

發明專利說明書

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

公告本

※申請案號：96134900

※申請日期：96年09月19日

※IPC分類：C30B15/00 (2006.01)

一、發明名稱：

(中) α 鋁氧粉末

(英)

二、申請人：(共 1 人)

1. 姓名：(中) 住友化學股份有限公司

(英) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

代表人：(中) 1. 米倉弘昌

(英) 1. YONEKURA, HIROMASA

地址：(中) 日本國東京都中央區新川二丁目二七番一號

(英) 27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-8260, JAPAN

國籍：(中英) 日本 JAPAN

三、發明人：(共 2 人)

1. 姓名：(中) 東紀史

(英) AZUMA, NORIFUMI

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

2. 姓名：(中) 藤原進治

(英) FUJIWARA, SHINJI

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2006/09/19 ; 2006-252297 有主張優先權

五、中文發明摘要

發明名稱： α 鋁氧粉末

本發明提供一種 α 鋁氧粉末，其特徵為：純度為 99.99 質量% 以上，比表面積為 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 至 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ ，而相對密度為 55% 至 90% 的範圍，封閉氣孔率為 4% 以下，於依 JISK 0069 (1992 年版) 的乾式篩分析試驗所求得之乾式篩選粒徑的質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 $75\mu\text{m}$ 之粒子為 5 質量% 以下，粒徑 2.8mm 以上之粒子為 15 質量% 以下，於粒徑 $100\mu\text{m}$ 以上，未達 $850\mu\text{m}$ 的區域顯示 1 個以上的極大頻率。該 α 鋁氧粉末，可以高體密度填充於坩堝中，在加熱熔融時不致於氧化坩堝之下，製得空隙少的藍寶石單晶體。

六、英文發明摘要

發明名稱：

七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：無

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

99年8月3日修正頁(本)
劃線

九、發明說明

【發明所屬之技術領域】

本發明有關 α 鋁氧粉末，詳言之，適合於藍寶石（sapphire）單晶體的製造之 α 鋁氧粉末。

【先前技術】

α 鋁氧粉末，係在藍寶石單晶體之製造上，作為原材料有用者，例如，藉由將 α 鋁氧粉末填充於金屬鉬製的坩堝內，使其加熱熔融後抽拉熔融物之方法，即可製造藍寶石單晶體[專利文獻 1：日本專利特開平 5-97569 號公報]。

作為此種 α 鋁氧粉末而言，亟需開發一種能以高體密度（bulk density）填充於坩堝中，在加熱熔融時不致於氧化坩堝，容易製造空隙（void）少的藍寶石單晶體者。

[專利文獻 1] 日本專利特開平 5-97569 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

本發明之目的在於提供一種能以高體密度填充於坩堝中，在加熱熔融時不致於氧化坩堝，容易製造空隙少的藍寶石之 α 鋁氧粉末。

[用以解決課題之手段]

如採用本發明，上述目的可由一種 α 鋁氧粉末，其特徵為：純度至少為 99.99 質量%，比表面積（Specific

surface area) 爲 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 至 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ ，而相對密度 (relative density) 爲 55% 至 90% 的範圍，封閉氣孔率 (closed porosity) 爲 4% 以下，

於依 JIS K0069 (1992年版) 的乾式篩分析 (Sieve analysis) 試驗所求得之乾式篩選 (dry screening) 粒徑的質量基準之粒度分佈 (particle distribution) 中，

粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子爲 5 質量% 以下，

粒徑 2.8mm 以上之粒子爲 15 質量% 以下，

於粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $850\ \mu\text{m}$ 的區域至少顯示 1 個極大頻率 (frequency maximal) (在此，粒徑表示 JIS Z8801 (1987年版) 所規定之標準篩之中 α 鋁氧粉末未能通過之標準篩的篩孔的最大值)。

如依照本發明之 1 種較佳實施狀態，上述記載之 α 鋁氧粉末，係於前述粒度分佈中，

粒徑 $850\ \mu\text{m}$ 以上而未達 1mm 之粒子爲 10 質量% 以下，

於粒徑 1mm 以上的區域至少顯現一個極大頻率，

設該區域中顯現之極大頻率之中顯示最大的最大粒徑之極大頻率的最大粒徑爲 D_2 ，最大值爲 M_2 ，

設於粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $850\ \mu\text{m}$ 之區域顯現之極大頻率之中顯示最小的最大粒徑之極大頻率的最大粒徑爲 D_1 ，最大值爲 M_1 時，

D_2 及 D_1 能符合式 (1)

$$2 \times D_1 \leq D_2 \leq 20 \times D_1 \quad (1)$$

而 M1 與 M2 的比值 ($M1/M2$) 為至少 0.05。

如依照本發明之另一種較佳實施狀態，上述記載之 α 鋁氧粉末中，Si、Na、Ca、Fe、Cu 以及 Mg 的含量，分別為 10ppm 以下。

如依照本發明之更佳的實施狀態，上述記載之 α 鋁氧粉末，可作為藍寶石單晶體製造用原料使用。

[發明之效果]

