

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
18 août 2011 (18.08.2011)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2011/098511 A2**

- (51) Classification internationale des brevets :  
C01F 7/02 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2011/051938
- (22) Date de dépôt international :  
10 février 2011 (10.02.2011)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
FR1000594 11 février 2010 (11.02.2010) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :  
BAIKOWSKI [FR/FR]; Les Marais Noirs Ouest,  
F-74430 Poisy (FR).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :  
BONNEAU, Lionel [FR/FR]; 19, impasse Bel Horizon,  
F-74960 Cran Gevrier (FR). PEZZANI, Michel [FR/FR];  
67, impasse de Monod, F-Poisy 74330 (FR).
- (74) Mandataires : CROONENBROEK, Thomas et al.;  
Cabinet Innovincia, 11, avenue des tilleuls, F-74200  
Thonon les bains (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publiée :  
— sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport (règle 48.2.g)

(54) Title : ALPHA-ALUMINA AND ASSOCIATED USE, SYNTHESIS METHOD AND DEVICE

(54) Titre : ALUMINE ALPHA, UTILISATION, PROCÉDÉ DE SYNTHÈSE ET DISPOSITIF ASSOCIÉS.

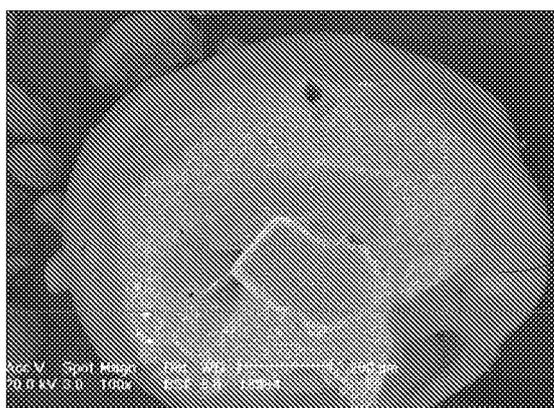


Fig. 1

(57) Abstract : The invention relates alpha-alumina having a degree of purity greater than or equal to 99.99%, in the form of spherical particles (1) having a predominant size greater than or equal to 850  $\mu\text{m}$ . The invention also relates to the use of alpha-alumina as defined above as well as to an associated synthesis method and device.

(57) Abrégé : L'invention concerne de l'alumine alpha ayant une pureté supérieure ou égale à 99,99%, sous forme de particules sphériques (1) de taille majoritairement supérieure ou égale à 850  $\mu\text{m}$ . L'invention concerne également l'utilisation d'alumine alpha telle que définie ci-dessus ainsi qu'un procédé de synthèse et un dispositif associés.



WO 2011/098511 A2

### **Alumine alpha, utilisation, procédé de synthèse et dispositif associés**

L'invention concerne de l'alumine alpha, en particulier adaptée pour être utilisée pour la fabrication de saphir monocristallin. L'invention concerne également un procédé  
5 de synthèse de cette alumine alpha et un dispositif associés.

De façon connue, hors procédé Verneuil, on utilise de l'alumine alpha pour la fabrication de saphir monocristallin. À cet effet, on peut placer de la poudre d'alumine alpha dans un creuset que l'on chauffe à une température de fusion située par exemple  
10 entre 1900°C et 2400°C pendant une durée prédéfinie. Ensuite, pendant une durée prédéfinie, on met une pointe portant un cristal (ou germe) en contact avec l'alumine alpha en fusion de façon à ce que le cristal croisse sous contrôle des gradients thermiques.

On connaît de l'alumine alpha destinée à être utilisée comme matière première pour la fabrication de saphir monocristallin, de répartition granulométrique présentant  
15 un maximum pour une taille de particules comprise entre 100 µm et inférieure à 850 µm.

Afin d'optimiser le procédé de fabrication du saphir monocristallin, il serait nécessaire d'augmenter la densité d'alumine alpha dans le creuset par rapport à la densité obtenue avec cette solution connue.

20 Cependant, les procédés de synthèse utilisés de l'alumine alpha ne permettent pas d'augmenter la densité d'alumine alpha tout en présentant les caractéristiques nécessaires pour l'obtention d'un saphir monocristallin.

La présente invention a donc pour objectif de pallier ces inconvénients de l'art antérieur.

25 À cet effet l'invention a pour objet de l'alumine alpha ayant une pureté supérieure ou égale à 99,99%, sous forme de particules sphériques de taille majoritairement supérieure ou égale à 850 µm.

