

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶
C30B 29/20
C30B 1/02
H01L 21/00

(45) 공고일자 2001년05월02일
(11) 등록번호 10-0288661
(24) 등록일자 2001년02월09일

(21) 출원번호	10-1994-0010966	(65) 공개번호	특 1994-0026243
(22) 출원일자	1994년05월20일	(43) 공개일자	1994년12월09일
(30) 우선권 주장	064,386 1993년05월21일 미국(US)		

(73) 특허권자 제너럴 일렉트릭 컴파니 제이 엘. 차스킨, 버나드 스나이더
미합중국 뉴욕 셰백데디, 원 리버 로우드제너럴 일렉트릭 컴파니 아더엠. 킹

(72) 발명자 미합중국 뉴욕 셰백데디, 원 리버 로우드
랜돌프 이. 맥스웰
미합중국 오하이오 44026 체스터랜드 세더크레스트 트레일 7294
커티스 에드워드 스코트
미합중국 오하이오 44060 멘토르 이스트 밸리뷰 쿼트 6066
매리 슈 칼리스제프스키
미합중국 오하이오 44118 클리브랜드 하이츠 세버런스 씨클 드라이브 #81530
마셜 고든 존스
미합중국 뉴욕 12302 스코티아 세인트 스티븐즈 레인 95
리오넬 몬티 레빈슨
미합중국 뉴욕 12309 셰백데디 린다 레인 1
칼 에드워드 에릭슨
미합중국 뉴욕 12309 셰백데디 레이 50

(74) 대리인 김창세, 장성구

심사관 : 반응병

(54) 국부에너지원에 의한 사파이어의 고체 상태의 형성 방법

요약

본 발명은 국부에너지원을 사용하여 다결정성 알루미늄산화물의 일부만을 1800℃ 이상의 온도로 가열시키는 고체 상태의 전환 방법에 의해 상기 다결정성 알루미늄산화물을 사파이어로 전환시키는 방법에 관한 것이다. 에너지원으로서 레이저를 사용함으로써 사파이어로의 전환을 한시간 이내에 수행할 수 있다. 다결정성 알루미늄산화물은 50wppm 미만의 마그네시아 함량, 100마이크론 미만의 평균 입자크기 및 3.98g/cc 이상의 밀도를 갖는다.

대표도

도 1a

명세서

[발명의 명칭]

국부에너지원에 의한 사파이어의 고체 상태의 형성 방법

[도면의 간단한 설명]

제1(a)도는 본 발명의 방법에 따라서 다결정성 알루미늄산화물(PCA)을 사파이어로 전환시키는데 사용하는 레이저 장치를 도식적으로 나타낸다.

제1(b)도는 PCA광상에서 레이저 빔의 크기를 감소시켜 상기 레이저 빔을 집속시키는 상세도를 도식적으로 나타낸다.

제1(c)도는 전환 공정 도중의 광학 고온계의 위치를 도식적으로 나타낸다.

제2도는 본 발명의 방법에 따라서 제조된 사파이어의 표면 조직을 200배 확대하여 나타낸 광학 현미경 사진이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 레이저와 같은 국부 에너지를 다결정성 알루미늄 제품의 일부분에만 적용하여 상기 제품을 사파이어로 전환시키는 고체상태의 방법에 관한 것이다.

다결정성 알루미늄(PCA)의 제조 방법 및 고압 나트륨 아크 방전 램프(이후에는 “HPS 램프”라고 한다)에 대한 상기 알루미늄의 용도는 본 기술 분야에 숙련된 자들에게 널리 알려져 있다. 코블(Cobel), 라스카(Laska) 등 및 찰스(Charles) 등의 미합중국 특허 제3,026,210호, 제4,150,317호 및 4,285,732호에는 비교적 순수한 알루미늄 및 소량의 마그네시아를 사용하여 개선된 가시가능한 광 투과율을 갖는 고밀도 PCA체의 제조 방법이 기술되어 있다. 미합중국 특허 제4,285,732호에는 소결중에 스피넬상의 침전 경향 및 과도한 입자 성장을 감소시키기 위하여 알루미늄 및 하프니아를 마그네시아-도핑된 알루미늄에 첨가하는 것이 추가로 기술되어 있다. HPS 램프에 대한 아크관으로서 유용한 PCA체는 상기 특허 문헌의 방법에 따라서 15 내지 100마이크론 범위의 평균 입자 크기를 갖는 PCA체로서 제조할 수 있다.