本發明之 α 鋁氧粉末，係當填充於坩堝內時之體密度高，加熱熔融時不致於氧化坩堝，如依將此在坩堝內加熱熔融後加以抽拉之方法，即可製得空隙少的藍寶石單晶體。

[發明之最佳實施形態]

本發明之 α 鋁氧粉末，例如，依將 α 鋁氧先質 (precursor) 與 α 鋁氧種粒 (seed particle) 的混合物燒成以製得 α 鋁氧粗粉後，將所得之 α 鋁氧粗粉加以篩選之方法，即可製造。

上述製造方法所用之 α 鋁氧先質，係指能藉由燒成而轉移 (transition) 為 α 鋁氧之化合物，可例舉：異丙氧基鋁、乙氧基鋁、第二丁氧基鋁、第三丁氧基鋁等的烷氧基鋁、或氫氧化鋁、 γ 鋁氧、 δ 鋁氧、 θ 鋁氧等的過渡鋁氧 (transition alumina) 等。

氫氧化鋁，例如，可藉由水解性鋁化合物之水解而製

得。水解性鋁化合物而言，可例舉：烷氧基鋁、氯化鋁等，從容易製得純度99.99質量%以上之高純度氫氧化鋁來看，較佳為烷氧基鋁。

氫氧化鋁的種類並不特殊限定，惟高純度，而晶系（*crystal system*）為屬於勃姆系者為宜。

以下，以作為 α 鋁氧先質而使用氫氧化鋁時為例，將本發明之 α 鋁氧之製造方法加以說明。

上述製造方法所用之 α 鋁氧種粒，係例如將純度99.99質量%以上的高純度 α 鋁氧加以粉碎所得者，其中心粒徑（*central particle diameter*）為0.1至1.0 μm ，較佳為0.1至0.4 μm 。0.1 μm 以下的大小之 α 鋁氧種粒，係工業規格上製造困難，而如1.0 μm 以上的大小之 α 鋁氧種粒，則不能製得具有本發明所規定之比表面積，相對密度以及封閉氣孔率之 α 鋁氧粉末。

為製得上述製造方法所得之 α 鋁氧種粒之方法而言，可例舉：在乾燥狀態下進行粉碎之乾式粉碎以製得之方法，或添加溶劑後藉由料漿（*slurry*）狀態進行粉碎之濕式粉碎以製得之方法，惟從使與後述之氫氧化鋁的混合均勻來看，較佳為濕式粉碎。

為製得 α 鋁氧種粒而進行 α 鋁氧之濕式粉碎之方法而言，可例舉：使用球磨介質（*medium*）攪拌磨等的粉碎裝置之粉碎方法。此時所使用之溶劑而言，通常使用水，惟為進行更佳之分散性之粉碎起見，亦可添加分散劑後進行粉碎。所添加之分散劑，為維持高純度之目的，從因燒成即

揮發而不殘留不純物起見，較佳為使用例如聚丙烯酸銨鹽等的高分子系分散劑。

為製得 α 鋁氧種粒，進行 α 鋁氧之粉碎時所用之粉碎裝置，係從所得之 α 鋁氧種粒的污染較少來看，較佳為與 α 鋁氧相接觸之面係以高純度的 α 鋁氧所構成，或者，經施加樹脂襯裡（lining）者。使用介質攪拌磨等而加以粉碎時所用之粉碎介質，亦較佳為經以高純度之 α 鋁氧所構成。

上述製造方法中，對氫氧化鋁之 α 鋁氧種粒的添加量，係當燒成後的 α 鋁氧粒子的重量作為100重量份時，較佳為0.1至10重量份，更佳為0.3至7重量份。如在未達0.1重量份時，則不能製得本發明之 α 鋁氧粉末，而即使添加10重量份以上時，所得之 α 鋁氧粉末的物性仍然不會變，徒然增加不必要之添加量之故不宜。

上述製造方法中之含有 α 鋁氧種粒之料漿的添加量，係以作為該料漿中的水分量計，對氫氧化鋁100重量份為100至200重量份，較佳為120至160重量份。如係200重量份以上的水分量時，則混合物即料漿化而乾燥時需要很大的能量之故不宜，而如在未達100重量份時則混合物的流動性極為不佳， α 鋁氧種粒與氫氧化鋁的混合成為不充分之故不宜。

α 鋁氧種粒的添加方法，可採用攪拌、球磨（ball mill）、超音波分散等方法。通常，含有氫氧化鋁與 α 鋁氧種粒之混合物，係平均粒徑 $5\mu\text{m}$ 以上之氫氧化鋁粒子

在凝聚之狀態者。因而，從能將 α 鋁氧種粒子均勻混合之方式施加剪力（shearing force）之下可進行混合來看，較佳為採用葉片式（blade）混合機。

氫氧化鋁與 α 鋁氧種粒的混合物，係藉由乾燥而去除水。乾燥時的溫度並不特別限定，通常為80至180℃。又，為提升輕裝料（light charge）體密度起見，使用流動床乾燥機（fluidized bed dryer）以進行流動乾燥為宜。

