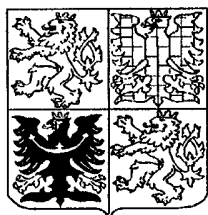


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 23.09.94
(32) 24.09.93
(31) 93/126954
(33) US
(40) 13.12.95

(21) 2339-94

(13) A3

6(51)

C 04 B 35/115
C 30 B 29/20
C 30 B 1/04
C 30 B 1/10

- (71) General Electric Company, Schenectady, NY, US;
(72) Scott Curtis Edward, Mentor, OH, US;
Levinson Lionel Monty, Schenectady, NY, US;
Maxwell Randolph E., Chesterland, OH, US;
Kaliszewski Mary Sue ing., Cleveland Heights, OH, US;

(54) **Způsob přeměny v pevné fázi polykrystalické keramické hmoty na monokrystalickou hmotu a monokrystalická hmota získaná tímto způsobem**

(57) Způsob přeměny spočívá v zahřívání polykrystalického oxidu hlinitého na teplotu vyšší než je polovina teploty tavení materiálu, ale nižší než je jeho teplota tavení, za přítomnosti inhibitorů růstu krystalů. Výchozí polykrystalická hmota obsahuje alespoň 99 % hmotn. oxidu hlinitého a méně než 0,01 % hmotn. oxidu hořečnatého. Monokrystalická hmota získaná tímto postupem, s výhodou ve tvaru trubice nebo vlákna.

URAD ROMYLOVÉHO VLASTNICTVÍ	Došlo	Číslo
	14 XI 94	57724

9442

Tepelná přeměna polykrystalické aluminy na safír v pevné fázi

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přeměny v pevné fázi polykrystalického keramického tělesa na monokrystalové těleso zahříváním polykrystalického tělesa na teplotu, jež je vyšší než polovina teploty tavení materiálu, ale nižší než teplota jeho tavení. Specificky, tento vynález se týká procesu v pevné fázi přeměny polykrystalické aluminy (PCA) na monokrystalovou aluminu (safír). Přeměna v pevné fázi PCA na safír se provádí zahříváním PCA tělesa obsahujícího méně než 0,01% hmotn. (100 wppm) oxidu hořečnatého na teplotu ležící nad 1100°C, ale pod 2050°C, což je teplota tavení aluminy. K dosažení přeměny není nutné roztavení PCA.

Dosavadní stav techniky

Výroba aluminy Lucalox, což je typ polykrystalické aluminy (PCA), a její využití pro vysokotlaké sodíkové výbojky (dále jen "výbojky HPS") je dobře a dlouho známo osobám znalým oboru. U.S. Patenty 3,026,210 (Coble); 4,150,317 (Laska a kol.)
 35/02 a 4,285,732 (Charles a kol.) popisují výrobu PCA o vysoké hustotě se zlepšenou transmitancí viditelného světla za použití relativně čisté práškové aluminy a malých množství oxidu hořečnatého. U.S. Patent 4,285,732 dále uvádí přidávání oxidů zirkonia a hafnia k alumině aditivované oxidem hořečnatým, aby se snížila možnost vysrážení druhé fáze a možnost přehnaného nebo

nekontrolovatelného růstu zrna během spékání. PCA vhodné pro výbojky HPS se zhotovují podle způsobů těchto patentů a mají průměrnou velikost zrnění v rozsahu od 15 mikrometrů do 100 mikrometrů. Dvěma hlavními nevýhodami spojenými s použitím PCA obloukových trubíc na výbojky HPS je to, že jsou za prvé průsvitné a nikoliv průhledné a za druhé, že sodík reaguje v oblouku s aluminou na hranicích zrn PCA za tvorby hlinitanu sodného, což zkracuje životnost výbojky. Výbojky HPS jsou vyvinuty pro zvýšený parciální tlak sodíku uvnitř obloukové trubice PCA, aby se zlepšilo podání barev a aby vyzařované světlo bylo bělejší. Vyšší tlak sodíku ale dále zkracuje životnost výbojky vlivem úniku sodíku z obloukové komory. Z postupné ztráty sodíku vyplývá vzestup pracovního napětí výbojky, pokles jak korelované teploty barvy tak i indexu barevného podání a barevný posun od bílé k růžové. Sodík, jenž migruje obloukovou komorou se rovněž ukládá na vnitřní stěně evakuovaného vnějšího pláště výbojky, což na tomto plášti vyvolává nahnědlé skvrny, což zase dále snižuje světelný výkon výbojky. Tyto problémy jsou v podstatě odstraněny u safírových obloukových trubíc (tj. z monokrystalu aluminy).