HPS 램프에 대한 PCA 아크관의 사용으로 일어나는 두개의 중요한 단점은 이들이 광 투과성이 아닌 광 반투과성이라는 것이며, 아크관의 나트륨이 입자 경계에서 알루미늄과 반응하여 램프 수명을 단축시키는 알루미늄 나트륨을 형성한다는 것이다. HPS 램프는 색 표현을 개선시키고 백색 발광을 제공하기 위하여 PCA 아크관내에서 내부 나트륨 부분압을 항상 증가시키도록 고안되어 있다. 그러나, 보다 높은 내부 나트륨 압력은 아크실로부터 나트륨 손실 속도의 증가로 인해 램프 수명을 추가로 단축시킨다. 점진적인 나트륨 손실로 인해 램프 작동 전압의 연속적인 상승, 상관적인 색 온도와 색 표현 지수의 감소, 및 백색에서 핑크색으로의 색 변화가 일어난다. 또한, 아크실의 벽을 통해 이동하는 나트륨은 배기된 외부 램프 엔빌로프(envelope)의 내벽에 침착하여 갈색을 띤 오염물을 일으키며 이것은 다시 램프의 광 발생량을 추가로 감소시킨다. 이러한 문제점들은 사파이어(즉, 단결정 알루미늄) 아크관에 의해 상당히 줄일 수 있다.

HPS 램프에 대한 아크관으로서 유용한 사파이어는 타이코 래보러토리즈, 인코포레이티드(Tyco Laboratories, Inc.)에서 개발한, 가장자리에 한정된 필름-공급 성장(EFG) 공정으로서 알려진 변형된 세조랄스키(Czochralski) 공정을 비롯하여 많은 방법에 의해 제조한다. 이러한 방법에서는 씨드(seed) 결정, 및 용융 알루미늄의 표면상에서의 다이(여기서, 중공관은 다이를 통해 용융물을 연속적으로 밀어낸다)를 사용한다. 이러한 방법은 비용이 많이 들뿐만 아니라 속도가 느리다. 단결정 알루미늄 또는 사파이어를 제조하는데 사용하는 또다른 방법은 부동 대역 공정이라는 것이 있으며, 이러한 공정에서 PCA 공급물은 소정 속도로 가열 대역내에 도입되고, 이 대역에서 하나 이상의 레이저 또는 기타 집중된 열원은 상기 봉상에 집속되어 상기 대역내에서 알루미늄을 용융시켜 “용융 용량”의 용융된 알루미늄을 생성시킨다. 사파이어 섬유는 목적하는 속도에서 상기 용융물 용량으로부터 연속적으로 인발되고, 동시에 공급봉도 연속적으로 이동되지만, 상기 공정이 연속공정이 되도록 저속으로 이동된다. 이러한 공정은 주로 사파이어 섬유를 생성하는데 사용하지만, 그 자체로 단결정 알루미늄관을 제조하는 것은 비록 이러한 사파이어 섬유의 용도가 미합중국 특허 제3,943,324호에 기술되어 있을지라도 곤란하다. 일본국 특허 공개 제62-28118호에는 PCA관을 사파이어관으로 전환시키기 위한 로 공정이 기술되어 있지만, 이러한 공정이 통상 상업화되어 있는지의 여부는 알려져 있지 않다.

용이하면서도 비교적 저렴한 방식으로 PCA로부터 사파이어를 제조하는 방법, 바람직하게는 단결정이 다결정성 제품과 거의 동일한 크기 및 형상을 가지도록, 전환되는 구조물의 실질적인 용융없이 다결정성 세라믹 제품 또는 이 세라믹체를 단결정성 제품으로 전환시키기 위한 고체상태의 방법이 요구되고 있다. 고체상태의 전환 방법에 의해 비균일하고 비대칭적이며 복잡한 형상뿐만 아니라 단순한 형상을 갖는 단결정성 제품이 가능하게 되었다. 또한, 이러한 방법에 의해, 다결정성 세라믹 구조물로부터 단결정성 세라믹 구조물의 형성을 수행하는데 필요한 에너지 및 시간을 모두 상당히 감소시켜 비용을 효과적으로 줄일 수 있다면, 선행 기술에 비해 상당히 개선되었다고 볼 수 있다.

본 발명은 다결정성 세라믹 물질을 다결정성 세라믹 물질로 벌크 전환시키기 위한 고체 상태의 방법, 특히 전환될 제품에 적용되는 국부 에너지를 사용하여 다결정성 세라믹 물질을 단결정 알루미늄(이후에는 “사파이어”라고 함)로 전환하기 위한 방법에 관한 것이다. 벌크 전환이란 메조범위 거리이상(예를 들면, 100마이크론 이상)으로 완전 전파된 단결정을 의미한다. 본 발명의 고체 상태의 전환 방법을 사용함으로써, 예비 구조화된 간판 또는 복잡한 다결정성 물질의 형상을 제조할 수 있고, 이어서 이것을 전환될 전제품의 용융없이 상응하는 단결정으로 전환시켜 원래의 형상을 유지시킬 수 있다. 본 발명의 한 양태에 있어서, 치밀한 다결정성 알루미늄(PCA) 제품은 상기 PCA 제품의 일부분에 적용되는 국부 에너지를 사용하고, 이 에너지를 전 PCA 제품이 사파이어로 전환하기에 충분한 시간동안 상기 제품의 일부분에 지속적으로 지향시킴을 포함하는 고체 상태의 전환 방법에 의해 사파이어로 전환된다. 본 발명의 실행에 있어서, CO₂ 레이저 에너지원은 중공 PCA관의 한 단부에만 레이저 빔을 지향시켜 한시간 이내에 전체관을 사파이어로 전환시킴으로써 PCA관을 사파이어관으로 전환시키기 위하여 국부 에너지를 성공적으로 사용되어 오고 있다. PCA관은 미합중국 오하이오 클리블랜드에 소재하는 제네랄 일렉트릭 캄파니에서 시판하는 PCA의 상표명 지이 루칼록스(GE Lucalox)로부터 제작되고 있다. PCA관을 사파이어로 전환시키기 위하여 레이저를 사용하기 전에, 산화 마그네슘을 약 325wppm의 수준으로 함유한 PCA관을 전기 저항로안에서 가열하여 존재하는 산화 마그네슘의 양을 감소시킨다.

