



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101516782 B

(45) 授权公告日 2011. 11. 16

(21) 申请号 200780034799. 4

C30B 29/20(2006. 01)

(22) 申请日 2007. 09. 18

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

252297/2006 2006. 09. 19 JP

JP 特开 2006-76799 A, 2006. 03. 23, 实施例 1-2.

(85) PCT申请进入国家阶段日

2009. 03. 19

JP 特开 2001-302236 A, 2001. 10. 31, 实施例 1-9.

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2007/068046 2007. 09. 18

CN 1137489 A, 1996. 12. 11, 实施例 1-10.

CN 1565973 A, 2005. 01. 19, 实施例 1.

(87) PCT申请的公布数据

W02008/035656 JA 2008. 03. 27

审查员 董凤强

(73) 专利权人 住友化学株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 东纪史 藤原进治

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

司 72001

代理人 熊玉兰 李平英

(51) Int. Cl.

C01F 7/44(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 9 页

(54) 发明名称

α 氧化铝粉末

(57) 摘要

α 氧化铝粉末, 其特征在于, 纯度至少为 99. 99 质量%, 比表面积为 $0. 1\text{m}^2/\text{g} \sim 2. 0\text{m}^2/\text{g}$, 相对密度为 55%~90%, 闭孔率为 4% 以下, 在由 JIS K 0069(1992) 的干式筛分试验求得的干式筛分粒径的质量基准的粒径分布中, 粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 5 质量% 以下, 粒径超过 $2. 8\text{mm}$ 的粒子为 15 质量% 以下, 在粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的区域中出现至少 1 个频率极大。该 α 氧化铝粉末可以以高堆密度填充到坩锅中, 加热熔融时不会氧化坩锅, 得到气孔少的蓝宝石单晶。

1. α 氧化铝粉末,其特征在于,纯度至少为 99.99 质量%,比表面积为 $0.1\text{m}^2/\text{g} \sim 2.0\text{m}^2/\text{g}$,相对密度为 55%~90%,闭孔率为 4%以下,

在由 JIS K 0069,1992 的干式筛分试验求得的干式筛分粒径的质量基准的粒径分布中,

粒径小于 $75\mu\text{m}$ 的粒子为 5 质量%以下,

粒径超过 2.8mm 的粒子为 15 质量%以下,

在粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上且小于 $850\mu\text{m}$ 的区域中出现至少 1 个频率极大,

其中,所述粒径是 JIS Z8801,1987 中规定的标准筛中 α 氧化铝粉末不能通过的标准筛的孔径的最大值。

2. 如权利要求 1 所述的 α 氧化铝粉末,其中,在所述粒径分布中,

粒径为 $850\mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子为 10 质量%以下,

在粒径为 1mm 以上的区域中出现至少 1 个频率极大,

该区域中出现的频率极大中表现出最大极大粒径的频率极大的极大粒径为 D2、极大值为 M2,

粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上且小于 $850\mu\text{m}$ 的区域中出现的频率极大中表现出最小的极大粒径的频率极大的极大粒径为 D1、极大值为 M1 时,

D2 和 D1 满足式 (1) :

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

M1 和 M2 的比 $M1/M2$ 至少为 0.05。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的 α 氧化铝粉末,其中,Si、Na、Ca、Fe、Cu 和 Mg 的含量分别为 10ppm 以下。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的 α 氧化铝粉末,其为蓝宝石单晶制备用原料。

5. 如权利要求 3 所述的 α 氧化铝粉末,其为蓝宝石单晶制备用原料。

α 氧化铝粉末

技术领域

[0001] 本发明涉及 α 氧化铝粉末,更具体地说,涉及适合用于制造蓝宝石单晶的 α 氧化铝粉末。

背景技术

[0002] α 氧化铝粉末可以用作制造蓝宝石单晶的原材料,例如通过填充到金属钼制坩锅内,加热熔融后,将熔融物拉晶的方法,可以制备蓝宝石单晶 [专利文献 1 :日本特开平 5-97569 号公报]

[0003] 作为上述 α 氧化铝粉末,需要能以高的堆密度填充到坩锅中,加热熔融时不会氧化坩锅,可以容易地制备气孔 (void) 少的蓝宝石单晶的 α 氧化铝粉末。