上述製造方法中，接著，進行氫氧化鋁與 α 鋁氧種粒的混合物之燒成。燒成溫度，係從容易獲得具有本發明所規定之純度，比表面積，相對密度以及封閉氣孔率之 α 鋁氧粗粉末來看，為1200至1450℃，較佳為1250至1400℃。如超過1450℃時，由於燒結將過度進行而比表面積下降、封閉氣孔率過高，或被來自燒成爐之不純物所污染之故不宜。又，如在未達1200℃時，則由於因氫氧化鋁往 α 化之轉變不充分或燒結的進行不充分之故而有比表面積增高之情形。

該混合物即例如按30℃/小時至500℃/小時的升溫速度升溫至燒成溫度。燒成保持時間，祇要是足夠使氫氧化鋁 α 化而得既定密度的 α 鋁氧之時間即可，雖然因所用之鋁化合物的種類， α 鋁氧先質與 α 鋁氧種粒的使用量比例，燒成爐的型式、燒成溫度、燒成雰圍等而相異，惟例如為30分鐘以上24小時以下，較佳為1至10小時。

該混合物，可於大氣中燒成，亦可於氮氣、氫氣等惰性氣體中燒成。又，亦可於水蒸氣分壓（steam partial

pressure) 高的濕潤雰圍中燒成。

燒成時，例如，可採用管形電爐 (tube-type electric furnace)、箱形電爐 (box-type electric furnace)、隧道窯 (tunnel kiln)、遠紅外線爐 (far-infrared furnace)、微波加熱爐 (microwave heating furnace)、豎窯 (shaft kiln)、反射爐 (reverberatory furnace)、旋窯 (rotary kiln)、滾軸式隧道窯等通常之燒成爐。該混合物可依分批式 (batch type) 燒成，亦可連續式燒成。又，亦可依靜止式燒成，亦可依流動式 (fluidized type) 燒成。

如此所製得之 α 鋁氧粗粉末，係純度為 99.99 質量% 以上，比表面積為 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 至 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ ，較佳為 0.2 至 $1.0\text{m}^2/\text{g}$ ，相對密度為 55 至 90%，封閉氣孔率為 4% 以下。

由於如此所製得之 α 鋁氧粗粉末，係通常粒徑廣泛分佈之故，例如將此篩分之結果，即可製得本發明所規定之粒徑分佈的 α 鋁氧粉末。

本發明之 α 鋁氧粉末，係在依 JIS K0069 (1992 年版) 的乾式篩分試驗所求之乾式篩分粒徑的粒徑分佈中，粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子含量為 5 重量% 以下，惟較佳為 3 重量% 以下。再者，本發明之 α 鋁氧粉末中，全然不含有粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子，其含量可為 0 質量%。如未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子多時，則靜電性排斥力增高，以致除不能以高的體密度填充於坩堝中之外，亦可能在填充於坩堝中時所用之填充裝置中引起氣孔堵塞。

又，本發明之 α 鋁氧粉末，係超出 2.8mm 之粒子含量

為 15 重量 % 以下，較佳為 10 重量 % 以下者。再者，本發明之 α 鋁氧粉末中，全然不含有粒徑超出 2.8 mm 之粒子，其含量可為 0 質量 %。如超出 2.8 mm 之粒子的含量在 15 質量 % 以上時，則不能以高的體密度填充於坩堝中之故不宜。

本發明之 α 鋁氧粉末，係在上述粒徑分佈中，在粒徑 100 μ m 以上，未達 850 μ m 的區域至少顯示 1 個極大頻率，惟顯示極大頻率之區域，較佳為粒徑 100 μ m 以上，未達 500 μ m，而可僅以單一粒徑的粒子所構成。

本發明之 α 鋁氧粉末，係在上述粒徑分佈中粒徑 850 μ m 以上，未達 1 mm 之粒子為 10 質量 % 以下者，於粒徑 1 mm 以上的區域顯現至少 1 個極大頻率，如將顯現於該區域中之極大頻率之中顯示最大的最大粒徑之極大頻率之最大粒徑設為 D2，將頻率值設為 M2，而將顯現於粒徑 100 μ m 以上，未達 850 μ m 的區域之極大頻率之中顯示最小的最大粒徑之極大頻率之最大粒徑設為 D1，將頻率值設為 M1 時，如 D2 及 D1 能符合式 (1)

$$2 \times D1 \leq D2 \leq 20 \times D1 \quad (1)$$

而 M1 與 M2 的比值 (M1/M2) 為 0.05 以上，則由於能以更高的體密度填充於坩堝內之故很合適。

再者，為提高粒子的填充性起見，更佳為 D2 及 D1 能符合式 (2)

$$5 \times D1 \leq D2 \leq 15 \times D1 \quad (2)$$

而 M1 與 M2 的比值 (M1/M2) 為 0.1 以上，再佳為 1 以上。

另外，本發明中，粒徑，係使用 JIS Z8801 (1987 年版) 所規定之篩孔 75 μ m、100 μ m、212 μ m、300 μ m、425 μ m、500 μ m、710 μ m、850 μ m、1 mm、2 mm 以及 2.8 mm 的標準篩，而作為粒子未能通過之篩孔的最大值所測定之乾式篩選粒徑。又，粒徑分佈，係使用上述標準篩依照 JIS K0069 (1992 年版) 的乾式篩選試驗所測定之乾式篩選粒徑所得之粒徑分佈。