본 발명에 따라서 제조된 사파이어는 각각의 PCA 입자가 전환전에 있었던 거의 중앙 지점 및 입자 경계가 전환전에 있었던 상응하는 약간 약화된 영역에서 높은점을 갖는 미소한 파동 형태의 지형학적 구조로서 그 자체를 나타내는 완전히 랜덤한 기공 구조와 표면 조직의 결합에 의해 천연 사파이어 및 기타 합성 사파이어로부터 구별된다.

제1(a)도에는 거울(52)에 의해 반사되어, 관 밀폐체(54) 및 도시되지 있지 않은 윈도우 수단(즉, 게르마늄)을 통해 투명한 플렉시글라스 챔버(56)(이것은 약간의 공기와 대부분의 아르곤을 포함하는 기압을 갖는다)내로 다시 지향된 다음, 빔의 크기를 감소시킨 집속 렌즈(58)를 통해 위치(61)에서 중공 PCA관(60)의 한쪽 단부상에 감소된 레이저 빔이 지향되는 레이저(50)를 방출하는 빔(59)을 포함하는, 본 발명의 방법을 수행하는데 사용하는 장치가 도식적으로 기재되어 있다. PCA관(60)은 외경 5.5mm 및 벽 두께 약 0.5mm와 함께 길이가 100mm이다. 레이저 빔(54)은 150와트의 연속 파장을 갖는 이산화 탄소(CO₂) 레이저로부터 방출되며, 이 레이저 빔은 이러한 양태의 공정을 위한 국부 에너지원 또는 열원으로서

