

Приложение А

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Объединенный институт высоких температур Российской академии наук

УДК 661:54-481/-483

№ госрегистрации ЦИТиС 114112640018

Инв. № 43/2014

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ОИВТ РАН



д.т.н. В.А. Зейгарник

«31» декабря 2014 г.

ОТЧЕТ

О ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

по теме: «Анализ тенденций развития в области разработки методов получения оксидов
алюминия высокой чистоты»

по соглашению о предоставлении субсидии № 14.607.21.0082
от «23» октября 2014 г.

Шифр заявки: «2014-14-579-0148-007»

Руководитель работы,

Заместитель директора, д.ф.-м.н.

31.12.2014

подпись, дата

А.3. Жук

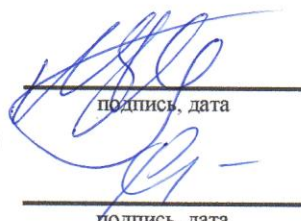
Москва, 2014

Список исполнителей

Заместитель директора, д.ф.-м.н

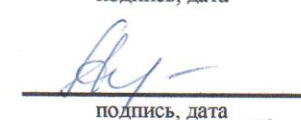
А.З. Жук (Раздел 5)

Заместитель директора по инновациям


подпись, дата

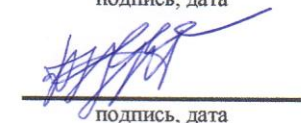
Р.А. Хорошавцев (Разделы 3, 5)

Ведущий инженер


подпись, дата

Н.Г. Алексеева (Разделы 3, Приложение АГ)

Стажер-исследователь


подпись, дата

О.А. Буряковская (Разделы 1, 2, 3, 4, Приложение АА, Приложение АВ)

Инженер


подпись, дата

В.Н. Колокольников (Раздел 4, Приложение АВ)

Содержание

Перечень сокращений, условных обозначений, символов, единиц, терминов	109
Общие сведения об объекте исследования	110
Аналитическая часть	111
Заключение	112
Приложение АА Задание на проведение патентных исследований	113
Приложение АБ Регламент поиска	114
Приложение АВ Отчет о поиске	115
Приложение АГ Описание изобретений. Рефераты отобранных патентов (российские и зарубежные)	119

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ,
СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ, ТЕРМИНОВ

МПа	Мегапаскаль (единица измерения давления)
Al_2O_3	Формула оксида алюминия
США	Соединенные Штаты Америки
РФ	Российская Федерация

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Начало работы: 23 октября 2014 г.

Окончание работы: 17 ноября 2014 г.

Объектами исследования являются методы получения оксидов алюминия (α - Al_2O_3 , γ - Al_2O_3 , δ - Al_2O_3 и θ - Al_2O_3) высокой химической чистоты (с массовым содержанием более 99.99%).

Область применения объекта исследования

1. Производство лейкосапфира (используется при изготовлении подложек микросхем, свето- и лазерных диодов, защитных стекол и т.д.).
2. Изготовление огнеупорных изделий (применяются для получения материалов высокой чистоты).
3. Производство катализаторов и сорбентов.

Краткое описание объекта разработки

Разрабатываемая процедура получения оксидов алюминия высокой чистоты включает в себя водоподготовку, регулируемую подачу воды и порошкообразного алюминия в смеситель, разогрев реактора высокого давления (14 МПа) до температур 200-400 °С, подачу водной суспензии порошка алюминия в реактор с помощью регулируемого насоса высокого давления, распыление суспензии в реакторе с помощью распылительных форсунок, отделение бемита от пароводяной смеси, осушку бемита в термошкафу (в диапазоне температур от 50 до 200 °С) в течение 1,5 ч, выдержку бемита в муфельной печи (при температуре от 400 до 1200 °С, в зависимости от требуемой модификации оксида алюминия) в течение 3-10 ч и термообработку полученного продукта в вакуумной печи при температуре 900-1900 °С в течение 3-8 ч.

Цель поиска информации

Обзор патентной информации требуется для проведения анализа тенденций развития в области разработки методов получения оксидов алюминия высокой чистоты.

Обоснование регламента поиска

На сегодняшний день ведущими странами в данной области являются Китай, США и Европейский Союз. В качестве стран поиска выбраны именно эти страны. Поиск по СССР и РФ является обязательным.

Для оценки основных технического уровня и тенденций развития в области производства оксида алюминия высокой чистоты были рассмотрены работы, опубликованные в течение последних 30 лет, так как данное направление получило серьезное развитие только в последний период времени (рост производства устройств с использованием синтетических сапфиров).

Для поиска патентной информации активно использовался Интернет, что позволило увеличить эффективность и скорость поиска необходимых данных.

Поиск патентов, зарегистрированных в Российской Федерации, проводился по электронным патентным базам данных Федерального института промышленной собственности (электронный ресурс <http://www.fips.ru>) и Банка патентов (<http://bankpatentov.ru>). Поиск зарубежных патентов и заявок осуществлялся с помощью интернет-сайтов патентных баз данных www.wipo.int и www.uspto.gov. При поиске были отобраны патенты за период с 1994 г. по 2014 г. В качестве ключевых слов для поиска патентных материалов были выбраны следующие слова и словосочетания: «корунд высокой чистоты», «оксид алюминия высокой чистоты», «high-purity alumina», «aluminium oxide». По этим ключевым словам было найдено 2074 заявки, из которых отобрано 28. Было проведено сравнение отобранных патентных материалов с целью исключения повторов.

Выявление ведущих фирм-разработчиков

На основании библиографических данных к патентам были выявлены следующие ведущие фирмы – разработчики:

1. Shandong Gemsung Technology Co., Ltd (Китай): 3 патента;
2. Tsinghua University (Китай) : 3 патента;
3. China Shenhua Energy Co., Ltd (Китай): 2 патента;
4. Atlantic Richfield Company (США): 2 патента.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Патентный поиск для проведения анализа тенденций развития в области производства оксида алюминия высокой чистоты проведен по всем критериям поиска и источникам данных, предусмотренным регламентом. Отчет составлен согласно ГОСТ Р 15.011-96.

Проведенное патентное исследование в достаточном объеме отразило текущую ситуацию с правом интеллектуальной собственности на исследования и разработки, связанные с методами производства оксидов алюминия высокой чистоты.

Количество патентов, продолжающих действие, составляет 79 % от рассмотренных; 21% патентов прекратили действовать.

Анализ процедур, используемых для производства оксидов алюминия высокой чистоты, позволил выявить основные перспективные направления изобретательской и исследовательской деятельности.

С помощью анализа библиографических данных к патентам были выявлены ведущие организации-разработчики, осуществляющие исследования в области получения оксидов алюминия высокой чистоты.

Приложение АА к отчету о патентных исследованиях

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ОИВТ РАН

д.т.н. В.А. Зейгарник

«23» октября 2014 г.



ЗАДАНИЕ

на проведение патентных исследований № 1 от 23 октября 2014 г.

Наименование работы (темы): «Анализ тенденций развития в области разработки методов получения оксидов алюминия высокой чистоты»

Этап работы 1 этап ПНИ; сроки его выполнения с 23.10.2014 по 31.12.2014.

Задачи патентных исследований: проведение анализа тенденций развития по объекту исследования.

КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН

Виды патентных исследований	Подразделения-исполнители (соисполнители)	Ответственные исполнители (Ф.И.О.)	Сроки выполнения патентных исследований. Начало. Окончание	Отчетные документы
1	2	3	4	5
Проведение анализа тенденций развития	ОИВТ РАН	Буряковская О.А.	23.10.14-31.12.14	Отчет о патентных исследованиях по ГОСТ Р 15.011-96

Руководитель работы


личная подпись

Жук А.З.
расшифровка

23.10.2014
дата

Заведующий сектором интеллектуальной собственности и инноваций


личная подпись

Петровский В.П.
расшифровка

23.10.2014
дата

Приложение АБ к отчету о патентных исследованиях

Регламент поиска

№1

Наименование работы (темы): «Анализ тенденций развития в области разработки методов получения оксидов алюминия высокой чистоты»

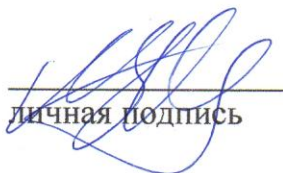
Номер и дата утверждения задания 23.10.2014. Этап работы 1 этап

Цель поиска информации: анализ тенденций развития в области разработки методов получения оксидов алюминия высокой чистоты.

Начало поиска 23.10.2014 Окончание поиска 31.12.2014

Предмет поиска (объект исследования, его составные части, товар)	Страна поиска	Источники информации, по которым будет проводиться поиск		Ретроспективность	Наименование информационной базы (фонда)
		Наименование	патентные Классификационные рубрики: МПК (МКИ)*, МКНО*, НКИ* и другие		
1	2	3	4	5	6
Методы получения оксидов алюминия высокой чистоты	РФ США Китай Евросоюз	Рефераты к патентам Полные патентные описания	H02M 1/00, H02J 3/32, H01L 31/042, H02J 7/35, H02M 7/797, H01L 31/05, H02J 3/46, H02J 3/38, F24J 2/38, H02J 15/00, H01L 31/09, F21S 13/10, F03D 7/00, G01W 1/02, A01G 9/00, F21S 9/03, H01L 31/052, F03D 9/02, G05F 1/67, H01L 21/02 H01L 31/18 H01L 021/20 H01L 021/36	30 лет	www.bankpatentov.ru www.fips.ru www.wipo.int www.uspto.gov www.cipa.ca

Руководитель работы


личная подпись

Жук А.З.
расшифровка

23.10.2014
дата

Заведующий сектором интеллектуальной собственности и инноваций


личная подпись

Петровский В.П.
расшифровка

23.10.2014
дата

Приложение АВ к отчету о патентных исследованиях

Отчет о поиске

1. Поиск проведен в соответствии с заданием заместителя директора ОИВТ РАН Зейгарника В.А. от 23.10.2014 г. и Регламентом поиска от 23.10.2014 г.

