以下	13	47	77.2
7	YFA10030	0.05	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	99.7	2.6	ND*3	62	検出限界以下	9	76	73.2
8	YFA10030	0.05	125	HIP	1886	1975	2	1200	99.6	2.5	ND*3	63	検出限界以下	5	92	77.9
9	YFA10030	0.03	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	96.2	2.6	ND*3	64	検出限界以下	6	75	78.6
10	YFA10030	0.01	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	61.4	2.8	ND*3	65	検出限界以下	4	67	71.2
11	YFA10030	0.001	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	12.6	2.9	ND*3	66	検出限界以下	3	96	59.3
12	YFA10030	0.0005	125	ホットプレス	200	1975	4	1200	1.2	4.3	ND*3	67	検出限界以下	2	55	44.2
13	YFA10030	2	125	ホットプレス	200	1800	4	1200	100.0	4.1	ND*3	65	P:46 Na:19	112	24	27.2
14	内製	0.15	500	ホットプレス	200	1850	4	1200	95.4	13.8	ND*3	256	検出限界以下	14	82	59.5
15	YFA10030	0.9	125	ホットプレス	200	1800	4	1200	98.4	7.8	ND*3	65	P:79 Na:33	92	19	51.0
16	YFA10030	0.05	125	ホットプレス	200	1900	4	1200	99.1	4.9	ND*3	65	検出限界以下	12	71	70.5
17	YFA00610	0.9	500	ホットプレス	200	1900	4	1200	98.2	9.6	ND*3	255	Si:60	21	35	59.4
18	YFA00610	0.9	250	ホットプレス	200	1800	4	1200	91.5	11.7	ND*3	127	Si:60	39	26	58.2
19	内製	0.001	500	ホットプレス	200	1975	4	1200	5.5	4.8	ND*3	256	検出限界以下	2	178	59.4
20	内製	1	500	ホットプレス	200	1800	4	1200	91.5	15.9	ND*3	257	検出限界以下	16	64	28.5
21	内製	0.0005	500	ホットプレス	200	1975	4	1200	1.4	6.2	ND*3	258	検出限界以下	2	195	48.0
22	内製	0.0005	500	ホットプレス	200	2000	4	1200	5.9	4.6	ND*3	256	検出限界以下	2	211	49.0

*1:焼成雰囲気は窒素雰囲気とした。
*2:Tは混合アルミナ粉末中の板状アルミナ粉末の質量%を示す。
*3:NDは検出限界以下であることを示す。

[0042] ［実験例２～１３］

実験例２～１３は、実験例１に準じて、表１に示すアルミナ焼結体の製造

条件でアルミナ焼結体を作製した。具体的には、実験例２，３は、焼成温度をそれぞれ１９００℃，１８５０℃とした以外は、実験例１と同様にしてアルミナ焼結体を作製した。実験例４～７，９～１２は、Ｔ（混合アルミナ粉末中の板状アルミナ粉末の質量％）を表１に示す値とした以外は、実験例１と同様にしてアルミナ焼結体を作製した。実験例８は、焼成温度１９７５℃で２時間、面圧１８８６ｋｇｆ／ｃｍ^{2}の条件でＨＩＰ焼成してアルミナ焼結体を得た。ＨＩＰ焼成においては、１９７５℃のキープ終了後、１２００℃までは面圧１０００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上の高圧を保った状態で降温した。実験例１３は、Ｔを２とし焼成温度を１８００℃としたこと以外は、実験例１と同様にしてアルミナ焼結体を作製した。これらのアルミナ焼結体につき、上記２．（１）～（５）の特性を求めた。その結果を表１に示した。

