



(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 202342400 A

(43) 公開日：中華民國 112 (2023) 年 11 月 01 日

(21) 申請案號：112100121

(22) 申請日：中華民國 112 (2023) 年 01 月 03 日

(51) Int. Cl. : C04B35/48 (2006.01)

C04B35/64 (2006.01)

(30) 優先權：2022/01/18 日本

2022-005933

(71) 申請人：日商東曹股份有限公司 (日本) TOSOH CORPORATION (JP)

日本

(72) 發明人：下山智隆 SHIMOYAMA, TOMOTAKA (JP)；藏本泰式 KURAMOTO, YASUNORI

(JP)

(74) 代理人：卓俊傑；鮑亞嵐；卓孟儀

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：4 共 35 頁

(54) 名稱

燒結體及其製造方法以及窗材

(57) 摘要

本發明提供一種兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。一種燒結體，將固溶有穩定化元素及釩的、立方晶率為 95% 以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，所述穩定化元素的含量為 8 mol% 以上且 12 mol% 以下。

【發明摘要】**【中文發明名稱】** 燒結體及其製造方法**【中文】**

本發明提供一種兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。一種燒結體，將固溶有穩定化元素及鏽的、立方晶率為 95%以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，所述穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。

【指定代表圖】 無。**【代表圖之符號簡單說明】**

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 燒結體及其製造方法

【技術領域】

【0001】 本揭示是有關於一種燒結體及其製造方法。

【先前技術】

【0002】 作為高爐及半導體製造裝置等中使用的窗材，可使用石英玻璃及耐熱玻璃等玻璃材。然而，該些玻璃材雖具有優異的透光性，但存在機械強度低、抗物理衝擊能力弱的課題。

【0003】 作為較玻璃材而言機械強度更優異且具有透光性的材料，已知以氧化鋯為主成分且具有透光性的透光性氧化鋯燒結體。由於透光性氧化鋯燒結體亦能夠透過紅外光，因此亦能夠使用紅外式溫度計穿過窗材對爐內的被加熱物的溫度進行測定。因此，一直進行有關透光性氧化鋯燒結體的研究。

【0004】 例如，專利文獻 1 中揭示了一種含有 2 mol%~4 mol% 的氧化釷的透光性氧化鋯燒結體。

【0005】 專利文獻 2 中揭示了一種含有 3 mol%~20 mol% 的二氧化鈦及 6 mol%~15 mol% 的氧化釷的透光性氧化鋯燒結體。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0006】 [專利文獻 1]日本專利特開 2010-150063 號公報

[專利文獻 2]日本專利特開 2011-011970 號公報

【發明內容】**【0007】 [發明所欲解決之課題]**

然而，專利文獻 1 的透光性氧化鋯燒結體雖具有優異的機械強度（雙軸彎曲強度為 1000 MPa 以上），但透光性低（總光線透過率為 40%以下，試樣厚度 1 mm，測定波長 600 nm）。因此，於作為窗材使用時，看起來如毛玻璃般渾濁，無法充分觀察到裏面的情況。

【0008】 專利文獻 2 的氧化鋯燒結體雖具有優異的透明性（直線透過率為 73%~75%，試樣厚度 1 mm，測定波長 600 nm），但機械強度低（三點彎曲強度為 255 MPa）。因此，於作為窗材使用時，發生由物理衝撞引起的衝擊破壞及表面損傷等的可能性高。

【0009】 因此，於作為窗材使用的透光性氧化鋯燒結體中，要求兼具更優異的機械強度及透光性的透光性氧化鋯燒結體。

【0010】 本揭示的目的在於提供一種於固溶有鏷並且結晶結構受到控制的透光性氧化鋯燒結體中兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。較佳為本揭示的目的在於提供一種兼具優異的機械強度及透明性的氧化鋯的燒結體及其製造方法中的至少任一者。

[解決課題之手段]

【0011】 本發明者等人發現藉由將包含穩定化元素及特定含量的鏷的、一定以上的立方晶率的氧化鋯作為基體，可獲得兼具優異的機械強度及透光性的燒結體、進而可獲得兼具優異的機械強

度及透明性的燒結體，從而完成了本揭示的發明。

【0012】 即，本發明如申請專利範圍所述，本揭示的主旨如以下所述。

[1]一種燒結體，將固溶有穩定化元素及鐳的、立方晶率為95%以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，

所述穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。

[2]如[1]所述的燒結體，其中，鐳含量為 1 mol%以上且 10 mol%以下。

[3]如[1]或[2]所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為選自釷、鈾、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種。

[4]如[1]至[3]中任一項所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為釷。

[5]如[1]至[4]中任一項所述的燒結體，其中，試樣厚度 1 mm 時的直線透過率為 55%以上。

[6]如[1]至[5]中任一項所述的燒結體，其中，雙軸彎曲強度為 500 MPa 以上。

[7]一種燒結體的製造方法，是製造如[1]至[6]中任一項所述的燒結體的方法，其特徵在於包括：混合步驟，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鐳原料混合而獲得混合粉末；成形步驟，將所獲得的混合粉末成形而獲得成形體；燒結步驟，將所獲得的成形體配置於內容器內並將所述內容器配置於外容器內，於 1650°C 以上的燒結溫度下進行燒結而獲得燒結體；以及降溫步驟，自燒結

溫度起以超過 1°C/min 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。

[8]如[7]所述的燒結體的製造方法，其中，所述外容器為碳製的外容器。

[9]一種窗材，包含如[1]至[6]中任一項所述的燒結體。

[發明的效果]

【0013】 藉由本揭示，可提供一種兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。進而，本揭示可提供一種兼具優異的機械強度及透明性的氧化鋯的燒結體及其製造方法中的至少任一者。

【圖式簡單說明】

【0014】

圖 1 是表示燒結步驟中的成形體的配置的一例的示意圖。

圖 2 是實施例 1 的燒結體中的 XRD 圖案。

圖 3 是比較例 3 的燒結體中的 XRD 圖案。

圖 4 是比較例 4 的燒結體中的 XRD 圖案。

【實施方式】

【0015】 以下，一邊示出實施方式的一例一邊對本揭示的燒結體進行說明。

【0016】 本實施方式的燒結體是不僅僅於燒結體中包含鏷 (La) 而且於氧化鋯中固溶有鏷的燒結體 (以下，亦稱為「鏷固溶氧化鋯燒結體」)。藉由固溶有鏷，燒結體的結晶粒子的組織結構變得微細。

【0017】 於本實施方式的燒結體中，鑷固溶於氧化鋯中可根據粉末 X 射線繞射 (X-Ray Diffractometry) (以下，亦稱為「XRD」) 圖案來確認。本實施方式的燒結體於以 $\text{CuK}\alpha$ 射線 ($\lambda=0.15418 \text{ nm}$) 為射線源的 XRD 測定中具有 $2\theta=72.0\pm 2^\circ$ 的峰 (以下，亦稱為「主峰」)。主峰是立方晶氧化鋯的 XRD 峰 ($2\theta=72.0\pm 2^\circ$)，並且是燒結體的 XRD 圖案中的繞射強度最強的 XRD 峰。根據主峰求出的晶格常數 (Lattice Parameter) 比未固溶鑷的燒結體大，藉此可確認於本實施方式的燒結體中鑷固溶於氧化鋯中。例如，於為含有鑷且含有 8 mol% 的釔作為穩定化元素的鑷固溶氧化鋯燒結體的情況下，其晶格常數比僅含有 8 mol% 的釔作為穩定化元素、其餘部分包含氧化鋯的燒結體的晶格常數大。晶格常數大可根據在 XRD 圖案中主峰向低角度側偏移來確認。

【0018】 進而，本實施方式的燒結體較佳為實質上不含有包含鑷及鋯的複合氧化物及鑷氧化物 (以下，亦稱為「鑷氧化物等」)。藉由不包含鑷氧化物等，本實施方式的燒結體成為透光性更高的燒結體。不包含鑷氧化物等可根據在本實施方式的燒結體的 XRD 圖案中不具有與氧化鋯的 XRD 峰以外的峰相符的 XRD 峰來確認。作為鑷氧化物等，可例示 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 及 La_2O_3 。

【0019】 本實施方式的燒結體的鑷含量較佳為 1 mol% 以上。鑷含量 (mol%) 是進行了氧化物換算的鑷相對於燒結體中的氧化鋯、進行了氧化物換算的穩定化元素及進行了氧化物換算的鑷 (La_2O_3) 的合計的莫耳比例。例如，於包含釔作為穩定化元素的

情況下，鐳的含量[mol%]只要以 $\{\text{La}_2\text{O}_3[\text{mol}]/(\text{Y}_2\text{O}_3+\text{La}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2)$ [mol] $\}\times 100$ 的形式求出即可。

【0020】 為了使所有的鐳固溶於氧化鋯中，燒結體的鐳的含量較佳為 10 mol%以下。另外，作為鐳含量，較佳為 1 mol%以上、2 mol%以上、或 3 mol%以上。另外，較佳為 10 mol%以下、7 mol%以下、6.5 mol%以下、或 5 mol%以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，例如，作為鐳含量，可列舉：1 mol%以上且 10 mol%以下、進而為 1 mol%以上且 7 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 10 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 7 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 6.5 mol%以下、另外進而為 3 mol%以上且 6.5 mol%以下、另外進而為 3 mol%以上且 5 mol%以下。由於存在機械強度變高的傾向，因此鐳含量較佳為 3 mol%以上且 4.5 mol%以下、進而為 3.5 mol%以上且 4.2 mol%以下。

【0021】 本實施方式的燒結體較佳為不包含鐳以外的鐳系稀土類元素。作為鐳以外的鐳系稀土類元素，例如可列舉：鎔 (Eu)、釷 (Gd)、鐳 (Tb)、鐳 (Dy)、釹 (Ho)、鉺 (Er)、鐳 (Tm)、鐳 (Yb) 及鐳 (Lu)。本實施方式的燒結體較佳為不包含鐳以外的鐳系稀土類元素，但若考慮到組成分析的測定誤差，則可例示本實施方式的燒結體中的鐳以外的鐳系稀土類元素的含量為 0.1 mol%以下。

【0022】 本實施方式的燒結體包含穩定化元素。穩定化元素固溶於氧化鋯中。藉由鐳及穩定化元素固溶於氧化鋯中，即便於室溫

等低溫環境下，亦成為燒結體的氧化鋯包含立方晶相的狀態。

【0023】 穩定化元素是使氧化鋯穩定化的元素。穩定化元素較佳為例如選自由釷（Y）、釷（Sc）、鈣（Ca）、鎂（Mg）及鈾（Ce）所組成的群組中的至少一種，更佳為選自鈣、鎂及釷的群組中的至少一種，進而更佳為釷。

【0024】 為了使氧化鋯部分穩定化，本實施方式的燒結體中所含的穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。作為穩定化元素的含量，較佳為 8 mol%以上或 8.5 mol%以上。另外，較佳為 12 mol%以下、11.5 mol%以下、或 11 mol%以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，穩定化元素的含量例如較佳為 8 mol%以上且 11 mol%以下、8 mol%以上且 10.5 mol%以下、或 8.5 mol%以上且 10.5 mol%以下。為使透明性更容易變高，穩定化元素的含量較佳為 8 mol%以上且 9.5 mol%以下。

再者，穩定化元素的含量（mol%）是穩定化元素相對於燒結體中的氧化鋯、分別進行了氧化物換算的穩定化元素及釷（ La_2O_3 ）的合計的莫耳比例。於包含釷作為穩定化元素的情況下，穩定化元素含量[mol%]只要以 $\{ (\text{Y}_2\text{O}_3) [\text{mol}] / (\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2) [\text{mol}] \} \times 100$ 的形式求出即可。於包含釷、鈣、鎂及鈾作為穩定化元素的情況下，其氧化物可分別換算為 Sc_2O_3 、 CaO 、 MgO 及 CeO_2 。

【0025】 本實施方式的燒結體是所謂的氧化鋯燒結體，是以氧化鋯為基體（主成分）的燒結體。因此，本實施方式的燒結體中所含的穩定化元素及釷的合計含量只要小於 50 mol%即可，較佳為

30 mol%以下或 20 mol%以下、且為 9 mol%以上或 10 mol%以上。該些上限與下限可為任意的組合，例如可列舉 9 mol%以上且 30 mol%以下、10 mol%以上且 20 mol%以下、或 11 mol%以上且 15 mol%以下。本實施方式的燒結體的氧化鋯含量較佳為超過 50 mol%、60 mol%以上、70 mol%以上、80 mol%以上、或 85 mol%以上、且 91 mol%以下、或 90 mol%以下。

【0026】 本實施方式的燒結體亦可包含氧化鋁 (Al_2O_3)。藉由含有氧化鋁，特別是強度高的燒結體的透光性容易提高。於本實施方式的燒結體包含氧化鋁的情況下，氧化鋁含量較佳為 100 質量 ppm 以上、或 200 質量 ppm 以上，另外，較佳為 2000 質量 ppm 以下、或 1000 質量 ppm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，氧化鋁含量例如較佳為 100 質量 ppm 以上且 2000 質量 ppm 以下、進而為 200 質量 ppm 以上且 1000 質量 ppm 以下。氧化鋁的含量（質量 ppm）是進行了氧化物換算的鋁 (Al_2O_3) 相對於燒結體中的氧化鋯、分別進行了氧化物換算的穩定化元素、釷 (La_2O_3) 及進行了氧化物換算的鋁 (Al_2O_3) 的合計質量的質量比例。於包含氧化鋁及釷、且包含鈮作為穩定化元素的情況下，氧化鋁的含量 [質量 ppm] 只要以 $\{\text{Al}_2\text{O}_3[\text{g}]/(\text{Y}_2\text{O}_3+\text{La}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2)[\text{g}]\} \times 1000000$ 的形式求出即可。