L'alumine alpha peut donc être chargée dans le creuset à une densité élevée, sans génération de fines particules et sans oxydation du creuset lors de la fusion.

30 L'alumine alpha selon l'invention peut en outre comporter une ou plusieurs

-2-

caractéristiques suivantes, prises séparément ou en combinaison :

- la taille desdites particules sphériques est majoritairement comprise entre 850  $\mu\text{m}$  et 2 mm,
- lesdites particules présentent un rapport de sphéricité compris entre 1 et 2,
- 5 - lesdites particules sphériques présentent une surface spécifique inférieure ou égale à 1  $\text{m}^2/\text{g}$ ,
- lesdites particules sphériques présentent une densité relative supérieure ou égale à 50% de la densité théorique de 3.96 g/cc.

L'invention concerne également l'utilisation d'alumine alpha telle que définie  
10 précédemment pour la fabrication de saphir monocristallin.

L'invention concerne également un procédé de synthèse d'alumine alpha telle que définie précédemment, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- on dispose de la poudre d'alumine gamma sur une plaque en carbure de silicium, et
- on soumet ladite poudre à au moins un faisceau laser  $\text{CO}_2$ .
- 15 Ledit procédé peut en outre comporter une ou plusieurs caractéristiques suivantes, prises séparément ou en combinaison :
  - la poudre d'alumine gamma présente une pureté supérieure ou égale à 99,99%,
  - la poudre d'alumine gamma présente une surface spécifique entre 90  $\text{m}^2/\text{g}$  et 120  $\text{m}^2/\text{g}$ ,
  - 20 - la poudre d'alumine gamma comprend des particules élémentaires de taille comprise entre 15 nm et 20 nm, générant un volume poreux de 3,5 ml/g à 4 ml/g et présentant une densité tassée située entre 0,12 g/cc et 0,25 g/cc,
  - la poudre d'alumine gamma est disposée sous forme d'une couche de poudre d'épaisseur comprise entre 1 mm et 8 mm,
  - 25 - on déplace la poudre d'alumine gamma sous ledit au moins un faisceau,
    - la vitesse de déplacement de la poudre d'alumine gamma sous ledit au moins un faisceau est comprise entre 10 cm/min et 100 cm/min,
    - la poudre d'alumine gamma est soumise audit au moins un faisceau sur une période de temps comprise entre 0,3 s et 30 s,
  - 30 - ledit procédé de synthèse comprend une étape de tamisage.

-3-

L'invention concerne encore un dispositif pour la mise en œuvre du procédé de synthèse tel que défini ci-dessus, caractérisé en ce qu'il comporte :

- un moyen d'alimentation en poudre d'alumine gamma,
- une plaque en carbure de silicium sur laquelle est disposée ladite poudre, et
- 5 - au moins un laser CO<sub>2</sub>.

Ledit dispositif peut en outre comporter une ou plusieurs caractéristiques suivantes, prises séparément ou en combinaison :

- ledit au moins un laser est fixe et ladite plaque est mobile pour acheminer en continu la poudre d'alumine gamma sous ledit au moins un faisceau,
- 10 - ladite plaque mobile est réalisée sous la forme d'un disque tournant,
- ladite plaque comporte un sillon creux pour recevoir la poudre d'alumine gamma,
- la longueur d'onde dudit au moins un laser est de l'ordre de 10,6 μm,
- la puissance dudit au moins un laser est comprise entre 120 W et 3000 W,
- ledit au moins un laser est configuré pour que la taille de la tache lumineuse dudit au
- 15 moins un faisceau sur une zone impactée par ledit au moins un faisceau couvre une surface comprise entre 0.2 et 20 cm<sup>2</sup>,
- ledit dispositif comporte un moyen de distribution homogène de la poudre d'alumine gamma disposée sur ladite plaque,
- ledit moyen de distribution homogène comporte un rouleau de compression,
- 20 - ledit moyen de distribution homogène comporte un moyen d'arasement,
- ledit dispositif comporte un moyen d'évacuation par aspiration des particules sphériques d'alumine alpha synthétisées.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante, donnée à titre d'exemple illustratif et non limitatif, et des dessins annexés parmi lesquels :

- la figure 1 est une vue au microscope électronique d'une particule sphérique d'alumine alpha selon l'invention, et
- la figure 2 est une représentation schématique d'un dispositif pour la mise en œuvre
- 30 d'un procédé de synthèse d'alumine alpha selon l'invention.