[0004] 专利文献 1 :日本特开平 5-97569 号公报

发明内容

[0005] 本发明的目的在于,提供可以以高堆密度填充到坩锅中,加热熔融时不会氧化坩锅,可以容易地制备气孔少的蓝宝石单晶的 α 氧化铝粉末。

[0006] 根据本发明,上述目的通过下述 α 氧化铝粉末达到,该 α 氧化铝粉末的特征在于,

[0007] 纯度至少为 99.99 质量%,比表面积为 $0.1\text{m}^2/\text{g} \sim 2.0\text{m}^2/\text{g}$,相对密度为 55%~90%,闭孔率 (闭气孔率) 为 4% 以下,

[0008] 在由 JIS K 0069 (1992) 的干式筛分试验求得的干式筛分粒径的质量基准的粒径分布中,

[0009] 粒径小于 $75\mu\text{m}$ 的粒子为 5 质量% 以下,

[0010] 粒径超过 2.8mm 的粒子为 15 质量% 以下,

[0011] 在粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上且小于 $850\mu\text{m}$ 的区域中出现至少 1 个频率极大 (频率极大)。(其中,粒径是 JIS Z8801 (1987) 中规定的标准筛中 α 氧化铝粉末不能通过的标准筛的孔径的最大值)。

[0012] 本发明的一个优选实施方式是上述记载的 α 氧化铝粉末,其中,在上述粒径分布中,

[0013] 粒径为 $850\mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子为 10 质量% 以下,

[0014] 在粒径为 1mm 以上的区域中出现至少 1 个频率极大,

[0015] 在该区域中出现的频率极大中表现出最大极大粒径的频率极大的极大粒径为 D_2 、极大值为 M_2 ,

[0016] 在粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上且小于 $850\mu\text{m}$ 区域中出现的频率极大中表现出最小极大粒径的频率极大的极大粒径为 D_1 、极大值为 M_1 时,

[0017] D_2 和 D_1 满足式 (1) :

[0018] $2 \times D_1 \leq D_2 \leq 20 \times D_1$ (1)

- [0019] M1 和 M2 的比 (M1/M2) 至少为 0.05。
- [0020] 根据本发明的其它优选实施方式, Si、Na、Ca、Fe、Cu 和 Mg 的含量分别为 10ppm 以下。
- [0021] 根据本发明进一步优选的实施方式, α 氧化铝粉末用作蓝宝石单晶制备用原料。
- [0022] 本发明的 α 氧化铝粉末, 填充在坩锅中时的堆密度高, 加热熔融时不会氧化坩锅, 并且通过将其在坩锅内加热熔融后进行拉晶的方法, 可以得到气孔少的蓝宝石单晶。

具体实施方式

[0023] 本发明的 α 氧化铝粉末例如可以通过将 α 氧化铝前体与 α 氧化铝种粒子的混合物煅烧得到 α 氧化铝粗粉末, 将得到的 α 氧化铝粗粉末筛分的方法来制备。

[0024] 上述制备方法中使用的 α 氧化铝前体是通过煅烧可以转化为 α 氧化铝的化合物, 可以举出例如, 异丙醇铝、乙醇铝、仲丁醇铝、叔丁醇铝等烷醇铝, 氢氧化铝、 γ 氧化铝、 δ 氧化铝、 θ 氧化铝等过渡型氧化铝 (遷移アルミナ) 等。

[0025] 氢氧化铝例如可以通过将水解性铝化合物水解来得到。作为水解性铝化合物, 可以举出例如烷醇铝、氯化铝等, 但是从容易得到纯度为 99.99 质量%以上的高纯度氢氧化铝方面考虑, 优选为烷醇铝。

[0026] 对氢氧化铝的种类不特别限定, 但是优选为高纯度且晶系属于勃姆石的氢氧化铝。

[0027] 以下, 以使用氢氧化铝作为 α 氧化铝前体的情况作为例子, 对本发明的 α 氧化铝的制备方法进行说明。

[0028] 上述制备方法中使用的 α 氧化铝种粒子例如通过将纯度为 99.99 质量%以上的高纯度 α 氧化铝粒子粉碎来得到, 其中心粒径为 0.1 ~ 1.0 μm , 优选为 0.1 ~ 0.4 μm 。尺寸为 0.1 μm 以下的 α 氧化铝种粒子在工业上难以制备, 此外, 利用尺寸为 1.0 μm 以上的 α 氧化铝种粒子时, 得不到具有本发明中规定的比表面积、相对密度和闭孔率的 α 氧化铝粉末。

[0029] 作为得到上述制备方法中使用的 α 氧化铝种粒子的方法, 可以举出通过在干燥状态下进行粉碎的干式粉碎来得到的方法、通过加入溶剂以浆料状态粉碎的湿式粉碎来得到的方法等, 但是从与后述氢氧化铝均匀混合的方面考虑, 优选为湿式粉碎。