如此所得之本發明之 α 鋁氧粉末，係由於純度在 99.99 質量 % 以上而不純物少之故，如將此粉末加熱熔融後加以冷卻即可容易使其單晶體化以製造藍寶石單晶體。又，由於比表面積為 0.1 m²/g 至 2.0 m²/g，較佳為 0.2 至 1.0 m²/g 之故，從大氣中附著於表面之水分少，又，由於相對密度為 55 至 90 % 而封閉氣孔率為 4 % 以下之故，在製造過程中被封閉氣孔所吸收之水分少，以致使其加熱熔融時不致於因此等水分而氧化坩堝，再者，可形成為藍寶石單晶體之空隙亦會減少。

由於本發明之 α 鋁氧粉末，係具有本發明中所規定之粒徑分佈之故，如將此粉末填充於坩堝中，即可以例如輕裝料體密度計為 1.8 g/cm³ 以上，較佳為 2.0 g/cm³ 以上，更佳為 2.2 g/cm³ 以上般的高密度填充於坩堝中。

如此所製得之 α 鋁氧粉末，可作為 EFG (Electric Field Gradient，電場梯度) 法、切克勞斯基 (Czochralski) 法等之藍寶石單晶體生長方法的原料適用。

【實施方式】

[實施例]

以下，藉由實施例而將本發明內更詳細加以說明，惟本發明並不因此等實施例而有所限定。

在此，實施例中之評價方法係如下所述。

(1) 相對密度

作為所得之 α 鋁氧的相對密度，採用從細孔容積（開放氣孔體積）與粒子密度算出之封閉氣孔體積所算出之燒結密度。細孔面積，係將試料在120℃下乾燥4小時後，使用奧托玻爾（Autopore）III9420裝置（MICROMERITICS公司製）依水銀壓入法作為細孔半徑1 μ m以下之範圍的細孔容積求出。

$$\text{相對密度 (\%)} = (\text{燒結密度} / 3.98) \times 100$$

$$\text{燒結密度 (g/cm}^3\text{)} = 1 / \{ (1/3.98) + \text{細孔容積} + \text{封閉氣孔體積} \}$$

$$\text{封閉氣孔體積 (cm}^3\text{/g)} = (1/\text{粒子密度}) - (1/3.98)$$

(2) 封閉氣孔率

封閉氣孔率，係從粒子密度，依下述式所算出者。又粒子密度，係依照JIS R7222之真比重測定方法所算出者。

$$\text{封閉氣孔率 (\%)} = \left[\frac{\text{封閉氣孔體積}}{\left\{ \left(\frac{1}{3.98} \right) + \text{細孔容積} + \text{封閉氣孔體積} \right\}} \right] \times 100$$

(3) 不純物濃度、純度

Si (矽)、Fe (鐵)、Cu (銅)、Mg (鎂) 的含量，係依固體發射光譜分析法 (solid emission spectroanalysis) 測定者。又，Na (鈉)、Ca (鈣)，係鹼熔融後分別依原子吸收法 (atomic absorption method)、ICP (感應式耦合電漿) 發射光譜分析法加以測定。純度係 α 鋁氧中所含之 Al_2O_3 的總量，使用從不純物濃度算出 SiO_2 、 MgO 、 CuO 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 Na_2O 的總量 (ppm) 後，從 1 減去者。計算式係如下所示。

$$\text{純度 (\%)} = 100 \times \{ 1 - [\text{不純物的重量總和 (ppm)}] \}$$

(4) 粒度分佈 (particle size distribution)

粒度分佈，係依照 JIS K0069 (1992 年出版) 之乾式篩選試驗法，於 JIS Z8801 (1987 年出版) 中所指定之標準篩之中，使用篩目 (mesh) 的孔徑 (opening) 為 $75 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m}$ 、 $212 \mu\text{m}$ 、 $300 \mu\text{m}$ 、 $425 \mu\text{m}$ 、 $500 \mu\text{m}$ 、 $600 \mu\text{m}$ 、 $710 \mu\text{m}$ 、 $850 \mu\text{m}$ 、 1mm 、 2mm 、 2.8mm 的篩子 (Screen) 加以算出。

(5) 輕裝料體密度

輕裝料體密度，係依照 JIS R9301-2-3，將試料填充於

規定容器中後，從其試料的質量及容積加以算出。

(6) 平均粒徑

α 鋁氧種粒之平均粒徑，係採用雷射粒度分佈測定裝置[日機裝公司製「微軌跡 (Microtrack) 」]依雷射繞射法 (laser diffraction method)，按質量基準將累積百分比 50% 相當之粒徑，作為平均粒徑加以測定。