2. Этап работы ПНИ: 1 этап.

3. Начало поиска 23.10.2014 г. Окончание поиска 31.12.2014 г.

4. Сведения о выполнении регламента поиска:

Поиск проведен в соответствии с регламентом.

5. Материалы, отобранные для последующего анализа.

Таблица АВ.6.1. – Патентная документация

Страна выдачи, вид и номер охранного документа. Классификационный индекс	Заявитель (патентообладатель), страна, номер заявки. Дата приоритета, конвенционный приоритет, дата публикации	Название изобретения (полезной модели, промышленного образца)	Сведения о действии охранного документа или причина его аннулирования
1	2	3	4
Методы получения оксидов алюминия высокой чистоты			
1. CN10369194 8	Shandong Gemsung Technology Co., Ltd. з-ка № 201310725529.5 заяв. 25.12.2013 Опубликовано: 02.04.2014	Device and method for machining high-density aluminum oxide by plasma	Действует
2. CN10270124 2	Tsinghua University з-ка № 201210151928.0 заяв. 16.05.2012 Опубликовано: 03.10.2012	Process method for producing high-purity aluminum oxide and silicate by using pulverized fuel ash	Действует
3. CN10268991 5	Tsinghua University з-ка № 201210185594.9 заяв. 06.06.2012 Опубликовано: 26.09.2012	Process method for producing high-purity aluminum oxide and co-producing silicate from coal ash	Действует
4. CN10265914 9	Shandong University з-ка № 201210049066.0 заяв. 28.02.2012 Опубликовано: 12.09.2012	Preparation method for monodisperse high-purity alpha-Al ₂ O ₃ powder	Действует

5. CN10258346 6	Shandong Gemsung Technology Co. Ltd. з-ка № 201210035291.9 заяв. 16.02.2012 Опубликовано: 18.07.2012	High-purity aluminum oxide with small primary crystal and production method of high-purity aluminum oxide	Действует
6. CN10258347 3	Shandong Gemsung Technology Co., Ltd. з-ка № 201210035191.6 заяв. 16.02.2012 Опубликовано: 18.07.2012	Production method of high-purity aluminum oxide	Действует
7. CN10373899 0	China Shenhua Energy Co., Ltd. з-ка № 201310695934.7 заяв. 17.12.2013 Опубликовано: 23.04.2014	Method for making aluminum oxide by utilizing crystalline aluminum chloride	Действует
8. CN10369366 5	China Shenhua Energy Co., Ltd. з-ка № 201310687293.0 заяв. 13.12.2013 Опубликовано: 02.04.2014	Method for preparing high-purity aluminum oxide from fly ash	Действует
9. CN10378739 5	Jiangsu University з-ка № 201410025798.5 заяв. 21.01.2014 Опубликовано: 14.05.2014	Method for preparing micron-sized ultra-high-purity aluminum oxide powder by virtue of full-process regulation control	Действует
10. CN10352381 0	He Lijun, Chen Huifeng, Li Huachu з-ка 201210228009.9 заяв. 04.07.2012 Опубликовано: 22.01.2014	Preparation method of high-purity aluminum oxide	Действует
11. CN10338725 1	Shandong Keheng Crystal Material Technologies Co., Ltd. з-ка № 201310340301.4 заяв. 06.08.2013 Опубликовано: 13.11.2013	Preparation method of high-purity aluminum oxide for light-emitting diode (LED) substrate	Действует
12. US201300408 01	Schrems Marcus Georg, BASF SE, Dürr Anna Katharina, Huber Günther, Zerpa Unda Jesus Enrique, Freitag Katrin, Eichholz Christian, Ruslim Franky з-ка № 13413278 заяв. 06.03.2012 Опубликовано: 03.09.2013	Process for preparing high-purity aluminum oxide by purification of alumina	Действует
13. CN10287513 2	Hangzhou Daiwa Thermomagnetic Electronic Co., Ltd. з-ка № 201210290964.5 заяв. 16.08.2012 Опубликовано: 16.01.2013	Preparation method for large-size high-purity aluminum oxide ceramic material	Действует
14. CN102863000	Zhejiang Orient Crystal Optics Co., Ltd. з-ка № 201210372041.4 заяв. 29.09.2012 Опубликовано: 09.01.2013	Preparation method of high-purity aluminum oxide for growth of sapphire monocrystalline	Действует

15. CN10270124 8	Hongfu Crystal Technology (Anhui) Co.,Ltd. з-ка № 201210156451.5 заяв. 19.05.2012 Опубликовано: 03.10.2012	Production process of high-purity aluminum oxide	Действует
16. CN10256052 1	Xinjiang Gland Solar Co.,Ltd. з-ка № 201210010534.3 заяв. 14.01.2012 Опубликовано: 11.07.2012	Method for electrochemically preparing high-purity aluminum oxide	Действует
17. CN10253100 9	Shanghai Huaming Hi-Tech (Group) Co., Ltd. з-ка № 201010609439.6 заяв. 28.12.2010 Опубликовано: 04.07.2012	Nanoscale high-purity aluminum oxide preparation method	Действует
18. CN10227596 4	Beijing Century Harmony Technology Co.,Ltd. з-ка № 201110208684.0 заяв. 25.07.2011 Опубликовано: 14.12.2011	Method for extracting high-purity superfine aluminum oxide from coal ash	Действует
19. WO20140941 55	Polar Sapphire Ltd. з-ка № PCT/CA2013/050976 заяв. 17.12.2013 Опубликовано: 26.06.2014	Process for making high-purity aluminum oxide	Действует
20. CA 1224327	Atlantic Richfield Company (United States of America) з-ка № 460222 заяв. 02.08.1984 Опубликовано: 21.07.1987	Production of high purity alumina	Не действует
21. CA 2083614	Van Dijen, Franciscus (Germany) з-ка № 3430/91 заяв. 23.11.1992 Опубликовано: 23.05.1993	Method for the preparation of .alpha.-aluminium oxide powder	Не действует
22. CA 1226719	Atlantic Richfield Company (United States of America) з-ка № 13733606 заяв. 07.03.1985 Опубликовано: 15.09.1987	Production of low silica content, high purity alumina	Не действует
23. РФ403449 C01F7/02 C09K3/14	Открытое акционерное общество "Пьезо" (RU) з-ка № 98107283/25 заяв. 10.03.2004 Опубликовано: 27.07.2005	Способ получения мелкокристаллического альфа-оксида алюминия	Не действует
24. РФ 313471 C01F	Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP) з-ка № 94046206/25 заяв. 01.06.1993 Опубликовано: 27.03.1998	α -оксид алюминия	Действует
25. РФ 2015105 C01F	Усов Леонид Витальевич з-ка № 5034117/26 заяв. 25.03.1992 Опубликовано: 30.06.1994	Способ получения альфа-оксида алюминия	Не действует
26. РФ 2167817 C01F7/02	Химический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Данчевская Марина Николаевна, Ивакин	Способ получения мелкокристаллического корунда	Не действует

	Юрий Дмитриевич, Торбин Сергей Николаевич з-ка № 96104641/25 заяв. 06.03.1996 Опубликовано: 10.10.1997		
27. РФ2126364 C01F	Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP) з-ка № 94026254/03 заяв. 29.06.1994 Опубликовано: 20.02.1999	Способ получения порошка альфа-окиси алюминия (варианты)	Действует
28. РФ2136596 C01F7/44	Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP) з-ка № 94042255/25 заяв. 24.11.1994 Опубликовано: 10.09.1999	Способ получения порошка α -оксида алюминия и порошок α - оксида алюминия	Действует

Приложение АГ к отчету о патентных исследованиях

Рефераты Отобранных Патентов

Application Number: 201310725529.5 Application Date: 25.12.2013
Publication Number: 103691948 Publication Date: 02.04.2014
Grant Number: 103691948 Grant Date:
Publication Kind : A
IPC:
B22F 3/105
C23C 24/10

Applicants: SHANDONG GEMSUNG TECHNOLOGY CO., LTD.