[0030] 作为为了得到 α 氧化铝种粒子而将 α 氧化铝湿式粉碎的方法, 可以举出例如使用球磨机、介质搅拌磨等粉碎装置来进行粉碎的方法。作为此时使用的溶剂, 通常使用水, 但是为了以良好的分散性进行粉碎, 可以添加分散剂进行粉碎。为了维持高纯度, 所添加的分散剂优选为通过煅烧挥发, 不作为杂质残留的例如聚丙烯酸铵盐等高分子类分散剂。

[0031] 为了得到 α 氧化铝种粒子而粉碎 α 氧化铝时使用的粉碎装置, 从得到的 α 氧化铝种粒子的污染少的方面考虑, 优选与 α 氧化铝接触的面由高纯度 α 氧化铝构成或树脂衬里。使用介质搅拌磨等进行粉碎时所使用的粉碎介质也优选由高纯度 α 氧化铝构成。

[0032] 上述制备方法中, α 氧化铝种粒子相对于氢氧化铝的添加量, 以煅烧后的 α 氧化铝粒子的重量为 100 重量份时, 优选为 0.1 ~ 10 重量份, 更优选为 0.3 ~ 7 重量份。小于 0.1 重量份时, 得不到本发明的 α 氧化铝粉末。另外, 即使添加量超过 10 重量份, 所得到的 α 氧化铝粉末的物性也不会变化, 仅仅是非必要地增大添加量, 所以不优选。

[0033] 上述制备方法中,含有 α 氧化铝种粒子的浆料的添加量,按该浆料中的水分量计,相对于氢氧化铝 100 重量份,为 100 ~ 200 重量份,优选为 120 ~ 160 重量份。水分量为 200 重量份以上时,由于混合物形成浆料,干燥时需要很大的能量,所以不优选。水分量小于 100 重量份时,混合物极其缺乏流动性, α 氧化铝种粒子与氢氧化铝的混合不充分,所以不优选。

[0034] α 氧化铝种粒子的添加方法,可以采用搅拌、球磨机、超声波分散等方法。通常,含有氢氧化铝和 α 氧化铝种粒子的混合物是平均粒径为 $5\mu\text{m}$ 以上的氢氧化铝粒子凝聚的状态。因此,从可以一边施加剪切力一边进行混合从而可以均匀混合 α 氧化铝种粒子的方面考虑,优选使用叶片式混合机。

[0035] 氢氧化铝和 α 氧化铝种粒子的混合物通过干燥除去水。对干燥时的温度不特别限定,但是通常为 $80\sim 180^{\circ}\text{C}$ 。此外,从提高松装密度(軽装かさ密度)方面考虑,优选使用流化床干燥机进行流化干燥。

[0036] 上述制备方法中,接着将氢氧化铝与 α 氧化铝种粒子的混合物煅烧。从容易得到具有本发明中规定的纯度、比表面积、相对密度和闭孔率的 α 氧化铝粗粉末方面考虑,煅烧温度为 $1200\sim 1450^{\circ}\text{C}$,优选为 $1250\sim 1400^{\circ}\text{C}$ 。超过 1450°C 时,烧结过度进行,比表面积减小,闭孔率过高或由于来源于煅烧炉的杂质导致污染,所以不优选。此外,小于 1200°C 时,氢氧化铝向 α 化的转换不充分或烧结的进行不充分,所以比表面积有可能增大。

[0037] 混合物例如以 $30^{\circ}\text{C}/\text{小时}\sim 500^{\circ}\text{C}/\text{小时}$ 的升温速度升温至煅烧温度。煅烧保持时间只要是对于将氢氧化铝 α 化,得到规定密度的 α 氧化铝来说足够的时间即可,根据所使用的铝化合物的种类、 α 氧化铝前体与 α 氧化铝种粒子的用量比、煅烧炉的形式、煅烧温度、煅烧氛围气体等不同而不同,但是例如为 30 分钟~ 24 小时,优选为 1 小时~ 10 小时。

[0038] 混合物可以在大气中煅烧或在氮气、氩气等惰性气体中煅烧。此外,也可以在水蒸气分压高的湿润氛围气体中煅烧。

[0039] 煅烧时例如可以使用管状电炉、箱型电炉、隧道炉、远红外线炉、微波加热炉、竖式炉、反射炉、回转炉、辊底式炉(ローラーハース炉)等常规煅烧炉。混合物可以以间歇方式煅烧或以连续方式煅烧。此外,可以以静态方式煅烧或以流动方式煅烧。