### Alumine alpha

L'invention concerne de l'alumine alpha de haute pureté, plus précisément supérieure ou égale à 99,99%, sous forme de particules sphériques pour être utilisées  
5 notamment en tant que matières premières dans la fabrication de saphir monocristallin. L'évaluation de la sphéricité de ces particules d'alumine alpha peut se faire en calculant le rapport de la mesure du diamètre maximal sur la mesure du diamètre minimal selon la relation (1).

(1)  $S = d_{\max} / d_{\min}$  (où  $S$  = rapport de sphéricité,  $d_{\max}$  = diamètre maximal, et  
10  $d_{\min}$  = diamètre minimal)

Le demandeur a constaté que les particules d'alumine alpha selon l'invention présentent un rapport de sphéricité  $S$  compris entre 1 et 2.

La figure 1 représente une particule sphérique 1 d'alumine alpha vue à l'aide d'un microscope électronique. Sur cette figure l'échelle est indiquée.

15 Les particules sphériques 1 d'alumine alpha synthétisées selon l'invention sont de tailles importantes.

En effet, la répartition granulométrique en poids d'alumine alpha synthétisé selon l'invention, présente une majorité de particules sphériques 1 dont la taille est supérieure ou égale à 850  $\mu\text{m}$ , plus précisément comprise entre 850  $\mu\text{m}$  et 2 mm. La répartition  
20 granulométrique est par exemple obtenue par tamisage à sec selon une méthode d'empilement de tamis décrite par la suite.

Par ailleurs, ces particules sphériques 1 d'alumine alpha présentent une surface spécifique inférieure ou égale à 1  $\text{m}^2/\text{g}$ . De façon connue, cette surface spécifique peut être mesurée par la méthode BET à l'azote liquide.

25 Ces particules sphériques 1 d'alumine alpha présentent également une densité relative supérieure à 50% par rapport à la densité théorique de 3.96 g/cc.

Ainsi, ces particules sphériques 1 d'alumine alpha peuvent être chargées à densité élevée dans un creuset sans génération de fines particules et sans oxydation du creuset lors de la fusion.

30 Une méthode d'empilement par tamis permettant d'obtenir la répartition

granulométrique est décrite ci-après.

On organise un empilement de tamis avec différentes ouvertures de maille, avec au sommet de la pile le tamis d'ouverture de maille la plus élevée par exemple d'ouverture de maille de 1600  $\mu\text{m}$ , et au bas de la pile le tamis d'ouverture de maille la plus petite par exemple d'ouverture de maille de 90  $\mu\text{m}$ .

À titre d'exemple, on utilise différents tamis ayant les ouvertures de mailles suivantes : 1600 $\mu$ , 1400 $\mu$ , 1000 $\mu$ , 850 $\mu$ , 710 $\mu$ , 500 $\mu$ , 355 $\mu$ , 250 $\mu$ , 180 $\mu$ , 125 $\mu$  et 90 $\mu$ .

On place sur le tamis supérieur d'ouverture de maille la plus élevée un échantillon de particules sphériques 1 d'alumine alpha, par exemple d'un poids prédéfini tel que 200 g plus ou moins 10 g.

On secoue ensuite l'empilement de tamis pendant une durée déterminée, par exemple 10 mn, par l'intermédiaire d'un équipement mécanique adapté.

Les particules retenues sur chaque tamis sont alors extraites, pesées et enregistrées.

On considère qu'une particule retenue sur un tamis a une taille comprise entre la taille d'ouverture de maille du tamis sur lequel elle est retenue et la taille d'ouverture de maille du tamis supérieur. En d'autres termes, pour une particule traversant le tamis d'ouverture de maille par exemple de 850  $\mu\text{m}$  et retenue sur le tamis inférieur d'ouverture de maille par exemple de 710  $\mu\text{m}$ , on estime que la taille de cette particule est comprise entre 710  $\mu\text{m}$  et 850  $\mu\text{m}$ .

Le taux de particules sphériques sur chaque tamis est alors calculé en divisant la masse des particules sphériques retenue sur le tamis considéré par la masse initiale de l'échantillon.

En se référant maintenant à la figure 2, on décrit un dispositif 3 pour la mise en œuvre d'un procédé de synthèse de telles particules sphériques 1 d'alumine alpha.