【0027】 本實施方式的燒結體具有所述組成，但亦可包含不可避免的雜質。作為不可避免的雜質，可列舉氧化鈦 (HfO_2)。再者，於本實施方式中的理論密度、穩定化元素或添加成分等的含量等

與組成相關的值的計算中，作為不可避免的雜質的氧化鈦 (HfO_2) 只要視為氧化鋯 (ZrO_2) 來計算即可。

另外，較佳為不包含其他過渡金屬氧化物，例如可列舉二氧化鈦 (TiO_2) 的含量為 1 mol% 以下、進而為 0.1 mol% 以下。

【0028】 作為本實施方式的燒結體的較佳組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 81.5 mol% 以上且 90 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 12 mol% 以下

釧 : 2 mol% 以上且 6.5 mol% 以下

【0029】 作為本實施方式的燒結體的尤佳組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 85 mol% 以上且 89 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 10 mol% 以下

釧 : 3 mol% 以上且 5 mol% 以下

關於所述組成，將氧化鋯、穩定化元素及釧的合計設為 100 mol% 來計算。即，較佳為例如氧化鋯為 85 mol%、穩定化元素為 10 mol%、及釧為 5 mol%。

【0030】 所述組成中的穩定化元素較佳為鈮。

【0031】 本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相。所謂「僅具有立方晶的結晶結構」是指立方晶率為 95% 以上，較佳為 97% 以上，進而佳為 98% 以上，並且進而佳為 99.5% 以上。若立方晶率為 95% 以上，則存在可獲得具有優異的透光性的燒結

體、進而可獲得具有優異的透明性的燒結體的傾向。此處，「立方晶率」是氧化鋯的結晶相中立方晶相所佔的比例。立方晶率可由下述式（1）求出。立方晶率例如可例示 99.5%以下、99.9%以下、或 100%以下。作為較佳的立方晶率，例如可列舉 98%以上且 100%以下、或 99.5%以上且 100%以下。

$$\text{【0032】 } f_c = \frac{I_c(111)}{[I_m(111) + I_m(11-1) + I_t(111) + I_c(111)]} \times 100 \quad (1)$$

【0033】 於式（1）中， f_c 為立方晶率（%）， $I_c(111)$ 為相當於立方晶相的（111）面的 XRD 峰的面積強度， $I_m(111)$ 及 $I_m(11-1)$ 分別為相當於單斜晶相的（111）面及（11-1）面的 XRD 峰的面積強度，以及 $I_t(111)$ 為相當於正方晶相的（111）面的 XRD 峰的面積強度。再者， $I_c(111)$ 及 $I_t(111)$ 是將多個 XRD 峰的面積強度合計後的合計值。

【0034】 本實施方式中的 XRD 圖案以 $\text{CuK}\alpha$ 射線作為射線源進行測定，作為測定條件可列舉以下條件。

| | |
|---------|--|
| 加速電流/電壓 | : 40 mA/40 kV |
| 射線源 | : $\text{CuK}\alpha$ 射線 ($\lambda=1.5405\text{\AA}$) |
| 測定模式 | : 步進掃描 |
| 掃描條件 | : $0.04^\circ/\text{秒}$ |
| 測定範圍 | : $2\theta=20^\circ \sim 80^\circ$ |
| 發散狹縫 | : 0.5 deg |
| 散射狹縫 | : 0.5 deg |

光接收狹縫 ： 0.3 mm

檢測器 ： 閃爍計數器（scintillation counter）

【0035】 XRD 圖案可使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（例如，尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）來進行測定。

【0036】 關於各結晶面的 XRD 峰的面積強度，可於計算程式中使用「PRO-FIT」，利用 H.托拉雅（H. Toraya），「應用結晶學雜誌（J. Appl. Crystallogr.）」，19, 440-447（1986）中記載的方法分離各 XRD 峰後求出。

【0037】 再者，關於本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相，即本實施方式的燒結體中的氧化鋯的立方晶率為 95%以上的情況，除了立方晶率的計算中使用的所述 XRD 峰以外，亦可藉由表 1 所示的位置有無 XRD 峰來確認。即，若於 $2\theta=73.1\pm 2^\circ$ 、 $73.5\pm 2^\circ$ 、 $73.7\pm 2^\circ$ 及 $73.9\pm 2^\circ$ 的位置檢測出峰，則燒結體中的氧化鋯包含立方晶相。另外，若於 $2\theta=72\pm 2^\circ$ 、 $73\pm 2^\circ$ 、 $74.1\pm 2^\circ$ 及 $74.4\pm 2^\circ$ 的位置未檢測出峰，則燒結體中的氧化鋯不包含正方晶相。若本實施方式的燒結體中的氧化鋯包含立方晶相，且不包含正方晶相，則本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相。即，本實施方式的燒結體中的氧化鋯的立方晶率為 95%以上。

再者，表 1 所示的各峰位置 2θ 處的「 $\pm 2^\circ$ 」表示於測定中燒結體的全部 XRD 峰有時最大偏移 2° ，允許該峰偏移。關於偏移後的峰是否為表 1 中記載的峰的判別，由於表 1 中記載的立方晶相

的四個峰及正方晶相的四個峰偏移相同的寬度，因此能夠根據四個峰的形狀或間隔進行判別。例如，關於立方晶相的四個峰，根據自相當於 73.1° 的峰的低角側的峰開始以 0.4° 、 0.2° 及 0.2° 的間隔存在四個峰來判定為立方晶相的四個峰即可。

【0038】 [表 1]

| 立方晶相 (2 θ) | 正方晶相 (2 θ) |
|--------------------|--------------------|
| $73.1\pm 2^\circ$ | $72.0\pm 2^\circ$ |
| $73.5\pm 2^\circ$ | $73.0\pm 2^\circ$ |
| $73.7\pm 2^\circ$ | $74.1\pm 2^\circ$ |
| $73.9\pm 2^\circ$ | $74.4\pm 2^\circ$ |

【0039】 本實施方式的燒結體的平均結晶粒徑 (Average Crystal Grain Size) 較佳為 $20\ \mu\text{m}$ 以上、或 $30\ \mu\text{m}$ 以上。另外，較佳為 $100\ \mu\text{m}$ 以下、 $90\ \mu\text{m}$ 以下、或 $60\ \mu\text{m}$ 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，燒結體的平均結晶粒徑例如可列舉為 $20\ \mu\text{m}$ 以上且 $100\ \mu\text{m}$ 以下、 $30\ \mu\text{m}$ 以上且 $90\ \mu\text{m}$ 以下、進而為 $30\ \mu\text{m}$ 以上且 $60\ \mu\text{m}$ 以下。藉由平均結晶粒徑為該範圍內，成為透光性高的燒結體。於本實施方式中，平均結晶粒徑可藉由平面測量法 (planimetric method) 進行測定。

【0040】 本實施方式的燒結體較佳為密度高。密度因穩定化元素及鏽的量而不同。本實施方式的燒結體的密度可例示 $6.0\ \text{g/cm}^3$ 以上且 $6.2\ \text{g/cm}^3$ 以下、進而為 $6.0\ \text{g/cm}^3$ 以上且 $6.12\ \text{g/cm}^3$ 以下。

【0041】 本實施方式的燒結體較佳為表面的算術平均粗糙度 (以下，亦稱為「Ra」) 為 $20\ \text{nm}$ 以上、或 $25\ \text{nm}$ 以上。另外，較佳為

60 nm 以下、或 45 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的算術平均粗糙度例如為 20 nm 以上且 60 nm 以下，較佳為 25 nm 以上且 45 nm 以下。於 Ra 超過 60 nm 時，機械強度、尤其是斷裂強度降低。Ra 越小越佳，但即便於實施了研磨處理等的情況下，燒結體的 Ra 亦為 20 nm 左右。

【0042】 本實施方式的燒結體較佳為表面的最大高度（以下，亦稱為「Rz」）為 100 nm 以上、或 300 nm 以上。另外，較佳為 1000 nm 以下、或 900 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的最大高度例如可列舉為 100 nm 以上且 1000 nm 以下，較佳為 300 nm 以上且 900 nm 以下。

【0043】 本實施方式的燒結體較佳為表面的均方根高度（以下，亦稱為「Rq」）為 10 nm 以上、或 20 nm 以上。另外，較佳為 100 nm 以下、或 50 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的均方根高度例如可列舉為 10 nm 以上且 100 nm 以下，較佳為 20 nm 以上且 50 nm 以下。

【0044】 於本實施方式中，Ra、Rz 及 Rq 可藉由依照日本工業標準（Japanese Industrial Standard, JIS）B 0601 的方法進行測定。

【0045】 本實施方式的燒結體較佳為於其表面不具有研磨痕。通常，燒結不久後的燒結體的表面粗糙，因此藉由實施研磨等後處理而使表面平滑化。然而，藉由後處理，於燒結體的表面會產生研磨痕。研磨痕伴隨著研磨而產生，例如可列舉規則的條狀圖樣。相對於此，本實施方式的燒結體較佳為於燒結後的狀態下具有實

用的平滑性，於所述情況下，不具有研磨痕而滿足所述 Ra、Rz 及 Rq。研磨痕可藉由對燒結體的表面進行 SEM 觀察來確認。

【0046】 本實施方式的燒結體具有高透光性（半透明性（Translucency））。

本實施方式的燒結體較佳為於試樣厚度 1 mm 時依照 JIS K 7361-1 測定而得的總光線透過率為 55%以上，更佳為 60%以上。總光線透過率可例示為 76%以下、進而為 70%以下。作為本實施方式的燒結體的總光線透過率，可例示 60%以上且 76%以下、60%以上且 70%以下、或 60%以上且 65%以下。

【0047】 本實施方式的燒結體較佳為於試樣厚度 1 mm 時依照 JIS K 7361-1 測定而得的直線透過率為 55%以上，更佳為 60%以上。直線透過率可例示為 70%以下、進而為 68%以下。直線透過率是表示透明性的指標之一，若直線透過率高，則成為透明性（Transparency）更高的燒結體，因此較佳。本實施方式的燒結體的直線透過率可例示 55%以上且 70%以下、55%以上且 65%以下、或 60%以上且 65%以下。

【0048】 關於總光線透過率及直線透過率，可例示使用試樣厚度 1 mm 且兩面的表面粗糙度 $Ra \leq 0.02 \mu\text{m}$ 的燒結體作為測定試樣，使用光源包括 D65 光源的一般的霧度計（裝置名：霧度計（haze meter）NDH2000，日本電色（NIPPON DENSHOKU）製造）作為測定裝置來進行測定。

【0049】 本實施方式的燒結體具有高的機械強度。本實施方式中

的強度中，作為依照國際標準化組織（International Standardization Organization，ISO）/國際標準草案（Draft International Standard，DIS）6872 測定而得的雙軸彎曲強度，可列舉為 500 MPa 以上、進而為 600 MPa 以上。為了擴大可適用的用途，本實施方式的燒結體的強度較佳為 800 MPa 以上、進而為 1000 MPa 以上。彎曲強度可例示為 1100 MPa 以下、或 1200 MPa 以下。本實施方式的燒結體的強度（雙軸彎曲強度）可列舉 500 MPa 以上且 1200 MPa 以下、或 500 MPa 以上且 700 MPa 以下，進而可為 510 MPa 以上且 600 MPa 以下，且進而亦可為 510 MPa 以上且 550 MPa 以下。

【0050】 如以上所說明，本實施方式的燒結體兼具優異的機械強度及透光性，因此可用於以窗材、裝飾構件、電子設備的外裝構件為代表的公知的透光性氧化鋯燒結體的用途。尤其是可較佳地用於要求高的機械強度及透光性、進而要求高的機械強度及透明性的窗材。窗材若是使視覺辨認所需波長的光線透過的構件，則並無特別限制。於窗材中，亦可使用紅外式溫度計穿過窗材對爐內的被加熱物的溫度進行測定。可較佳地用作高爐、加熱爐、熱處理爐等高溫環境下的爐用窗材。

【0051】 接下來，對本實施方式的燒結體的製造方法進行說明。

【0052】 於本實施方式中，可藉由如下製造方法來製造本實施方式的燒結體，所述製造方法的特徵在於包括：混合步驟，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑰原料混合而獲得混合粉末；成形步驟，將所獲得的混合粉末成形而獲得成形體；燒結步驟，將所獲

得的成形體配置於內容器內並將所述內容器配置於外容器內，於 1650°C 以上的燒結溫度下進行燒結而獲得燒結體；以及降溫步驟，自燒結溫度起以超過 1°C/min 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。

【0053】 於混合步驟中，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑪原料混合而獲得混合粉末。只要氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑪原料可均勻地混合，則混合方法為任意，可為濕式混合或乾式混合中的任一種。為了進一步提高所獲得的混合粉末的均勻性，混合方法較佳為濕式混合，更佳為利用濕式球磨機及濕式攪拌磨機中的至少任一種進行的濕式混合。

【0054】 氧化鋯原料為氧化鋯或其前驅物，可列舉布厄特 (Brunauer-Emmett-Teller, BET) 比表面積為 4 m²/g 以上且 20 m²/g 以下的氧化鋯粉末。

【0055】 穩定化元素原料是包含選自釷、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種的化合物的粉末，較佳為可列舉包含釷的化合物的粉末或其前驅物。