[0040] 如此得到的 α 氧化铝粗粉末的纯度为 99.99 质量%以上,比表面积为 $0.1\text{m}^2/\text{g}\sim 2.0\text{m}^2/\text{g}$,优选为 $0.2\sim 1.0\text{m}^2/\text{g}$,相对密度为 55 ~ 90%,闭孔率为 4%以下。

[0041] 如此得到的 α 氧化铝粗粉末通常由于粒径分布宽,例如通过将其筛分,可以得到本发明中规定的粒径分布的 α 氧化铝粉末。

[0042] 本发明的 α 氧化铝粉末,在由 JIS K 0069(1992)的干式筛分试验求得的干式筛分粒径的粒径分布中,粒径小于 $75\mu\text{m}$ 的粒子含量为 5 重量%以下,优选为 3 重量%以下。并且,本发明的 α 氧化铝粉可以完全不含有粒径小于 $75\mu\text{m}$ 的粒子,其含量可以为 0 质量%。若小于 $75\mu\text{m}$ 的粒子多,则粒子间的静电排斥力增大,除了不能以高的堆密度填充在坩锅中之外,还有可能在填充到坩锅中时在所使用的填充装置中产生堵塞。

[0043] 此外,本发明的 α 氧化铝粉末中,粒径超过 2.8mm 的粒子的含量为 15 重量%以下,优选为 10 重量%以下。并且,本发明的 α 氧化铝粉可以完全不含有粒径超过 2.8mm 的粒子,其含量可以为 0 质量%。若超过 2.8mm 的粒子的含量超过 15 质量%,则不能以高的

堆密度填充到坩锅中,所以不优选。

[0044] 本发明的 α 氧化铝粉末,在上述粒径分布中,在粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的区域中出现至少 1 个频率极大,出现频率极大的区域优选是粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $500\ \mu\text{m}$,也可以仅由单一粒径的粒子构成。

[0045] 本发明的 α 氧化铝粉末,从能以更高的堆密度填充到坩锅中的方面考虑,优选在上述粒径分布中,粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子为 10 质量%以下,在粒径 1mm 以上的区域中出现至少 1 个频率极大,该区域出现的频率极大中表现出最大极大粒径的频率极大的极大粒径为 D_2 、频率值为 M_2 ,粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 区域出现的频率极大中表现出最小极大粒径的频率极大的极大粒径为 D_1 、频率值为 M_1 时, D_2 和 D_1 满足式 (1):

$$[0046] \quad 2 \times D_1 \leq D_2 \leq 20 \times D_1 \quad (1)$$

[0047] M_1 和 M_2 的比 (M_1/M_2) 为 0.05 以上。

[0048] 进一步地,从提高粒子的填充性方面考虑,进一步优选 D_2 和 D_1 满足式 (2):

$$[0049] \quad 5 \times D_1 \leq D_2 \leq 15 \times D_1 \quad (2)$$

[0050] 此外,优选 M_1 和 M_2 的比 (M_1/M_2) 为 0.1 以上,进一步优选为 1 以上。

[0051] 本发明中,粒径是使用 JIS Z8801(1987) 中规定的孔径为 $75\ \mu\text{m}$ 、 $100\ \mu\text{m}$ 、 $212\ \mu\text{m}$ 、 $300\ \mu\text{m}$ 、 $425\ \mu\text{m}$ 、 $500\ \mu\text{m}$ 、 $710\ \mu\text{m}$ 、 $850\ \mu\text{m}$ 、 1mm 、 2mm 和 2.8mm 的标准筛,作为粒子不能通过的孔径的最大值测定的干式筛分粒径。此外,粒径分布是通过使用上述标准筛根据 JIS K0069(1992) 的干式筛分试验测定的干式筛分粒径得到的粒径分布。

[0052] 如此得到的本发明的 α 氧化铝粉末,由于纯度为 99.99 质量%以上、杂质少,通过将其加热熔融后冷却,可以容易地形成单晶,制备蓝宝石单晶。此外,由于其比表面积为 $0.1\text{m}^2/\text{g} \sim 2.0\text{m}^2/\text{g}$,优选为 $0.2 \sim 1.0\text{m}^2/\text{g}$,由大气附着到表面上的水分少,此外由于其相对密度为 55 ~ 90%,闭孔率为 4%以下,制备过程中进入到闭孔等中的水分少,加热熔融时,不会由于这些水分导致坩锅氧化,并且在蓝宝石单晶中形成的气孔也减少。