Safírové obloukové trubice vhodné jako oblouková komora výbojek HPS se vyrábějí řadou způsobů včetně modifikovaného Czochralského procesu známého jako proces hranově definovaného filmově napájeného růstu (EFG), jenž byl vyvinut firmou Tyco Laboratories, Inc. Tento proces využívá zárodečný krystal a matrci na povrchu roztavené aluminy, z níž se nepřetržitě matricí vytahuje dutá trubice. Tento proces je drahý a pomalý. Jiný proces používaný k výrobě monokrystalové aluminy (safíru) se nazývá proces s letmou zónou. Při tomto procesu se zavádí danou rychlostí PCA tyč do vyhřívané zóny, kde na tyč míří jeden nebo více laserů nebo jiných koncentrovaných zdrojů tepla, čímž vzniká tavná zóna a alumina se roztaví. Z tavné zóny se nepřetržitě požadovanou rychlostí odtahuje safírové vlákno, přičemž tyč poskytující surovinu se přivádí současně, ale nižší rychlostí, takže proces je kontinuální. Tento proces se používá hlavně k výrobě safírových vláken a není snadno adaptovatelný k výrobě monokrystalových trubíc z aluminy, ačkoliv jeho použití pro tyto účely je popsáno v U.S. Patentu 3,943,324. B 01 J 17/60

Zveřejněná japonská patentová přihláška 62-28118 (H.Yoshida

a kol.) uvádí, že safír může být syntetizován procesem v pevné fázi zavedením koncentračního gradientu oxidu hořečnatého podél délky PCA tělesa, čímž se zajistí, že během tepelné modifikace je růst zrna iniciován z jednoho bodu na PCA tělese, čímž vznikne monokrystal. Tento gradient oxidu hořečnatého může být v PCA tělese vytvořen dopováním zeleného tělesa oxidem hořečnatým tak,, že v PCA tělese je gradient koncentrace oxidu hořečnatého nebo využitím teplotního gradientu k vytvoření koncentračního gradientu nebo zhotovením pomocí obrábění tenké části na zeleném tělese. Principem procesu podle Yoshidy a kol. je to, že růst monokrystalu je iniciván z jednoho místa na polykrystalickém tělese. Na první pohled, postup Yoshidy a kol. se nezdá proveditelný. Yoshida a kol. zejména vyžadují ekvivalent pouze 0,009% hmotn. (90 wppm) oxidu hořečnatého ve výchozí alumině. Aby se mohla vytvořit hustá struktura PCA, vyžaduje se však nejméně kolem 0,03% hmotn. (300 wppm) oxidu hořečnatého. (Viz "Alumina a optické vlastnosti", J.G.J. Peelen, kandidátská práce, Technical University of Eindhoven, Nizozemsko, Květen 1977). U typických procesů přeměny např. použitých při výrobě Lucaloxu se používá 0,055 až 0,075% hmotn. (550 až 750 wppm) oxidu hořečnatého ve výchozí alumině, aby se dosáhlo plné hustoty. Při použití 0,009% hmotn. (90 wppm) oxidu hořečnatého ve výchozím materiálu, jak je popsáno Yoshidou a kol., nemůže být dosaženo husté neporézní struktury.

Podstata vynálezu

Byl objeven proces přeměny v pevné fázi polykrystalického keramického materiálu na monokrystalový materiál a zvláště proces přeměny polykrystalické aluminy na monokrystalovou aluminu (dále "safír"). Procesem v pevné fázi se rozumí, že přeměna polykrystalického tělesa na monokrystal nastává při teplotě, jež je dostatečně nižší než je teplota tavení materiálu, takže se neroztaví ani část polykrystalického výrobku a ani ve výrobku nevznikne jakákoliv roztavená zóna během jakéhokoliv zahřívacího kroku. Přeměna polykrystalického materiálu na safír se uskutečňuje jako proces v pevné fázi. Tento proces přeměny v pevné fázi umožňuje výrobu jednoduchých i složitých keramických tvarů při využití standardních postupů tvorby polykrystalických

látek s jejich následovnou přeměnou na monokrystal, aniž by došlo k roztavení keramické hmoty. Monokrystal si proto podrží tvar polykrystalického prekurzoru. Tento proces umožní mnohem větší rozmanitost při výrobě různých tvarů monokrystalů, než je nyní možné pomocí dostupných a běžných postupů tažení z taveniny nebo postupů s letmou zónou.