(7) 比表面積

比表面積，係採用 BET (布魯瑙厄-埃梅特-泰勒) 式比表面積測定裝置[島津製作所製「2300-PC-1A」]依氮吸附法 (nitrogen adsorption method) 加以測定。

(8) 水分量

經吸附於 α 鋁氧粉末之水分量，係依照 JIS H1901-1977，將試料在 110°C 下乾燥後，作為其減量加以測定。

[實施例 1]

作為 α 鋁氧種粒，採用高純度 α 鋁氧 (商品名，AKP-53、住友化學 (股) 製)。將此 α 鋁氧使用濕式球磨加以粉碎，以製作以固體成分濃度計含有該鋁氧種粒 20 重量份之 α 鋁氧種粒料漿。該鋁氧種粒之平均粒徑，為 0.25 μm 。

作為 α 鋁氧先質，而採用藉由烷氧基鋁之水解法所得

之高純度氫氧化鋁。該 α 鋁氧種粒料漿與該氫氧化鋁，係使用進行高速旋轉之具有多段十字型分解構造之內面具有攪拌葉片之摻和機式混合機加以混合。混合時添加之 α 鋁氧種粒料漿中所含之 α 鋁氧，係對所得 α 鋁氧重量 100 重量份作成 1.7 重量份。又，料漿中之水量，係對氫氧化鋁 100 重量份作成 149 重量份。混合後，使用流動層乾燥機乾燥以蒸發水分之後，製得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質粉末。將該粉末，依升溫速度 $100^{\circ}\text{C}/\text{小時}$ ，燒成溫度 1335°C 下燒成 4 小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為 87%、封閉氣孔率為 2.4%，而在質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子為 2.0 質量%， 2.8mm 以上之粒子為 4.6 質量%，而於 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $212\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，再者，粒徑在 $850\ \mu\text{m}$ 以上，未達 1mm 之粒子含量為 3.4 質量%，而於 1mm 以上、未達 2mm 的區域中顯示 1 個極大頻率，由於 D2 為 D1 的 10 倍，而 M1/M2 的比值為 1.19 之故，輕裝料體密度為 $2.3\ \text{g}/\text{cm}^3$ 。所含之 Si 為 7ppm、Na 為 2ppm 以下、Mg 為 2ppm、Cu 為 1ppm 以下、Fe 為 6ppm、Ca 為未達 2ppm，而鋁氧純度為 99.99%，比表面積為 $0.4\text{m}^2/\text{g}$ ，而吸附水分量為 0.02 重量%。亦即，所得 α 鋁氧係吸附水分少封閉氣孔率與輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 2]

將依實施例 1 之方法所得之 α 鋁氧粉末加以篩別後，

製得粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $850\ \mu\text{m}$ 之粒子。該 α 鋁氧粉末，係於質量基準之粒度分佈中，於 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $212\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，輕裝料體密度為 $2.1\ \text{g}/\text{cm}^3$ ，係一種輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 3]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $500\ \mu\text{m}$ 之粒子。該 α 鋁氧粉末，係於質量基準之粒度分佈中，於 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $212\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，輕裝料體密度為 $1.9\ \text{g}/\text{m}^2$ ，係一種輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 4 至 10]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得粒徑分別為 $100\ \mu\text{m}$ （實施例 4）、 $212\ \mu\text{m}$ （實施例 5）、 $300\ \mu\text{m}$ （實施例 6）、 $400\ \mu\text{m}$ （實施例 7）、 $500\ \mu\text{m}$ （實施例 8）、 $600\ \mu\text{m}$ （實施例 9）、 $710\ \mu\text{m}$ （實施例 10）之 α 鋁氧粉末。所有 α 鋁氧粉末均在質量基準之粒度分佈中，於 $100\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $850\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，輕裝料體密度為 1.8 至 $1.9\ \text{g}/\text{cm}^3$ ，係一種輕裝體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 11]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製

得於質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子為 0.3 質量 %、 2.8mm 以上之粒子為 12.3 質量 %，而於 $100\ \mu\text{m}$ 以上、未達 $212\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，於粒徑 $850\ \mu\text{m}$ 以上，未達 1mm 之粒子含量為 3.4 質量 %，而於 1mm 以上、未達 2mm 的區域中顯示 1 個極大頻率， D_2 為 D_1 之 10 倍，而 M_1/M_2 之比值為 0.06 的 α 鋁氧粉末。該 α 鋁氧粉末的輕裝料體密度為 $1.8\ \text{g/cm}^3$ ，係一種輕裝料密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 12]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得於質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子為 2.0 質量 %、 2.8mm 以上之粒子為 9.2 質量 %，於 $425\ \mu\text{m}$ 以上，未達 $500\ \mu\text{m}$ 的區域中顯示 1 個極大頻率，於粒徑 $850\ \mu\text{m}$ 以上，未達 1mm 之粒子含量為 3.4 質量 %，而於 1mm 以上，未達 2mm 的區域中顯示 1 個極大頻率， D_2 為 D_1 之 2 倍，而 M_1/M_2 之比值為 0.14 的 α 鋁氧粉末。該 α 鋁氧粉末的輕裝料體密度為 $2.1\ \text{g/cm}^3$ ，係一種輕裝料密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 13]