사용한다. 레이저 방출 빔의 직경은 12mm이고, 하나의 경우에 있어서 집속 렌즈(58)에 의해 도면 번호(61)에서 1mm 이하의 직경으로 집속된다. 또다른 실험에 있어서는 원통형 집속 렌즈를 사용하여 레이저 빔을 폭 약 1/4mm 및 길이 2-3mm의 직사각형(이것의 길이크기는 관(60)의 종축에 평행하다)에 집속시킨다. 이들 두개의 실험에 있어서, 레이저 빔은 제1도에 예시된 바와 같이, PCA관(60)의 종축에 수직이다. 레이저 빔을 직경 1mm 이하의 원 또는 직사각형으로 집속시키면 임의의 점 및 선상 열원이 각각 제공된다. 레이저 빔을 1mm 이하의 직경으로 집속시키는 또 다른 양태에 있어서, 레이저 빔은 제1도에 나타난 90° 이외의 각도로 관에 적용되어 타원형 가열원을 제공한다. 모든 실험에 있어서, 중공 PCA관(60)을 모터 수단(62)에 의해 약 200RPM의 속도로 그의 회전축 주위로 회전시킨다. 상기 모터 수단에서는 PCA관(60)을 척수단(63)에 의해 유지시킨다. 위치(61)는 관의 자유단부로부터 약 10mm 떨어져 있다. 레이저 빔을 1mm의 직경 또는 직사각형까지 집속시키면 임의의 지점 또는 선상 가열원이 제공되며, 관을 그의 종축주위로 회전시키면 원주 가열이 일어나서 관형 구조물주위에 효과적인 “고리” 가열원이 발생한다. 관을 회전시키는 대신에, 레이저 빔을 분리하고, 미합중국 특허 제3,944,640호에 기술된 바와 같이, 상기 분리된 빔을 원주주위의 몇몇 지점에 집속시켜야 한다. 이때, 하나 이상의 레이저 빔을 사용할 수 있어야 하거나, 또는 미합중국 특허 제4,058,699호에 기술된 바와 같이, 레이저 빔을 타원형 중공의 원추형 반사기로부터 반사시켜야 한다. 관의 “고리” 가열을 이루기 위한 이러한 방법 및 기타 가능한 방법은 본 기술 분야에 숙련된자들에게 알려져 있다. PCA관의 표면 온도는 PCA관(60) 및 모터 수단(62)위에 위치되어 있는, 제1(c)도에 예시된 8마이크론의 아이콘 광학 고온계에 의해 상기 관의 종축을 따라 있는 각종 지점 및 다양한 시간에서 검사한다. 가열 속도가 너무 빠르면 일어나는, 열 충격으로 인한 관의 균열을 방지하기 위해서는 레이저 전력을 45분간에 걸쳐 서서히 증가시켜 PCA관을 서서히 가열한다. 레이저로 사용되는 최종 최대 전력(วัต트)은 환상 패턴의 관의 외부 표면 온도를 약 1800℃ 이상의 온도로 상승시키는 120วัต트이다. 전체의 PCA관을 사파이어 또는 단결정 알루미늄으로 전환시키는 도중에 관을 회전시킨채로 레이저 빔을 지점(61)에서 120วัต트의 전력 수준으로 유지시킨다. 하나의 실험에서, 표면의 용융 증거는 레이저 빔이 PCA관상에 집속되는 경우에 관측되는데, 이것은 표면 온도가 사파이어의 용융 온도인 2050℃ 이상임을 의미한다. 그러나, 이러한 고온은 표면에 한정되어야 하며, 가능한한 관의 벽 두께 전반부에 걸쳐 연장되지 않아야 하는데, 그 이유는 관이 실험도중에 폭 꺼지거나 휘지 않기 때문이다. 기타 실험에서는 인식할 수 있을 정도로 가시가능한 표면 용융의 증거가 일어나지 않았다. 표면 용융이 있거나 또는 표면 용융이 없는 모든 경우, 레이저 빔을 관의 한쪽 단부의 임의의 작은 지점에만 지향시켜도, 길이 100mm의 PCA관 전체가 사파이어로 전환하였다. 하나의 실험에서는 레이저 빔을 PCA관의 자유 단부에 집속시키면서, 레이저 빔이 지점(61)에서 관의 열충격 경향을 추가로 최소화하기 위하여 상기 관을 그의 종축을 따라서 종방향으로 1mm 옮긴다. 이러한 모든 실험에서는 매우 작은 측면 이동의 존재 및 부재하에, 및 국부 표면 용융의 존재 및 부재하에 PCA관을 사파이어로 성공적으로 전환시켰다. 30분간 내지 1시간 동안 고온계로 측정된 바와 같이 1800℃ 이상의 온도에서 관(60)의 가열된 고리 부분을 유지시킨 후, 레이저 전력을 약 45분간에 걸쳐 0까지 서서히 감소시키고, 상기 관을 실온으로 냉각시킨다. 전체 공정 사이클 시간은 어디에서나 2 내지 3시간 걸린다.

PCA를 사파이어로 전환시키는 것은 고체 상태의 공정에 의해 수행된다. 광학 고온계에 의해 측정되고 전환 공정중에 PCA관의 길이를 따라 취한 온도 데이터는 하기 표에 기록되어 있다. PCA의 사파이어로의 전환은 관상에서 레이저 집속 지점으로부터 100mm 떨어져 수행된다. 표에 나타난 데이터는 PCA의 사파이어로의 전환이 알루미늄의 융점인 2050℃ 보다 상당히 낮은 벌크 관 온도에서 일어난다. 온도 읽기는 사파이어에 대해 특징적인 측정 표준이 없으므로, 대략적이지만, $\pm 100^\circ$ 만큼 정확한 것으로 생각된다.

광학 고온계에 의한 PCA관의 온도 측정

<u>PCA관에서 레이저 집속</u>	<u>대략적인</u>
<u>지점까지의거리(mm)</u>	<u>온도</u>
0	1800-2050*
5	1300
10	800
13이상**	<600

*고온계 한계는 1800℃이고, 알루미늄 융점은 2050℃이며, 샘플은 약 1800℃ 이상이지만, 용융되지 않았다.

**사파이어로 전환된 총 샘플 관 길이는 100mm이다.

본 발명에 따라서 제조된 사파이어 물질의 특성화는 광학 현미경, 주사 전자 현미경(SEM), 4원 회절계, 역반사 라우(Laue) 및 세차방법 X-레이 기술(Pression Method X-ray techiques)을 사용하여 수행한다. SEM 분석은 제2도에 나타난 바와 같이, 전환 공정 전에 각각의 PCA 입자가 존재하는 중앙 지점 근처에서 높은 점 및 PCA관의 입자 경계에 상응하는 약간 완화된 영역을 갖는 미소 파동 형태의 지형학적 구조를 나타내는, 본 발명의 방법에 의해 제조된 사파이어관을 나타낸다. 본 발명의 방법에 의해 제조된 물질에 대한 결정 단위 세포의 격자 변수는 4원 회절계에 의해 측정한다. 격자 변수는 단결정 알파 알루미늄(사파이어)에 대한 리 및 라게로프, 제이.(Lee and Lagerlof, J.)의 문헌[Eoelectron Microscopy Technique, 2 : 247-258, (1985)]의 공개 데이터와 일치하는 $a=4.759\text{Å}$ $c=12.991\text{Å}$ 인 것으로 밝혀졌다. 역 반사 라우 및 세차 방법 X-레이 기술은 본 발명의 방법에 의해 제조된 물질이 단결정이라는 것을 확인하는데 사용한다. 양 기술 모두 물질의 길이에 걸쳐 일정한 배향이 일어났음을 확인하였다.