Na rozdíl od procesu popsaného ve zveřejněné japonské patentové přihlášce 62-28118, proces podle tohoto vynálezu nevyžaduje vyvinutí gradientu oxidu hořečnatého nebo iniciaci růstu krystalu z jednoho místa. Při zhotovení safíru z tělesa PCA podle způsobu tohoto vynálezu se zahřívá těleso PCA z relativně čisté aluminy s obsahem oxidu hořečnatého menším než 0,01% hmotn. (100 wppm), se stejnoosou strukturou zrnění, s průměrnou velikostí zrn menší než 70 μm a s hustotou větší než 3,9 g/cm³ na teploty vyšší než 1100°C (což je přibližně polovina teploty tavení aluminy), ale nižší než 2050°C, což je teplota tavení aluminy. Vyžaduje se obsah oxidu hořečnatého 0,01% hmotn. (100 wppm) nebo nižší, jelikož věříme, že tím se zajistí, že veškerý oxid hořečnatý je v tuhém roztoku společně s aluminou a není oddělen na hranici zrn, kde by bránil hraniční mobilitě.

PCA trubice dlouhé 61 cm (24 palců) tepelně modifikované podle způsobu tohoto vynálezu mají většinou jednu nebo více oblastí safíru delších než 15 cm (6 palců). Více oblastí safíru podél délky trubice je důsledkem iniciace růstu krystalů z více míst na trubici. Safírová vlákna byla také vyrobena podle způsobu tohoto vynálezu.

Safírové trubice vyrobené podle tohoto vynálezu vykazovaly celkovou a dopřednou difuzní transmitanci viditelného světla srovnatelnou s komerčně dostupným safírem, jak je ukázáno v tab.1. Safír vyrobený podle tohoto vynálezu je vhodný k použití jako oblouková trubice vysokotlakých sodíkových výbojek (HPS výbojek), z nichž jedna je zobrazena na obr.1. V důsledku použití tohoto materiálu v HPS výbojkách se zvýšila o 10 až 15% účinnost ve srovnání s výbojkami využívajícími obloukové trubice Lucalox (PCA).

Tabulka 1

	Transmittance	
	Celková	Dopředná difuzní
Standardní Lucalox PCA ¹	96	70
Safír (podle tohoto vynálezu)	98	87
Safír (komerční ²)	97	87
Safír (komerční ³)	97	87

¹General Electric Company, Willoughby Quartz and Ceramic Plant, Willoughby, Ohio, USA

²Saphikon, Inc., Milford, New Hampshire, USA

³Kyocera, Kyoto, Japonsko

Safír vyrobený podle tohoto vynálezu se liší od safíru vyrobeného procesy, jako jsou např. EFG nebo proces Czochralského nebo proces podle U.S. Patentu 3,943,324, kombinací náhodného uspořádání pórů a jedinečné povrchové topografie, jež má formu malých vlnek, jejichž vrcholy se nacházejí přibližně nad středem místa, kde se nacházely před přeměnou jednotlivá zrna PCA, a jejichž prohlubně odpovídají hranicím zrn před přeměnou. Typická povrchová topografie je zobrazena na obr.2. Safírový materiál zhotovený tažením z taveniny podle EFG nebo Czochralského má lineární uspořádání porozity v důsledku bublinek vzniklých v procesu tažení. Žádný z výše uvedených procesů nemá povrchovou topografii, jež byla zjištěna v safíru zhotoveném podle tohoto vynálezu.

Přehled obrázků na výkrese

Obr.1 schematicky znázorňuje vysokotlakou sodíkovou výbojku využívající safírovou obloukovou trubici zhotvenou podle tohoto vynálezu.

Obr.2 je optická mikrografie ukazující hranici mezi oblastmi safíru a polykrystalickými oblastmi na povrchu teplem modifikované trubice z aluminu podle tohoto vynálezu a povrchovou topografií povrchu safíru.