### **Dispositif pour la mise en œuvre d'un procédé de synthèse d'alumine alpha**

Le dispositif 3 comporte :

– un moyen d'alimentation 5 en poudre d'alumine gamma  $\gamma$ ,

-6-

- une plaque 7 en carbure de silicium (SiC) comprenant un sillon creux 8 dans lequel est disposée la poudre d'alumine gamma  $\gamma$ , et
- au moins un laser 9 CO<sub>2</sub> représenté de façon schématique, émettant un faisceau de rayonnement laser 11.

5 Le moyen d'alimentation 5 comprend par exemple un bac de réception 5a pour recevoir la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  tel qu'illustré de façon schématique par la flèche A, une vis sans fin 5b et un distributeur 5c de la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  sur la plaque 7.

Afin d'obtenir les meilleures caractéristiques pour les particules sphériques 1  
10 d'alumine alpha, la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  choisie comme matière première pour la synthèse des particules sphériques 1 d'alumine alpha selon l'invention présente les caractéristiques suivantes : une pureté supérieure ou égale à 99,99%, une surface spécifique entre 90 m<sup>2</sup>/g et 120 m<sup>2</sup>/g, des particules élémentaires de taille comprise entre 15 nm et 20 nm, générant un volume poreux de 3,5 ml/g à 4 ml/g et présentant une  
15 densité tassée située entre 0,12 g/cc et 0,25 g/cc.

On entend par là que les particules de gamma sont associées en agglomérats. Ces agglomérats sont poreux. Et, le volume poreux de ces agglomérats est de 3,5 ml/g à 4 ml/g.

Une telle poudre d'alumine gamma est par exemple vendue par Baikowski sous  
20 le nom Baikalox B 105.

Dans l'exemple illustré, la plaque 7 est un disque tournant mobile en rotation autour d'un axe de rotation tel qu'illustré schématiquement par la flèche B. À titre d'exemple, la plaque 7 tourne à une vitesse comprise entre 10 cm/min et 100 cm/min au niveau du sillon 8. La plaque 7 permet donc d'acheminer progressivement la poudre  
25 d'alumine gamma  $\gamma$  vers une zone impactée par le faisceau laser 11 du laser 9.

Le laser 9 est selon le mode de réalisation décrit, un laser de longueur d'onde de 10,6  $\mu$ m, de puissance comprise entre 120 W et 3000 W et de spot laser sensiblement circulaire couvrant une surface comprise entre 0.2 et 20 cm<sup>2</sup>.

Le dispositif 3 peut également comporter un moyen de distribution homogène 13  
30 de la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  disposée sur la plaque 7, tel qu'un rouleau de

-7-

compression ou rouleau de tassement. Le moyen de distribution homogène 13 peut comprendre en complément ou en variante un moyen d'arasement permettant d'araser la couche d'alumine gamma  $\gamma$ .

Enfin, le dispositif 3 comporte par exemple un moyen d'évacuation 15 par aspiration des particules sphériques 1 d'alumine alpha synthétisées.

Les différentes étapes d'un procédé de synthèse de ces particules sphériques 1 d'alumine alpha sont maintenant décrites.

#### 10 **Procédé de synthèse**

Comme l'illustre la flèche A, lors d'une étape préliminaire, on place de la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  par exemple dans le bac de réception 5a qui arrive au distributeur 5c pour être distribuée sur la plaque 7 tournante, par exemple sous forme d'une couche d'épaisseur comprise entre 1 mm et 8 mm.

15 Cette poudre d'alumine gamma  $\gamma$  peut être compactée et/ou arasée par exemple par un dispositif de distribution homogène 13 afin de permettre une synthèse optimale lorsque la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  est impactée par le faisceau laser 11.

Du fait du mouvement de la plaque 7, la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  se déplace progressivement sous le faisceau laser 11 par exemple à une vitesse comprise entre 10 cm/min et 100 cm/min et est soumise au faisceau laser 11 sur une durée comprise entre 0,3 s et 30 s.

La poudre d'alumine gamma  $\gamma$  ainsi traitée est transformée en un ensemble de particules sphériques 1 d'alumine alpha telles que définies précédemment.

25 Ces particules sphériques 1 d'alumine alpha peuvent ensuite être aspirées, par exemple par le moyen d'évacuation 15, pour être évacuées de la plaque 7 comme l'illustre de façon schématique la flèche C.

Un tamisage de ces particules sphériques peut être mis en œuvre tel que décrit précédemment.