【0056】 進而，氧化鋯原料較佳為包含穩定化元素的氧化鋯粉末 (以下，亦稱為「含穩定化元素的氧化鋯」)。此種氧化鋯粉末成為氧化鋯原料及穩定化元素原料。氧化鋯粉末所含有的穩定化元素較佳為選自釷、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種，更佳為釷。含穩定化元素的氧化鋯粉末是以氧化物換算計含有 8 mol% 以上且 12 mol% 以下的穩定化元素的氧化鋯粉末，進而較佳為 BET 比表面積為 4 m²/g 以上且 20 m²/g 以下並且含有 8 mol% 以上且 12

mol%以下的穩定化元素的氧化鋯粉末。另外，含穩定化元素的氧化鋯粉末所含有的穩定化元素量較佳為以氧化物換算計為 8 mol% 以上且 12 mol% 以下、進而為 8.5 mol% 以上且 11.5 mol% 以下、且進而為 9 mol% 以上且 11 mol% 以下。

【0057】 鑷原料可列舉包含鑷的化合物，可列舉選自氧化鑷、氫氧化鑷、硝酸鑷、硫酸鑷、氯化鑷、碳酸鑷及燒綠石（pyrochlore）型 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 的群組中的至少一種，較佳為選自氫氧化鑷、氧化鑷及 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 的群組中的至少任一者，更佳為氫氧化鑷及氧化鑷中的至少任一者，進而佳為氫氧化鑷。

【0058】 混合粉末亦可包含氧化鋁原料。氧化鋁原料可列舉包含鋁的化合物，較佳為選自氧化鋁、氫氧化鋁、碳酸鋁及尖晶石的群組中的至少一種，更佳為氧化鋁。作為較佳的氧化鋁，可列舉 α 型氧化鋁及 γ 型氧化鋁中的至少任一者，進而可列舉 α 型氧化鋁。

【0059】 混合粉末的組成只要是所期望的比例即可，可列舉以氧化物換算計氧化鋯為 80 mol% 以上且 91 mol% 以下、穩定化元素為 8 mol% 以上且 12 mol% 以下、鑷為 1 mol% 以上且 10 mol% 以下。

【0060】 作為較佳的混合粉末的組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 81.5 mol% 以上且 90 mol% 以下

較佳為 85 mol% 以上且 89 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 12 mol% 以下

較佳為 8 mol% 以上且 10 mol% 以下

鑷 : 2 mol% 以上且 6.5 mol% 以下

較佳為 3 mol%以上且 5 mol%以下

【0061】 所述組成中的穩定化元素較佳為鉍。

【0062】 本實施方式的混合粉末可包含結合劑。藉由包含結合劑，操作性（處理）、或保形性變得更高。結合劑只要為可用於陶瓷的造粒或成形的結合劑即可，較佳為有機黏合劑。作為黏合劑，可列舉為選自聚乙烯醇、聚乙烯醇縮丁醛、蠟及丙烯酸系樹脂的群組中的一種以上，較佳為聚乙烯醇及丙烯酸系樹脂中的至少任一者，更佳為丙烯酸系樹脂。於本實施方式中，丙烯酸系樹脂是包含丙烯酸酯及甲基丙烯酸酯中的至少任一者的聚合物。作為具體的結合劑，例如可列舉選自 AS-1100、AS-1800 及 AS-2000 的群組中的一個以上（均為製品名；東亞合成公司製造）。

結合劑的含量可例示為 0.5 質量%以上或 1 質量%以上，且為 10 質量%以下或 5 質量%以下。

於成形步驟中，將混合粉末成形而獲得成形體。只要可獲得所期望的形狀的成形體，則成形方法為任意。作為成形方法，可列舉選自壓製成形、射出成形、片材成形、擠出成形及澆鑄成形的群組中的至少一種，較佳為壓製成形及射出成形中的至少任一種。

【0063】 成形體的形狀為任意，例如可例示圓板狀、圓柱狀及多面體狀等形狀、或齒列矯正托架或半導體製造夾具、其他複雜形狀等與目的或用途對應的任意形狀。

【0064】 於燒結步驟中，藉由將成形體配置於內容器內，並將該

內容器配置於外容器內進行燒結，可獲得具有平滑性高的表面的燒結體。燒結時的容器用於避免由被燒結物與燒結爐的環境氣體流直接接觸而引起的燒結體表面的平滑性降低，即用於避免由被燒結物直接暴露於自系統外導入至燒結爐中的環境氣體流而引起的燒結體表面粗糙度的增大。

【0065】 圖 1 是表示燒結步驟中的成形體的配置的一例的示意圖。成形體（100）配置於內容器（101）的內部，該內容器（101）配置於外容器（102）的內部。內容器只要是可於其內部配置成形體的任意形狀即可，外容器只要是可於其內部配置內容器的任意形狀即可。

【0066】 內容器及外容器只要是密封容器以外的、即不阻斷環境氣體流的容器即可，例如是如下容器：在不將被燒結物直接暴露於自系統外導入至燒結爐中的環境氣體流的情況下，該容器內的環境相對於燒結爐中的環境成為不會變成封閉系統的狀態。作為具體的容器，可列舉帶蓋容器、例如帶蓋坩堝及帶蓋匣鉢中的至少任一者。再者，於圖 1 中，內容器（101）及外容器（102）分別顯示為帶蓋容器，內容器（101）顯示出在收納被燒結物且不密封該內容器（101）的情況下配置蓋的狀態，並且外容器（102）顯示出在收納內容器（101）且不密封該外容器（102）的情況下配置蓋的狀態。

【0067】 內容器的材質為金屬氧化物及金屬氮化物中的至少任一種，較佳為可列舉金屬氧化物，更佳為可列舉選自氧化鋁、氧

化鋯、莫來石、氧化鈮、尖晶石、氧化鎂、氮化矽及氮化硼的群組中的至少一種，進而佳為可列舉選自氧化鋁、氧化鋯、莫來石及氧化鈮的群組中的至少一種，進而更佳為可列舉氧化鈮。

【0068】 外容器的材質為選自碳、金屬氧化物及金屬氮化物的群組中的至少任一種。其中，就可獲得兼具優異的機械強度及透光性的燒結體、且抑制燒結體間的機械強度的偏差的觀點而言，外容器的材質較佳為碳。另外，外容器為碳製的外容器時，與金屬氧化物製或金屬氮化物製的外容器相比價格便宜，工業上利用價值高，因此較佳。於本實施方式的製造方法中，進行了容器的雙重化，因此源自容器的碳不會附著於被燒結物的表面，容易獲得機械強度及透光性優異的燒結體。進而，於使用碳製的外容器的情況下，尤其是燒結體彼此之間的機械強度的偏差得到抑制。

【0069】 再者，於燒結步驟為後述的二段燒結法的情況下，只要代替成形體而將一次燒結體配置於內容器中即可。即，於二次燒結中，只要將一次燒結體配置於內容器內，並將該內容器配置於外容器內來進行燒結即可。

【0070】 於燒結步驟中，對所述成形步驟中所獲得的成形體於 1650°C 以上的燒結溫度下進行燒結。認為藉由以 1650°C 以上進行燒結，燒結體的結晶結構成為高溫型的結晶結構。燒結溫度為 1650°C 以上，較佳為 1700°C 以上，更佳為 1725°C 以上，進而佳為 1750°C 以上。於使用通用的煅燒爐的情況下，燒結溫度可例示為 2000°C 以下、 1900°C 以下或 1800°C 以下。作為較佳的燒結溫度，

可列舉 1650°C以上且 2000°C以下、或 1700°C以上且 1900°C以下。

【0071】 若於所述燒結溫度下進行燒結，則燒結方法為任意。作為燒結方法，例如可列舉選自常壓燒結、加壓燒結及真空燒結的群組中的至少任一種，較佳為常壓燒結及加壓燒結。

【0072】 作為較佳的燒結方法，可列舉：僅利用常壓燒結進行的燒結方法（以下，亦稱為「一段燒結法」）；或者包括一次燒結及二次燒結的燒結方法（以下，亦稱為「二段燒結法」），所述一次燒結是對成形體於 1000°C以上且小於 1650°C下進行煨燒而獲得一次燒結體，所述二次燒結是對該一次燒結體於 1650°C以上進行燒結。

【0073】 一段燒結法只要藉由將成形體供於常壓燒結（Pressureless Sintering）而獲得燒結體即可。所謂常壓燒結，是藉由在燒結時不對被燒結物施加外力而僅進行加熱來進行燒結的方法。於本實施方式中，只要對成形步驟中所獲得的成形體進行常壓燒結而製成燒結體即可。燒結溫度只要為 1600°C以上即可，較佳為 1700°C以上且 1900°C以下。燒結環境可為氧化環境或還原環境中的任一種。為了簡便，較佳為大氣中。

【0074】 二段燒結法是藉由對成形體進行一次燒結而製成一次燒結體並對該一次燒結體進行二次燒結的方法。一次燒結較佳為對成形體於 1000°C以上且小於 1650°C、進而 1200°C以上且 1600°C以下進行燒結。一次燒結的環境較佳為氧化環境或還原環境，更佳為氧化環境、進而為大氣中。作為較佳的一次燒結，可列舉於

大氣中為 1000°C以上或 1400°C以上、且小於 1650°C或為 1520°C 以下的常壓燒結。藉此，所獲得的一次燒結體的組織變得微細。除此以外，一次燒結體的結晶粒子內不易生成氣孔。

【0075】 二次燒結是對一次燒結體於 1650°C以上、較佳為 1700°C 以上、更佳為 1725°C以上、進而佳為 1750°C以上進行燒結。為了獲得具有高強度的燒結體，二次燒結溫度為 2000°C以下，較佳為 1900°C以下，更佳為 1800°C以下。藉由將二次燒結溫度設為 2000°C 以下，不易生成粗大的結晶粒子。作為較佳的二次燒結溫度，可列舉 1650°C以上且 2000°C以下、或 1700°C以上且 1900°C以下。

【0076】 為了獲得更高密度的燒結體，二次燒結較佳為熱等靜壓（以下，亦稱為「HIP (High Temperature Isostatic Pressing)」) 處理。

【0077】 HIP 處理的時間（以下，亦稱為「HIP 時間」) 根據供於 HIP 的一次燒結體的大小或量及 HIP 處理裝置而不同，但可例示為 10 分鐘以上或 30 分鐘以上且為 4 小時以下或 2 小時以下。於 HIP 處理中，為了充分去除燒結體的氣孔，HIP 時間較佳為 10 分鐘以上。

【0078】 HIP 處理的壓力介質（以下，亦簡稱為「壓力介質」) 可例示氬氣、氮氣、氧等，但簡便的是一般的氬氣。

【0079】 HIP 處理的壓力（以下，亦稱為「HIP 壓力」) 較佳為 5 MPa 以上、進而為 50 MPa 以上。藉由 HIP 壓力為 5 MPa 以上，可進一步促進燒結體中的氣孔的去除。關於壓力的上限，並無特

別指定，但於使用通常的 HIP 裝置的情況下，HIP 壓力可例示為 200 MPa 以下、50 MPa 以上且 200 MPa 以下、進而為 100 MPa 以上且 170 MPa 以下。

【0080】 於降溫步驟中，自二次燒結溫度起以超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。藉由將二次燒結溫度設為 1650°C 以上且將降溫速度設為超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、較佳為 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、更佳為 $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上，可獲得燒結體的氧化鋯結晶結構僅具有立方晶相且透光性高的燒結體、進而可獲得透明性高的燒結體。於降溫速度為 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下的情況下會生成析出物或單斜晶，因此所獲得的燒結體成為透光性低者。為了獲得具有更高透光性的鑷固溶氧化鋯燒結體，自煨燒溫度向 1000°C 的降溫可列舉將降溫速度設為較佳為 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、更佳為 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、進而佳為 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、進而更佳為 $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上。該降溫速度並不特別存在上限，但可例示 $150^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下或 $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下。

【0081】 本實施方式的製造方法亦可包括對降溫步驟後的燒結體進行熱處理的退火步驟。藉由將燒結體供於退火步驟，可進一步提高燒結體的透光性。退火步驟可列舉於氧化環境中在 900°C 以上且 1200°C 以下、較佳為 980°C 以上且 1030°C 以下對燒結體進行處理。

【0082】 利用所述方法獲得的燒結體兼具優異的機械強度及透光性，因此可用於以窗材、裝飾構件、電子設備的外裝構件為代表的公知的透光性氧化鋯燒結體的用途。尤其是可較佳地用於要

求高的機械強度及透光性、進而要求高的機械強度及透明性的窗材。

[實施例]

【0083】 以下，藉由實施例及比較例來對本揭示進行具體說明。然而，本揭示並不限定於實施例。

【0084】 （平均結晶粒徑的測定）

於對燒結體試樣進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石研磨粒來進行鏡面研磨。將研磨面於 1400°C 下保持 1 小時，於進行熱蝕刻後，進行 SEM 觀察，並根據所獲得的 SEM 觀察圖，藉由平面測量法求出平均結晶粒徑。

【0085】 （結晶結構的鑑定）

藉由對燒結體試樣的利用 XRD 測定而獲得的 XRD 圖案進行鑑定分析，進行了各燒結體試樣的結晶結構的鑑定且確認了有無雜質層。XRD 測定是使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（裝置名：尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）對進行了鏡面研磨的燒結體試樣來進行。表 2 中，關於實施例及比較例，基於有無檢測出歸屬於各結晶結構的 XRD 峰，將所檢測出的結晶結構記載為「C：立方晶」、「T：正方晶」。即，於僅檢測出立方晶的情況下，記載為「C」，於檢測出立方晶及正方晶的情況下，記載為「C+T」。關於任一試樣，均未檢測出單斜晶。進而，基於所述式（1），計算出立方晶率。