[0043] ［実験例１４～２２］

実験例１４～２２では、実験例１に準じて、表１に示すアルミナ焼結体の製造条件でアルミナ焼結体を作製した。

[0044] 実験例１４、１９～２２では、下記に示す製造条件で板状アルミナ粉末を作製し、微細アルミナ粉末と混合して焼結体を作製した。高純度γ－アルミナ（ＴＭ－３００Ｄ、大明化学製）９６質量部と、高純度ＡｌＦ$_3$（関東化学製、鹿特級）４質量部と、種結晶として高純度α－アルミナ（ＴＭ－ＤＡＲ、大明化学製、Ｄ５０＝１μｍ）０．１７質量部とを、溶媒をＩＰＡ（イソプロピルアルコール）としてφ２ｍｍのアルミナボールを用いて５時間ポットミルで混合した。得られた混合粉末中のＦ，Ｈ，Ｃ，Ｓ以外の不純物元素の質量割合の合計は１０００ｐｐｍ以下であった。得られた混合原料粉末３００ｇを純度９９．５質量％の高純度アルミナ製のさや（容積７５０ｃｍ^3）に入れ、純度９９．５質量％の高純度アルミナ製の蓋をして電気炉内でエアフロー中、９００℃、３時間熱処理した。エアの流量は２５０００ｃｃ／ｍｉｎとした。熱処理後の粉末を大気中、１１５０℃で４０時間アニール処理した後、φ２ｍｍのアルミナボールを用いて４時間粉砕して平均粒径２μｍ、平均厚み０．２μｍ、アスペクト比１０の板状アルミナ粉末を得た。粒子

の平均粒径、平均厚みは、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）で板状アルミナ粉末中の任意の粒子１００個を観察して決定した。平均粒径は、粒子の長軸長の平均値、平均厚みは、粒子の短軸長の平均値、アスペクト比は平均粒径／平均厚みである。得られた板状アルミナ粉末は、α－アルミナであった。

[0045] 実験例１７，１８では、市販の板状アルミナ粉末（ＹＦＡ００６１０、キンセイマテック製、平均粒径０．６μｍ、平均厚み０．０６μｍ、アスペクト比１０）を使用して焼結体を作製した。これらのアルミナ焼結体につき、上記２．（１）～（５）の特性を求めた。その結果を表１に示した。

[0046] ［評価］

実験例１～１１，１４～１９のアルミナ焼結体は、いずれも、ｃ面配向度が５％以上、ＸＲＣ半値幅が１５．０°以下、Ｆ含有量が検出限界以下、結晶粒径が１５～２００μｍ、直径０．１μｍ以上の気孔の数が１００個以下であった。これらの実験例で得られたアルミナ焼結体の厚みを０．５ｍｍとしたときの波長３００ｎｍ～１０００ｎｍにおける直線透過率は５０％以上であり、直線透過性が高く、透明性に優れていた。このように優れた透明性が得られた理由は定かではないが、ｃ面配向度、ＸＲＣ半値幅、Ｆ含有量、結晶粒径及び直径０．１μｍ以上の気孔の数がそれぞれ適正な値であったことが複合的に寄与した結果であろうと考えられる。

[0047] また、実験例１，２，４～１１，１４，１６～１９は、ｃ面配向度が５％以上、ＸＲＣ半値幅が１５．０°以下、結晶粒径が２０～２００μｍ、直径０．１μｍ以上の気孔の数が５０個以下であった。これらの実験例で得られたアルミナ焼結体の厚みを０．５ｍｍとしたときの波長３００ｎｍ～１０００ｎｍにおける直線透過率は５５％以上であり、より透明性に優れていた。

[0048] 更に、実験例１，４～１０，１６は、ｃ面配向度が６０％以上、ＸＲＣ半値幅が５．０°以下、結晶粒径が４５～９５μｍ、直径０．１μｍ以上の気孔の数が３５個以下であった。これらの実験例で得られたアルミナ焼結体の厚みを０．５ｍｍとしたときの波長３００ｎｍ～１０００ｎｍにおける直線透過率は６０％以上であり、より一層透明性に優れていた。この中で、特に