30 Les particules sphériques 1 d'alumine alpha ainsi synthétisées peuvent alors servir en tant que matières premières pour la fabrication de saphir monocristallin.

Afin d'illustrer de façon plus précise un tel procédé de synthèse de particules sphériques 1 d'alumine alpha et les caractéristiques des particules sphériques 1 d'alumine alpha obtenues, trois exemples de réalisation sont maintenant détaillés.

5 Dans ces exemples, on utilise en matière première de la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  de pureté supérieure ou égale à 99,99%, présentant une surface spécifique entre 90 m<sup>2</sup>/g et 120 m<sup>2</sup>/g, et comportant des particules élémentaires de taille comprise entre 15 nm et 20 nm, générant un volume poreux de 3,5 ml/g à 4 ml/g et présentant une densité tassée située entre 0,12 g/cc et 0,25 g/cc.

10

Premier exemple :

Pour ce premier exemple, on utilise comme matériel une plaque 7 en carbure de silicium (SiC) tournante et un laser 9 au dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) de longueur d'onde de 10,6  $\mu\text{m}$  d'une puissance de 1500W avec un spot laser sur une surface de 25 mm<sup>2</sup>.

15 On dispose progressivement dans le sillon 8 de la plaque 7 tournante une couche de poudre d'alumine gamma  $\gamma$  de 4 mm d'épaisseur.

Comme précisé précédemment, la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  est soumise au faisceau laser et défile sous le spot laser à une vitesse de 10 mm/sec.

20 On obtient alors de l'alumine de structure cristallographique alpha se présentant sous forme de particules sphériques 1 de densité 2.12 g/cc développant une surface spécifique de 0.16 m<sup>2</sup>/g et dont la répartition granulométrique mesurée par une méthode d'empilement de tamis telle qu'expliquée précédemment, est la suivante :

- pour une ouverture de maille de 1600  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0%
- pour une ouverture de maille de 1400  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 13,1%
- 25 – pour une ouverture de maille de 1000  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 47,6%
- pour une ouverture de maille de 850  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 14,2%
- pour une ouverture de maille de 710  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 9,3%
- pour une ouverture de maille de 500  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 7,3%
- pour une ouverture de maille de 355  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 3,2%
- 30 – pour une ouverture de maille de 250  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 1,6%

-9-

- pour une ouverture de maille de 180  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 1,1%
- pour une ouverture de maille de 125  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0,9%
- pour une ouverture de maille de 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0,6%
- pour une ouverture de maille inférieure à 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 1,1%.

5           Au vu de ces résultats, on constate très clairement que la répartition granulométrique présente un maximum pour une taille supérieure à 850  $\mu\text{m}$ . En effet, 74,9 % des particules sphériques 1 d'alumine alpha ont une taille supérieure 850  $\mu\text{m}$ .

Deuxième exemple :

10           Pour ce deuxième exemple, on utilise comme matériel une plaque 7 en carbure de silicium (SiC) tournante et un laser 9 au dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) de longueur d'onde de 10,6  $\mu\text{m}$  d'une puissance de 1500W avec un spot laser sur une surface de 25  $\text{mm}^2$ .

15           On dispose progressivement dans le sillon 8 de la plaque 7 tournante une couche de poudre d'alumine gamma  $\gamma$  de 6 mm d'épaisseur. La poudre d'alumine gamma  $\gamma$  est soumise au faisceau laser et défile sous le spot laser à une vitesse de 7,6 mm/sec.

20           On obtient alors de l'alumine de structure cristallographique alpha se présentant sous forme de particules sphériques 1 de densité 2.12 g/cc développant une surface spécifique de 0.12  $\text{m}^2/\text{g}$  et dont la répartition granulométrique mesurée par une méthode d'empilement de tamis telle qu'expliquée précédemment, est la suivante :

- pour une ouverture de maille de 1600  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0%
- pour une ouverture de maille de 1400  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 35,7%
- pour une ouverture de maille de 1000  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 28,9%
- pour une ouverture de maille de 850  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 6,7%
- 25 - pour une ouverture de maille de 710  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 5,8%
- pour une ouverture de maille de 500  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 7,9%
- pour une ouverture de maille de 355  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 5,2%
- pour une ouverture de maille de 250  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 3,6%
- pour une ouverture de maille de 180  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 2,4%
- 30 - pour une ouverture de maille de 125  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 2%

-10-

- pour une ouverture de maille de 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 1,3%
- pour une ouverture de maille inférieure à 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0,5%.