XRD 測定是以 $\text{CuK}\alpha$ 射線作為射線源，於以下的條件下進行。

| | |
|---------|--|
| 加速電流/電壓 | : 40 mA/40 kV |
| 射線源 | : CuK α 射線 ($\lambda=1.5405\text{\AA}$) |
| 測定模式 | : 步進掃描 |
| 掃描條件 | : 0.04°/秒 |
| 測定範圍 | : $2\theta=20^\circ\sim 80^\circ$ |
| 發散狹縫 | : 0.5 deg |
| 散射狹縫 | : 0.5 deg |
| 光接收狹縫 | : 0.3 mm |
| 檢測器 | : 閃爍計數器 |

【0086】 XRD 圖案使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（裝置名：尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）來進行測定。

【0087】（雙軸彎曲強度的測定）

藉由依照 ISO/DIS6872 的雙軸彎曲強度測定來對燒結體試樣的雙軸彎曲強度進行測定。燒結體試樣的厚度設為 1 mm，於對燒結體試樣進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石磨粒來進行鏡面研磨，對所獲得的試樣進行測定。

【0088】（總光線透過率及直線透過率的測定）

總光線透過率及直線透過率使用霧度計（裝置名：NDH2000，日本電色（NIPPON DENSHOKU）製造），使用 D65 光源，藉由依照 JIS K 7361-1 的方法進行測定。

再者，於測定之前，對燒結體試樣的兩面進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石研磨粒來進行鏡面研磨，

以使表面粗糙度 Ra 為 0.02 μm 以下。

【0089】 < 實施例 1 >

以 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末相對於含 8 mol% 鈮的氧化鋯粉末 (BET 比表面積為 7 m^2/g) 的質量比例為 11.5 質量%的方式，將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，使其分散於純水中，而製作固體成分 50 質量%的漿料。藉由使用了直徑 10 mm 的氧化鋯球的濕式球磨機，對所獲得的漿料粉碎。所獲得的混合粉末的平均粒徑為 0.4 μm 。利用噴霧乾燥器對該漿料進行乾燥、造粒，藉此製作原料粉末。

【0090】 將所獲得的混合粉末與包含蠟、塑化劑及熱塑性樹脂的有機黏合劑混合後，對其進行射出成形，而獲得 30 mm×25 mm、厚度 1.0 mm 的矩形板狀成形體。

【0091】 對所獲得的成形體於大氣中、450°C 下進行加熱後，於大氣中、1500°C 下煅燒 2 小時而獲得一次燒結體。將所獲得的一次燒結體配置於氧化鈮製的內容器的內部。將包含一次燒結體的內容器配置於碳製的外容器的內部。

【0092】 於該狀態下，於 99.9% 的氫氣環境中，以升溫速度 600°C/h、HIP 溫度 1750°C、HIP 壓力 150 MPa 及保持時間 1 小時對一次燒結體進行 HIP 處理。於 HIP 處理後，自燒結溫度降溫至室溫，而獲得 HIP 處理體。再者，自 HIP 溫度至 1000°C 為止的降溫速度為 45°C/min。認為由於使用碳製的外容器，即便於氫氣環境下，亦會於還原環境下進行燒結。

【0093】 藉由對所獲得的 HIP 處理體於大氣中、1000°C 下進行 1

小時熱處理，可獲得無色且具有透光性的燒結體。所獲得的燒結體是包含固溶有 4.0 mol%的釷及 8.0 mol%的鈮的氧化鋯的燒結體。

【0094】 將實施例 1 的燒結體的 XRD 圖案示於圖 2 中。根據圖 2 的 XRD 圖案，確認到表 1 所示的立方晶的峰，並未確認到正方晶的峰。根據該結果可確認到，實施例 1 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。

【0095】 對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0096】 < 實施例 2 及實施例 3 >

改變含有 8 mol%鈮的氧化鋯粉末及 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得實施例 2 及實施例 3 的氧化鋯燒結體。可確認實施例 2 及實施例 3 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0097】 < 實施例 4 至實施例 6 >

使用含有 10 mol%鈮的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol%鈮的氧化鋯粉末，以及改變含有 10 mol%鈮的氧化鋯粉末及 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得實施例 4 至實施例 6 的氧化鋯燒結體。可確認到實施例 4 至實施例 6 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質

上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0098】 <比較例 1>

未將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 1 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 1 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0099】 <比較例 2>

使用含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 釷的氧化鋯粉末，以及未將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 2 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 2 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0100】 <比較例 3>

使用含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 釷的氧化鋯粉末，使用 $\text{Ti}(\text{OH})_2$ 粉末來代替 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末，改變含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末及 $\text{Ti}(\text{OH})_2$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，以及將 HIP 溫度設為 1500°C ，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 3 的氧化鋯燒結體。

【0101】 將比較例 3 的燒結體的 XRD 圖案示於圖 3 中。根據圖 3

的 XRD 圖案，確認到比較例 3 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0102】 <比較例 4>

使用含有 3 mol% 鈮的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 鈮的氧化鋯粉末，不使用外容器，以及將自 HIP 處理溫度至 1000°C 的降溫速度設為 83°C/min，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 4 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 4 的燒結體中的結晶結構包含立方晶及正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0103】 [表 2]

| | 原料粉末的組成[mol%] | | | 燒結條件 HIP 溫度 [°C] | 氧化鋯燒結體 | | | | |
|-------|-------------------------------|--------------------------------|------------------|------------------------|---------------------|-------------------|------------------|------------------------|-------------|
| | Y ₂ O ₃ | La ₂ O ₃ | TiO ₂ | | 雙軸彎曲 強度 [MPa] | 總光線透 過率 [%] | 直線透過 率 [%] | 結晶結構 C:立方晶 T:正方晶 | 立方晶率 [%] |
| 實施例 1 | 8.0 | 4.0 | - | 1750 | 565 | 69 | 63 | C | 100 |
| 實施例 2 | 8.0 | 3.0 | - | 1750 | 511 | 69 | 62 | C | 100 |
| 實施例 3 | 8.0 | 5.0 | - | 1750 | 517 | 70 | 60 | C | 100 |
| 實施例 4 | 10.0 | 4.0 | - | 1750 | 548 | 66 | 56 | C | 100 |
| 實施例 5 | 10.0 | 3.0 | - | 1750 | 528 | 64 | 56 | C | 100 |
| 實施例 6 | 10.0 | 5.0 | - | 1750 | 503 | 66 | 55 | C | 100 |
| 比較例 1 | 8.0 | - | - | 1750 | 253 | 62 | 37 | C | 100 |
| 比較例 2 | 10.0 | - | - | 1750 | 288 | 65 | 60 | C | 100 |
| 比較例 3 | 10.0 | - | 10.0 | 1500 | 255 | 75 | 73 | C | 100 |
| 比較例 4 | 3.0 | 4.0 | - | 1750 | 1200 | 65 | 40 | C+T | 48 |

【0104】 根據實施例 1 至實施例 6 的燒結體的測定結果，可確認到本實施方式的燒結體與比較例 1 至比較例 4 的燒結體相比，兼具優異的機械強度及透光性。即，實施例 1 至實施例 6 的燒結體的雙軸彎曲強度為 500 MPa 以上，並且直線透過率為 55% 以上，

相對於此，比較例 1 至比較例 3 的燒結體的彎曲強度為 290 MPa 以下時，雙軸彎曲強度低，另外，比較例 4 的燒結體的直線透過率為 40%時，透明性低。

【0105】 本申請案主張基於 2022 年 1 月 18 日提出申請的日本專利申請案即日本專利特願 2022-5933 號的優先權，並引用該日本專利申請案的所有記載內容。

【符號說明】

【0106】

100:成形體

101:內容器

102:外容器

【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種燒結體，將固溶有穩定化元素及鐳的立方晶率為 95%以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，

所述穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。

【請求項2】 如請求項 1 所述的燒結體，其中，鐳含量為 1 mol%以上且 10 mol%以下。

【請求項3】 如請求項 1 或請求項 2 所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為選自釷、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種。

【請求項4】 如請求項 3 所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為釷。

【請求項5】 如請求項 1 或請求項 2 所述的燒結體，其中，試樣厚度 1 mm 時的直線透過率為 55%以上。

【請求項6】 如請求項 1 或請求項 2 所述的燒結體，其中，雙軸彎曲強度為 500 MPa 以上。

【請求項7】 一種燒結體的製造方法，是製造如請求項 1 或請求項 2 所述的燒結體的方法，其特徵在於包括：

混合步驟，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鐳原料混合而獲得混合粉末；

成形步驟，將所獲得的混合粉末成形而獲得成形體；

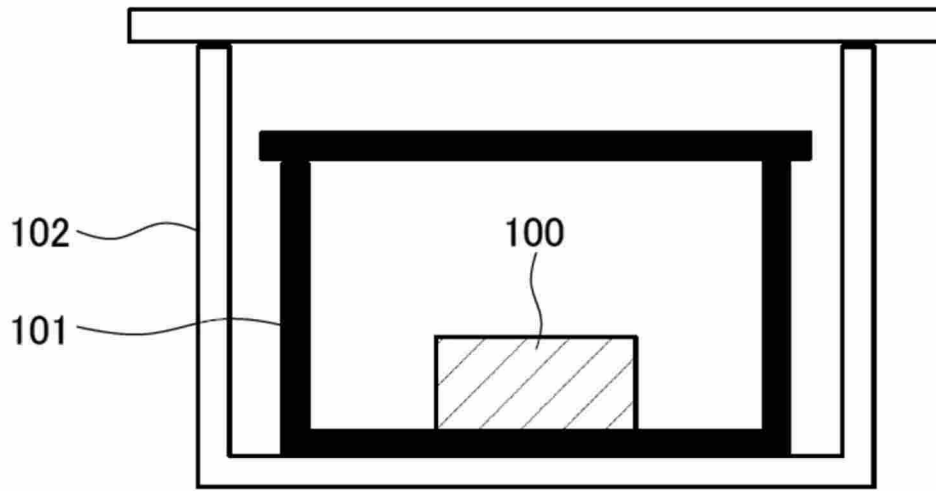
燒結步驟，將所獲得的成形體配置於內容器內並將所述內容器配置於外容器內，於 1650°C以上的燒結溫度下進行燒結而獲得燒結體；以及

降溫步驟，自燒結溫度起以超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。

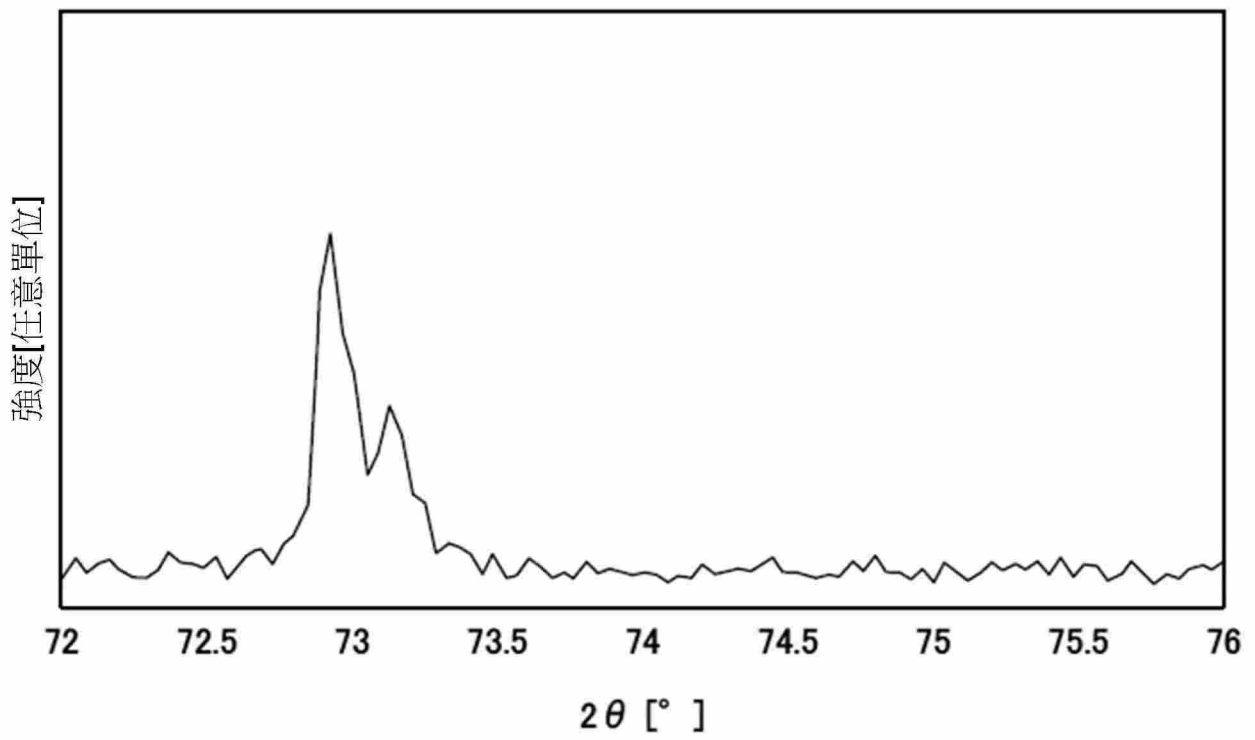
【請求項8】 如請求項 7 所述的燒結體的製造方法，其中，所述外容器為碳製的外容器。