[0053] 本发明的 α 氧化铝粉末由于具有本发明中规定的粒径分布,通过将其填充到坩锅中,例如可以以松装密度为 $1.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、优选 $2.0\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、进一步优选 $2.2\text{g}/\text{cm}^3$ 以上的高密度填充到坩锅中。

[0054] 如此得到的 α 氧化铝粉末可以用作 EFG 法、切克劳斯基 (Czochralski) 法等蓝宝石单晶生长方法的原料。

[0055] 实施例

[0055] 以下通过实施例对本发明进行具体的说明,但是本发明不被这些实施例所限定。

[0056] 实施例中的评价方法如下所述。

[0057] (1) 相对密度

[0058] 作为所得到的 α 氧化铝的相对密度,由细孔容积(开孔(開気孔)体积)和粒子密度算出闭孔体积,使用由该闭孔体积算出的烧结密度作为相对密度。细孔容积如下求得:将样品在 120°C 下干燥 4 小时后,使用オートポア III9420 装置(MICROMERITICS 公司制)通过压汞法,作为细孔半径为 $1\ \mu\text{m}$ 以下的范围的细孔容积求得上述细孔容积。

$$[0059] \quad \text{相对密度}(\%) = (\text{烧结密度} / 3.98) \times 100$$

$$[0060] \quad \text{烧结密度}(\text{g}/\text{cm}^3) = 1 / \{ (1/3.98) + \text{细孔容积} + \text{闭孔体积} \}$$

[0061] 闭孔体积 (cm^3/g) = $(1/\text{粒子密度}) - (1/3.98)$

[0062] (2) 闭孔率

[0063] 闭孔率由粒子密度,通过下式算出。此外,粒子密度基于 JIS R7222 的真比重测定方法算出。

[0064] 闭孔率 (%) = $[(\text{闭孔体积}) / \{(1/3.98) + \text{细孔容积} + \text{闭孔体积}\}] \times 100$

[0065] (3) 杂质浓度、纯度

[0066] Si、Fe、Cu、Mg 的含量用固体发射分光法测定。此外,Na、Ca 在碱熔融后,分别用原子吸光、ICP 发射分光法测定。

[0067] 纯度用 α 氧化铝中所含的 Al_2O_3 的总量表示,由杂质浓度算出 SiO_2 、 MgO 、 CuO 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 Na_2O 的总量 (ppm),使用 1 减去该杂质总量得到的值作为纯度值。算式如下所述:

[0068] 纯度 (%) = $100 \times \{1 - (\text{杂质重量的总和 (ppm)})\}$

[0069] (4) 粒径分布

[0070] 粒径分布基于 JIS K 0069(1992) 的干式筛分试验法,使用 JISZ8801(1987) 中指定的标准筛中筛孔孔径为 $75 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m}$ 、 $212 \mu\text{m}$ 、 $300 \mu\text{m}$ 、 $425 \mu\text{m}$ 、 $500 \mu\text{m}$ 、 $600 \mu\text{m}$ 、 $710 \mu\text{m}$ 、 $850 \mu\text{m}$ 、 1mm 、 2mm 和 2.8mm 的筛算出。

[0071] (5) 松装密度

[0072] 松装密度基于 JIS R9301-2-3,将样品填充到规定的容器中后,由该样品的质量和容积算出。

[0073] (6) 平均粒径

[0074] α 氧化铝种粒子的平均粒径使用激光粒度分布测定装置 [日机装社制“マイクロトラック”] 通过激光衍射法,测定对应于按照质量基准累积百分率为 50% 时的粒径作为平均粒径。

[0075] (7) 比表面积

[0076] 比表面积使用 BET 比表面积测定装置 [岛津制作所社制“2300-PC-1A”] 通过氮气吸附法测定。

[0077] (8) 水分量

[0078] 吸附在 α 氧化铝粉末上的水分量基于 JIS H 1901-1977,在 110°C 下干燥样品后,作为其减量测定。

[0079] 实施例 1

[0080] 作为 α 氧化铝种粒子,使用高纯度 α 氧化铝 (商品名 AKP-53、住友化学株式会社制)。将该 α 氧化铝用湿式球磨机粉碎,制备按照固体成分浓度计含有该氧化铝种粒子 20 重量份的 α 氧化铝种粒子浆料。该氧化铝种粒子的平均粒径为 $0.25 \mu\text{m}$ 。