山东鑫鑫晶体科技有限公司

Inventors: WANG WUPING

王武平

SONG JUN

宋军

YANG CHAO

杨超

Agents: zhang wen

淄博佳和专利代理事务所37223

Priority Data:

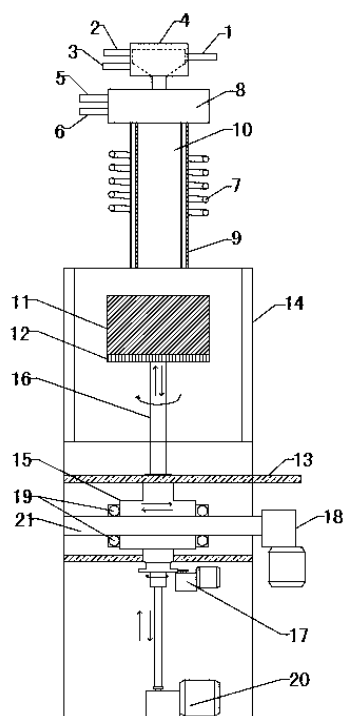
Title: (EN) Device and method for machining high-density aluminum oxide by plasma

(ZH) 一种等离子加工高密度氧化铝的装置及方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a device and a method for machining high-density aluminum oxide by plasma, and belongs to the technical field of high-density aluminum oxide for sapphire crystals. The device is characterized in that a radio frequency plasma generator (8) and a plasma torch (10) are arranged below a feed hopper, a high-frequency induction coil (7) is wound outside the plasma torch (10), a deposition platform (12) for receiving materials is arranged below the plasma torch (10), and aluminum oxide powder is fed by the feed hopper, instantly melted in the process of falling in the plasma torch (10), solidified in a directional crystallization manner on the deposition platform (12) to obtain the high-purity high-density aluminum oxide. By the aid of the device and the method, the high-purity aluminum oxide cannot be polluted, parts of impurities in the aluminum oxide can be volatilized under the action of high-temperature plasma, and the aluminum oxide is further purified. Continuous process can be kept, production efficiency is accelerated, and the stable performance of the aluminum oxide can be kept.

(ZH)



Application Number: 201210151928.0 Application Date: 16.05.2012

Publication Number: 102701242 Publication Date: 03.10.2012

Grant Number: 102701242 Grant Date: 04.06.2014

Publication Kind : B

IPC:

B09B 3/00

C01B 33/12

C01F 7/02

Applicants: Tsinghua University

清华大学

Inventors: Wang Yi

王毅

Liang Zhenkai

梁振凯

Xu Hui

徐辉

Agents: chen bei

北京众合诚知识产权代理有限公司11246

Priority Data:

Title: (EN) Process method for producing high-purity aluminum oxide and silicate by using pulverized fuel ash

(ZH) 一种从粉煤灰生产高纯氧化铝和硅酸盐的工艺方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a process method for producing high-purity aluminum oxide and silicate by using pulverized fuel ash and belongs to the technical field of pulverized fuel ash resource utilization. Aluminum oxide and parts of silicon oxide in the pulverized fuel ash and uranium, thorium and other elements in radioactive pulverized fuel ash are recycled by means of the process method, accordingly the pulverized fuel ash resource utilization and remarkable reduction of solid wastes are achieved, quantity of tailings does not reach quarter of weight of original pulverized fuel ash, and the purity of the aluminum oxide and the silicate produced by means of the process method is high. The industrialization of the process flow of the process method is easily achieved.

(ZH)

成分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	Na ₂ O	TFeO	TiO ₂	ZnO	U	各成分总和
含量(%)	50.61	29.83	3.24	2.45	2.83	8.77	0.82	0.14	0.025	98.76

Application Number: 201210185594.9 Application Date: 06.06.2012
Publication Number: 102689915 Publication Date: 26.09.2012
Publication Kind : A
IPC:
C01F 7/02
B09B 3/00
C01B 33/12

Applicants: Tsinghua University

清华大学

Inventors: Wang Yi

王毅

Liang Zhenkai

梁振凯

Xu Hui

徐辉

Meng Jingmei

孟京美

Agents: chen bei

北京众合诚知识产权代理有限公司11246

Priority Data:

Title: (EN) Process method for producing high-purity aluminum oxide and co-producing silicate from coal ash

(ZH) 一种从粉煤灰生产高纯氧化铝并产生硅酸盐的工艺方法

Abstract:

(EN) The invention belongs to the technical field of recycling of coal ash and discloses a process method for producing high-purity aluminum oxide and co-producing silicate from the coal ash. The coal ash contains highly-radioactive coal ash. By the method, the aluminum oxide and most of silicon oxide in the coal ash, and uranium, thorium and other elements in the highly-radioactive coal ash are recycled to ensure that industrial waste can be reduced greatly, changed to be harmless and recycled. According to the method, the quantity of generated tailings is less than 25 percent of the weight of the original coal ash, and the produced aluminum oxide and silicate are high in purity. The method is suitable for coal ash of all types, such as the highly-radioactive coal ash. The process flows of the process method can be extremely easily industrialized.

(ZH)

40°C $\xrightarrow{60\text{ min}}$ 380°C $\xrightarrow{240\text{ min}}$ 420°C → 停止

Application Number: 201210049066.0 Application Date: 28.02.2012
Publication Number: 102659149 Publication Date: 12.09.2012
Grant Number: 102659149 Grant Date: 08.01.2014
Publication Kind : B
IPC:
B82Y 40/00
C01F 7/02

Applicants: Shandong University

山东大学

Inventors: Chen Bo

陈波

Yang Yang

杨阳

Chen Dairong

陈代荣

Jiao Xiuling

焦秀玲

Zhang Jian

张建

Agents: zhao longqun

济南金迪知识产权代理有限公司37219

Priority Data:

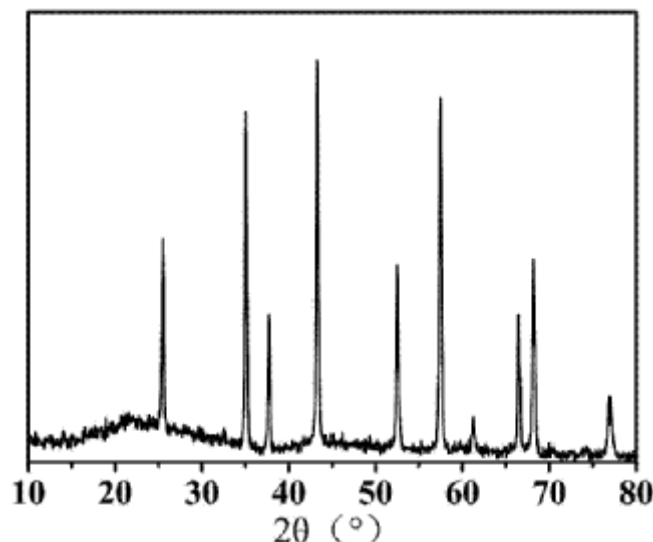
Title: (EN) Preparation method for monodisperse high-purity α -Al₂O₃ powder

(ZH) 单分散高纯 α -Al₂O₃粉的制备方法

Abstract:

(EN) The invention relates to a preparation method for monodisperse high-purity alpha-Al₂O₃ powder. The preparation method includes enabling soluble aluminum salt to react to generate a sol product under a hydrothermal condition and using the sol product as a calcining precursor I after the sol product is washed and impurities of the sol product are removed; enabling alcohol aluminum salt to react to generate sol under the hydrothermal condition and using the sol as a calcining precursor II after the sol is washed and impurities of the sol are removed; uniformly mixing the calcining precursor I, the calcining precursor II and a dispersing agent by means of ultrasonic dispersing, grinding dispersing and the like; and finally realizing crystalline modification of the precursor I and the precursor II by the aid of calcination so as to obtain the monodisperse high-quality alpha-Al₂O₃ powder. The obtained powder is high in purity and fine in dispersibility and is displayed as dispersed particles of 100-300nm by a scanning electron microscope, and laser granularity is in monodisperse size distribution. The preparation method solves the problem that aluminum oxide powder is sintered and caked easily in a calcination process, reaction conditions are moderate, control is simple, cost is low, quality is stable, and the monodisperse high-purity alpha-Al₂O₃ powder is suitable for large-scale production.

(ZH)



Application Number: 201210035291.9 Application Date: 16.02.2012
 Publication Number: 102583466 Publication Date: 18.07.2012
 Grant Number: 102583466 Grant Date: 11.06.2014
 Publication Kind : B
 IPC:
 C01F 7/02

Applicants: Shandong Gemsung Technology Co., Ltd.

山东鑫晶体科技有限公司

Inventors: Song Jun

宋军

Agents: sun aihua

淄博佳和专利代理事务所37223

Priority Data:

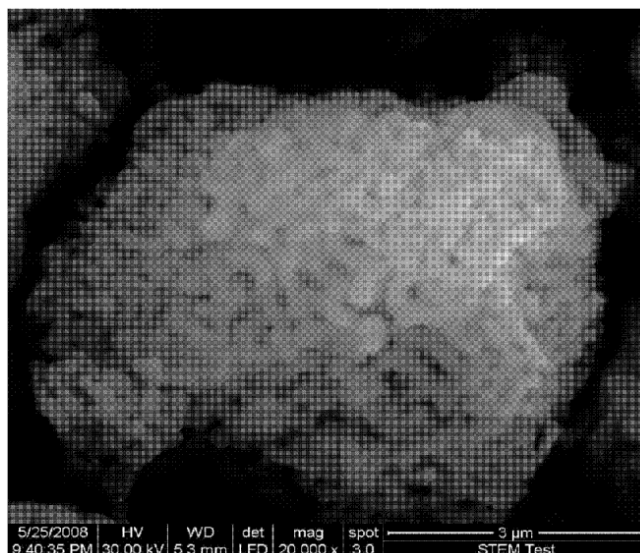
Title: (EN) High-purity aluminum oxide with small primary crystal and production method of high-purity aluminum oxide

(ZH) 小晶高纯氧化铝及其生产方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a high-purity aluminum oxide with a small primary crystal and a production method of the high-purity aluminum oxide, belonging to the technical field of aluminum oxide preparation. The high-purity aluminum oxide with the small primary crystal is characterized in that a primary crystal of aluminum oxide has the average diameter of 0.1-0.3 μm and the grain size D50 of 0.5-3.0 μm, and the aluminum oxide has the purity of 99.997-99.999%. A production method of the high-purity aluminum oxide comprises the following process steps of liquefying, removing impurities, filtering, crystallizing, cleaning, drying, changing phases and the like and is characterized in that a crystallizing process comprises the following steps of: diluting fine sodium meta-aluminate liquid obtained after filtering, adding salicylic acid and sodium dodecyl benzene sulfonate, carbonating in a multi-stage carbon dioxide introducing way, controlling the decomposition rate to be up to 90-99% to generate slurry. According to the invention, the direct production of the high-purity aluminum oxide with the small primary crystal is realized, the process of ball-milling or jet-milling pulverization is omitted, and the pollution and the cost are reduced. Physical indexes such as grain size distribution, apparent density, specific surface area and the like can meet most of special requirements in the current market.