Obr.3 znázorňuje závislost ztráty oxidu hořečnatého v trubici Lucalox a následovného zvýšení průměrné velikosti zrna na době zahřívání.

Příklady provedení vynálezu

Při praktickém provádění tohoto vynálezu přeměny PCA na safír v pevné fázi bylo zjištěno, že je vhodné, aby výchozím materiálem byla relativně čistá spékaná alfa alumina; výchozím materiálem obecně je 99,99% alumina bez nečistot takového typu, jež by mohly bránit přeměně PCA na safír. Věříme, že obsah oxidu hořečnatého v PCA by měl být nižší než 0,01% hmotn. (100 wppm) a lépe méně než 0,005% hmotn. (50 wppm), aby se zajistilo, aby veškerý oxid hořečnatý byl v tuhém roztoku spolu s aluminou a aby nebyl oddělen na hranicích zrn, kde by mohl inhibovat hraniční mobilitu. PCA by měla mít stejnoosou strukturu zrnění s průměrnou velikostí zrn menší než 100 μm a přednostně menší než 70 μm . Velikostí zrn se rozumí rozměr zrna měřený velmi známým způsobem lineárních úseků, který je popsán v ASTM E112-88. Materiály PCA s průměrnou velikostí zrn větší než 100 μm mají během tepelné modifikace podle tohoto vynálezu sklon k tvorbě mikrotrhlin, což brání přeměně na safír. Hustota PCA by měla činit nejméně 3,97 g/cm³, jelikož zbytková porozita může bránit přeměně na safír anebo poskytnout safírový výrobek s horší než optimální transmitancí světla.

Při provádění pokusů výchozím PCA materiálem byly trubice Lucalox, jež byly modifikovány teplem kvůli snížení obsahu oxidu hořečnatého pod 0,01% hmotn. (100 wppm) a které měly vnější průměr v rozmezí od 4,5 mm do 8,8 mm a tloušťku stěn v rozmezí od 0,5 mm do 0,75 mm. Lucalox je komerčně dostupný u firmy General Electric Company, Willoughby Quartz and Ceramic Plant, Willoughby, Ohio, USA. Při provádění jiných pokusů byla použita vlákna o průměru přibližně 0,38 mm (0,015 palce). Materiál Lucalox má stejnoosou strukturu zrnitosti a průměrnou velikost zrn v rozmezí od 15 do 70 μm . Lucalox PCA je tvořen 99,99% aluminou s hustotou typicky v rozmezí od 3,97 do 3,98 g/cm³. Typická analýza na stopové nečistoty Lucaloxu je uvedena v tab.2. Koncentrace hořčíku (Mg) 0,018% hmotn. (180 wppm) odpovídá přibližně 0,03% hmotn. (300 wppm) oxidu hořečnatého (MgO).

Tabulka 2

Stopový prvek	Si	Fe	Ca	Mg	K
Nalezeno % hmotn.	0,0050	0,0004	0,0007	0,0180	0,0050
(Nalezeno wppm)	50	4	7	180	50

Stopový prvek	Na	Li	Mo	Cr	Cu
Nalezeno % hmotn.	0,0080	<0,0001	0,0010	0,0002	0,0004
(Nalezeno wppm)	80	<1	10	2	4

Jelikož obsah oxidu hořečnatého v Lucaloxu PCA je v rozmezí od 0,03 do 0,04% hmotn. (300 až 400 wppm) byly učiněny kroky k snížení obsahu oxidu hořečnatého pod 0,01% hmotn. (100 wppm) a ještě výhodněji pod 0,0050% hmotn. (50 wppm), aby byl získán výchozí materiál vhodný pro proces podle tohoto vynálezu. Osoby znalé oboru vědí, že oxid hořečnatý může být vypuzen z hmoty PCA zahříváním hmoty ve vakuu, v suchém vodíku nebo v atmosféře inertního plynu na teploty nad 1600°C. Aby byl získán výchozí materiál pro ověření tohoto vynálezu, Lucalox byl zahříván v elektrické odporové peci na teplotu 1880°C po dobu přibližně 9 hodin v atmosféře suchého vodíku o rosném bodu pod 0°C. Materiál vzešlý z tepelné modifikace měl obsah oxidu hořečnatého přibližně 0,005% hmotn. (50 wppm). Obsah oxidu hořečnatého byl stanoven analýzou induktivně vázané plazmy (ICP). Doba potřebná k vypuzení oxidu hořečnatého z aluminy se liší v závislosti na výchozím obsahu oxidu hořečnatého, na teplotě peci a na rozměrech dílu z aluminy. Během odpařování oxidu hořečnatého se musí dát pozor na to, aby materiál nebyl zahříván příliš dlouho, což může mít za následek průměrnou velikost zrna větší než 70 μm anebo anomální růst zrnitosti. Obr.3 ukazuje příklad zvětšení průměrné velikosti zrna v závislosti na ztrátě oxidu hořečnatého a době zahřívání. Křivka 1 na obr.3 zobrazuje pokles obsahu oxidu hořečnatého s prodlužující se dobou zahřívání. Křivka 2 na obr.3 zobrazuje zvětšení velikosti zrna s prodlužující se dobou zahřívání.