実験例９のアルミナ焼結体は、この直線透過率が７８％以上であり、他と比べて飛び抜けて高かった。

[0049] 一方、実験例１２はｃ面配向度が１．２％（５％未満）と低く、実験例１３は気孔数が１１２個（１００個超）と多かったため、いずれも直線透過率が低かった。実験例２０はＸＲＣ半値幅が１５．９°（１５°超）と大きく、実験例２１はｃ面配向度が１．４％（５％未満）と低く、実験例２２は焼結体の平均粒径が２１１μｍ（２００μｍ超）と大きかったため、いずれも直線透過率が低かった。

[0050] なお、実験例１～１１，１４～１９が本発明の実施例に相当し、実験例１２，１３，２０～２２が比較例に相当する。本発明は、上述した実験例に何ら限定されることはなく、本発明の技術的範囲に属する限り種々の態様で実施し得ることはいうまでもない。

[0051] 本出願は、２０１５年９月３０日に出願された日本国特許出願第２０１５－１９３９４３号を優先権主張の基礎としており、引用によりその内容の全てが本明細書に含まれる。

産業上の利用可能性

[0052] 本発明は、例えばＬＥＤ、ＬＤ、太陽電池、センサ、フォトダイオード、光学部材、窓材等の光学素子に利用可能である。

符号の説明

[0053] １０　発光素子、１２　下地基板、１４　発光機能層、１４ａ　ｐ型層、１４ｂ　活性層、１４ｃ　ｎ型層、１６　実装基板、２０　横型発光素子、２２　カソード電極、２４　透光性アノード電極、２５　アノード電極パッド、３０　縦型発光素子、３２　アノード電極、３４　カソード電極。

請求の範囲

[請求項1] Ｘ線を照射したときの２θ＝２０°～７０°の範囲におけるＸ線回折プロファイルを用いてロットゲーリング法により求めたｃ面配向度が５％以上かつロッキングカーブ測定におけるＸＲＣ半値幅が１５．０°以下であり、