제2도는 본 발명의 방법에 의해 형성된 입자 또는 결정들과 사파이어사이의 경계를 예시하는 PCA관 부분을 광학 현미경 사진으로 200배 확대하여 취한 사진이다. 보다 밝은 영역은 PCA가 사파이어로 전환되기 전에 입자 경계가 있었던 경우 위치된 약간 낮은 지점을 알 수 있는 사파이어이다. 상기 논의한 바와 같이, 사파이어 부분의 표면은 전환 공정 전에 각각의 PCA 입자가 존재하는 중앙 지점 근처에서 높은 점 및 전환전의 입자 경계에 상응하는 약간 약화된 영역을 갖는 미소파동 형태의 지형학적 구조로서 그 차체를 나타내는 조직을 갖는다.

PCA체를 사파이어로 전환시킨, 본 발명의 양태를 수행하는데 유용한 것으로 밝혀진 출발 물질은 미소 균열이 없는 비교적 순수한 알파 알루미늄의 PCA체이며, 이 미소 균열은 사파이어 결정 전체에 전파하여 PCA가 사파이어로 전환하는 것을 방해한다. 일반적으로, 이것은 PCA체가 100마이크론 이하, 바람직하게는 70마이크론 이하, 더욱 바람직하게는 50마이크론 이하의 평균 결정 또는 입자 크기로 갖는다. 밀도는 3.90g/cc 이상, 전형적으로는 3.97g/cc 이상이다. 본 실험에서 사용된 루칼록스(Lucalox) 상표를 갖는 PCA의 밀도는 3.97g/cc 이상, 전형적으로는 약 3.98g/cc 이상이다. PCA체는 바람직하게는 약 15 내지 70 마이크론, 더욱 바람직하게는 약 20 내지 50마이크론의 평균 입자 크기를 갖는 비교적 균일한 입자 크기를 갖는다. 입자 크기란 ASTM E112-88에 기술된 널리 공지된 선형 차단 기술에 의해 측정된 바와 같은 입자의 평균 크기를 의미한다. PCA는 99중량% 이상의 알파 알루미늄이어야 하며, 사파이어에 대한 PCA체의 전환을 방해하는 형태 및 양의 불순물이 없어야 한다. 하나의 실례는 PCA가 사파이어로 전환하는 것을 방해하는 100wppm 만큼 적은 양의 마그네시아이다. 그러므로, 존재한다면, 마그네시아는 100wppm 미만, 바람직하게는 70wppm 미만, 더욱 바람직하게는 50wppm 미만이어야 한다. "50wppm 미만"이란 마그네시아가 전혀 없거나 0 내지 50wppm 함량의 마그네시아를 갖는 PCA를 포함함을 의미한다. PCA출발 물질은 상기 언급되어 있는 미합중국 특허 제3,026,210호, 제4,150,317호 및 제4,285,732호에 공지 및 기술된 공정을 사용하여 알루미늄 분말 및 적합한 도판트로부터 제조할 수 있거나, 또는 그것은 상기 언급한 순도, 밀도, 입자 크기등의 요건과 부합하는 통상적으로 시판하고 있는 PCA 물질, 예를 들면, 미합중국 오하이오 클리브랜드에 소재하는 제네랄 일렉트릭 캄파니에서 시판하는 상표 제네랄 일렉트릭 캄파니 루칼록스 PCA 일 수 있다. 상표 제네랄 일렉트릭 캄파니 루칼록스 PCA는 일반적으로 20 내지 35마이크론 범위의 평균 결정 또는 입자 크기를 갖는 비교적 균일한 입자 크기 및 동축 입자 구조를 갖는다. 약 26마이크론의 직경을 갖는 평균 입자 크기에 있어서, 대부분(즉, 50% 이상)의 입자는 약 20마이크론 내지 약 30마이크론의 직경 범위에 있으며, 100마이크론 이상의 직경을 갖는 입자는 없고, 단지 일부 소수 입자(1% 이하)만이 70마이크론 이상의 입자 크기를 갖는다. 산화 마그네슘 또는 마그네시아(MgO)는 약 300 내지 400wppm의 양으로 존재하며, 루칼록스는 약 2050°C의 융점을 갖는다. 99.9%의 알루미늄인 루칼록스 PCA에 대한 전형적인 화학적 분석은 다음과 같다.