Výchozí hustý materiál o nízkém obsahu oxidu hořečnatého byl přeměněn na safír zahříváním v elektrické odporové peci v proudícím suchém vodíku o rosném bodu nižším než 0°C. V jednom příkladu přeměna na safír byla provedena průchodem v kontinuálním

uspořádání výchozího materiálu horkou zónou pece při teplotě 1880°C. Materiál byl v horké zóně 3 až 9 hodin v závislosti na geometrii dílu z aluminy. V jiném příkladu se dosáhlo přeměny opakovaným několikanásobným průchodem výchozího materiálu horkou zónou. Všechny průchody pecí byly kontinuální. Teplota horké zóny činila 1880°C a vzorek byl v horké zóně během jednoho průchodu 3 hodiny. V jiném příkladu vzorek byl stacionární po dobu 300 hodin v horké zóně pece s vodíkem o rosném bodu nižším než přibližně 0°C a o teplotě kolem 1700°C.

Ve všech výše uvedených příkladech trubice z aluminy dlouhé 61 cm (24 palců) měly jednu nebo více oblastí safíru delších než 15 cm (6 palců). Větší počet oblastí safíru podél délky trubice je důsledkem iniciace růstu krystalů z více míst na trubici.

Safírový materiál vyrobený podle tohoto vynálezu byl charakterizován s použitím optické mikroskopie, rastrovací elektronové mikroskopie (SEM), čtyřkruhové difraktometrie, technikou Laueova zpětného odrazu a rentgenovou precesní technikou. Mikroskopická analýza ukázala, že safírová trubice zhotovená podle tohoto vynálezu vykazuje topografickou strukturu, jež má formu malých vlnek, jejichž vrcholy 6 se nacházejí přibližně nad středem místa, kde se nacházely před přeměnou jednotlivá zrna PCA, a jejichž mírné prohlubně 7 odpovídají hranicím zrn před přeměnou PCA materiálu. Obr.2 je optická mikrofotografie 200x zvětšení povrchu trubice z aluminy zobrazující hranici 3 mezi tou oblastí aluminy, která byla přeměněna na safír 4, a mezi oblastí, která zůstala polykrystalickou 5. Hranice zrn jsou zřejmé v polykrystalické oblasti, ale chybí v oblasti safíru. Topografická struktura je jasná v safírové oblasti.

Parametry mřížky jednotkové cely krystalu materiálu, jenž byl zhotoven podle tohoto vynálezu, byly zjištěny s použitím čtyřkruhové difraktometrie. Bylo nalezeno, že parametry mřížky činí $a = 4,759$ angstromů a $c = 12,991$ angstromů, což se shoduje s publikovanými údaji (Lee a Lagerlof, J. Electron Microscopy Technique, 2:247-258, 1985) pro monokrystal alfa aluminy. Technika Laueova zpětného odrazu a rentgenová precesní technika byly použity pro potvrzení faktu, že oblasti safíru vytvořené způsobem podle tohoto vynálezu, jsou monokrystaly. Obě techniky potvrdily, že byla zachována konstantní orientace podél délky oblastí přeměněných na safír.