(ZH)



Application Number: 201210035191.6 **Application Date:** 16.02.2012
Publication Number: 102583473 **Publication Date:** 18.07.2012
Publication Kind : A
IPC:
 C01F 7/04

Applicants: Shandong Gemsung Technology Co., Ltd.

山东晶鑫晶体科技有限公司

Inventors: Song Jun

宋军

Agents: sun aihua

淄博佳和专利代理事务所37223

Priority Data:

Title: (EN) Production method of high-purity aluminum oxide

(ZH) 一种高纯氧化铝的生产方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a production method of a high-purity aluminum oxide. Industrial aluminum hydroxide with rich sources and low price is used as the raw material. The method improved from Bayer process comprises the main processes such as liquefying, removing impurities, crystallizing, cleaning, drying, changing phases and the like. The production method is mainly technologically characterized by comprising the following steps of: during liquefying, adding one or two of active lime and slaked lime to react with harmful impurities at high temperature to generate sediments, and removing the impurities; then, adding the industrial aluminum hydroxide before filtering, sufficiently absorbing impurity sediments under the condition of stirring in compressed air; and finally, circularly filtering for many times by using a plate and frame press. The purity of a product is up to over 99.997 through multiple impurity removal processes. The method provided by the invention has the advantages of price raw material, simple and feasible process, environment friendliness, no pollution, high product purity and capability of meeting the high requirements of various fields for the high-purity aluminum oxide.

(ZH)

Application Number: 201310695934.7 **Application Date:** 17.12.2013
Publication Number: 103738990 **Publication Date:** 23.04.2014
Grant Number: 103738990 **Grant Date:**
Publication Kind : A
IPC:
 C01F 7/30

Applicants: CHINA SHENHUA ENERGY CO., LTD.

中国神华能源股份有限公司

XINHUA ZHUNNENG RESOURCE INTEGRATION DEVELOPMENT CO., LTD.

神华能源资源综合开发有限公司

Inventors: GUO ZHAOHUA

郭昭华

CHI JUNZHOU

池君洲

XU LIJUN

许立军

CHEN DONG

陈东

DONG HONG

董宏

FAN PEIYU

范培育

WANG LIPING

王丽萍

WU YONGFENG

吴永峰

Agents: wang zhaolin jin xi

北京邦信专利商标代理有限公司 11012

北京邦信专利商标代理有限公司 11012

Priority Data:

Title: (EN) Method for making aluminum oxide by utilizing crystalline aluminum chloride

(ZH) 一种利用结晶氯化铝制取氧化铝的方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a method for making high-purity aluminum oxide by utilizing crystalline aluminum chloride. The crystalline aluminum chloride is the crystalline aluminum chloride in the production process of the aluminum oxide by a fly ash acid method. The method comprises the following steps: utilizing part of the crystalline aluminum chloride to prepare an HCl solution of saturated $AlCl_3$, performing purification on part of the crystalline aluminum chloride to obtain primary purification aluminum chloride crystals, then utilizing concentrated hydrochloric acid to perform secondary purification on the primary purification aluminum chloride crystals, and then calcining and crushing the obtained aluminum chloride to obtain the aluminum oxide. According to the method disclosed by the invention, a small part of the aluminum chloride to be purified is consumed and a large part of the aluminum chloride is purified, so that the cost is saved; furthermore, the solution after purification can be recycled; and in addition, impurity removal is performed on the crystals in the two purification processes, the purity of the aluminum chloride crystals is improved, the crystals are of large particles, the sand-like aluminum oxide is obtained after calcination, and the product purity is more than 99.9%.

(ZH)

样品	$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	$FeCl_3$	$CaCl_2$	$MgCl_2$	含水率	杂质总量	总计
A	95.33	0.003	1.533	0.121	3.000	1.669	99.98
B	97.15	0.000	0.122	0.018	2.639	0.140	99.93
C	98.34	0.000	0.011	0.002	1.631	0.013	99.99

Application Number: 201310687293.0 Application Date: 13.12.2013

Publication Number: 103693665 Publication Date: 02.04.2014

Grant Number: 103693665 Grant Date:

Publication Kind : A

IPC:

C01F 7/30

Applicants: CHINA SHENHUA ENERGY CO., LTD.

中国神华能源股份有限公司

Inventors: GUO ZHAOHUA

郭昭华

CHI JUNZHOU

池君洲

WANG YONGWANG

王永旺

DONG HONG

董宏

JI XUELIANG

姬学良

WU YONGFENG

吴永峰

ZOU PING

邹萍

CHAO XIAOGUANG

饶晓光

Agents: wang zhaolin chen yuejun

北京邦信阳专利商标代理有限公司 11012

北京邦信阳专利商标代理有限公司 11012

Priority Data:

Title: (EN) Method for preparing high-purity aluminum oxide from fly ash

(ZH) 一种从粉煤灰制备高纯氧化铝的方法

Abstract:

(EN) The invention belongs to the field of chemical industry and relates to a method for preparing chemical-grade high-purity aluminum oxide from fly ash. The method comprises the steps of dissolving with acid, carrying out controlled filtering, carrying out deep iron removal, concentrating for crystallizing, roasting at low temperature, dissolving with alkali, carrying out deep filtering, removing calcium and magnesium with resin, decomposing seed crystals, carrying out hydrothermal synthesis to remove sodium, atomizing to produce powder, and the like. The method disclosed by the invention has the advantages that the energy consumption is low, the raw materials are reused, the loss is little, the production cost is low, the technical conditions of a process are broad, the industrialization is easy to realize, and the like.

(ZH)

Art

The present invention belongs to the field of chemical industry, involves a method for preparing high purity alumina.

BACKGROUND

Fly ash is a coal-fired power plants are the main solid waste discharge. Statistics show that the cumulative amount of fly ash piled up to ten million tons. Globally, only the 2006 year, the total emissions of fly ash will reach 1.2 billion tons. Large accumulation of ash if not promptly treated or handled properly, it will cause serious harm and impact on the environment and even human survival. Currently, countries around the world are actively exploring the development of high value-added recycling of fly ash ways to further improve its utilization value.

From the 1940s to date, comprehensive utilization of fly ash technology has been a research hotspot. Fly ash in recent years with the development and construction of large-scale thermal power plant coal resources in western China, appears in the Midwest, a new type of fly ash, the Al₂O₃ content is usually up to 40%, equivalent to our medium grade bauxite Al₂O₃ content is very valuable renewable aluminum-containing mineral resources.

Purity of high purity alumina powder is generally greater than 99.9%, particle size at micron or submicron level, can be used as structural ceramics, functional ceramics, biological ceramics, laser materials and artificial gemstones, the price is 10 to metallurgical grade alumina 20 times. With the rapid development of many varieties of ceramics and electronics industry, the demand for high-purity alumina is greater than 20% annual growth rate, with better prospects. Therefore, the method for producing high-purity alumina domestic conducted a lot of research, there are improved Bayer process, pyrolysis of ammonium aluminum sulfate, aluminum ammonium carbonate pyrolysis, organic aluminum and aluminum in water law spark discharge method, but the use of Fly reported almost no preparation of high purity alumina.

Patent CN1201014A discloses a method for preparing a high-purity alumina, iso-octyl group is introduced to obtain an alkoxy group, an iso-octyl group, a lower alkoxy group of aluminum in the aluminum in the molecule, and then prepared by hydrolysis of high purity alumina. High purity alumina prepared by the process, can reach more than 99.999%, but the cost is very high, at least in the million or more per ton.

Improved Bayer process bauxite by alkaline elution solution (sodium aluminate solution) several times off the silicon, iron removal, crystallization decomposition processes, the preparation of high purity alumina, high-purity alumina calcination too, but the purity of the product not ideal; Fumed aluminum ammonium sulfate is dissolved with sulfuric acid to aluminum hydroxide, the reaction of ammonium sulfate, ammonium alum and, after repeated recrystallization purification, ammonium alum and then pyrolyzed to obtain purified purity alumina, but sulfuric acid the presence of ammonium aluminum thermal decomposition, dehydration alum volume expansion, resulting in polluting gases such as ammonia, sulfur trioxide and disadvantages.

CN101254933A patent discloses a method for extracting high purity alumina from fly ash. The fly ash mixed with sodium carbonate, calcined low temperature activation, and then by the flooding, and the filtrate carbon points, hydrochloric acid leaching, crystallization and thermal decomposition to obtain a mixture of aluminum oxide and iron oxide; the mixture of alkali soluble, charring obtain aluminum hydroxide, final heating decomposition of alumina with a purity of 99.86%, reach the high purity requirements.