미량의 원소	Si	Fe	Ca	Mg	K	Na	Li	Mo	Cr	Cu
검출된 PPM	50	4	7	180	50	80	<1	10	2	4

180wppm의 마스네슘은 이러한 물질에 존재하는 전형적인 마그네슘 양인 325wppm의 마그네시아와 동일하다. 루칼록스 PCA의 (소성)밀도는 전형적으로 3.97g/cm³ 이상, 일반적으로는 약 3.98g/cm³ 이상이며, 그것은 투명한 백색 외관을 갖는다. 루칼록스 PCA에 존재하는 산화 마그네슘의 양은 너무 커서 본 발명의 방법에서 사파이어로 전환할 수 없으므로, 본 발명의 방법에서 루칼록스 PCA를 사파이어로 전환할 수 있게 하기 위해서는 상기 루칼록스에 존재하는 산화 마그네슘의 양을 100wppm 이하, 바람직하게는 70wppm 이하, 더욱 바람직하게는 50wppm 이하의 양으로 감소시켜야 한다.

본 기술 분야에 숙련된 자라면, 수소-함유 기압, 진공 또는 불활성 기체중에서 PCA체를 약 1700 내지 1980°C의 온도로 가열시키므로써 산화 마그네슘을 제거할 수 있음을 알 수 있을 것이다. 산화 마그네슘의 함량을 감소시키기 위하여 PCA체를 이러한 온도 범위로 가열한 다음, 실온으로 냉각시키는 것은 PCA체의 열 충격 및 이에 수반되는 균열을 방지하기 위하여 서서히 진행한다. 이것은 고온 전기 전하로내에서 PCA체를 약 1880°C까지의 온도까지 무수 수소중에서 서서히 가열하고 1880°C에서 유지시킨다. 실온으로 서서히 냉각하므로써 간편한 방식으로 수행한다. 0°C 이하의 이슬점을 갖는 수소가 바람직하다. 수소가 건조되면 건조될수록, 마그네시아를 제거하는데 필요한 시간은 줄어든다. 본 기술 분야에 숙련된 자들에게 알려져 있는 바와 같이, 기타 다른 시간, 온도 및 기압도 사용할 수 있다. 물론, 샘플의 두께가 두꺼우면 두꺼울수록 더 많은 시간을 필요로 한다. 5.5mm의 외경 및 1/2mm 벽 두께를 갖는 중공 PCA관의 제네랄 일렉트릭 캄파니 루칼록스 상표를 사용하여 마그네시아의 함량을 50wppm 이하의 양으로 감소시키기 위해서는 1880°C에서 약 9 내지 12시간이 필요하다. 모든 경우에 있어서, 마그네시아의 양은 유도 결합 플라즈마(ICP) 분석법에 의해 측정된다. 이러한 방법에 의해 측정할 수 있는 가장 낮은 마그네시아의 하한계는 10wppm이다.

상기 기술된 특성을 갖는 유용한 PCA물질은 마그네시아 함량이 없이 제작된 PCA를 비롯하여 본 발명의 방법에 의해 제조할 수 있다. 또한, 제조업체는 상기 언급한 특허 문헌의 기술 또는 상기 언급한 물질 특성을 갖는 치밀한 알루미늄체 또는 제품을 제조하는, 본 기술 분야에 숙련된 자들에게 널리 알려진 기타 기술을 사용하여 베이코스키(Baikowski) BR-10과 같은 주로 알파 알루미늄인 비교적 순수한 미립 알루미늄의 적합한 등급으로 출발하는 그 자신의 PCA물질을 필요에 따라서 제조할 수 있다.

본 기술 분야에 숙련된 자라면, 본 발명의 범위 및 정신으로부터 벗어남이 없이 기타 다양한 변형을 쉽게 수행할 수 있음을 알 수 있을 것이다. 따라서, 본 명세서에 첨부된 특허 청구 범위는 상기 기술된 내용에 한정되어서는 안되며, 오히려, 특허 청구 범위는 본 발명이 속하는 분야에 숙련된 자들에 의해 본 발명의 등가물로서 취급될 수 있는 모든 특징들을 비롯하여 본 발명에 있는 특허가능한 모든 특징들을 포괄하고 있는 것으로 해석해야 한다. 예를 들면, 국부 에너지원은 하나 이상의 레이저일 수 있거나, 또는 예를 들면, 일본국 특허 공보 제61-28637호에 기술되어 있는 바와 같이, 적합한 반사기에 의해 집중되는 하나 이상의 가열 램프일 수 있다. 본 기술 분야에 숙련된 자라면, 플라즈마(토오치), 사파이어로 전환될 PCA 제

품의 일부분에 매우 근접해 있는 RF 가열된 감응기, 직접 또는 결합 마이크로파 가열대, RF 결합 가열대, 또는 전자 또는 기타 고 에너지 입자 빔도 사용할 수 있음을 이해해야 한다. 기타 또다른 국부 에너지원은 용융 알루미늄이거나, 또는 사파이어로 전환될 PCA 제품의 일부가 용융체에 침지 또는 상기 용융체와 접촉하여 전체 제품을 사파이어로 전환하는 기타 적합한 물질을 포함한다. 용융체의 온도가 2050℃ 이상이라면, 이것은 용융체와 접촉하여 제품의 상기 부분을 최소한 부분적으로 용융시킬 것이며, 이에 대해서는 본 발명의 범위내에서 차후에 더욱 상세히 설명될 것이다.