Výbojky HPS 10 (jak je znázorněna na obr.1) byly zhotoveny v rámci obecné konstrukce zobrazené na obrázku, přičemž safírová oblouková trubice 20 je přibližně 38 mm dlouhá a má vnější průměr 5 mm a tloušťku stěny 0,5 mm. Safír byl připraven z PCA trubice Lucalox s použitím výše uvedeného postupu tohoto vynálezu. Obloukové trubice byly naplněny přibližně 16 mg amalgamu sodíku a rtuti, jenž obsahoval 17% hmotn. sodíku, a plynným xenonem o tlaku 2,5 kPa (19 torr). Byly též připraveny podobné výbojky se stejným plněním a stejných rozměrech, ale z PCA obloukových trubic Lucalox. Po 100 hodinách provozu při 50 wattech výbojky s trubicemi Lucalox vyzařovaly 76,1 lumen na watt, zatímco výbojky se safírovými trubicemi připravenými podle tohoto vynálezu vyzařovaly 86,4 lumen na watt.

Byly též zhotoveny 70 W výbojky s použitím stejné konstrukce, jak se safírovými trubicemi zhotovenými podle tohoto vynálezu tak i s trubicemi z PCA Lucalox. Obloukové trubice byly 41 mm dlouhé, měly vnější průměr 5,5 mm a tloušťku stěn 0,5 mm a obsahovaly stejnou náplň jako 50 W výbojky. Po 100 hodinách provozu nebo doby výboje výbojky s trubicemi Lucalox vyzařovaly 87,6 lumen na watt, zatímco výbojky se safírovými trubicemi zhotovenými podle tohoto vynálezu vyzařovaly 98,8 lumen na watt.

Zatímco jsme ukázali a popsali určitá provedení našeho vynálezu, je jasné, že různé modifikace musí být zřejmé osobám znalých oboru a těmito osobami snadno proveditelné, aniž by došlo k odchýlení se od povahy a rozsahu tohoto vynálezu v jeho širších souvislostech. Použití safíru zhotoveného způsobem podle tohoto vynálezu na obloukové komory HPS výbojek bylo proto míněno pouze jako ilustrativní příklad, ale neomezující, což osoby znalé oboru poznají. Z toho plyne, že rozsah přiložených patentových nároků nemá být omezen na výše uvedený popis, ale že patentové nároky jsou formulovány jako zahrnující všechny charakteristické znaky patentovatelné novosti, jež je vlastní předloženému vynálezu, a zahrnuje všechny charakteristické znaky, jež mohou být osobami znalými oboru považovány za rovnocenné. Na příklad jiné vhodné husté aluminy než je Lucalox mohou být použity při provádění tohoto vynálezu. Takové materiály mohou být připraveny z práškových alumin a vhodných dopujících přísad podle U.S. Patentů 3,026,210 a 4,150,317 a následovně modifikovány, aby byl odstraněn přebytečný oxid hořečnatý. PCA připravené podle

těchto způsobů, jiné komerčně dostupné PCA nebo PCA vyrobené za použití postupů, jež nevyžadují dopování oxidem hořečnatým (např. isostatické lisování za horka) by měly být vhodnými materiály pro tento způsob, za předpokladu, že vyhoví požadavkům na čistotu, hustotu, velikost zrna a strukturu zrnění, jak byly výše popsány. Mimoto, mělo by být jasné, že tento způsob přeměny polykrystalické hmoty na monokrystal nemá být považován za omezený na přeměnu PCA na safír, ale že jakákoliv polykrystalická hmota, jestliže je dostatečně čistá a neporézní, může být přeměněna na monokrystalovou formu zahříváním na teplotu nižší než je teplota tavení hmoty za použití výše popsaného způsobu.