Ces résultats montrent également que la répartition granulométrique présente un maximum pour une taille supérieure à 850  $\mu\text{m}$ . En effet, 71,3 % des particules sphériques 1 d'alumine alpha ont une taille supérieure 850  $\mu\text{m}$ .

Troisième exemple :

Pour ce troisième exemple, on utilise toujours comme matériel une plaque 7 en carbure de silicium (SiC) tournante mais un laser 9 au dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) de longueur d'onde de 10,6  $\mu\text{m}$  d'une puissance de 3000W avec un spot laser sur une surface de 44  $\text{mm}^2$ .

On dispose progressivement dans le sillon 8 de la plaque 7 tournante une couche de poudre d'alumine gamma  $\gamma$  de 6 mm d'épaisseur. La poudre d'alumine gamma  $\gamma$  est soumise au faisceau laser et défile sous le spot laser à une vitesse de 11,3 mm/sec.

On obtient alors de l'alumine de structure cristallographique alpha se présentant sous forme de particules sphériques 1 de densité 2.42 g/cc développant une surface spécifique de 0.15  $\text{m}^2/\text{g}$  et dont la répartition granulométrique mesurée par une méthode d'empilement de tamis telle qu'expliquée précédemment, est la suivante :

- pour une ouverture de maille de 1600  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 0%
- pour une ouverture de maille de 1400  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 28,3%
- pour une ouverture de maille de 1000  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 26,3%
- pour une ouverture de maille de 850  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 8%
- pour une ouverture de maille de 710  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 7,6%
- pour une ouverture de maille de 500  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 8,9%
- pour une ouverture de maille de 355  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 5,7%
- pour une ouverture de maille de 250  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 4,5%
- pour une ouverture de maille de 180  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 2,9%
- pour une ouverture de maille de 125  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 2,3%
- pour une ouverture de maille de 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 2,3%
- pour une ouverture de maille inférieure à 90  $\mu\text{m}$ , le pourcentage en poids est 3,5%.

La répartition granulométrique des particules sphériques 1 d'alumine alpha obtenues selon ce troisième exemple, présente aussi un maximum pour une taille supérieure à 850  $\mu\text{m}$ . En effet, 62,6 % des particules sphériques 1 d'alumine alpha ont une taille supérieure 850  $\mu\text{m}$ .

5

Dans ces exemples, on soumet la poudre d'alumine gamma  $\gamma$  au faisceau 11 laser  $\text{CO}_2$  de longueur d'onde de 10,6  $\mu\text{m}$  et de puissance comprise entre 120 W et 3000 W sur une période de temps comprise entre 0,3 s et 30 s.

En effet, ces caractéristiques de longueur d'ordre, de puissance et de temps de passage de l'alumine gamma  $\gamma$  sous le faisceau sont appropriées pour l'alumine gamma telle que décrite précédemment, c'est-à-dire une poudre d'alumine gamma  $\gamma$  présentant une pureté supérieure ou égale à 99,99%, une surface spécifique entre 90  $\text{m}^2/\text{g}$  et 120  $\text{m}^2/\text{g}$ , des particules élémentaires de taille comprise entre 15 nm et 20 nm associées en agglomérats poreux et dont le volume poreux est de 3,5 ml/g à 4 ml/g, et présentant une densité tassée située entre 0,12 g/cc et 0,25 g/cc.

15

Une telle poudre d'alumine gamma est par exemple vendue par Baikowski sous le nom Baikalox B 105.

Bien entendu, pour de l'alumine gamma présentant d'autres caractéristiques, on peut prévoir les mêmes paramètres de longueur d'onde et de puissance du faisceau laser, et de temps de passage. On peut aussi adapter ces paramètres pour obtenir de meilleures caractéristiques pour les particules sphériques d'alumine alpha  $\alpha$ .

20

On comprend donc que les particules sphériques 1 d'alumine alpha selon l'invention obtenues selon un procédé de synthèse particulier tel que décrit ci-dessus présentent des caractéristiques de pureté et de densité propres à la fabrication de saphir monocristallin, tout en permettant d'optimiser le procédé de fabrication de saphir monocristallin pour lequel elles servent de matières premières.