Therefore, the study of a new preparation of high purity alumina process fly ash, fly ash for improving the utilization value is significant.

SUMMARY

For these shortcomings, the present invention provides a novel process for high purity alumina fly ash preparation.

The method of preparation of high purity alumina fly ash present invention comprises the following steps:

a, acid-soluble: fly ash is added to the acid-soluble acid, to give the acid-soluble slurry; wherein the quality of fly ash and acid solution ratio of 1: 2 to 5, preferably 1: 2 ~ 3; mass fraction of the acid solution is 10 to 30%, preferably 15 to 25%; the reaction temperature is 100 ~ 200 °C, preferably 120 ~ 150 °C; reaction time is 1 ~ 5h, preferably 2 ~ 4h; reaction pressure 0.1 ~ 2.5MPa, preferably 0.3 ~ 1.0MPa;

b, the control filters: as the acid slurry through a plate and frame filter press, plate and frame pressure of 300 ~ 600kPa, preferably at a pressure of 450 ~ 550kPa; preferably, two or more of the selection frame or series for secondary grade filter; filter aid α - cellulose, activated charcoal or diatomaceous earth; to give the crude aluminum salt solution after filtration;

c, the depth of iron: the use of a cation exchange resin column, or the precipitation method, or a method of removal by extraction of the crude solution of an aluminum salt of iron ions;

d, the concentration crystallization: The aluminum in the refined liquid obtained in step c was concentrated by heating, and concentrated to a temperature of 50 ~ 100 °C, preferably 70 ~ 90 °C, to a solution of aluminum salt at a concentration of 40 ~ 60wt%; the solution was cooled and concentrated. crystallized aluminum crystals;

e, low-temperature firing: the low-temperature calcined aluminum to give the crude crystals of alumina, the firing temperature of the low temperature 200 ~ 600 °C, preferably 300 ~ 500 °C, low temperature roasting time 2h;

f, an alkali-soluble: sodium hydroxide solution and the crude reaction of alumina and filtered to give the pure sodium aluminate solution, wherein the mass ratio of alumina to sodium hydroxide is 1: 0.5 to 1: 2, preferably 1: 0.5 to 1: 1.6; NaOH mass fraction of 20 to 40%; the reaction temperature is 100 ~ 200 °C, preferably 120 ~ 150 °C; reaction time is 1 ~ 5h, preferably 2 ~ 4h; reaction pressure 0.1 ~ 2.5MPa , preferably 0.3 ~ 1.0MPa;

g, the depth of the filter: A sodium aluminate solution was passed through a plate and frame filter press, plate and frame pressure of 300-600kPa, preferably at a pressure 450-550kPa; preferably, two or more of the selection frame or series for secondary Multi-stage filter; filter aid α - cellulose, activated charcoal or diatomaceous earth;

h, the resin decalcification, Magnesium: depth of the sodium aluminate solution was filtered after addition of calcium and magnesium ions by the chelate resin to obtain a purified sodium aluminate solution, the chelate resin used is LSC-500, LSC-100 or D402 ; temperature is 60-80 °C, the solution through the column resin volume rate is 2-3 times / h; through the column for the next entry on the way out or progress under the resin column can be by way of a single or two columns in series;

i, seed decomposition: the sodium aluminate solution was added aluminum hydroxide seed, stirring constantly, to precipitate aluminum hydroxide crystals;

j, in addition to aluminum hydroxide was added sodium agent hydrothermal synthesis process, purity 99.90-99.999% of high purity alumina; hydrothermal synthesis temperature of 110 ~ 150 °C, the pressure is 0.2 ~ 0.8MPa, hydrothermal synthesis processing time controlled to 10 ~ 25min; sodium removal agent is a combination of ammonium carbonate and ammonium bicarbonate in one or both of; sodium removal agent is used in an amount of 100 parts by weight of neutral aluminum hydroxide added 1.0 to 4.5 parts by weight of sodium removal agent ;

k, making atomized powder: aluminum hydroxide crystals were heat-treated to obtain a high-purity alumina spray; spray heat treatment temperature is 750 ~ 1200 °C, and preferably 900 ~ 1150 °C; pressure of 2 ~ 12MPa.

Preferably, step c of the cation exchange resin column in addition to iron, the use of cation exchange resin Amberlite IR-116, Dowex50 or NKC-9, in addition to iron conditions: a temperature of 60 ~ 80 °C, the solution through the resin column at 2 to 3 times the resin volume / h; through the column for the next entry on the way out or progress under the resin column can be single or two columns in series mode.

Preferably, step c of the method of removing iron by precipitation, the precipitation agent is potassium permanganate and manganese sulfate can be used, the amount of precipitation agent is added to ensure that the solution after precipitation of iron ions concentration is less than 1×10^{-2} g / L; preferably, added After the precipitation agent, concentration of potassium permanganate solution is 0.5 ~ 5wt%, preferably 1 ~ 3wt%;.. manganese sulfate concentration 0.5 ~ 5wt%, preferably 1 ~ 2wt%...

Preferably, the extraction method used in the step c in addition to iron, the extraction agent may N235, P204, or the like N1923, the diluent is kerosene, and diluent volume ratio of extractant = 1: 1 to 1: 5, preferably from 1: 2 to 1: 4; volume ratio of organic phase to aqueous phase is 1: 1 to 1: 4, preferably from 1: 2 to 1: 3.

Preferably, the step a of the acid is hydrochloric acid, sulfuric acid or nitric acid.

Preferably, the reaction is carried out in step a of the acid-soluble under normal pressure, the reaction temperature is 80 ~ 110 °C, preferably 100 ~ 110 °C; reaction time is 1 ~ 4h, preferably 2 ~ 4h.

Preferably, step c, the purified solution of the aluminum was subjected to iron ion concentration measured in solution when the concentration of iron ions is greater than 0.2g / L, the purified liquid is returned to step b; when the concentration of iron ions in the purified solution is less than 0.2g / L When will continue refining concentrated liquid crystals.

Preferably, step e, the low-temperature calcination step after the acidic flue gas is returned in a recycle.

Preferably, step f, and g can further remove impurities including iron, calcium, magnesium, and titanium.

Sodium hydroxide solution was Preferably, step i, and the precipitated aluminum hydroxide crystals obtained were concentrated in the process returns to step f.

Preferably, the step j of the addition agent is a combination of sodium bicarbonate and ammonium carbonate, and ammonium carbonate in a weight ratio of both: ammonium hydrogencarbonate = 1: 0.5 to 1: 2.

Known to those skilled in the preferred technical features can be combined in any manner, complete technical solutions and technical effects obtained are foreseeable.

The method of the present invention first use of "step of acid digestion," effectively remove the impurities of iron, calcium and magnesium ions, and then use the "alkali-soluble" process, to further remove impurities depth, thereby preparing an alumina purity of more than 99.9%, to meet the high purity alumina requirements. The process is compared with existing methods, with low energy consumption, raw material recycling, loss less, low production costs (about 4500 yuan / ton), technology conditions broadly, easy to implement industrial advantages.

Brief Description

Figure 1 is a schematic flow diagram of a specific embodiment of the preparation of high purity alumina fly method of the present invention.

Specific embodiments

Specific embodiments in conjunction with Figure 1 and the following, embodiments of the method of the present invention will be described in further detail, but the present invention is not therefore subject to any restrictions.

The method of preparation of high purity alumina fly ash present invention comprises the following steps:

a, acid-soluble: acid is added to the fly ash in acid leaching reaction to obtain the acid-soluble slurry. The acid may be hydrochloric acid, sulfuric acid or nitric acid.

In one embodiment, the mass of fly ash and the acid solution is 1: 2 to 5, preferably from 1: 2 to 3; mass fraction of the acid solution is 10 to 30%, preferably 15 to 25%; The reaction temperature is 100 ~ 200 °C, preferably 120 ~ 150 °C; reaction time is 1 ~ 5h, preferably 2 ~ 4h; reaction pressure 0.1 ~ 2.5MPa, preferably 0.3 ~ 1.0MPa.

In another embodiment, the acid-soluble reaction is carried out at atmospheric pressure, the reaction temperature is 80 ~ 110 °C, preferably 100 ~ 110 °C; reaction time is 1 ~ 4h, preferably 2 ~ 4h.

b, control filters: the acid-soluble slurry through a plate and frame filter press, plate and frame pressure for 300-600kPa, preferably at a pressure 450-550kPa; selection of two or more frame series were two or more stages of filtration; aid for α - cellulose, activated charcoal or diatomaceous earth. To give a crude solution of an aluminum salt after filtration.

c, the depth of iron: the use of a cation exchange resin column, or the precipitation method, or a method of removal by extraction of the crude solution of an aluminum salt of iron ions.

In one embodiment, this step uses a cation exchange resin column in addition to iron, the use of cation exchange resins are Amberlite IR-116, Dowex50 or NKC-9, in addition to iron conditions: a temperature of 60 ~ 80 °C, the solution through the resin column speed of 2 to 3 times the volume of resin / h; through the column for the next entry on the way out or progress under the resin column can be single or two columns in series mode.

In another embodiment, the present method in addition to the iron precipitation step, the precipitation agent is potassium permanganate and manganese sulfate can be used, the amount of precipitation agent is added to ensure that the solution after precipitation of iron ions concentration is less than 1×10^{-2} g / L. In a preferred embodiment, after the addition of a precipitating agent, concentration of potassium permanganate solution is 0.5 ~ 5wt%, preferably 1 ~ 3wt%;.. Manganese sulfate concentration of 0.5 ~ 5wt%, preferably 1 ~ 2wt%...