依實施例 1 之方法，將該 α 鋁氧種粒對所得 α 鋁氧重量 100 重量份添加 0.26 重量份，將料漿中的水量對氫氧化鋁 100 重量份作成 150 重量份，製得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁

氧先質混合物，並依實施例1之方法在1310℃下燒成4小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為66%，封閉氣孔率為未達0.01%，而於質量基準之頻率粒度分佈中，粒徑未達75 μ m之粒子為1.3質量%，2.8mm以上之粒子為2.9質量%，而於100 μ m以上、未達212 μ m的區域中顯示1個極大頻率，粒徑在850 μ m以上，未達1mm之粒子含量為4.0質量%，而於1mm以上，未達2mm的區域中顯示1個極大頻率，D2為D1的10倍，而M1/M2的比值為1.50，輕裝料體密度為1.8g/cm³。再者，所含之Si為7ppm、Na為2ppm以下、Mg為1ppm、Cu為2ppm、Fe為5ppm、Ca為未達2ppm，而鋁氧純度為99.99%、比表面積為1.9m²/g，而吸附水分量為0.06質量%。亦即，所得之 α 鋁氧，係吸附水分少，低封閉氣孔率且輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例14]

依實施例1之方法，將該 α 鋁氧種粒對所得 α 鋁氧重量100重量份添加5.6重量份，將料漿中的水量對氫氧化鋁100重量份作成150重量份，製得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合物，並依實施例1之方法在1310℃下燒成4小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為86%，封閉氣孔率為未達0.01%，而於質量基準之頻率粒度分佈中，粒徑未達75 μ m之粒子為3.6質量%，2.8mm以上之粒子為2.4質量%，而於100

μm 以上、未達 $212\mu\text{m}$ 的區域中顯示1個極大頻率，粒徑在 $850\mu\text{m}$ 以上，未達 1mm 之粒子含量為3.3質量%，而於 1mm 以上，未達 2mm 的區域中顯示1個極大頻率， D_2 為 D_1 的10倍，而 M_1/M_2 的比值為2.36，輕裝料體密度為 2.4g/cm^3 。再者，所含之Si為9ppm、Na為2ppm以下、Mg為2ppm、Cu為2ppm、Fe為5ppm、Ca為未達2ppm，而鋁氧純度為99.99%，比表面積為 $0.5\text{m}^2/\text{g}$ ，而吸附水分量為0.02重量%。亦即，所得之 α 鋁氧，係吸附水分少，低封閉氣孔率且輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例15]

將依實施例1之方法所得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合物，依實施例1之方法在 1275°C 下燒成4小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為72%，封閉氣孔率為未達0.01%，而於質量基準之頻率粒度分佈中，粒徑未達 $75\mu\text{m}$ 之粒子為6.5質量%， 2.8mm 以上之粒子為1.9質量%，而於 $100\mu\text{m}$ 以上、未達 $212\mu\text{m}$ 的區域中顯示1個極大頻率，粒徑在 $850\mu\text{m}$ 以上、未達 1mm 之粒子含量為3.7質量%，而於 1mm 以上、未達 2mm 的區域中顯示1個極大頻率， D_2 為 D_1 的10倍，而 M_1/M_2 的比值為2.54，輕裝料體密度為 1.9g/cm^3 。再者，所含之Si為7ppm、Na為2ppm以下、Mg為1ppm、Cu為未達1ppm、Fe為6ppm、Ca為未達2ppm，而鋁氧純度為99.99%、比表面積為 $1.5\text{m}^2/\text{g}$ ，而吸附水分量為

0.05重量%。亦即，所得之 α 鋁氧，係吸附水分少，低封閉氣孔率且輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[實施例 16]

將依實施例 1 之方法所得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合物，依實施例 1 之方法在 1350°C 下燒成 4 小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為 85%、封閉氣孔率為 2.3%，而於質量基準之頻率粒度分佈中，粒徑未達 75 μ m 之粒子為 2.7 質量%、2.8mm 以上之粒子為 3.3 質量%，而於 100 μ m 以上、未達 212 μ m 的區域中顯示 1 個極大頻率，粒徑在 850 μ m 以上、未達 1mm 之粒子含量為 4.0 質量%，而於 1mm 以上、未達 2mm 的區域中顯示 1 個極大頻率，D2 為 D1 的 10 倍，而 M1/M2 的比值為 1.22，輕裝料體密度為 2.4 g/cm³。再者，所含之 Si 為 7ppm、Na 為 2ppm 以下、Mg 為 1ppm、Cu 為未達 1ppm、Fe 為 6ppm、Ca 為未達 2ppm，而鋁氧純度為 99.99%、比表面積為 0.3m²/g，而吸附水分量為 0.02 重量%。亦即，所得之 α 鋁氧，係吸附水分少，低封閉氣孔率且輕裝料體密度高的 α 鋁氧粉末。