【請求項9】 一種窗材，包含如請求項 1 或請求項 2 所述的燒結體。

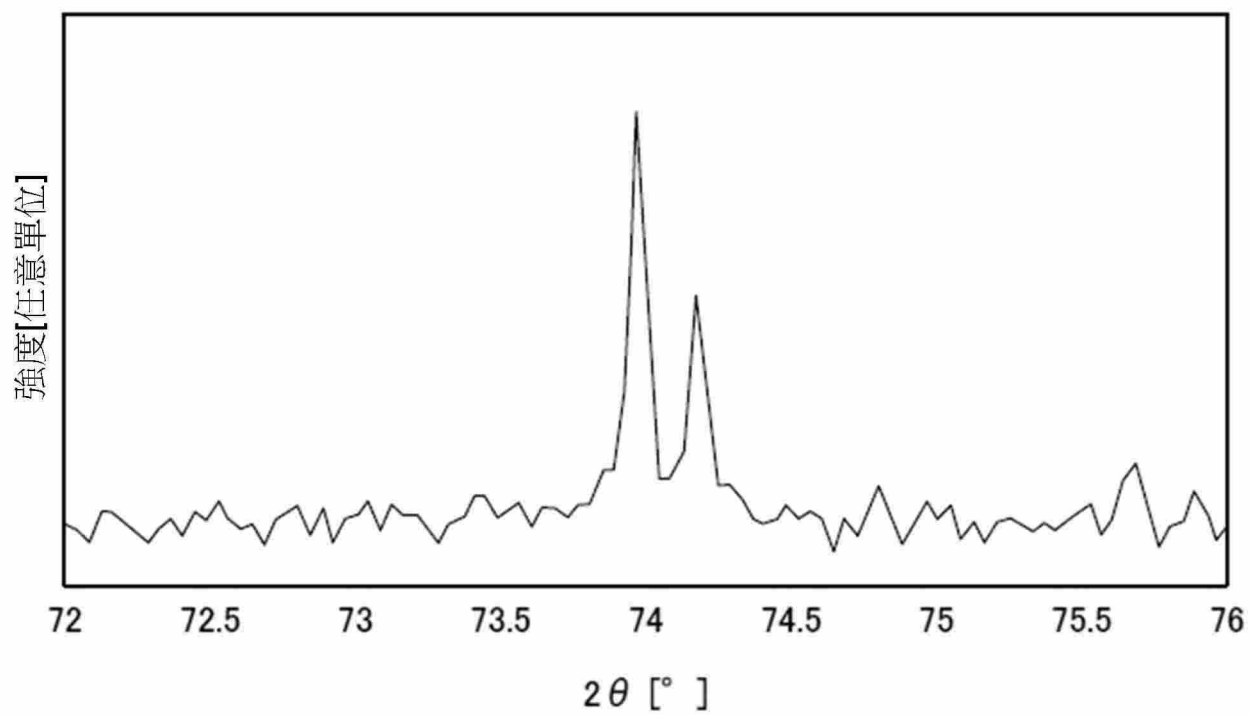
【發明圖式】



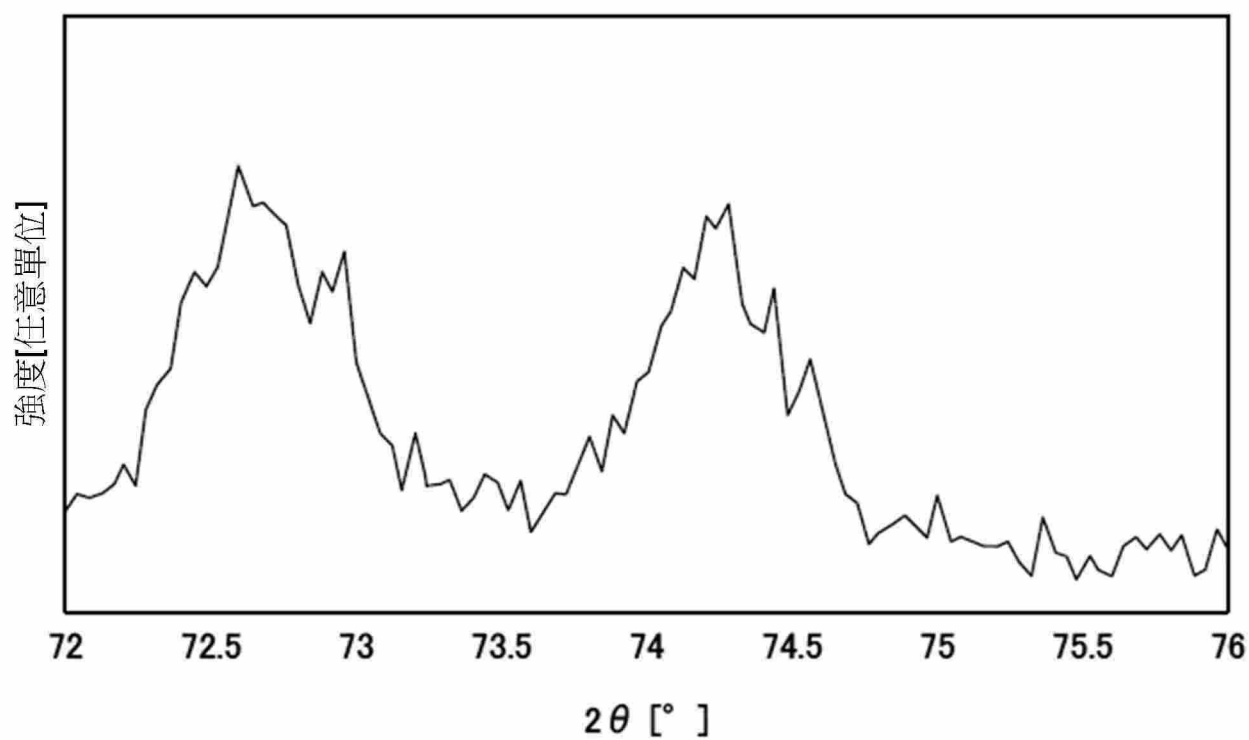
【圖1】



【圖2】



【圖3】



【圖4】



【發明摘要】

【中文發明名稱】燒結體及其製造方法以及窗材

【中文】

本發明提供一種兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。一種燒結體，將固溶有穩定化元素及鏷的、立方晶率為 95%以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，所述穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。

【指定代表圖】無。

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 燒結體及其製造方法以及窗材

【技術領域】

【0001】 本揭示是有關於一種燒結體及其製造方法以及窗材。

【先前技術】

【0002】 作為高爐及半導體製造裝置等中使用的窗材，可使用石英玻璃及耐熱玻璃等玻璃材。然而，該些玻璃材雖具有優異的透光性，但存在機械強度低、抗物理衝擊能力弱的課題。

【0003】 作為較玻璃材而言機械強度更優異且具有透光性的材料，已知以氧化鋯為主成分且具有透光性的透光性氧化鋯燒結體。由於透光性氧化鋯燒結體亦能夠透過紅外光，因此亦能夠使用紅外式溫度計穿過窗材對爐內的被加熱物的溫度進行測定。因此，一直進行有關透光性氧化鋯燒結體的研究。

【0004】 例如，專利文獻 1 中揭示了一種含有 2 mol%~4 mol% 的氧化釷的透光性氧化鋯燒結體。

【0005】 專利文獻 2 中揭示了一種含有 3 mol%~20 mol% 的二氧化鈦及 6 mol%~15 mol% 的氧化釷的透光性氧化鋯燒結體。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0006】 [專利文獻 1]日本專利特開 2010-150063 號公報

[專利文獻 2]日本專利特開 2011-011970 號公報

【發明內容】**【0007】** [發明所欲解決之課題]

然而，專利文獻 1 的透光性氧化鋯燒結體雖具有優異的機械強度（雙軸彎曲強度為 1000 MPa 以上），但透光性低（總光線透過率為 40%以下，試樣厚度 1 mm，測定波長 600 nm）。因此，於作為窗材使用時，看起來如毛玻璃般渾濁，無法充分觀察到裏面的情況。

【0008】 專利文獻 2 的氧化鋯燒結體雖具有優異的透明性（直線透過率為 73%~75%，試樣厚度 1 mm，測定波長 600 nm），但機械強度低（三點彎曲強度為 255 MPa）。因此，於作為窗材使用時，發生由物理衝撞引起的衝擊破壞及表面損傷等的可能性高。

【0009】 因此，於作為窗材使用的透光性氧化鋯燒結體中，要求兼具更優異的機械強度及透光性的透光性氧化鋯燒結體。

【0010】 本揭示的目的在於提供一種於固溶有鏷並且結晶結構受到控制的透光性氧化鋯燒結體中兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。較佳為本揭示的目的在於提供一種兼具優異的機械強度及透明性的氧化鋯的燒結體及其製造方法中的至少任一者。

[解決課題之手段]

【0011】 本發明者等人發現藉由將包含穩定化元素及特定含量的鏷的、一定以上的立方晶率的氧化鋯作為基體，可獲得兼具優異的機械強度及透光性的燒結體、進而可獲得兼具優異的機械強

度及透明性的燒結體，從而完成了本揭示的發明。

【0012】 即，本發明如申請專利範圍所述，本揭示的主旨如以下所述。

[1]一種燒結體，將固溶有穩定化元素及鐳的、立方晶率為95%以上的氧化鋯作為基體，所述燒結體中，

所述穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。

[2]如[1]所述的燒結體，其中，鐳含量為 1 mol%以上且 10 mol%以下。

[3]如[1]或[2]所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為選自釷、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種。

[4]如[1]至[3]中任一項所述的燒結體，其中，所述穩定化元素為釷。

[5]如[1]至[4]中任一項所述的燒結體，其中，試樣厚度 1 mm 時的直線透過率為 55%以上。

[6]如[1]至[5]中任一項所述的燒結體，其中，雙軸彎曲強度為 500 MPa 以上。

[7]一種燒結體的製造方法，是製造如[1]至[6]中任一項所述的燒結體的方法，其特徵在於包括：混合步驟，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鐳原料混合而獲得混合粉末；成形步驟，將所獲得的混合粉末成形而獲得成形體；燒結步驟，將所獲得的成形體配置於內容器內並將所述內容器配置於外容器內，於 1650°C 以上的燒結溫度下進行燒結而獲得燒結體；以及降溫步驟，自燒結

溫度起以超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。

[8]如[7]所述的燒結體的製造方法，其中，所述外容器為碳製的外容器。

[9]一種窗材，包含如[1]至[6]中任一項所述的燒結體。

[發明的效果]

【0013】 藉由本揭示，可提供一種兼具優異的機械強度及透光性的燒結體及其製造方法中的至少任一者。進而，本揭示可提供一種兼具優異的機械強度及透明性的氧化鋯的燒結體及其製造方法中的至少任一者。

【圖式簡單說明】

【0014】

圖 1 是表示燒結步驟中的成形體的配置的一例的示意圖。

圖 2 是實施例 1 的燒結體中的 XRD 圖案。

圖 3 是比較例 3 的燒結體中的 XRD 圖案。

圖 4 是比較例 4 的燒結體中的 XRD 圖案。

【實施方式】

【0015】 以下，一邊示出實施方式的一例一邊對本揭示的燒結體進行說明。

【0016】 本實施方式的燒結體是不僅僅於燒結體中包含鏷 (La) 而且於氧化鋯中固溶有鏷的燒結體 (以下，亦稱為「鏷固溶氧化鋯燒結體」)。藉由固溶有鏷，燒結體的結晶粒子的組織結構變得微細。

【0017】 於本實施方式的燒結體中，鑷固溶於氧化鋯中可根據粉末 X 射線繞射 (X-Ray Diffractometry) (以下，亦稱為「XRD」) 圖案來確認。本實施方式的燒結體於以 $\text{CuK}\alpha$ 射線 ($\lambda=0.15418 \text{ nm}$) 為射線源的 XRD 測定中具有 $2\theta=72.0\pm 2^\circ$ 的峰 (以下，亦稱為「主峰」)。主峰是立方晶氧化鋯的 XRD 峰 ($2\theta=72.0\pm 2^\circ$)，並且是燒結體的 XRD 圖案中的繞射強度最強的 XRD 峰。根據主峰求出的晶格常數 (Lattice Parameter) 比未固溶鑷的燒結體大，藉此可確認於本實施方式的燒結體中鑷固溶於氧化鋯中。例如，於為含有鑷且含有 8 mol% 的鈮作為穩定化元素的鑷固溶氧化鋯燒結體的情況下，其晶格常數比僅含有 8 mol% 的鈮作為穩定化元素、其餘部分包含氧化鋯的燒結體的晶格常數大。晶格常數大可根據在 XRD 圖案中主峰向低角度側偏移來確認。

【0018】 進而，本實施方式的燒結體較佳為實質上不含有包含鑷及鋯的複合氧化物及鑷氧化物 (以下，亦稱為「鑷氧化物等」)。藉由不包含鑷氧化物等，本實施方式的燒結體成為透光性更高的燒結體。不包含鑷氧化物等可根據在本實施方式的燒結體的 XRD 圖案中不具有與氧化鋯的 XRD 峰以外的峰相符的 XRD 峰來確認。作為鑷氧化物等，可例示 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 及 La_2O_3 。

【0019】 本實施方式的燒結體的鑷含量較佳為 1 mol% 以上。鑷含量 (mol%) 是進行了氧化物換算的鑷相對於燒結體中的氧化鋯、進行了氧化物換算的穩定化元素及進行了氧化物換算的鑷 (La_2O_3) 的合計的莫耳比例。例如，於包含鈮作為穩定化元素的

情況下，鐳的含量[mol%]只要以 $\{\text{La}_2\text{O}_3[\text{mol}]/(\text{Y}_2\text{O}_3+\text{La}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2)$
[mol] $\}\times 100$ 的形式求出即可。