Ｄ－ＳＩＭＳで測定したときのＦ含有量が０．９９質量ｐｐｍ未満であり、

結晶粒径が１５～２００μｍであり、

縦７１２．９９μｍ×横７５３．９０μｍの視野を倍率２０００倍で撮影した写真を目視したときの直径０．１μｍ以上の気孔の数が１００個以下である、

アルミナ焼結体。

[請求項2] 前記Ｆ含有量が０．１質量ｐｐｍ以下である、

請求項１に記載のアルミナ焼結体。

[請求項3] 前記結晶粒径が２０～２００μｍである、

請求項１又は２に記載のアルミナ焼結体。

[請求項4] 前記気孔の数が５０個以下である、

請求項１～３のいずれか１項に記載のアルミナ焼結体。

[請求項5] 前記Ｆ含有量が０．１質量ｐｐｍ以下であり、

前記結晶粒径が２０～２００μｍであり、

前記気孔の数が５０個以下である、

請求項１に記載のアルミナ焼結体。

[請求項6] 前記ｃ面配向度が６０％以上かつ前記ＸＲＣ半値幅が５．０°以下であり、

前記結晶粒径が４０～９５μｍであり、

前記気孔の数が３５個以下である、

請求項５に記載のアルミナ焼結体。

[請求項7] 前記結晶粒径が４５～９５μｍであり、

前記気孔の数が２０個以下である、

請求項６に記載のアルミナ焼結体。

[請求項8] 前記ｃ面配向度が９６％以上かつ前記ＸＲＣ半値幅が２．６°以下であり、

前記気孔の数が１５個以下である、

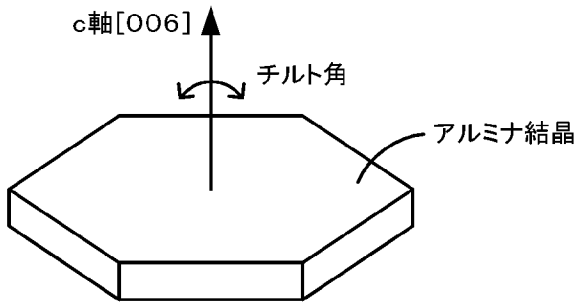
請求項７に記載のアルミナ焼結体。

[請求項9] ０．５ｍｍ厚の前記アルミナ焼結体の３００～１０００ｎｍにおける直線透過率が７８％以上である、

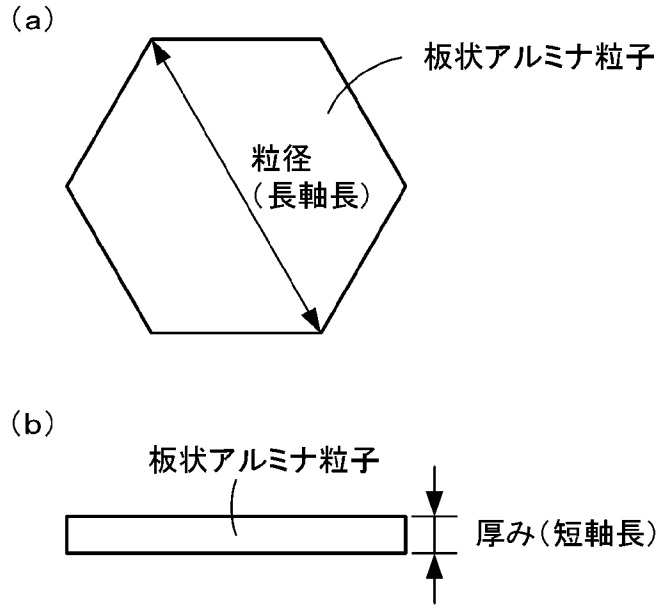
請求項１～８のいずれか１項に記載のアルミナ焼結体。

[請求項10] 請求項１～９のいずれか１項に記載のアルミナ焼結体からなる光学素子用下地基板。

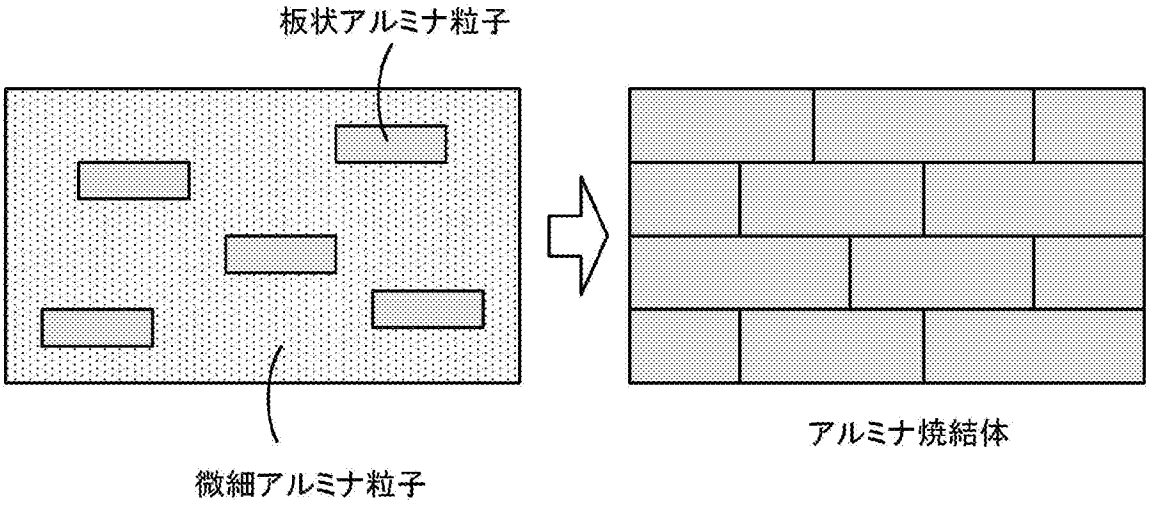
[図1]