결국, 상기 기술한 바와 같이, 본 발명의 방법은 전환되는 PCA 제품의 임의의 부분이 가시적으로 인식할 수 있는 용융이 전혀 없는 양태뿐만 아니라, PCA 제품의 일부분의 표면 용융 또는 벌크 용융이 사파이어로 전환하는 도중에 일어나는 양태를 포함한다. 본 기술 분야에 숙련된 자라면, 몇몇 경우에 있어서 최종 사파이어 제품에 불필요하거나 또는 바람직하지 않은 희생 부분을 갖는 PCA 제품을 제조할 수 있다. 이러한 경우에 있어서는 사파이어로 전환하는 도중에 PCA 제품의 희생 부분의 일부 또는 모든 부분의 표면 또는 벌크를 용융시킨 다음, 희생 부분을 제거하여 목적하는 사파이어 제품 또는 체를 남기는 것이 유리할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

PCA체를 사파이어로 전환시키기에 충분한 온도에서 상기 전환시키기에 충분한 시간동안 상기 PCA체의 일부분을 국부에너지원으로 가열시킴을 포함하는, 상기 PCA체를 사파이어로 벌크 전환시키기 위한 고체상태의 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 국부에너지원이 레이저를 포함하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 PCA체의 일부분을 상기 사파이어로 전환시키는 도중에 용융시키지 않는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 PCA체의 표면의 일부분을 상기 전환 도중에 용융시키는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 PCA체의 일부분을 상기 전환 도중에 벌크상태로 용융시키는 방법.

청구항 6

100wppm 미만의 마그네시아 함량과 적어도 3.97g/cc의 밀도를 갖는 PCA체의 일부분만을 국부에너지원을 사용하여 상기 PCA체의 어떠한 부분도 용융시키지 않으면서 적어도 1800℃의 온도로 가열(이때, 가열은 상기 PCA체를 사파이어로 전환시키기에 충분한 시간동안 유지시킨다)함을 포함하는, 상기 PCA체를 사파이어로 벌크 전환시키기 위한 고체 상태의 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 마그네시아 함량이 70wppm 미만인 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 마그네시아 함량이 50wppm 미만인 방법.

청구항 9

제6항에 있어서, 상기 국부가열원이 레이저를 포함하는 방법.

청구항 10

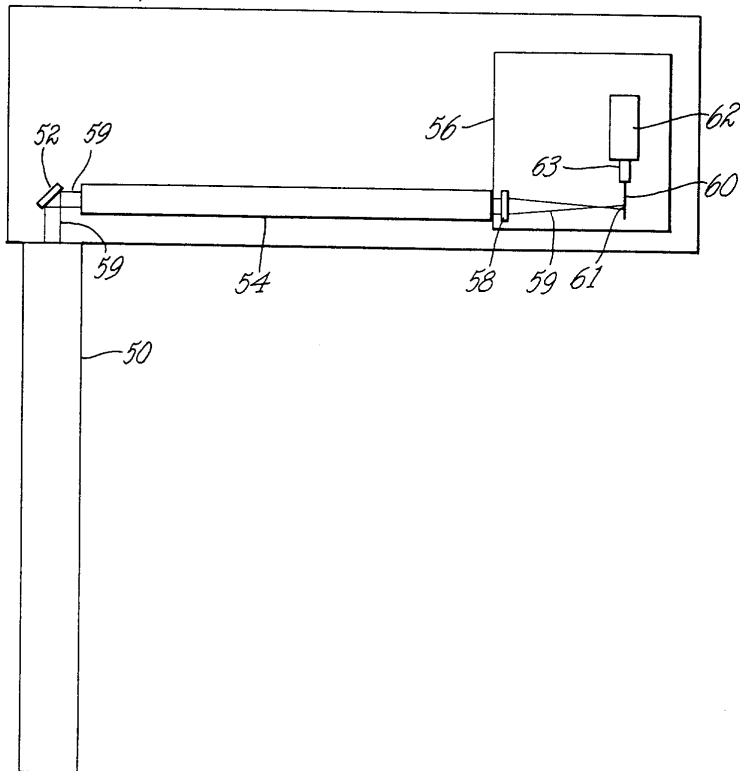
100wppm 미만의 마그네시아 함량과 3.97g/cm³ 이상의 밀도를 갖는 PCA체의 일부분만을 국부에너지원을 사용하여 가열하여 상기 PCA체의 일부를 용융시키고 상기 가열을 상기 PCA체를 사파이어로 전환시키기에 충분한 시간동안 유지시킴을 포함하는, 상기 PCA체를 상기 사파이어로 벌크 전환시키기 위한 고체 상태의 방법.