In another embodiment, this step is used in addition to iron extraction, the extraction agent may N235, P204, or the like N1923, the diluent is kerosene, and diluent volume ratio of extractant = 1: 1 to 1: 5, preferably 1: 2 to 1: 4; volume ratio of organic phase to aqueous phase is 1: 1 to 1: 4, preferably from 1: 2 to 1: 3.

In a preferred embodiment, the present step, the refined liquid was subjected to iron ion concentration measured in solution when the concentration of iron ions is greater than 0.2g / L, the purified liquid is returned to step b; when the concentration of iron ions in the purified solution is less than 0.2g / L, the continued follow-up of concentrated crystals.

d, the concentration crystallization: The refined liquid was concentrated by heating aluminum concentrate temperature of 50 ~ 100 °C, in a preferred embodiment, the temperature is 70 ~ 90 °C; aluminum salt solution is concentrated to a concentration of 40 ~ 60wt%, will be. concentrated liquid cooling crystallized aluminum crystals.

In one preferred embodiment, the concentrate was filtered and concentrated back to the purified liquid crystals continue.

e, low-temperature firing: the low-temperature calcined aluminum to give the crude crystals of alumina, the firing temperature of the low temperature 200 ~ 600 °C, in a preferred embodiment, the low-temperature calcination temperature 300 ~ 500 °C; low-temperature calcination time was 2h.

In a preferred embodiment, the present step of the calcined acidic flue gases is returned to step a recycling.

f, an alkali-soluble: the coarse alumina and sodium hydroxide solution in the reaction by filtration to give the pure sodium aluminate solution, wherein the mass ratio of alumina to sodium hydroxide is 1: 0.5 to 1: 2; in the preferred embodiment of the method, the mass ratio of 1: 0.5 to 1: 1.6. NaOH content of 20 to 40%; the reaction temperature is 100 ~ 200 °C, preferably 120 ~ 150 °C; reaction time is 1 ~ 5h, preferably 2 ~ 4h; reaction pressure 0.1 ~ 2.5MPa, preferably 0.3 ~ 1.0MPa .

g, depth filtration: The sodium aluminate solution through a plate and frame filter press, plate and frame pressure for 300-600kPa, preferably at a pressure 450-550kPa; selection of two or more frame series were two or more stages of filtration ; aid for α -cellulose, activated charcoal or diatomaceous earth.

Preferably, step f, and g may further remove impurities including iron, calcium, magnesium, and titanium.

h, in addition to calcium and magnesium ions: the depth of the aluminum salt solution is filtered through a chelating resin column in addition to calcium and magnesium ions, to obtain purified sodium aluminate solution, wherein the chelating resin using LSC-500, LSC-100 or D402; in addition to calcium and magnesium ion temperature is 60 ~ 80 °C, the speed of the solution through the column is 2 to 3 times the resin volume / h; through the column for the next entry on the way out or progress under the resin column can be a single column or two columns in series mode.

i, seed decomposition: the sodium aluminate solution was added aluminum hydroxide seed, stirring constantly, to precipitate aluminum hydroxide crystals.

After the sodium hydroxide solution in a preferred embodiment, the precipitate of aluminum hydroxide crystals obtained were concentrated and recycled in the process returns to step f.

j, hydrothermal synthesis in addition to sodium: Add sodium hydroxide, in addition to hydrothermal synthesis processing agent, purity 99.90-99.999% of high purity alumina; hydrothermal synthesis temperature of 110 ~ 150 °C, the pressure is 0.2 ~ 0.8MPa hydrothermal synthesis treatment time is controlled to 10 ~ 25min; sodium removal agent is a combination of ammonium carbonate and ammonium bicarbonate in one or both of; sodium removal agent is used in an amount of 100 parts by weight of neutral aluminum hydroxide, 1.0 ~ In addition to 4.5 parts by weight of sodium agent.

In a preferred embodiment, the purging agent is a combination of sodium bicarbonate and ammonium carbonate, and in a weight ratio of ammonium carbonate: bicarbonate = 1: 0.5 to 1: 2.

k, making atomized powder: aluminum hydroxide crystals were heat-treated to obtain a high-purity alumina spray; spray heat treatment temperature is 750 ~ 1200 °C, and preferably 900 ~ 1150 °C; pressure of 2 ~ 12MPa.

The present invention will now be described in more detail by way of examples. Ash content of the main component of the implementation used in the examples shown in Table 1.

Ash content of the main component in Table 1 used in Example (wt.%)

Constituent	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	To the 2The 3	CaO	MgO	The 2The	Of 2The
Content 47.6	1.1	46.9	2.75	0.24	0.25	0.50	

Application Number: 201410025798.5 **Application Date:** 21.01.2014
Publication Number: 103787395 **Publication Date:** 14.05.2014
Grant Number: 103787395 **Grant Date:**
Publication Kind : A
IPC:
C01F 7/42

Applicants: JIANGSU UNIVERSITY

江苏大学

Inventors: ZHAO YUTAO

赵玉涛

TAO RAN

陶然

ZHOU DEFU

周德福

JIA ZHIHONG

贾志宏

Agents: lou gaochao

南京经纬利商标代理有限公司32200

Priority Data:

Title: (EN) Method for preparing micron-sized ultra-high-purity aluminum oxide powder by virtue of full-process regulation control

(ZH) 一种全流程调控制备微米级超纯氧化铝粉体的方法

Abstract:

(EN) The invention relates to high-purity aluminum oxide powder and in particular relates to a method for preparing micron-sized ultra-high-purity aluminum oxide powder by virtue of full-process regulation control. The method comprises the following steps: melting a high-purity aluminum ingot, repeatedly vacuumizing at a high temperature, filling nitrogen gas for protection, performing ultrasonic pneumatic nebulization, centrifuging, quenching and dispersing of a high-speed pure aluminum turntable and quick cooling of high-purity de-ionized water on molten aluminum by virtue of a ceramic liquid guide pipe to obtain high-activity aluminum slurry, producing an active hydrolysis reaction to generate aluminum hydroxide, repeatedly diluting and filtering through the high-purity de-ionized water to further remove impurities, drying and grinding products, and calcining at 1000-1300 DEG C to obtain the micron-sized (less than 2 microns) aluminum oxide powder with the purity of 99.999%. According to the method, the processes in different stages are optimized, so that the purity of active aluminum powder, the aluminum hydroxide and the final aluminum oxide are well controlled and the cost is reduced; the pollution is avoided, the operation is convenient, and the industrial production is facilitated.

(ZH)

Regulatory process for preparing an all-micron ultra-pure alumina powder method

Art

The present invention relates to a high-purity alumina powder, especially as a method of regulating the whole process of preparation micron ultra-pure alumina powders.

BACKGROUND

High purity alumina powder is purity 99.999% (5N) or more ultra-fine materials with a wide range of uses, used in the electronics industry, chemical and biological ceramics, structural ceramics, functional ceramics, etc., electronic, mechanical, aviation, One of the basic material in the chemical industry and other high-tech fields; with research and development of new materials, alumina performance also have higher requirements, in order to improve the strength, toughness, density, transparency, electrical and optical properties, or reduce the sintering temperature, require the use of high purity, particle size of micron and even nanometer narrow particle size distribution, good sintering activity of ultrafine alumina powder materials, high-performance Al₂O₃ Powder required to achieve ultra-fine, high-purity, there is a narrow particle size distribution, no serious agglomeration (active Assembly reunion) and the stable phase.

At present, a lot of preparation of high purity alumina, up to now realize just three industrialized production of fumed aluminum sulfate, ammonium carbonate, ammonium chloride pyrolysis and hydrolysis of aluminum isopropoxide.

Chinese Patent Document CN102863000A discloses a fumed aluminum ammonium sulfate preparation of high purity alumina, high-purity aluminum ammonium sulfate, grinding to obtain a uniform particle size of the precursor powder of aluminum ammonium sulfate, and then sintered to obtain high-purity alumina powder, This method, although the process is simple, the cost is relatively low, however, the long production cycle, there is a phenomenon of thermal dissolution and decomposition generated during SO₃、NH₃ Would cause serious environmental pollution.

The current industrial production of high purity alumina powder technology in the application of more aluminum ammonium carbonate pyrolysis, Chinese patent documents CN1631788A discloses a method for preparing spherical high purity alumina, aluminum sulfate and ammonium bicarbonate as raw materials reaction in the reactor with stirring, ammonium aluminum carbonate, filtered, washed, calcined to obtain high purity alumina, aluminum ammonium sulfate, although overcomes the shortcomings of high sulfur pyrolysis, but the long production cycle, increase of production costs, and limited production.

Chinese Patent Document CN102531009A discloses a method of hydrolyzing aluminum isopropoxide, aluminum is dissolved in the alcohol and the organic solvent is an alcohol, the alcohol obtained in the aluminum phase, the catalyst, water, an alcohol and an alcohol solvent to carry out the hydrolysis reaction of aluminum to obtain a sol, and dried get hydrated alumina powder obtained by heating at 700-920 °C high purity alumina, this method is complex process, process links, purity refractory, high production costs, and serious environmental pollution.

These processes are the existence of high costs, environmental pollution, and other shortcomings process is complicated, so for the problems in the prior art to overcome the shortcomings of existing technologies is essential.