c軸[006]
チルト角
アルミナ結晶

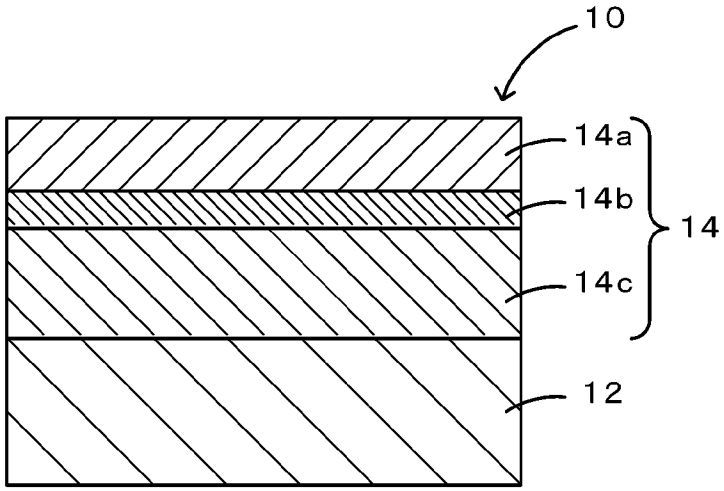
[図2]


(a)
板状アルミナ粒子
粒径
(長軸長)
(b)
板状アルミナ粒子
厚み(短軸長)

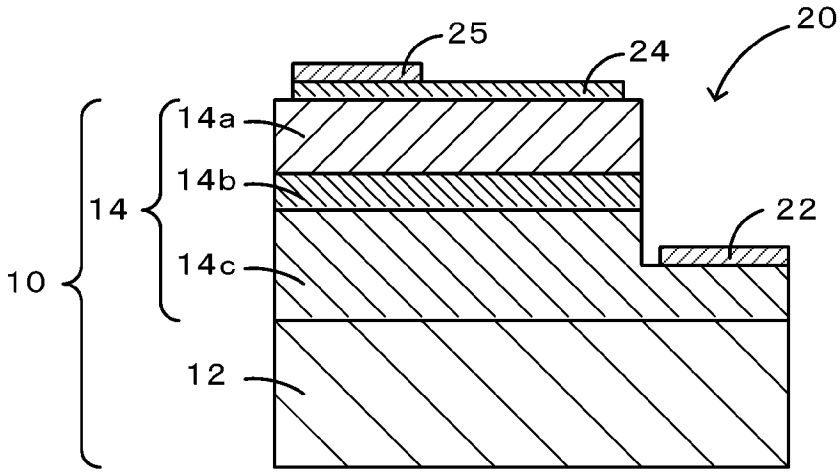
[図3]