청구항 11

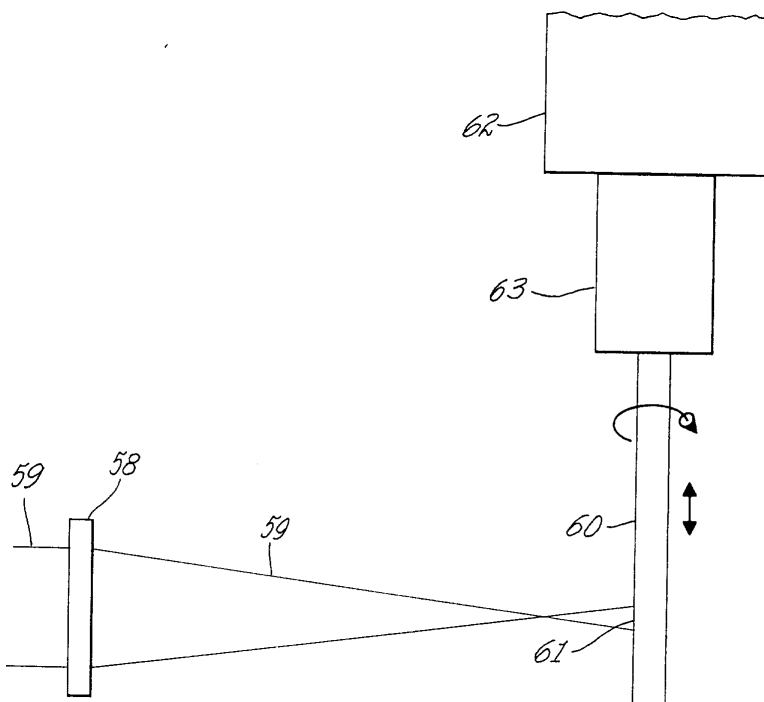
PCA체의 일부분만을, 상기 PCA체를 사파이어로 전환시키기에 충분한 온도에서 상기 전환시키기에 충분한 시간동안 국부에너지원으로 가열함을 포함하는, 100마이크론 미만의 평균 입자 크기, 적어도 3.97g/cc의 밀도, 0 내지 50wppm 범위의 마그네시아 함량을 가지며 및 PCA체에서 사파이어로의 전환을 방해하는 미소 균열이 없는 상기 PCA체를, 완전히 랜덤한 기공구조와, 상기 PCA체가 상기 사파이어로 전환되기 전에 각각의 PCA 입자의 대략 중간 지점에서 높은 지점을 갖고 또한 상기 전환 전에 상기 경계에 상응하는 약간 낮아진 영역을 갖는 미소 파동 형태의 지형학적 구조를 나타내는 표면 조직을 갖는 사파이어로 상기 PCA체를 전환시키기 위한 고체 상태의 방법.

도면

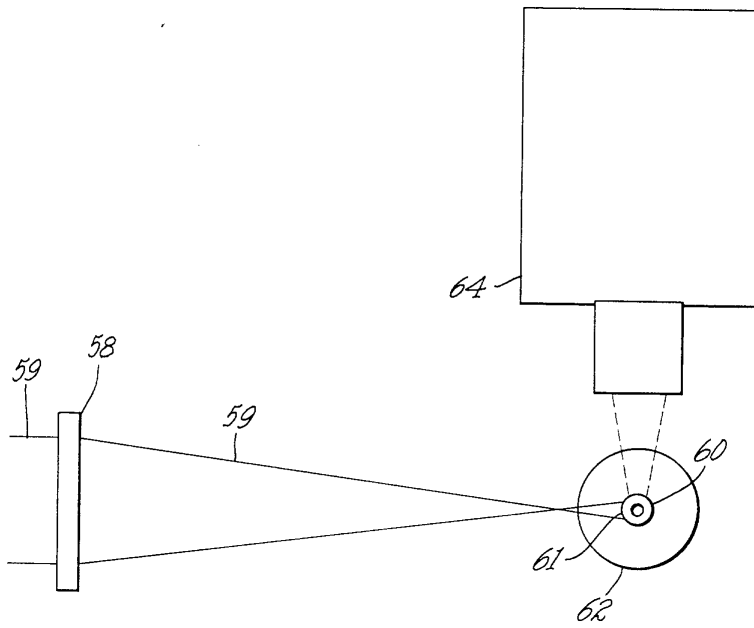
도면 1a



도면 1b



도면 1c



도면 2