ÚŘAD
PRŮMYŠL. VĚHO
VLAST. CTVI

09.11.95	Došlo	48190	Cl.
----------	-------	-------	-----

P A T E N T O V É N Á R O K Y

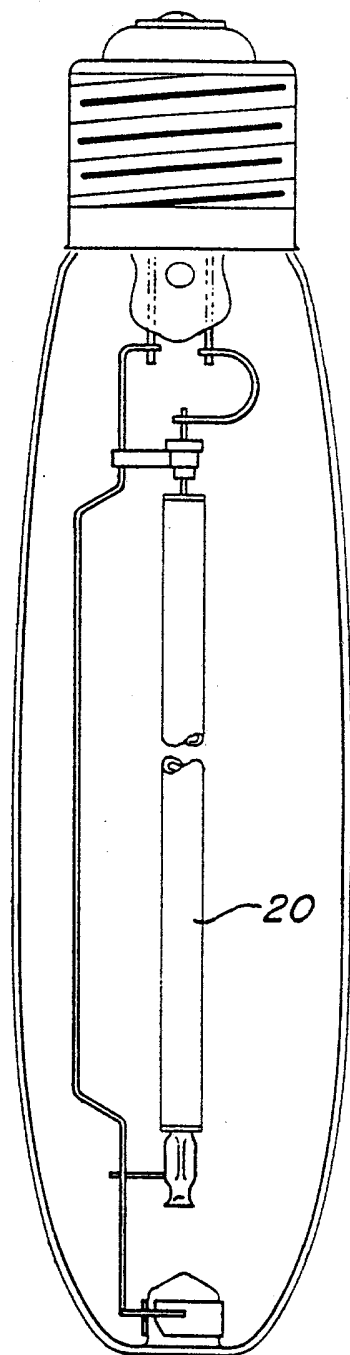
1. Způsob přeměny v pevné fázi polykrystalické keramické hmoty na monokrystalovou hmotu, vyznačující se tím, že obsahuje zahřívání polykrystalické keramické hmoty na teploty vyšší než polovina teploty tavení tohoto keramického materiálu, ale nižší než je teplota tavení keramického materiálu, po dobu, než dojde k přeměně polykrystalické keramické hmoty na monokrystalovou hmotu.
2. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že polykrystalická keramická hmota obsahuje zrnění o stejnoměrné velikosti zrna.
3. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že polykrystalická keramická hmota obsahuje inhibitory růstu v množství, které umožňuje růst krystalů během zahřívání.
4. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že polykrystalická keramická hmota je tepelně modifikována před uvedenou přeměnou, aby se snížilo množství inhibitorů růstu zrn pod úroveň, která by bránila růstu krystalů.
5. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že zahřívání, přeměňující polykrystalickou keramickou hmotu na monokrystalovou hmotu, se provádí v jednom nebo několika tepelných cyklech.
6. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, vyznačující se tím, že obsahuje zahřívání hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) na teplotu vyšší než 1100°C, ale nižší než 2050°C, po dobu, než dojde k přeměně hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) na safír.
7. Způsob podle nároku 6, vyznačující se tím, že hmota polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) má hustotu alespoň 3,9 g/cm³, průměrnou velikost zrna v rozmezí mezi 15μm a 70μm, a obsahuje alespoň 99% hmotn. oxidu hlinitého.

8. Způsob podle nároku 6, vyznačující se tím, že hmota polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) obsahuje oxid hořečnatý v množství menším než 0,01% hmotn. (100 wppm).
9. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, vyznačující se tím, že hmota polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) obsahuje oxid hlinitý s méně než 0,005% hmotn. (50 wppm) oxidu hořečnatého, má hustotu vyšší než 3,97 g/cm³, relativně stejnoměrnou velikost zrna a průměrnou velikost zrna nižší než 70 μm, přičemž způsob obsahuje zahřívání hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) na teplotu vyšší než 1700°C, ale nižší než je teplota tavení hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA), a po dobu, než dojde k přeměně hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) na safír.
10. Monokrystalová hmota přeměněná z polykrystalické keramické hmoty, vyznačující se tím, že má neuspořádanou strukturu pórů a povrchovou strukturu, jež má formu vlnek, jejichž vrcholy se nacházejí tam, kde byla před přeměnou v pevné fázi na monokrystal jednotlivá zrna polykrystalické hmoty, a jejichž prohlubně se nacházejí tam, kde byla hranice zrn polykrystalické hmoty před přeměnou v pevné fázi na monokrystal.
11. Monokrystalová hmota podle nároku 10, vyznačující se tím, že je tvořena safírem přeměněným z hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) a má vrcholy nacházející se tam, kde byla před přeměnou v pevné fázi na safír jednotlivá zrna hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA), a má prohlubně nacházející se tam, kde byly hranice zrn hmoty polykrystalického oxidu hlinitého (PCA) před přeměnou v pevné fázi na safír.
12. Monokrystalová hmota podle nároku 11, vyznačující se tím, že safírová hmota má tvar trubice nebo vlákna.