板状アルミナ粒子
微細アルミナ粒子
アルミナ焼結体

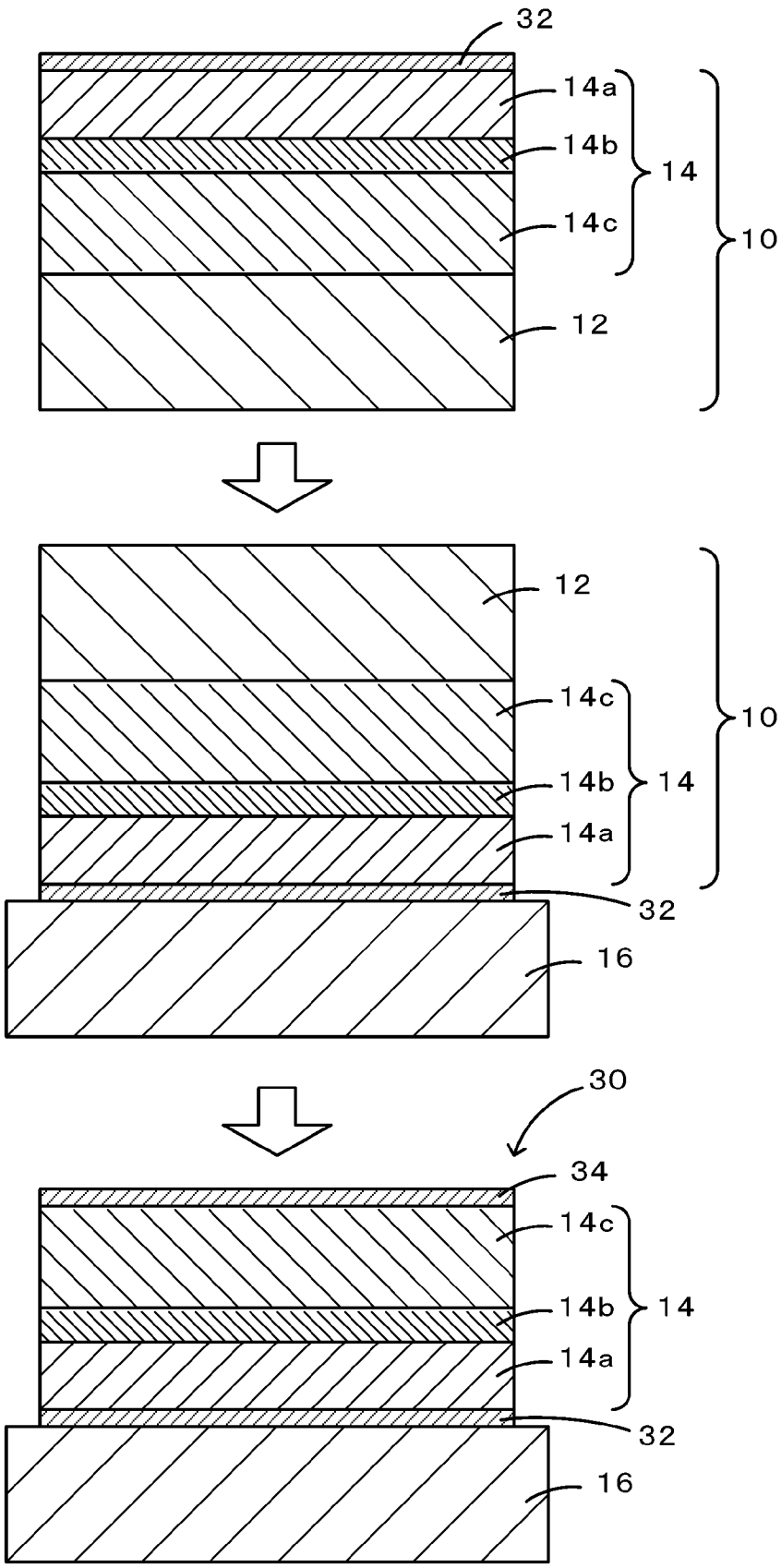
[図4]



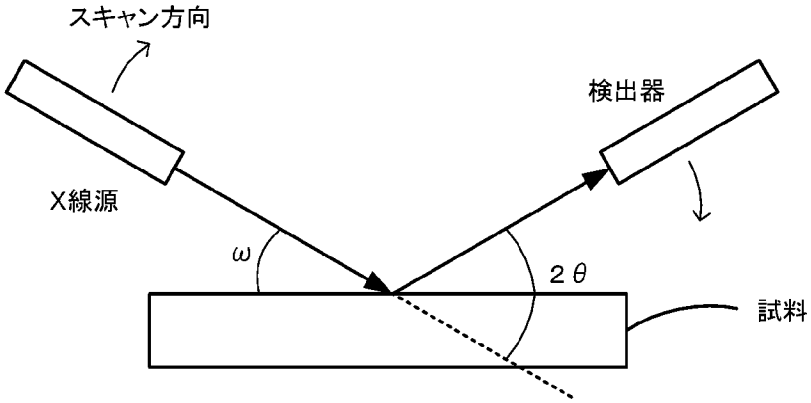
[図5]