【0020】 為了使所有的鐳固溶於氧化鋯中，燒結體的鐳的含量較佳為 10 mol%以下。另外，作為鐳含量，較佳為 1 mol%以上、2 mol%以上、或 3 mol%以上。另外，較佳為 10 mol%以下、7 mol%以下、6.5 mol%以下、或 5 mol%以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，例如，作為鐳含量，可列舉：1 mol%以上且 10 mol%以下、進而為 1 mol%以上且 7 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 10 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 7 mol%以下、另外進而為 2 mol%以上且 6.5 mol%以下、另外進而為 3 mol%以上且 6.5 mol%以下、另外進而為 3 mol%以上且 5 mol%以下。由於存在機械強度變高的傾向，因此鐳含量較佳為 3 mol%以上且 4.5 mol%以下、進而為 3.5 mol%以上且 4.2 mol%以下。

【0021】 本實施方式的燒結體較佳為不包含鐳以外的鐳系稀土類元素。作為鐳以外的鐳系稀土類元素，例如可列舉：鎔 (Eu)、釷 (Gd)、鐳 (Tb)、鐳 (Dy)、釹 (Ho)、鉺 (Er)、鐳 (Tm)、鐳 (Yb) 及鐳 (Lu)。本實施方式的燒結體較佳為不包含鐳以外的鐳系稀土類元素，但若考慮到組成分析的測定誤差，則可例示本實施方式的燒結體中的鐳以外的鐳系稀土類元素的含量為 0.1 mol%以下。

【0022】 本實施方式的燒結體包含穩定化元素。穩定化元素固溶於氧化鋯中。藉由鐳及穩定化元素固溶於氧化鋯中，即便於室溫

等低溫環境下，亦成為燒結體的氧化鋯包含立方晶相的狀態。

【0023】 穩定化元素是使氧化鋯穩定化的元素。穩定化元素較佳為例如選自由釷（Y）、釷（Sc）、鈣（Ca）、鎂（Mg）及鈾（Ce）所組成的群組中的至少一種，更佳為選自鈣、鎂及釷的群組中的至少一種，進而更佳為釷。

【0024】 為了使氧化鋯部分穩定化，本實施方式的燒結體中所含的穩定化元素的含量為 8 mol%以上且 12 mol%以下。作為穩定化元素的含量，較佳為 8 mol%以上或 8.5 mol%以上。另外，較佳為 12 mol%以下、11.5 mol%以下、或 11 mol%以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，穩定化元素的含量例如較佳為 8 mol%以上且 11 mol%以下、8 mol%以上且 10.5 mol%以下、或 8.5 mol%以上且 10.5 mol%以下。為使透明性更容易變高，穩定化元素的含量較佳為 8 mol%以上且 9.5 mol%以下。

再者，穩定化元素的含量（mol%）是穩定化元素相對於燒結體中的氧化鋯、分別進行了氧化物換算的穩定化元素及鐳（ La_2O_3 ）的合計的莫耳比例。於包含釷作為穩定化元素的情況下，穩定化元素含量[mol%]只要以 $\{ (\text{Y}_2\text{O}_3) [\text{mol}] / (\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2) [\text{mol}] \} \times 100$ 的形式求出即可。於包含釷、鈣、鎂及鈾作為穩定化元素的情況下，其氧化物可分別換算為 Sc_2O_3 、 CaO 、 MgO 及 CeO_2 。

【0025】 本實施方式的燒結體是所謂的氧化鋯燒結體，是以氧化鋯為基體（主成分）的燒結體。因此，本實施方式的燒結體中所含的穩定化元素及鐳的合計含量只要小於 50 mol%即可，較佳為

30 mol%以下或 20 mol%以下、且為 9 mol%以上或 10 mol%以上。該些上限與下限可為任意的組合，例如可列舉 9 mol%以上且 30 mol%以下、10 mol%以上且 20 mol%以下、或 11 mol%以上且 15 mol%以下。本實施方式的燒結體的氧化鋯含量較佳為超過 50 mol%、60 mol%以上、70 mol%以上、80 mol%以上、或 85 mol%以上、且 91 mol%以下、或 90 mol%以下。

【0026】 本實施方式的燒結體亦可包含氧化鋁 (Al_2O_3)。藉由含有氧化鋁，特別是強度高的燒結體的透光性容易提高。於本實施方式的燒結體包含氧化鋁的情況下，氧化鋁含量較佳為 100 質量 ppm 以上、或 200 質量 ppm 以上，另外，較佳為 2000 質量 ppm 以下、或 1000 質量 ppm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，氧化鋁含量例如較佳為 100 質量 ppm 以上且 2000 質量 ppm 以下、進而為 200 質量 ppm 以上且 1000 質量 ppm 以下。氧化鋁的含量（質量 ppm）是進行了氧化物換算的鋁 (Al_2O_3) 相對於燒結體中的氧化鋯、分別進行了氧化物換算的穩定化元素、鐳 (La_2O_3) 及進行了氧化物換算的鋁 (Al_2O_3) 的合計質量的質量比例。於包含氧化鋁及鐳、且包含鈮作為穩定化元素的情況下，氧化鋁的含量 [質量 ppm] 只要以 $\{\text{Al}_2\text{O}_3[\text{g}]/(\text{Y}_2\text{O}_3+\text{La}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2) [\text{g}]\} \times 1000000$ 的形式求出即可。

【0027】 本實施方式的燒結體具有所述組成，但亦可包含不可避免的雜質。作為不可避免的雜質，可列舉氧化鈦 (HfO_2)。再者，於本實施方式中的理論密度、穩定化元素或添加成分等的含量等

與組成相關的值的計算中，作為不可避免的雜質的氧化鈦 (HfO_2) 只要視為氧化鋯 (ZrO_2) 來計算即可。

另外，較佳為不包含其他過渡金屬氧化物，例如可列舉二氧化鈦 (TiO_2) 的含量為 1 mol% 以下、進而為 0.1 mol% 以下。

【0028】 作為本實施方式的燒結體的較佳組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 81.5 mol% 以上且 90 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 12 mol% 以下

鐳 : 2 mol% 以上且 6.5 mol% 以下

【0029】 作為本實施方式的燒結體的尤佳組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 85 mol% 以上且 89 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 10 mol% 以下

鐳 : 3 mol% 以上且 5 mol% 以下

關於所述組成，將氧化鋯、穩定化元素及鐳的合計設為 100 mol% 來計算。即，較佳為例如氧化鋯為 85 mol%、穩定化元素為 10 mol%、及鐳為 5 mol%。

【0030】 所述組成中的穩定化元素較佳為鈮。

【0031】 本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相。所謂「僅具有立方晶的結晶結構」是指立方晶率為 95% 以上，較佳為 97% 以上，進而佳為 98% 以上，並且進而佳為 99.5% 以上。若立方晶率為 95% 以上，則存在可獲得具有優異的透光性的燒結

體、進而可獲得具有優異的透明性的燒結體的傾向。此處，「立方晶率」是氧化鋯的結晶相中立方晶相所佔的比例。立方晶率可由下述式（1）求出。立方晶率例如可例示 99.5%以下、99.9%以下、或 100%以下。作為較佳的立方晶率，例如可列舉 98%以上且 100%以下、或 99.5%以上且 100%以下。

$$\text{【0032】 } f_c = \frac{I_c(111)}{[I_m(111) + I_m(11-1) + I_t(111) + I_c(111)]} \times 100 \quad (1)$$

【0033】 於式（1）中， f_c 為立方晶率（%）， $I_c(111)$ 為相當於立方晶相的（111）面的 XRD 峰的面積強度， $I_m(111)$ 及 $I_m(11-1)$ 分別為相當於單斜晶相的（111）面及（11-1）面的 XRD 峰的面積強度，以及 $I_t(111)$ 為相當於正方晶相的（111）面的 XRD 峰的面積強度。再者， $I_c(111)$ 及 $I_t(111)$ 是將多個 XRD 峰的面積強度合計後的合計值。

【0034】 本實施方式中的 XRD 圖案以 $\text{CuK}\alpha$ 射線作為射線源進行測定，作為測定條件可列舉以下條件。

| | |
|---------|--|
| 加速電流/電壓 | : 40 mA/40 kV |
| 射線源 | : $\text{CuK}\alpha$ 射線 ($\lambda=1.5405\text{\AA}$) |
| 測定模式 | : 步進掃描 |
| 掃描條件 | : $0.04^\circ/\text{秒}$ |
| 測定範圍 | : $2\theta=20^\circ \sim 80^\circ$ |
| 發散狹縫 | : 0.5 deg |
| 散射狹縫 | : 0.5 deg |

光接收狹縫 ： 0.3 mm

檢測器 ： 閃爍計數器（scintillation counter）

【0035】 XRD 圖案可使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（例如，尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）來進行測定。

【0036】 關於各結晶面的 XRD 峰的面積強度，可於計算程式中使用「PRO-FIT」，利用 H.托拉雅（H. Toraya），「應用結晶學雜誌（J. Appl. Crystallogr.）」，19, 440-447（1986）中記載的方法分離各 XRD 峰後求出。

【0037】 再者，關於本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相，即本實施方式的燒結體中的氧化鋯的立方晶率為 95%以上的情況，除了立方晶率的計算中使用的所述 XRD 峰以外，亦可藉由表 1 所示的位置有無 XRD 峰來確認。即，若於 $2\theta=73.1\pm 2^\circ$ 、 $73.5\pm 2^\circ$ 、 $73.7\pm 2^\circ$ 及 $73.9\pm 2^\circ$ 的位置檢測出峰，則燒結體中的氧化鋯包含立方晶相。另外，若於 $2\theta=72\pm 2^\circ$ 、 $73\pm 2^\circ$ 、 $74.1\pm 2^\circ$ 及 $74.4\pm 2^\circ$ 的位置未檢測出峰，則燒結體中的氧化鋯不包含正方晶相。若本實施方式的燒結體中的氧化鋯包含立方晶相，且不包含正方晶相，則本實施方式的燒結體中的氧化鋯僅具有立方晶的結晶相。即，本實施方式的燒結體中的氧化鋯的立方晶率為 95%以上。

再者，表 1 所示的各峰位置 2θ 處的「 $\pm 2^\circ$ 」表示於測定中燒結體的全部 XRD 峰有時最大偏移 2° ，允許該峰偏移。關於偏移後的峰是否為表 1 中記載的峰的判別，由於表 1 中記載的立方晶相

的四個峰及正方晶相的四個峰偏移相同的寬度，因此能夠根據四個峰的形狀或間隔進行判別。例如，關於立方晶相的四個峰，根據自相當於 73.1° 的峰的低角側的峰開始以 0.4° 、 0.2° 及 0.2° 的間隔存在四個峰來判定為立方晶相的四個峰即可。

【0038】 [表 1]

| 立方晶相 (2 θ) | 正方晶相 (2 θ) |
|--------------------|--------------------|
| $73.1\pm 2^\circ$ | $72.0\pm 2^\circ$ |
| $73.5\pm 2^\circ$ | $73.0\pm 2^\circ$ |
| $73.7\pm 2^\circ$ | $74.1\pm 2^\circ$ |
| $73.9\pm 2^\circ$ | $74.4\pm 2^\circ$ |

【0039】 本實施方式的燒結體的平均結晶粒徑 (Average Crystal Grain Size) 較佳為 $20\ \mu\text{m}$ 以上、或 $30\ \mu\text{m}$ 以上。另外，較佳為 $100\ \mu\text{m}$ 以下、 $90\ \mu\text{m}$ 以下、或 $60\ \mu\text{m}$ 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，燒結體的平均結晶粒徑例如可列舉為 $20\ \mu\text{m}$ 以上且 $100\ \mu\text{m}$ 以下、 $30\ \mu\text{m}$ 以上且 $90\ \mu\text{m}$ 以下、進而為 $30\ \mu\text{m}$ 以上且 $60\ \mu\text{m}$ 以下。藉由平均結晶粒徑為該範圍內，成為透光性高的燒結體。於本實施方式中，平均結晶粒徑可藉由平面測量法 (planimetric method) 進行測定。

【0040】 本實施方式的燒結體較佳為密度高。密度因穩定化元素及鏽的量而不同。本實施方式的燒結體的密度可例示 $6.0\ \text{g/cm}^3$ 以上且 $6.2\ \text{g/cm}^3$ 以下、進而為 $6.0\ \text{g/cm}^3$ 以上且 $6.12\ \text{g/cm}^3$ 以下。

【0041】 本實施方式的燒結體較佳為表面的算術平均粗糙度 (以下，亦稱為「Ra」) 為 $20\ \text{nm}$ 以上、或 $25\ \text{nm}$ 以上。另外，較佳為

60 nm 以下、或 45 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的算術平均粗糙度例如為 20 nm 以上且 60 nm 以下，較佳為 25 nm 以上且 45 nm 以下。於 Ra 超過 60 nm 時，機械強度、尤其是斷裂強度降低。Ra 越小越佳，但即便於實施了研磨處理等的情況下，燒結體的 Ra 亦為 20 nm 左右。

【0042】 本實施方式的燒結體較佳為表面的最大高度（以下，亦稱為「Rz」）為 100 nm 以上、或 300 nm 以上。另外，較佳為 1000 nm 以下、或 900 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的最大高度例如可列舉為 100 nm 以上且 1000 nm 以下，較佳為 300 nm 以上且 900 nm 以下。

【0043】 本實施方式的燒結體較佳為表面的均方根高度（以下，亦稱為「Rq」）為 10 nm 以上、或 20 nm 以上。另外，較佳為 100 nm 以下、或 50 nm 以下。該些上限與下限可為任意的組合。因此，表面的均方根高度例如可列舉為 10 nm 以上且 100 nm 以下，較佳為 20 nm 以上且 50 nm 以下。