ÚRAD
PRÁVNÍKŮ
VLASTNICTVÍ

Čl.	157724
Doslo	14. XI 94

OBR. 1



10

URAD
PROSTOROVNOG
VLASTNICTVA

Čl.	57724
Doslo	14. XI 94



5 3 4

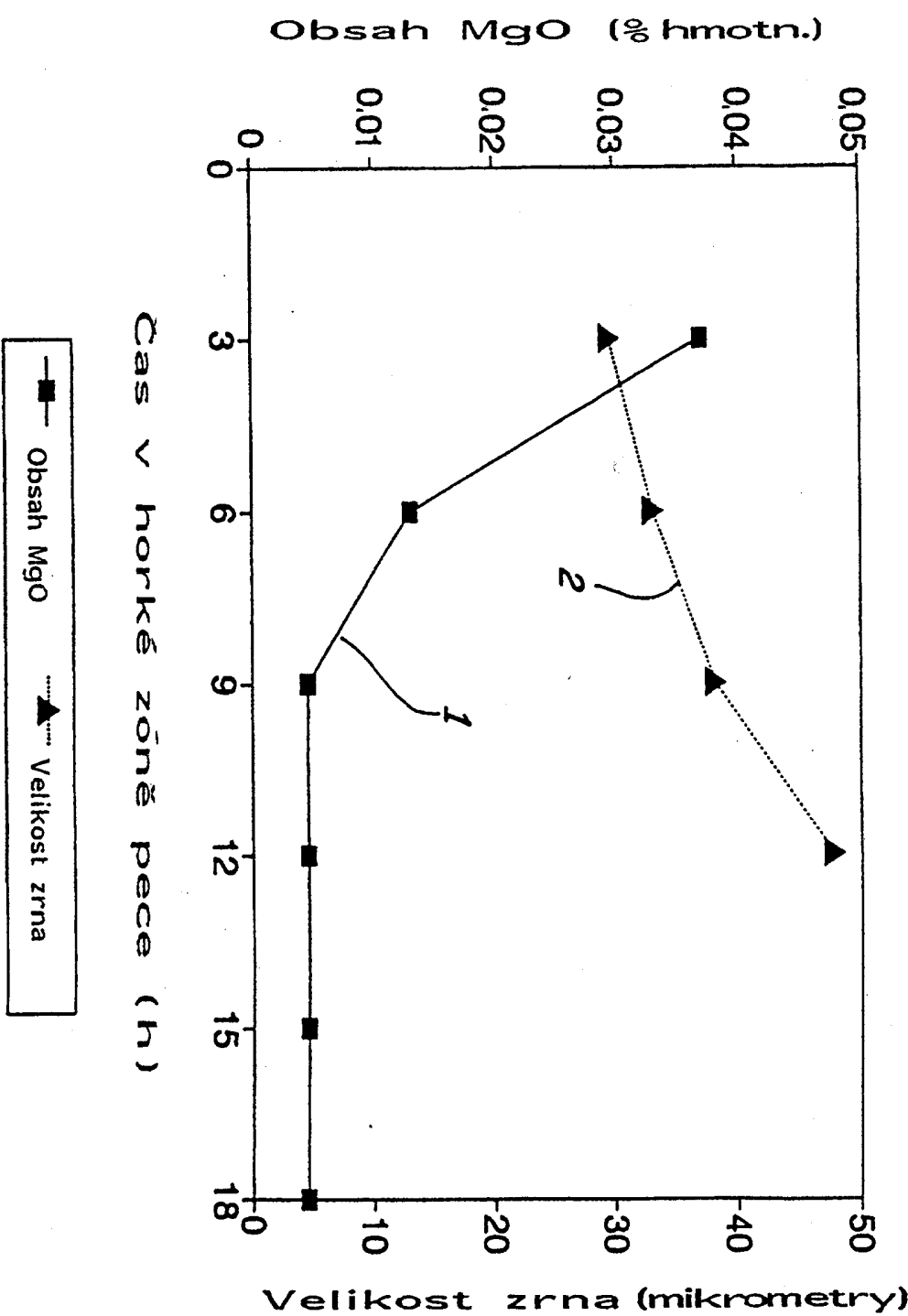
6 7

OBR. 2

ÚŘAD
PRŮMYŠLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

Čl.	11 5 7 7 2 4
Dešio	1 4 XI 9 4

Vliv tepelné modifikace na obsah MgO a velikost zrna v Lucaloxu



Obr. 3