SUMMARY

The present invention aims to control and optimize the whole process of ultra-high purity aluminum pneumatic ultrasonic atomization hydrolysis process, alumina prepared with high purity, ultra-fine, low cost.

Preparation of high purity alumina powder according to the invention is first heated to 900-1200 °C high purity aluminum ingots melted into liquid aluminum, the molten aluminum liquid from a ceramic-filled catheter introduced into the atmosphere quench atomization spray chamber, by ultrasonic nebulizer aerodynamic aluminum droplets formed by high-temperature high-speed centrifugal quenching dispersed aluminum turntable, and then rapidly cooled high-purity deionized water to form a slurry of aluminum high activity, and then fed to the reactor was activated hydrolysis reaction aluminum hydroxide, the product was dried and crushed, calcined aluminum hydroxide into calcined at 1000 °C -1300 °C incubated 2-5 hours to obtain high-purity ultrafine alumina powder.

The quench atomizing atmosphere of purity 99.999% purity nitrogen, high purity nitrogen atomization chamber filling pressure 3.0-4.0MPa; centrifugal aluminum turntable rotation speed of 3000-6000 / min, atomization chamber formed by a high-speed nitrogen negative pressure, ultrasonic nebulizer release pneumatic liquid aluminum flow 1.0-2.0kg / min.

Entire atomizing device structure see Figure 2 and 3, including smelting furnace and atomization devices, including the graphite crucible melting furnace and the graphite crucible nitrogen gas or vacuum pipes, spray equipment, including spray chamber, ultrasonic pneumatic fog of, a deionized water spray device, a centrifugal wheel aluminum; aluminum centrifugal wheel is located in the atomization chamber, a pneumatic nebulizer ultrasonic atomizing chamber located on top of aluminum above the centrifugal wheel; deionized water spraying device located in the same spray chamber to the top, some extending into the spray chamber at the top of the dial located on the side of the centrifugal aluminum aluminum turret axis centrifugal atomization chamber is provided through pipes into the quench atomization atmosphere, melting furnace through a ceramic tube and Fog Ultrasound of the chamber connected to a pneumatic nebulizer.

The purity of 5N high purity aluminum and more.

Further optimization; high purity aluminum melt, by the catheter prior to the atomization of ceramic introduced into the chamber, can be repeated evacuation to remove impurities, in particular: the first temperature is raised to 900-1200 °C, high purity aluminum melting, vacuum, then into nitrogen, repeated 3-5 times, so you can make mixed magnesium aluminum, zinc and other impurities in the volatile part of the activity in order to ensure the atomized aluminum powder purity.

Further optimization; hydrolysis process used reactor tank wall material polypropylene instead of stainless steel, because stainless steel will be mixed with impurities, the use of low cost polypropylene, easy to operate, and will not mix with any impurities;

Further optimization; hydrolysis reaction of aluminum hydroxide and dried before being ground, the high-purity deionized water, the dilution was filtered again to further remove impurities, in particular: the high-purity deionized water to dilute the precipitate of aluminum hydroxide, into the centrifuge a layer of non-woven fabrics, play the role in a centrifuge filter, and the precipitate was separated from the water, the precipitate left on the nonwoven fabric, so that repeated 3-5 times to remove impurities, to ensure purity of the aluminum hydroxide.

Further optimization; before calcination, the first high-temperature tunnel kiln air burning furnace removal of impurities; the furnace lining is 95 alumina ceramic material (there will be a small amount of impurities), so the use of high temperature air burning method, the first temperature rose to 1200-1600 °C air burning 1-3 hours, so that the volatile impurities at high temperatures, in order to ensure the purity of the final alumina powders.

After testing, the conclusion that a purity of 99.999% alumina, micron particle size (less than 2μm) and uniformly distributed no serious agglomeration, detailed test reports see Figure 5 and Table 1.

Table 1 Test Report Form purity alumina powder

样品名称: 氧化铝			
分析组份	结果 (μg/g)	分析组份	结果 (μg/g)
Ca	1	Na	<1
Fe	2	Si	3
Mg	1	K	<1
Cu	<1	II	<1
Mn	<1	Zn	<1
Ni	<1	Zr	<1
纯度为 99.999%			

Advantages of the present invention: the regulation through the whole process of the preparation of high purity alumina Process Optimization good control of the activity of aluminum, aluminum hydroxide, alumina purity of the final product, and reduce the cost, pollution-free, easy to operate, easy industrial production, and finally, high purity alumina powder (5N and above), small particle size (and narrow particle size distribution in microns), are widely used.

Application Number: 201210228009.9 **Application Date:** 04.07.2012
Publication Number: 103523810 **Publication Date:** 22.01.2014
Grant Number: 103523810 **Grant Date:**
Publication Kind : A
IPC:
C01F 7/42

Applicants: He Lijun

何礼君

Chen Huifeng

陈慧峰

Li Huachu

栗华鑫

Inventors: 何礼君

陈慧峰

栗华鑫

Priority Data:

Title: (EN) Preparation method of high-purity aluminum oxide

(ZH) 高纯氧化铝的制备方法

Abstract:

(EN) The invention provides a preparation method of high-purity aluminum oxide, which is mainly characterized by comprising the following steps: reacting high-purity aluminum and an electronic grade alkyl ammonium hydroxide solution to generate organic aluminum complex salt; further hydrolyzing the organic aluminum complex salt to obtain aluminum hydroxide and the alkyl ammonium hydroxide; and filtering the generated aluminum hydroxide, washing, performing vacuum drying, and performing high-temperature calcination to obtain high-purity aluminum oxide powder. The preparation method has the advantages of short production flow, high process controllability, no environmental pollution, high product purity, low cost and the like. The high-purity aluminum oxide powder prepared by the method is applicable to the fields of LED (light-emitting diode) sapphires, laser crystals, electronic ceramics, special ceramics, luminescent materials and the like.

(ZH)

Application Number: 201310340301.4 **Application Date:** 06.08.2013
Publication Number: 103387251 **Publication Date:** 13.11.2013
Grant Number: 103387251 **Grant Date:**
Publication Kind : A
IPC:
C01F 7/30

Applicants: Shandong Keheng Crystal Material Technologies Co., Ltd.

山东科恒晶体材料科技有限公司

Inventors: Shi Hengye

石恒业

Agents: geng xia

青岛发思特专利商标代理有限公司 37212

Priority Data:

Title: (EN) Preparation method of high-purity aluminum oxide for light-emitting diode (LED) substrate

(ZH) LED衬底用高纯氧化铝的制备方法

Abstract:

(EN) The invention relates to the technical field of refining of aluminum oxide and in particular relates to a preparation method of high-purity aluminum oxide for a light-emitting diode (LED) substrate. The preparation method comprises the following steps: thermally decomposing industrial aluminum hydroxide into aluminum oxide; performing ultrasonic treatment in a subacid aqueous solution; eluting out and separating impurities; and roasting at a high temperature and performing ball milling to prepare the high-purity aluminum oxide. Ultrasonic wave has refining and washing effects and therefore has a strong impurity-removing effect especially on alkali metal and alkaline-earth metal impurities. The preparation method is simple and controllable in preparation process, can be applied to industrial production easily, hardly causes environmental pollution and is low in production cost.

(ZH)

Application Number: 13413278 **Application Date:** 06.03.2012
Publication Number: 20130040801 **Publication Date:** 14.02.2013
Grant Number: 08524191 **Grant Date:** 03.09.2013
Publication Kind : B2
IPC:

Applicants: Schrems Marcus Georg

BASF SE

Dürr Anna Katharina

Huber Günther

Zerpa Unda Jesus Enrique

Freitag Katrin

Eichholz Christian

Ruslim Franky

Inventors: Schrems Marcus Georg

Dürr Anna Katharina

Huber Günther

Zerpa Unda Jesus Enrique

Freitag Katrin

Eichholz Christian

Ruslim Franky

Agents: Novak Druce Connolly Bove + Quigg LLP

Priority Data:

Title: (EN) Process for preparing high-purity aluminum oxide by purification of alumina

Abstract:

(EN)

A process for preparing aluminum oxide with a low calcium content, in which

(1) crude alpha- and/or gamma-aluminum oxide with a total calcium content in the range from 50 to 2000 ppm, based on the crude alpha- and/or gamma-aluminum oxide, is mixed with an aqueous solution or suspension comprising the compounds selected from the group of inorganic acid, organic acid and complexing agent,

(2) the mixture from step (1) is admixed with a flocculating aid,

(3) in the mixture of step (2), the solids are separated from the liquid,

(4) the solids separated are mixed with water in the presence or in the absence of a flocculating aid,

(5) in the mixture of step (4), the solids are separated from the liquid,

(6) optionally, steps (4) and (5) are repeated once or more than once,

(7) optionally, the solids separated optionally after addition of further compounds, are dried.

Application Number: 201210290964.5 **Application Date:** 16.08.2012

Publication Number: 102875132 **Publication Date:** 16.01.2013

Grant Number: 102875132 **Grant Date:** 09.10.2013

Publication Kind : B

IPC:

C04B 35/10

C04B 35/632

C04B 35/622

Applicants: Hangzhou Daiwa Thermomagnetic Electronic Co., Ltd.