[0081] 作为 α 氧化铝前体,使用烷醇铝通过水解法得到的高纯度氢氧化铝。将该 α 氧化铝种浆料和该氢氧化铝使用里面带有高速旋转的具有多段十字型分解结构的搅拌翼的叶片式混合机混合。混合时添加的 α 氧化铝种粒子浆料中含有的 α 氧化铝,相对于所得到的 α 氧化铝 100 重量份,为 1.7 重量份。此外,浆料中的水量,相对于氢氧化铝 100 重量份,为 149 重量份。混合后,用流化床干燥机干燥蒸发水分后,得到含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物质粉末。在升温速度为 $100^\circ\text{C}/\text{hr}$ 、煅烧温度为 1335°C 的条件下将该粉末煅烧

4 小时,得到 α 氧化铝粉末。

[0082] 该粉末的相对密度为 87%,闭孔率为 2.4%,在质量基准的粒径分布中,粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 2.0 质量%,超过 2.8mm 的粒子为 4.6 质量%,在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,进一步地,粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.4 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 1.19,所以松装密度为 $2.3\text{g}/\text{cm}^3$ 。所含的 Si 为 7ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 2ppm、Cu 为 1ppm 以下、Fe 为 6ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%,比表面积为 $0.4\text{m}^2/\text{g}$,吸附水分量为 0.02 重量%。即,得到的 α 氧化铝为吸附水分少、闭孔率低且松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0083] 实施例 2

[0084] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分,得到粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的粒子。该 α 氧化铝粉末是在质量基准的粒径分布中,在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,松装密度为 $2.1\text{g}/\text{cm}^3$,松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0085] 实施例 3

[0086] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分,得到粒径 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $500\ \mu\text{m}$ 的粒子。该 α 氧化铝粉末是在质量基准的粒径分布中,在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,松装密度为 $1.9\text{g}/\text{cm}^3$,松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0087] 实施例 4 ~ 10

[0088] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分,得到粒径分别为 $100\ \mu\text{m}$ (实施例 4)、 $212\ \mu\text{m}$ (实施例 5)、 $300\ \mu\text{m}$ (实施例 6)、 $400\ \mu\text{m}$ (实施例 7)、 $500\ \mu\text{m}$ (实施例 8)、 $600\ \mu\text{m}$ (实施例 9)、 $710\ \mu\text{m}$ (实施例 10) 的 α 氧化铝粉末。上述 α 氧化铝粉末均是在质量基准的粒径分布中,在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,松装密度为 $1.8 \sim 1.9\text{g}/\text{cm}^3$,松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0089] 实施例 11

[0090] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分,得到在质量基准的粒径分布中,粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 0.3 质量%、超过 2.8mm 的粒子为 12.3 质量%,在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.4 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 0.06 的 α 氧化铝粉末。该 α 氧化铝粉末的松装密度为 $1.8\text{g}/\text{cm}^3$,是松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0091] 实施例 12

[0092] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分,得到在质量基准的粒径分布中,粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 2.0 质量%、超过 2.8mm 的粒子为 9.2 质量%,在 $425\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $500\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大,粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.4 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 2 倍, M1/M2 之比为 0.14 的 α 氧化铝粉末。该 α 氧化铝粉末的松装密度为 $2.1\text{g}/\text{cm}^3$,是松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0093] 实施例 13

[0094] 利用实施例 1 的方法,相对于得到的 α 氧化铝重量 100 重量份添加所述 α 氧化

铝种 0.26 重量份,使浆料中的水量相对于氢氧化铝 100 重量份为 150 重量份,得到含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物。利用实施例 1 的方法,在 1310°C 下煅烧 4 小时,得到 α 氧化铝粉末。

[0095] 该粉末的相对密度为 66%,闭孔率小于 0.01%,在质量基准的频率粒径分布中,粒径小于 75 μm 的粒子为 1.3 质量%,超过 2.8mm 的粒子为 2.9 质量%,在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大,粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 4.0 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 1.50,松装密度为 1.8g/cm³。并且,所含的 Si 为 7ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 1ppm、Cu 为 2ppm、Fe 为 5ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%,比表面积为 1.9m²/g,吸附水分为 0.06 重量%。即,得到的 α 氧化铝是吸附水分少、闭孔率低且松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0096] 实施例 14

[0097] 利用实施例 1 的方法,相对于得到的 α 氧化铝重量 100 重量份添加所述 α 氧化铝种 5.6 重量份,使浆料中的水量相对于氢氧化铝 100 重量份为 150 重量份,得到含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物。利用实施例 1 的方法,在 1310°C 下煅烧 4 小时,得到 α 氧化铝粉末。