[比較例 1]

將依實施例 1 之方式所得之 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得於質量基準之粒度分佈中，不含未達 850 μ m 之粒徑粒子，僅於 1mm 以上、未達 2mm 的區域顯示極大頻率之 α

鋁氧粉末。該 α 鋁氧粉末，係在 2.8mm 以上之粒子為 14.5 質量%，惟在 100 μ m 以上、未達 850 μ m 的區不顯示極大頻率之故，輕裝料體密度為如 1.7 g/cm³ 之低，以致坩堝中之填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。

[比較例 2]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得於質量基準之粒度分佈中，雖於 710 μ m 以上、未達 850 μ m 的區域，及 1mm 以上、未達 2mm 的區域分別顯示 1 個極大頻率，惟 D2 為 D1 的 1.4 倍之 α 鋁氧粉末。該 α 鋁氧粉末，係粒徑未達 75 μ m 之粒子為 0 質量%、2.8mm 以上之粒子為 13.6 質量%，粒徑 850 μ m 以上、未達 1mm 之粒子含量為 3.3 質量%，而 M1/M2 的比值為 0.06，惟由於 D2 為 D1 的 1.4 倍之故，輕裝料體密度為如 1.7 g/cm³ 之低，以致坩堝中之填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。

[比較例 3]

將依實施例 1 之方法所得 α 鋁氧粉末加以篩別後，製得於質量基準之粒度分佈中，雖於 100 μ m 以上、未達 212 μ m 的區域，及 1mm 以上、未達 2mm 的區域分別顯示 1 個極大頻率，惟 M1/M2 的比值為 0.02 的 α 鋁氧粉末。該 α 鋁氧粉末，係粒徑未達 75 μ m 之粒子為 0.1 質量%、2.8mm 以上之粒子為 13.0 質量%，粒徑 850 μ m 以上、未達 1mm 之粒子含量為 3.4 質量%，雖 D2 為 D1 的 10 倍，惟由於 M1/M2 的比

值為未達0.05之故，輕裝料體密度為如 1.7 g/cm^3 之低，以致坩堝中之填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。

[比較例4]

依實施例13之方法混合 α 鋁氧種粒與氫氧化鋁，不加以乾燥而製得 α 鋁氧先質混合物，依實施例1之方法在 1310°C 下燒成4小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之相對密度為84%，所含Si為9ppm、Na為2ppm以下、Mg為1ppm、Cu為2ppm、Fe為5ppm、Ca為未達2ppm，而鋁氧純度為99.99%、比表面積為 $0.3\text{ m}^2/\text{g}$ ，而吸附水分雖為0.02重量%，惟由於封閉氣孔率為如9.5%之高之故，並不適合作為藍寶石單晶體製造用原料。

又，於該粉末之粒度分佈中，粒徑未達 $75\text{ }\mu\text{ m}$ 之粒子為0.3質量%，於 $300\text{ }\mu\text{ m}$ 以上、未達 $425\text{ }\mu\text{ m}$ 的區域顯示1個極大頻率，而粒徑在 $850\text{ }\mu\text{ m}$ 以上、未達1mm的粒子含量為3.7質量%，於1mm以上、未達2mm的區域顯示1個極大頻率，雖D2為D1的3.3倍，M1/M2的比值為0.41，惟由於未實施乾燥操作之故，含有2.8mm以上之粒子34.6質量%，輕裝料體密度為如 1.5 g/cm^3 之低，以致坩堝中之填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。

[比較例5]

將實施例1中記載之鋁氧種粒料漿中的水量，對氫氧

化鋁 100 重量份，作成 1000 重量份加以混合，使用蒸發器（evaporator）進行乾燥後，在 1300℃ 下燒成 2 小時，製得 α 鋁氧。

該粉末之相對密度為 61%、封閉氣孔率為未達 0.01%，而於質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 75 μm 之粒子為 0.5 質量%，而於 100 μm 以上、未達 212 μm 的區域顯示 1 個極大頻率，粒徑 850 μm 以上、未達 1mm 之粒子含量為 6.1 質量%，而於 1mm 以上、未達 2mm 的區域顯示 1 個極大頻率，雖 D2 為 D1 的 10 倍，M1/M2 的比值為 0.06，惟由於未實施流動層乾燥操作之故，含有 2.8mm 以上之粒子 28.0 質量%，輕裝料體密度為如 1.3 g/cm^3 之低，以致坩堝中之填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。再者，由於比表面積為 3.3 m^2/g ，而吸附水分量為如 0.07 質量% 之多之故，並不適合作為藍寶石製造用原料。

[實施例 6]