【0044】 於本實施方式中，Ra、Rz 及 Rq 可藉由依照日本工業標準（Japanese Industrial Standard, JIS）B 0601 的方法進行測定。

【0045】 本實施方式的燒結體較佳為於其表面不具有研磨痕。通常，燒結不久後的燒結體的表面粗糙，因此藉由實施研磨等後處理而使表面平滑化。然而，藉由後處理，於燒結體的表面會產生研磨痕。研磨痕伴隨著研磨而產生，例如可列舉規則的條狀圖樣。相對於此，本實施方式的燒結體較佳為於燒結後的狀態下具有實

用的平滑性，於所述情況下，不具有研磨痕而滿足所述 Ra、Rz 及 Rq。研磨痕可藉由對燒結體的表面進行 SEM 觀察來確認。

【0046】 本實施方式的燒結體具有高透光性（半透明性（Translucency））。

本實施方式的燒結體較佳為於試樣厚度 1 mm 時依照 JIS K 7361-1 測定而得的總光線透過率為 55%以上，更佳為 60%以上。總光線透過率可例示為 76%以下、進而為 70%以下。作為本實施方式的燒結體的總光線透過率，可例示 60%以上且 76%以下、60%以上且 70%以下、或 60%以上且 65%以下。

【0047】 本實施方式的燒結體較佳為於試樣厚度 1 mm 時依照 JIS K 7361-1 測定而得的直線透過率為 55%以上，更佳為 60%以上。直線透過率可例示為 70%以下、進而為 68%以下。直線透過率是表示透明性的指標之一，若直線透過率高，則成為透明性（Transparency）更高的燒結體，因此較佳。本實施方式的燒結體的直線透過率可例示 55%以上且 70%以下、55%以上且 65%以下、或 60%以上且 65%以下。

【0048】 關於總光線透過率及直線透過率，可例示使用試樣厚度 1 mm 且兩面的表面粗糙度 $Ra \leq 0.02 \mu m$ 的燒結體作為測定試樣，使用光源包括 D65 光源的一般的霧度計（裝置名：霧度計（haze meter）NDH2000，日本電色（NIPPON DENSHOKU）製造）作為測定裝置來進行測定。

【0049】 本實施方式的燒結體具有高的機械強度。本實施方式中

的強度中，作為依照國際標準化組織（International Standardization Organization，ISO）/國際標準草案（Draft International Standard，DIS）6872 測定而得的雙軸彎曲強度，可列舉為 500 MPa 以上、進而為 600 MPa 以上。為了擴大可適用的用途，本實施方式的燒結體的強度較佳為 800 MPa 以上、進而為 1000 MPa 以上。彎曲強度可例示為 1100 MPa 以下、或 1200 MPa 以下。本實施方式的燒結體的強度（雙軸彎曲強度）可列舉 500 MPa 以上且 1200 MPa 以下、或 500 MPa 以上且 700 MPa 以下，進而可為 510 MPa 以上且 600 MPa 以下，且進而亦可為 510 MPa 以上且 550 MPa 以下。

【0050】 如以上所說明，本實施方式的燒結體兼具優異的機械強度及透光性，因此可用於以窗材、裝飾構件、電子設備的外裝構件為代表的公知的透光性氧化鋯燒結體的用途。尤其是可較佳地用於要求高的機械強度及透光性、進而要求高的機械強度及透明性的窗材。窗材若是使視覺辨認所需波長的光線透過的構件，則並無特別限制。於窗材中，亦可使用紅外式溫度計穿過窗材對爐內的被加熱物的溫度進行測定。可較佳地用作高爐、加熱爐、熱處理爐等高溫環境下的爐用窗材。

【0051】 接下來，對本實施方式的燒結體的製造方法進行說明。

【0052】 於本實施方式中，可藉由如下製造方法來製造本實施方式的燒結體，所述製造方法的特徵在於包括：混合步驟，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑠原料混合而獲得混合粉末；成形步驟，將所獲得的混合粉末成形而獲得成形體；燒結步驟，將所獲

得的成形體配置於內容器內並將所述內容器配置於外容器內，於 1650°C 以上的燒結溫度下進行燒結而獲得燒結體；以及降溫步驟，自燒結溫度起以超過 1°C/min 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。

【0053】 於混合步驟中，將氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑪原料混合而獲得混合粉末。只要氧化鋯原料、穩定化元素原料及鑪原料可均勻地混合，則混合方法為任意，可為濕式混合或乾式混合中的任一種。為了進一步提高所獲得的混合粉末的均勻性，混合方法較佳為濕式混合，更佳為利用濕式球磨機及濕式攪拌磨機中的至少任一種進行的濕式混合。

【0054】 氧化鋯原料為氧化鋯或其前驅物，可列舉布厄特 (Brunauer-Emmett-Teller, BET) 比表面積為 4 m²/g 以上且 20 m²/g 以下的氧化鋯粉末。

【0055】 穩定化元素原料是包含選自鈮、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種的化合物的粉末，較佳為可列舉包含鈮的化合物的粉末或其前驅物。

【0056】 進而，氧化鋯原料較佳為包含穩定化元素的氧化鋯粉末（以下，亦稱為「含穩定化元素的氧化鋯」）。此種氧化鋯粉末成為氧化鋯原料及穩定化元素原料。氧化鋯粉末所含有的穩定化元素較佳為選自鈮、鈦、鈣、鎂及鈾的群組中的至少一種，更佳為鈮。含穩定化元素的氧化鋯粉末是以氧化物換算計含有 8 mol% 以上且 12 mol% 以下的穩定化元素的氧化鋯粉末，進而較佳為 BET 比表面積為 4 m²/g 以上且 20 m²/g 以下並且含有 8 mol% 以上且 12

mol%以下的穩定化元素的氧化鋯粉末。另外，含穩定化元素的氧化鋯粉末所含有的穩定化元素量較佳為以氧化物換算計為 8 mol% 以上且 12 mol% 以下、進而為 8.5 mol% 以上且 11.5 mol% 以下、且進而為 9 mol% 以上且 11 mol% 以下。

【0057】 鑷原料可列舉包含鑷的化合物，可列舉選自氧化鑷、氫氧化鑷、硝酸鑷、硫酸鑷、氯化鑷、碳酸鑷及燒綠石（pyrochlore）型 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 的群組中的至少一種，較佳為選自氫氧化鑷、氧化鑷及 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ 的群組中的至少任一者，更佳為氫氧化鑷及氧化鑷中的至少任一者，進而佳為氫氧化鑷。

【0058】 混合粉末亦可包含氧化鋁原料。氧化鋁原料可列舉包含鋁的化合物，較佳為選自氧化鋁、氫氧化鋁、碳酸鋁及尖晶石的群組中的至少一種，更佳為氧化鋁。作為較佳的氧化鋁，可列舉 α 型氧化鋁及 γ 型氧化鋁中的至少任一者，進而可列舉 α 型氧化鋁。

【0059】 混合粉末的組成只要是所期望的比例即可，可列舉以氧化物換算計氧化鋯為 80 mol% 以上且 91 mol% 以下、穩定化元素為 8 mol% 以上且 12 mol% 以下、鑷為 1 mol% 以上且 10 mol% 以下。

【0060】 作為較佳的混合粉末的組成，可列舉以下的莫耳組成。

氧化鋯 : 81.5 mol% 以上且 90 mol% 以下

較佳為 85 mol% 以上且 89 mol% 以下

穩定化元素 : 8 mol% 以上且 12 mol% 以下

較佳為 8 mol% 以上且 10 mol% 以下

鑷 : 2 mol% 以上且 6.5 mol% 以下

較佳為 3 mol%以上且 5 mol%以下

【0061】 所述組成中的穩定化元素較佳為鉕。

【0062】 本實施方式的混合粉末可包含結合劑。藉由包含結合劑，操作性（處理）、或保形性變得更高。結合劑只要為可用於陶瓷的造粒或成形的結合劑即可，較佳為有機黏合劑。作為黏合劑，可列舉為選自聚乙烯醇、聚乙烯醇縮丁醛、蠟及丙烯酸系樹脂的群組中的一種以上，較佳為聚乙烯醇及丙烯酸系樹脂中的至少任一者，更佳為丙烯酸系樹脂。於本實施方式中，丙烯酸系樹脂是包含丙烯酸酯及甲基丙烯酸酯中的至少任一者的聚合物。作為具體的結合劑，例如可列舉選自 AS-1100、AS-1800 及 AS-2000 的群組中的一個以上（均為製品名；東亞合成公司製造）。

結合劑的含量可例示為 0.5 質量%以上或 1 質量%以上，且為 10 質量%以下或 5 質量%以下。

於成形步驟中，將混合粉末成形而獲得成形體。只要可獲得所期望的形狀的成形體，則成形方法為任意。作為成形方法，可列舉選自壓製成形、射出成形、片材成形、擠出成形及澆鑄成形的群組中的至少一種，較佳為壓製成形及射出成形中的至少任一種。

【0063】 成形體的形狀為任意，例如可例示圓板狀、圓柱狀及多面體狀等形狀、或齒列矯正托架或半導體製造夾具、其他複雜形狀等與目的或用途對應的任意形狀。

【0064】 於燒結步驟中，藉由將成形體配置於內容器內，並將該

內容器配置於外容器內進行燒結，可獲得具有平滑性高的表面的燒結體。燒結時的容器用於避免由被燒結物與燒結爐的環境氣體流直接接觸而引起的燒結體表面的平滑性降低，即用於避免由被燒結物直接暴露於自系統外導入至燒結爐中的環境氣體流而引起的燒結體表面粗糙度的增大。

【0065】 圖 1 是表示燒結步驟中的成形體的配置的一例的示意圖。成形體（100）配置於內容器（101）的內部，該內容器（101）配置於外容器（102）的內部。內容器只要是可於其內部配置成形體的任意形狀即可，外容器只要是可於其內部配置內容器的任意形狀即可。

【0066】 內容器及外容器只要是密封容器以外的、即不阻斷環境氣體流的容器即可，例如是如下容器：在不將被燒結物直接暴露於自系統外導入至燒結爐中的環境氣體流的情況下，該容器內的環境相對於燒結爐中的環境成為不會變成封閉系統的狀態。作為具體的容器，可列舉帶蓋容器、例如帶蓋坩堝及帶蓋匣鉢中的至少任一者。再者，於圖 1 中，內容器（101）及外容器（102）分別顯示為帶蓋容器，內容器（101）顯示出在收納被燒結物且不密封該內容器（101）的情況下配置蓋的狀態，並且外容器（102）顯示出在收納內容器（101）且不密封該外容器（102）的情況下配置蓋的狀態。

【0067】 內容器的材質為金屬氧化物及金屬氮化物中的至少任一種，較佳為可列舉金屬氧化物，更佳為可列舉選自氧化鋁、氧

化鋯、莫來石、氧化鈮、尖晶石、氧化鎂、氮化矽及氮化硼的群組中的至少一種，進而佳為可列舉選自氧化鋁、氧化鋯、莫來石及氧化鈮的群組中的至少一種，進而更佳為可列舉氧化鈮。

【0068】 外容器的材質為選自碳、金屬氧化物及金屬氮化物的群組中的至少任一種。其中，就可獲得兼具優異的機械強度及透光性的燒結體、且抑制燒結體間的機械強度的偏差的觀點而言，外容器的材質較佳為碳。另外，外容器為碳製的外容器時，與金屬氧化物製或金屬氮化物製的外容器相比價格便宜，工業上利用價值高，因此較佳。於本實施方式的製造方法中，進行了容器的雙重化，因此源自容器的碳不會附著於被燒結物的表面，容易獲得機械強度及透光性優異的燒結體。進而，於使用碳製的外容器的情況下，尤其是燒結體彼此之間的機械強度的偏差得到抑制。

【0069】 再者，於燒結步驟為後述的二段燒結法的情況下，只要代替成形體而將一次燒結體配置於內容器中即可。即，於二次燒結中，只要將一次燒結體配置於內容器內，並將該內容器配置於外容器內來進行燒結即可。

【0070】 於燒結步驟中，對所述成形步驟中所獲得的成形體於1650°C以上的燒結溫度下進行燒結。認為藉由以1650°C以上進行燒結，燒結體的結晶結構成為高溫型的結晶結構。燒結溫度為1650°C以上，較佳為1700°C以上，更佳為1725°C以上，進而佳為1750°C以上。於使用通用的煅燒爐的情況下，燒結溫度可例示為2000°C以下、1900°C以下或1800°C以下。作為較佳的燒結溫度，

可列舉 1650°C以上且 2000°C以下、或 1700°C以上且 1900°C以下。

【0071】 若於所述燒結溫度下進行燒結，則燒結方法為任意。作為燒結方法，例如可列舉選自常壓燒結、加壓燒結及真空燒結的群組中的至少任一種，較佳為常壓燒結及加壓燒結。

【0072】 作為較佳的燒結方法，可列舉：僅利用常壓燒結進行的燒結方法（以下，亦稱為「一段燒結法」）；或者包括一次燒結及二次燒結的燒結方法（以下，亦稱為「二段燒結法」），所述一次燒結是對成形體於 1000°C以上且小於 1650°C下進行煨燒而獲得一次燒結體，所述二次燒結是對該一次燒結體於 1650°C以上進行燒結。

【0073】 一段燒結法只要藉由將成形體供於常壓燒結（Pressureless Sintering）而獲得燒結體即可。所謂常壓燒結，是藉由在燒結時不對被燒結物施加外力而僅進行加熱來進行燒結的方法。於本實施方式中，只要對成形步驟中所獲得的成形體進行常壓燒結而製成燒結體即可。燒結溫度只要為 1600°C以上即可，較佳為 1700°C以上且 1900°C以下。燒結環境可為氧化環境或還原環境中的任一種。為了簡便，較佳為大氣中。