[0098] 该粉末的相对密度为 86%,闭孔率小于 0.01%,在质量基准的频率粒径分布中,粒径小于 75 μm 的粒子为 3.6 质量%,超过 2.8mm 的粒子为 2.4 质量%,在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大,粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.3 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 2.36,松装密度为 2.4g/cm³。并且,所含的 Si 为 9ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 2ppm、Cu 为 2ppm、Fe 为 5ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%,比表面积为 0.5m²/g,吸附水分为 0.02 重量%。即,得到的 α 氧化铝是吸附水分少、闭孔率低且松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0099] 实施例 15

[0100] 将利用实施例 1 的方法得到的含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物,利用实施例 1 的方法在 1275°C 下煅烧 4 小时,得到 α 氧化铝粉末。

[0101] 该粉末的相对密度为 72%,闭孔率小于 0.01%,在质量基准的频率粒径分布中,粒径小于 75 μm 的粒子为 6.5 质量%,超过 2.8mm 的粒子为 1.9 质量%,在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大,粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.7 质量%,在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 2.54,松装密度为 1.9g/cm³。并且,所含的 Si 为 7ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 1ppm、Cu 小于 1ppm、Fe 为 6ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%,比表面积为 1.5m²/g,吸附水分为 0.05 重量%。即,得到的 α 氧化铝是吸附水分少、闭孔率低且松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0102] 实施例 16

[0103] 将利用实施例 1 的方法得到的含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物,利用实施例 1 的方法在 1350°C 下煅烧 4 小时,得到 α 氧化铝粉末。

[0104] 该粉末的相对密度为 85%,闭孔率为 2.3%,在质量基准的频率粒径分布中,粒

径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 2.7 质量%，超过 2.8mm 的粒子为 3.3 质量%，在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大，粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 4.0 质量%，在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大，D2 为 D1 的 10 倍，M1/M2 之比为 1.22，松装密度为 $2.4\text{g}/\text{cm}^3$ 。并且，所含的 Si 为 7ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 1ppm、Cu 小于 1ppm、Fe 为 6ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%，比表面积为 $0.3\text{m}^2/\text{g}$ ，吸附水分量为 0.02 重量%。即，得到的 α 氧化铝是吸附水分少、闭孔率低且松装密度高的 α 氧化铝粉末。

[0105] 比较例 1

[0106] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分，得到在质量基准的粒径分布中，不含有粒径小于 $850\ \mu\text{m}$ 的粒子，仅在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现频率极大的 α 氧化铝粉末。该 α 氧化铝粉末由于虽然超过 2.8mm 的粒子为 14.5 质量%，但是在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的区域中未出现频率极大，因此松装密度低、为 $1.7\text{g}/\text{cm}^3$ ，在坩锅中的填充性降低，所以不能有效地制备蓝宝石单晶。

[0107] 比较例 2

[0108] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分，得到在质量基准的粒径分布中，虽然在 $710\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $850\ \mu\text{m}$ 的区域和 1mm 以上且小于 2mm 的区域中分别出现 1 个频率极大，但是 D2 为 D1 的 1.4 倍的 α 氧化铝粉末。该 α 氧化铝粉末由于虽然粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 0 质量%、超过 2.8mm 的粒子为 13.6 质量%，粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.3 质量%，M1/M2 为 0.06，但是 D2 为 D1 的 1.4 倍，松装密度低、为 $1.7\text{g}/\text{cm}^3$ ，在坩锅中的填充性降低，所以不能有效地制备蓝宝石单晶。

[0109] 比较例 3

[0110] 将由实施例 1 的方法得到的 α 氧化铝粉末筛分，得到在质量基准的粒径分布中，虽然在 $100\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $212\ \mu\text{m}$ 的区域和 1mm 以上且小于 2mm 的区域中分别出现 1 个频率极大，但是 M1/M2 之比为 0.02 的 α 氧化铝粉末。该 α 氧化铝粉末由于虽然粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 0.1 质量%、超过 2.8mm 的粒子为 13.0 质量%，粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.4 质量%，D2 为 D1 的 10 倍，但是 M1/M2 之比小于 0.05，松装密度低、为 $1.7\text{g}/\text{cm}^3$ ，在坩锅中的填充性降低，所以不能有效地制备蓝宝石单晶。

[0111] 比较例 4

[0112] 利用实施例 13 的方法，将 α 氧化铝种和氢氧化铝混合，不进行干燥，得到 α 氧化铝前体混合物，用实施例 1 的方法在 1310°C 下煅烧 4 小时，得到 α 氧化铝粉末。