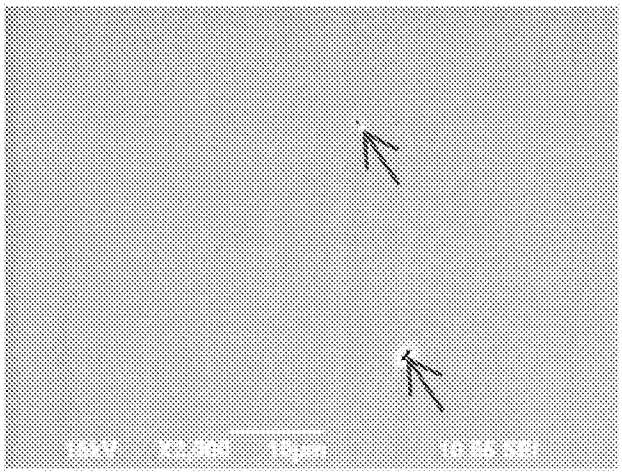
[図6]


32
14a
14b
14
14c
10
12
12
14c
10
14b
14
14a
32
16
30
34
14c
14b
14
14a
32
16

[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/078787

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C04B35/115(2006.01)i, *G02B1/02*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B35/115, G02B1/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2016 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus(JDreamIII), JST7580(JDreamIII), JSTChina(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2011-100717 A (NGK Insulators, Ltd.), 19 May 2011 (19.05.2011), claims 1, 2; paragraphs [0052], [0058], [0108]; table 2 & US 2011/0059839 A1 claims; paragraphs [0061], [0067]; examples; table 2 & EP 2305621 A2 & CN 102020455 A	1-9 10
Y	JP 5651278 B1 (NGK Insulators, Ltd.), 07 January 2015 (07.01.2015), claims; paragraph [0002] & US 2015/0179504 A1 claims; paragraph [0002] & WO 2014/157430 A1 & EP 2871668 A1 & KR 10-2014-0139138 A & CN 104412358 A	10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
02 November 2016 (02.11.16)	15 November 2016 (15.11.16)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/078787

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2011/0039685 A1 (SHANGHAI INSTITUE OF CERAMICS, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES), 17 February 2011 (17.02.2011), claims; examples & US 2012/0223449 A1 & WO 2009/082964 A1 & CN 101468915 A & CN 101918338 A	1-10

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１６／０７８７８７

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C04B35/115(2006.01)i, G02B1/02(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C04B35/115, G02B1/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１６年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus (JDreamIII), JST7580 (JDreamIII), JSTChina (JDreamIII)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X Y	JP 2011-100717 A（日本碍子株式会社）2011.05.19, ［請求項１］、［請求項２］、［００５２］、［００５８］、［０１０８］、表２ & US 2011/0059839 A1, Claims, [0061], [0067], EXAMPLES, TABLE 2 & EP 2305621 A2 & CN 102020455 A	1-9 10
Y	JP 5651278 B1（日本碍子株式会社）2015.01.07, 特許請求の範囲、［０００２］ & US 2015/0179504 A1, Claims, [0002] & WO 2014/157430 A1 & EP 2871668 A1 & KR 10-2014-0139138 A & CN 104412358 A	10

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
０２．１１．２０１６	１５．１１．２０１６

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｔ　４０３５
小野　久子
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６５

C（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	US 2011/0039685 A1 (SHANGHAI INSTITUE OF CERAMICS, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES) 2011.02.17, Claims, Examples & US 2012/0223449 A1 & WO 2009/082964 A1 & CN 101468915 A & CN 101918338 A	1-10