【0074】 二段燒結法是藉由對成形體進行一次燒結而製成一次燒結體並對該一次燒結體進行二次燒結的方法。一次燒結較佳為對成形體於 1000°C以上且小於 1650°C、進而 1200°C以上且 1600°C以下進行燒結。一次燒結的環境較佳為氧化環境或還原環境，更佳為氧化環境、進而為大氣中。作為較佳的一次燒結，可列舉於

大氣中為 1000°C以上或 1400°C以上、且小於 1650°C或為 1520°C 以下的常壓燒結。藉此，所獲得的一次燒結體的組織變得微細。除此以外，一次燒結體的結晶粒子內不易生成氣孔。

【0075】 二次燒結是對一次燒結體於 1650°C以上、較佳為 1700°C 以上、更佳為 1725°C以上、進而佳為 1750°C以上進行燒結。為了獲得具有高強度的燒結體，二次燒結溫度為 2000°C以下，較佳為 1900°C以下，更佳為 1800°C以下。藉由將二次燒結溫度設為 2000°C 以下，不易生成粗大的結晶粒子。作為較佳的二次燒結溫度，可列舉 1650°C以上且 2000°C以下、或 1700°C以上且 1900°C以下。

【0076】 為了獲得更高密度的燒結體，二次燒結較佳為熱等靜壓（以下，亦稱為「HIP (High Temperature Isostatic Pressing)」) 處理。

【0077】 HIP 處理的時間（以下，亦稱為「HIP 時間」）根據供於 HIP 的一次燒結體的大小或量及 HIP 處理裝置而不同，但可例示為 10 分鐘以上或 30 分鐘以上且為 4 小時以下或 2 小時以下。於 HIP 處理中，為了充分去除燒結體的氣孔，HIP 時間較佳為 10 分鐘以上。

【0078】 HIP 處理的壓力介質（以下，亦簡稱為「壓力介質」）可例示氬氣、氮氣、氧等，但簡便的是一般的氬氣。

【0079】 HIP 處理的壓力（以下，亦稱為「HIP 壓力」）較佳為 5 MPa 以上、進而為 50 MPa 以上。藉由 HIP 壓力為 5 MPa 以上，可進一步促進燒結體中的氣孔的去除。關於壓力的上限，並無特

別指定，但於使用通常的 HIP 裝置的情況下，HIP 壓力可例示為 200 MPa 以下、50 MPa 以上且 200 MPa 以下、進而為 100 MPa 以上且 170 MPa 以下。

【0080】 於降溫步驟中，自二次燒結溫度起以超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降溫速度降溫至 1000°C 為止。藉由將二次燒結溫度設為 1650°C 以上且將降溫速度設為超過 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、較佳為 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、更佳為 $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上，可獲得燒結體的氧化鋯結晶結構僅具有立方晶相且透光性高的燒結體、進而可獲得透明性高的燒結體。於降溫速度為 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下的情況下會生成析出物或單斜晶，因此所獲得的燒結體成為透光性低者。為了獲得具有更高透光性的鑷固溶氧化鋯燒結體，自煨燒溫度向 1000°C 的降溫可列舉將降溫速度設為較佳為 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、更佳為 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、進而佳為 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上、進而更佳為 $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上。該降溫速度並不特別存在上限，但可例示 $150^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下或 $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下。

【0081】 本實施方式的製造方法亦可包括對降溫步驟後的燒結體進行熱處理的退火步驟。藉由將燒結體供於退火步驟，可進一步提高燒結體的透光性。退火步驟可列舉於氧化環境中在 900°C 以上且 1200°C 以下、較佳為 980°C 以上且 1030°C 以下對燒結體進行處理。

【0082】 利用所述方法獲得的燒結體兼具優異的機械強度及透光性，因此可用於以窗材、裝飾構件、電子設備的外裝構件為代表的公知的透光性氧化鋯燒結體的用途。尤其是可較佳地用於要

求高的機械強度及透光性、進而要求高的機械強度及透明性的窗材。

[實施例]

【0083】 以下，藉由實施例及比較例來對本揭示進行具體說明。然而，本揭示並不限定於實施例。

【0084】 （平均結晶粒徑的測定）

於對燒結體試樣進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石研磨粒來進行鏡面研磨。將研磨面於 1400°C 下保持 1 小時，於進行熱蝕刻後，進行 SEM 觀察，並根據所獲得的 SEM 觀察圖，藉由平面測量法求出平均結晶粒徑。

【0085】 （結晶結構的鑑定）

藉由對燒結體試樣的利用 XRD 測定而獲得的 XRD 圖案進行鑑定分析，進行了各燒結體試樣的結晶結構的鑑定且確認了有無雜質層。XRD 測定是使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（裝置名：尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）對進行了鏡面研磨的燒結體試樣來進行。表 2 中，關於實施例及比較例，基於有無檢測出歸屬於各結晶結構的 XRD 峰，將所檢測出的結晶結構記載為「C：立方晶」、「T：正方晶」。即，於僅檢測出立方晶的情況下，記載為「C」，於檢測出立方晶及正方晶的情況下，記載為「C+T」。關於任一試樣，均未檢測出單斜晶。進而，基於所述式（1），計算出立方晶率。

XRD 測定是以 $\text{CuK}\alpha$ 射線作為射線源，於以下的條件下進行。

| | |
|---------|--|
| 加速電流/電壓 | : 40 mA/40 kV |
| 射線源 | : CuK α 射線 ($\lambda=1.5405\text{\AA}$) |
| 測定模式 | : 步進掃描 |
| 掃描條件 | : 0.04°/秒 |
| 測定範圍 | : $2\theta=20^\circ\sim 80^\circ$ |
| 發散狹縫 | : 0.5 deg |
| 散射狹縫 | : 0.5 deg |
| 光接收狹縫 | : 0.3 mm |
| 檢測器 | : 閃爍計數器 |

【0086】 XRD 圖案使用一般的粉末 X 射線繞射裝置（裝置名：尤提馬（Ultima）III，理學（Rigaku）公司製造）來進行測定。

【0087】（雙軸彎曲強度的測定）

藉由依照 ISO/DIS6872 的雙軸彎曲強度測定來對燒結體試樣的雙軸彎曲強度進行測定。燒結體試樣的厚度設為 1 mm，於對燒結體試樣進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石磨粒來進行鏡面研磨，對所獲得的試樣進行測定。

【0088】（總光線透過率及直線透過率的測定）

總光線透過率及直線透過率使用霧度計（裝置名：NDH2000，日本電色（NIPPON DENSHOKU）製造），使用 D65 光源，藉由依照 JIS K 7361-1 的方法進行測定。

再者，於測定之前，對燒結體試樣的兩面進行平面磨削後，依次使用 9 μm 、6 μm 及 1 μm 的金剛石研磨粒來進行鏡面研磨，

以使表面粗糙度 Ra 為 0.02 μm 以下。

【0089】 < 實施例 1 >

以 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末相對於含 8 mol% 鈮的氧化鋯粉末 (BET 比表面積為 7 m^2/g) 的質量比例為 11.5 質量% 的方式，將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，使其分散於純水中，而製作固體成分 50 質量% 的漿料。藉由使用了直徑 10 mm 的氧化鋯球的濕式球磨機，對所獲得的漿料粉碎。所獲得的混合粉末的平均粒徑為 0.4 μm 。利用噴霧乾燥器對該漿料進行乾燥、造粒，藉此製作原料粉末。

【0090】 將所獲得的混合粉末與包含蠟、塑化劑及熱塑性樹脂的有機黏合劑混合後，對其進行射出成形，而獲得 30 mm×25 mm、厚度 1.0 mm 的矩形板狀成形體。

【0091】 對所獲得的成形體於大氣中、450°C 下進行加熱後，於大氣中、1500°C 下煅燒 2 小時而獲得一次燒結體。將所獲得的一次燒結體配置於氧化鈮製的內容器的內部。將包含一次燒結體的內容器配置於碳製的外容器的內部。

【0092】 於該狀態下，於 99.9% 的氬氣環境中，以升溫速度 600°C/h、HIP 溫度 1750°C、HIP 壓力 150 MPa 及保持時間 1 小時對一次燒結體進行 HIP 處理。於 HIP 處理後，自燒結溫度降溫至室溫，而獲得 HIP 處理體。再者，自 HIP 溫度至 1000°C 為止的降溫速度為 45°C/min。認為由於使用碳製的外容器，即便於氬氣環境下，亦會於還原環境下進行燒結。

【0093】 藉由對所獲得的 HIP 處理體於大氣中、1000°C 下進行 1

小時熱處理，可獲得無色且具有透光性的燒結體。所獲得的燒結體是包含固溶有 4.0 mol%的鏷及 8.0 mol%的釔的氧化鋇的燒結體。

【0094】 將實施例 1 的燒結體的 XRD 圖案示於圖 2 中。根據圖 2 的 XRD 圖案，確認到表 1 所示的立方晶的峰，並未確認到正方晶的峰。根據該結果可確認到，實施例 1 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。

【0095】 對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0096】 <實施例 2 及實施例 3>

改變含有 8 mol%釔的氧化鋇粉末及 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得實施例 2 及實施例 3 的氧化鋇燒結體。可確認實施例 2 及實施例 3 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0097】 <實施例 4 至實施例 6>

使用含有 10 mol%釔的氧化鋇粉末來代替含有 8 mol%釔的氧化鋇粉末，以及改變含有 10 mol%釔的氧化鋇粉末及 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得實施例 4 至實施例 6 的氧化鋇燒結體。可確認到實施例 4 至實施例 6 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質

上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0098】 <比較例 1>

未將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 1 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 1 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0099】 <比較例 2>

使用含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 釷的氧化鋯粉末，以及未將 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末添加至氧化鋯粉末中，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 2 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 2 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0100】 <比較例 3>

使用含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 釷的氧化鋯粉末，使用 $\text{Ti}(\text{OH})_2$ 粉末來代替 $\text{La}(\text{OH})_3$ 粉末，改變含有 10 mol% 釷的氧化鋯粉末及 $\text{Ti}(\text{OH})_2$ 粉末的混合比例以成為表 2 中記載的組成，以及將 HIP 溫度設為 1500°C ，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 3 的氧化鋯燒結體。

【0101】 將比較例 3 的燒結體的 XRD 圖案示於圖 3 中。根據圖 3

的 XRD 圖案，確認到比較例 3 的燒結體中的結晶結構僅包含立方晶，實質上不包含正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。

【0102】 <比較例 4>

使用含有 3 mol% 鈮的氧化鋯粉末來代替含有 8 mol% 鈮的氧化鋯粉末，不使用外容器，以及將自 HIP 處理溫度至 1000°C 的降溫速度設為 83°C/min，除此以外，利用與實施例 1 相同的方法獲得比較例 4 的氧化鋯燒結體。可確認到比較例 4 的燒結體中的結晶結構包含立方晶及正方晶。對所獲得的燒結體測定雙軸彎曲強度及直線透過率。將評價結果示於表 2 中。將比較例 4 的燒結體的 XRD 圖案示於圖 4 中。

【0103】 [表 2]

| | 原料粉末的組成[mol%] | | | 燒結條件 HIP 溫度 [°C] | 氧化鋯燒結體 | | | | |
|-------|-------------------------------|--------------------------------|------------------|------------------------|---------------------|-------------------|------------------|--------------------------|-------------|
| | Y ₂ O ₃ | La ₂ O ₃ | TiO ₂ | | 雙軸彎曲 強度 [MPa] | 總光線透 過率 [%] | 直線透過 率 [%] | 結晶結構 C: 立方晶 T: 正方晶 | 立方晶率 [%] |
| 實施例 1 | 8.0 | 4.0 | - | 1750 | 565 | 69 | 63 | C | 100 |
| 實施例 2 | 8.0 | 3.0 | - | 1750 | 511 | 69 | 62 | C | 100 |
| 實施例 3 | 8.0 | 5.0 | - | 1750 | 517 | 70 | 60 | C | 100 |
| 實施例 4 | 10.0 | 4.0 | - | 1750 | 548 | 66 | 56 | C | 100 |
| 實施例 5 | 10.0 | 3.0 | - | 1750 | 528 | 64 | 56 | C | 100 |
| 實施例 6 | 10.0 | 5.0 | - | 1750 | 503 | 66 | 55 | C | 100 |
| 比較例 1 | 8.0 | - | - | 1750 | 253 | 62 | 37 | C | 100 |
| 比較例 2 | 10.0 | - | - | 1750 | 288 | 65 | 60 | C | 100 |
| 比較例 3 | 10.0 | - | 10.0 | 1500 | 255 | 75 | 73 | C | 100 |
| 比較例 4 | 3.0 | 4.0 | - | 1750 | 1200 | 65 | 40 | C+T | 48 |

【0104】 根據實施例 1 至實施例 6 的燒結體的測定結果，可確認到本實施方式的燒結體與比較例 1 至比較例 4 的燒結體相比，兼具優異的機械強度及透光性。即，實施例 1 至實施例 6 的燒結體

的雙軸彎曲強度為 500 MPa 以上，並且直線透過率為 55%以上，相對於此，比較例 1 至比較例 3 的燒結體的彎曲強度為 290 MPa 以下時，雙軸彎曲強度低，另外，比較例 4 的燒結體的直線透過率為 40%時，透明性低。

【0105】 本申請案主張基於 2022 年 1 月 18 日提出申請的日本專利申請案即日本專利特願 2022-5933 號的優先權，並引用該日本專利申請案的所有記載內容。

【符號說明】

【0106】

100:成形體

101:內容器

102:外容器