25

**REVENDICATIONS**

1. Alumine alpha ayant une pureté supérieure ou égale à 99,99%, sous forme de particules sphériques (1) de taille majoritairement supérieure ou égale à 850  $\mu\text{m}$ .  
5
2. Alumine alpha selon la revendication 1, caractérisée en ce que la taille des particules sphériques (1) est majoritairement comprise entre 850  $\mu\text{m}$  et 2 mm.
3. Alumine alpha selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que lesdites particules présentent un rapport de sphéricité compris entre 1 et 2.  
10
4. Alumine alpha selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que lesdites particules sphériques (1) présentent une surface spécifique inférieure ou égale à 1  $\text{m}^2/\text{g}$ .
5. Alumine alpha selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que lesdites particules sphériques (1) présentent une densité relative supérieure ou égale à 50% de la densité théorique.  
15
6. Utilisation d'alumine alpha selon l'une quelconque des revendications précédentes pour la fabrication de saphir monocristallin.  
20
7. Procédé de synthèse d'alumine alpha selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
  - on dispose de la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) sur une plaque (7) en carbure de silicium, et  
25
  - on soumet ladite poudre ( $\gamma$ ) à au moins un faisceau (11) laser (9)  $\text{CO}_2$ .

-13-

8. Procédé de synthèse selon la revendication 7, caractérisé en ce que la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) présente une pureté supérieure ou égale à 99,99%.
- 5 9. Procédé de synthèse selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) présente une surface spécifique entre 90 m<sup>2</sup>/g et 120 m<sup>2</sup>/g.
- 10 10. Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) comprend des particules élémentaires de taille comprise entre 15 nm et 20 nm, générant un volume poreux de 3,5 ml/g à 4 ml/g et présentant une densité tassée située entre 0,12 g/cc et 0,25 g/cc.
- 15 11. Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 7 à 10, caractérisé en ce que la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) est disposée sous forme d'une couche de poudre d'épaisseur comprise entre 1 mm et 8 mm.
- 20 12. Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 7 à 11, caractérisé en ce qu'on déplace la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) sous ledit au moins un faisceau (11).
13. Procédé de synthèse selon la revendication 12, caractérisé en ce que la vitesse de déplacement de la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) sous ledit au moins un faisceau (11) est comprise entre 10 cm/min et 100 cm/min.
14. Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 7 à 13, caractérisé en ce que la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) est soumise audit au moins un faisceau (11) sur une période de temps comprise entre 0,3 s et 30 s.
- 25 15. Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 7 à 14, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de tamisage.
16. Dispositif pour la mise en œuvre d'un procédé de synthèse selon l'une

quelconque des revendications 7 à 15, caractérisé en ce qu'il comporte :

- un moyen d'alimentation (5) en poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ),
  - une plaque (7) en carbure de silicium sur laquelle est disposée ladite poudre ( $\gamma$ ), et
- 5                   – au moins un laser (9) CO<sub>2</sub>.

17. Dispositif selon la revendication 16, caractérisé en ce que ledit au moins un laser (9) est fixe et en ce que ladite plaque (7) est mobile pour acheminer en continu la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ) sous ledit au moins un faisceau (11).

10               18. Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce que ladite plaque (7) mobile est réalisée sous la forme d'un disque tournant.

19. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 18, caractérisé en ce que ladite plaque (7) comporte un sillon (8) pour recevoir la poudre d'alumine gamma ( $\gamma$ ).

15               20. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 19, caractérisé en ce que la longueur d'onde dudit au moins un laser (9) est de 10,6  $\mu\text{m}$ .

21. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 20, caractérisé en ce que la puissance dudit au moins un laser (9) est comprise entre 120 W et 3000 W.

20               22. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 21, caractérisé en ce que ledit au moins un laser (9) est configuré pour que la taille de la tache lumineuse dudit au moins un faisceau (11) sur une zone impactée par ledit au moins un faisceau (11) couvre une surface comprise entre 0.2 et 20 cm<sup>2</sup>.

25               23. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 22, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen de distribution homogène (13) de la poudre

-15-

d'alumine gamma ( $\gamma$ ) disposée sur ladite plaque (7).

24. Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce que ledit moyen de distribution homogène (13) comporte un rouleau de compression.

5 25. Dispositif selon l'une des revendications 23 ou 24, caractérisé en ce que ledit moyen de distribution homogène (13) comporte un moyen d'arasement.

26. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 16 à 25, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen d'évacuation (15) par aspiration des particules sphériques (1) d'alumine alpha synthétisées.