[0113] 该粉末的相对密度为 84%，所含的 Si 为 9ppm、Na 为 2ppm 以下、Mg 为 1ppm、Cu 为 1ppm、Fe 为 5ppm、Ca 小于 2ppm、氧化铝纯度为 99.99%，比表面积为 $0.3\text{m}^2/\text{g}$ ，吸附水分量为 0.02 重量%，但是闭孔率高、为 9.5%，不适合作为蓝宝石单晶制备用原料。

[0114] 此外，在该粉末的质量基准的粒径分布中，粒径小于 $75\ \mu\text{m}$ 的粒子为 0.3 质量%，在 $300\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $425\ \mu\text{m}$ 的区域中出现 1 个频率极大，粒径为 $850\ \mu\text{m}$ 以上且小于 1mm 的粒子含量为 3.7 质量%，在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大，D2 为 D1 的 3.3 倍，M1/M2 之比为 0.41，但是由于未进行干燥操作，超过 2.8mm 的粒子含量为 34.6 质量%，松装密度低、为 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ ，在坩锅中的填充性降低，所以不能有效地制备蓝宝石单晶。

[0115] 比较例 5

[0116] 使实施例 1 中记载的 α 氧化铝种浆料中的水量, 相对于氢氧化铝 100 重量份, 为 1000 重量份来进行混合, 用蒸发器干燥后, 在 1300 度下煅烧 2 小时, 得到 α 氧化铝。

[0117] 该粉末的相对密度为 61%, 闭孔率小于 0.01%, 在质量基准的粒径分布中, 粒径小于 75 μm 的粒子为 0.5 质量%, 在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大, 粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 6.1 质量%, 在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 0.06, 但是由于未进行流化床干燥操作, 超过 2.8mm 的粒子含量为 28.0 质量%, 松装密度低、为 1.3g/cm³, 在坩锅中的填充性降低, 所以不能有效地制备蓝宝石单晶。并且, 比表面积为 3.3m²/g, 吸附水分量多、为 0.07 重量%, 不适合作为蓝宝石制备用原料。

[0118] 比较例 6

[0119] 将由实施例 1 得到的含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物, 利用实施例 1 的方法在 1100°C 下煅烧 2 小时, 得到 α 氧化铝粉末。

[0120] 该粉末的闭孔率小于 0.01%, 在质量基准的粒径分布中, 粒径小于 75 μm 的粒子为 1.3 质量%, 超过 2.8mm 的粒子含量为 6.1 质量%, 在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大, 粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 2.2 质量%, 在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 1.78, 但是未进行煅烧, 相对密度为 42%, 松装密度低、为 1.3g/cm³, 在坩锅中的填充性降低, 所以不能有效地制备蓝宝石单晶。并且, 比表面积为 9.2m²/g, 吸附水分量多、为 0.37 重量%, 不适合作为蓝宝石制备用原料。

[0121] 比较例 7

[0122] 将由实施例 1 得到的含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物, 利用实施例 1 的方法在 1500°C 下煅烧 2 小时, 得到 α 氧化铝粉末。

[0123] 该粉末是在质量基准的粒径分布中, 粒径小于 75 μm 的粒子为 1.6 质量%, 超过 2.8mm 的粒子含量为 2.1 质量%, 在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大, 粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 4.3 质量%, 在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 0.95, 松装密度为 2.4g/cm³ 的高堆密度 α 氧化铝粉末, 但是烧结过度进行, 结果比表面积降低、为 0.02m²/g, 相对密度为 95%, 闭孔率高、为 5%, 所以不适合作为蓝宝石单晶制备用原料。

[0124] 比较例 8

[0125] 将由实施例 1 得到的含有 α 氧化铝种的 α 氧化铝前体物混合物, 利用实施例 1 的方法在 1300°C 下煅烧 15 分钟, 得到 α 氧化铝粉末。

[0126] 该粉末的闭孔率小于 0.01%, 在质量基准的频率粒径分布中, 粒径小于 75 μm 的粒子为 1.9 质量%, 超过 2.8mm 的粒子含量为 5.0 质量%, 在 100 μm 以上且小于 212 μm 的区域中出现 1 个频率极大, 粒径为 850 μm 以上且小于 1mm 的粒子含量为 2.3 质量%, 在 1mm 以上且小于 2mm 的区域中出现 1 个频率极大, D2 为 D1 的 10 倍, M1/M2 之比为 2.08, 但是未进行煅烧, 相对密度为 43%, 松装密度低、为 1.6g/cm³, 在坩锅中的填充性降低, 所以不能有效地制备蓝宝石单晶。并且, 比表面积为 4.1m²/g, 吸附水分量多、为 0.14 重量%, 不适合作为蓝宝石制备用原料。