將實施例 1 中所得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合物，依實施例 1 之方法在 1100℃ 下燒成 2 小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之封閉氣孔率為未達 0.01%，而於質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 75 μm 之粒子為 1.3 質量%、2.8mm 以上之粒子含有 6.1 質量%，而於 100 μm 以上、未達 212 μm 的區域顯示 1 個極大頻率，粒徑在 850 μm 以上、未達 1mm 之粒子含量為 2.2 質量%，而於 1mm 以上、未達 2mm 的

區域顯示1個極大頻率，雖D2為D1的10倍，而M1/M2的比值為1.78，惟由於燒結情形不佳，相對密度為42%，輕裝料體密度為如 1.3 g/cm^3 之低，而坩堝中的填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。再者，由於比表面積為 $9.2\text{ m}^2/\text{g}$ ，吸附水分量為如0.37重量%之多之故，並不適合作為藍寶石製造用原料。

[比較例7]

將實施例1中所得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合物，依實施例1之方法在 1500°C 下燒成2小時，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末，係於質量基準之粒度分佈中，粒徑未達 $75\text{ }\mu\text{m}$ 之粒子為1.6質量%、 2.8 mm 以上之粒子含有2.1質量%，而於 $100\text{ }\mu\text{m}$ 以上、未達 $212\text{ }\mu\text{m}$ 的區域顯示1個極大頻率，粒徑 $850\text{ }\mu\text{m}$ 以上、未達 1 mm 之粒子含量為4.3質量%，而於 1 mm 以上、未達 2 mm 的區域顯示1個極大頻率，雖D2為D1的10倍，而M1/M2的比值為為0.95，輕裝料體密度亦為 2.4 g/cm^3 的高體密度 α 鋁氧粉末，惟由於燒結過度進展之結果，比表面積降低為 $0.02\text{ m}^2/\text{g}$ ，相對密度則成為95%，封閉氣孔率亦成為如5%之高之故，不適合作為藍寶石單晶體製造用原料。

[比較例8]

將實施例1中所得含有 α 鋁氧種粒之 α 鋁氧先質混合

物，依實施例1之方法在1300℃下燒成15分鐘，製得 α 鋁氧粉末。

該粉末之封閉氣孔率為未達0.01%，於質量基準的頻率粒度分佈中，粒徑未達75 μm 之粒子為1.9質量%、2.8mm以上之粒子含有5.0質量%，而於100 μm 以上、未達212 μm 的區域顯示1個極大頻率，粒徑在850 μm 以上、未達1mm之粒子含量為2.3質量%，而於1mm以上、未達2mm的區域顯示1個極大頻率，雖D2為D1的10倍，而M1/M2的比值為2.08，惟由於燒結情形不佳，相對密度為43%，輕裝料體密度為如1.6 g/cm^3 之低，而坩堝中的填充性降低之故，不能有效製造藍寶石單晶體。再者，由於比表面積為4.1 m^2/g ，吸附水分量為如0.14重量%之多之故，並不適合作為藍寶石製造用原料。

十、申請專利範圍

102年6月26日修正
劃線頁(奉)

1. 一種 α 鋁氧粉末，其特徵為：

純度至少為 99.99 質量 %、比表面積為 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 至 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ ，而相對密度為 55% 至 90% 的範圍，封閉氣孔率為 4% 以下，

於依 JIS K0069 (1992 年版) 的乾式篩分析試驗所求得之乾式篩選粒徑的質量基準之粒度分佈中，

粒徑未達 $75\ \mu\text{m}$ 之粒子為 5 質量 % 以下，

粒徑 2.8mm 以上之粒子為 15 質量 % 以下，

於粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上、未達 $850\ \mu\text{m}$ 的區域至少顯示 1 個極大頻率 (在此，粒徑表示 JIS Z8801 (1987 年版) 所規定之標準篩之中 α 鋁氧粉末未能通過之標準篩的篩孔的最大值)。

2. 如申請專利範圍第 1 項之 α 鋁氧粉末，其中

於該粒度分佈中，

粒徑 $850\ \mu\text{m}$ 以上而未達 1mm 之粒子為 10 質量 % 以下，

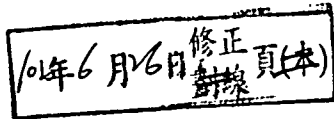
於粒徑 1mm 以上的區域至少顯現 1 個頻率過大，

設該區域中顯現之極大頻率之中顯示最大的最大粒徑之極大頻率的最高粒徑為 $D2$ ，最大值為 $M2$ ，

設於粒徑 $100\ \mu\text{m}$ 以上、未達 $850\ \mu\text{m}$ 之區域顯現之極大頻率之中顯示最小的最大粒徑之極大頻率的最高粒徑為 $D1$ 、最大值為 $M1$ 時，

$D2$ 及 $D1$ 能符合式 (1)

$$2 \times D1 \leq D2 \leq 20 \times D1 \quad (1)$$



而 M1 與 M2 的比值 ($M1/M2$) 為至少 0.05。

3. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之 α 鋁氧粉末，其中 Si、Na、Ca、Fe、Cu 以及 Mg 的含量，分別為 10ppm 以下。

4. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之 α 鋁氧粉末，其中係藍寶石單晶體製造用原料。