1/1

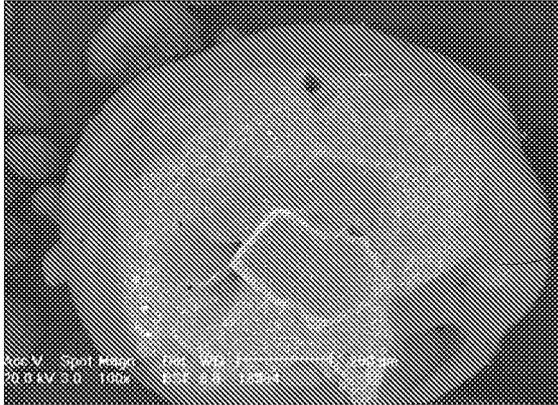


Fig. 1

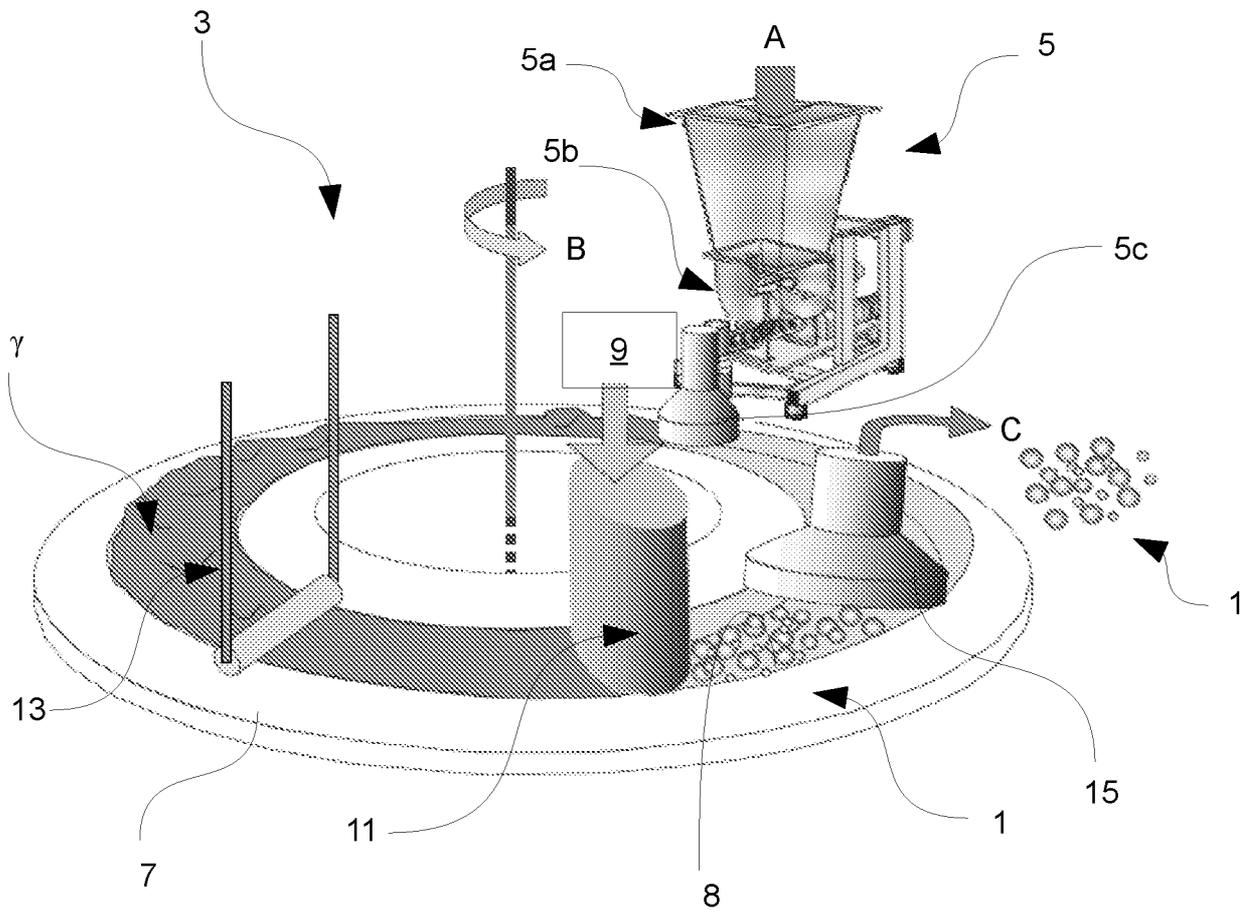


Fig. 2