杭州大和热磁电子有限公司

Inventors: Ma Yuqi

马玉琦

Gu Yongming

顾永明

Yao Xiangmin

姚相民

Agents: wei weimin

杭州杭城专利事务所有限公司33109

Priority Data:

Title: (EN) Preparation method for large-size high-purity aluminum oxide ceramic material

(ZH) 一种大尺寸高纯氧化铝陶瓷材料的制备方法

Abstract:

(EN) The invention discloses a preparation method for a large-size high-purity aluminum oxide ceramic material and aims to solve the problems that an acrylamide system is used for preparing the high-purity aluminum oxide ceramic material, and the high-purity aluminum oxide ceramic materials cannot be industrially produced on large scale due to neurotoxicity in the conventional gel-casting process. The method comprises the following steps of: preparing a premixed solution of a water-based gel system; preparing the aluminum oxide ceramic material; defoaming; performing injection molding; drying; degreasing; sintering and the like. The preparation method is simple and practicable, low in production cost and suitable for industrial large-scale production; a semi-finished

product obtained after demolding is slightly deformed and retracted after being dried and sintered; and the obtained large-size high-purity aluminum oxide ceramic material is high in quality.

(ZH)

Application Number: 201210372041.4 **Application Date:** 29.09.2012
Publication Number: 102863000 **Publication Date:** 09.01.2013
Publication Kind : A
IPC:
C01F 7/32

Applicants: Zhejiang Orient Crystal Optics Co.,Ltd.

浙江东晶光电科技有限公司

Inventors: Li Jingbo

李京波

Meng Xiuqing

孟秀清

Li Qingyue

李庆跃

Li Kai

李凯

Wang Linwang

汪林望

Chi Xuming

池田明

Xia Jianbai

夏建白

Agents: huang fei

金华科源专利事务所有限公司33103

Priority Data:

Title: (EN) Preparation method of high-purity aluminum oxide for growth of sapphire monocrystalline

(ZH) 一种用于生长蓝宝石单晶的高纯氧化铝的制备方法

Abstract:

(EN) The invention relates to a preparation method of a high-purity aluminum oxide, in particular to a preparation method of high-purity aluminum oxide for growth of sapphire monocrystalline. The method includes: grinding high-purity ammonium aluminum sulfate to obtain ammonium aluminum sulfate precursor powder uniform in particle size, heating according to different temperature sections, pyrolyzing to remove by-products, and sintering to obtain high-purity aluminum oxide uniform in particle size. According to the method, the high-purity ammonium aluminum sulfate is ground to obtain ammonium aluminum sulfate raw material powder, dewatering is completed at a low temperature, ammonia gas is removed at a moderate temperature, the temperature is further increased to enable the raw materials to be decomposed completely, and the high-purity aluminum oxide is obtained by means of sintering at 1000-1050 DEG C. The aluminum oxide prepared by the method is low in pyrolysis temperature and high in purity, tail gases such as SO₃ and NH₃ can be recovered directly, and consequently environment pollution is reduced, by-products are used reasonably, and production cost is reduced.

(ZH)

Application Number: 201210156451.5 **Application Date:** 19.05.2012
Publication Number: 102701248 **Publication Date:** 03.10.2012
Grant Number: 102701248 **Grant Date:** 25.12.2013
Publication Kind : B
IPC:
C01F 7/30
C01F 7/42

Applicants: Hongfu Crystal Technology (Anhui) Co.,Ltd.

鸿福晶体科技(安徽)有限公司

Inventors: Jia Jianguo

王楠

Shi An

赵青

Hu Gaohua

贾建国

Wang Yuanyuan

Agents: yu chengdun

安徽合肥中合知识产权代理有限公司34112

Priority Data:

Title: (EN) Production process of high-purity aluminum oxide

(ZH) 高纯氧化铝的生产工艺

Abstract:

(EN) The invention discloses a production process of high-purity aluminum oxide, which comprises the steps of: firstly smelting metallic aluminum, then pouring the molten aluminum into an anode rod, carrying out rotating electrode atomization on the anode rod, dripping atomized molten aluminum into industrially pure water for rapid condensing, carrying out circulating ball-milling hydrolysis to obtain aluminum hydroxide, and calcining obtained aluminum hydroxide at 750-1250 DEG C for decomposing aluminum hydroxide to obtain high-purity aluminum oxide with purity not less than 99.999%. According to the production process of high-purity aluminum oxide provided by the invention, a method of rotating electrode atomization and rapid condensing is used, and a high-energy circulating ball-milling system is adopted, so that prepared aluminum hydroxide is high in yield, complete in reaction and high in purity, the calcining phase inversion temperature is low, and the purposes of saving energy and reducing emission are achieved.

(ZH)

Application Number: 201210010534.3 **Application Date:** 14.01.2012

Publication Number: 102560521 **Publication Date:** 11.07.2012

Publication Kind : A

IPC:

C25B 1/00

Applicants: Xinjiang Gland Solar Co.,Ltd.

新疆格兰德新能源有限公司

Inventors: Zhang Haixia

张海霞

Xie Hongwei

谢宏伟

Tian Peng

田鹏

Agents: li hui

锦州辽西专利事务所21225

Priority Data:

Title: (EN) Method for electrochemically preparing high-purity aluminum oxide

(ZH) 一种电化学制备高纯氧化铝的方法

Abstract:

(EN) The invention relates to a method for electrochemically preparing high-purity aluminum oxide, which comprises the following steps of: taking an electrolytic aluminum ingot with a purity of 99 percent as an anode, graphite with pure spectrum as a cathode and alkaline liquor with a pH value of 8-10 as an electrolyte, wherein the alkaline liquor is one of potassium hydroxide solution, sodium hydroxide solution and ammonia water; switching on direct current, applying the voltage of 1.7-2.0 V for electrolysis and controlling the electrolysis temperature within 18-45 DEG C; sucking aluminum hydroxide generated by the electrolysis to a centrifugal machine for centrifugal separation by adopting a siphon method and cleaning to prepare the high-purity aluminum hydroxide; drying and roasting the prepared high-purity aluminum hydroxide to obtain the high-purity aluminum oxide with a purity of 99.995-99.9999 percent. The method has the advantages of good environment friendliness, simple production process control, short operation period, low production cost, and the prepared product is stable in quality and high in purity.

(ZH)

Application Number: 201010609439.6 **Application Date:** 28.12.2010

Publication Number: 102531009 **Publication Date:** 04.07.2012

Publication Kind : A

IPC:

C01F 7/02

B82Y 40/00

Applicants: Shanghai Huaming Hi-Tech (Group) Co., Ltd.

上海华明高技术(集团)有限公司

Inventors: Wu Qiufang

吴秋芳

Pan Jing

潘靖

Yu Rongrong

余蓉蓉

Li Peng

李鹏

Kong Fantao

孔凡滔

Agents: luo dachen

上海金盛知识产权代理有限公司31242

Priority Data:**Title: (EN) Nanoscale high-purity aluminum oxide preparation method****(ZH) 纳米级高纯氧化铝的制备方法****Abstract:**

(EN) The invention provides a nanoscale high-purity aluminum oxide preparation method. The method comprises the steps of (1) dissolving organic aluminum alkoxide in an ethanol solvent to obtain a aluminum alkoxide phase A; (2) adding a catalyst, water and the ethanol solvent to the aluminum alkoxide phase A, and refluxing at 50 to 85 DEG C for 2 to 5h for hydrolysis to obtain a sol; and (3) drying to obtain hydrated aluminum oxide powder, uniformly rising temperature at a speed of 2.4 to 2.9 DEG C/min to a phase inversion temperature, keeping the temperature for 0.5 to 4h, and cooling the product to room temperature to obtain nanoscale high-purity aluminum oxide, wherein the phase inversion temperature is 700 to 920 DEG C. The method provided by the invention has simple process and easy operation, can improve the property of gamma-Al₂O₃ by controlling the baking conditions, and can be industrialized easily. The gamma-Al₂O₃ nanoparticles prepared by the method have the advantages of fine primary grain, good grain development condition, less agglomeration and good dispersity.

(ZH)**Application Number: 201110208684.0 Application Date: 25.07.2011****Publication Number: 102275964 Publication Date: 14.12.2011****Publication Kind : A****IPC:****C01F 7/02****B09B 3/00****Applicants: Beijing Century Harmony Technology Co.,Ltd.****北京世纪和科技有限公司****Inventors: Zhang Kaiyuan****张开元****Agents: yang li****北京铭弘知识产权代理有限公司11212****Priority Data:****Title: (EN) Method for extracting high-purity superfine aluminum oxide from coal ash****(ZH) 一种从粉煤灰中提取高纯超细氧化铝的方法****Abstract:**

(EN) The invention relates to a method for extracting high-purity superfine aluminum oxide from coal ash. The method comprises the following steps of: adding ammonium sulfate into the coal ash, and calcining to obtain a sintered material; dissolving the sintered material out of water, and cooling and crystallizing to form aluminum salt; adding the aluminum salt and a dispersing agent into ammonia water, and precipitating to ensure aluminum ions in the aluminum salt are precipitated to obtain aluminum hydroxide; and washing an aluminum hydroxide precipitate by using ethanol, drying and calcining at high temperature to obtain aluminum oxide powder of different crystalline forms. The method for extracting the high-purity superfine aluminum oxide from the coal ash is low in cost and small in investment, and the purity and extraction rate of the obtained aluminum oxide are high.

(ZH)**Pub. No.: WO/2014/094155****International Application No.:****PCT/CA2013/050976****Publication Date: 26.06.2014****International Filing Date: 17.12.2013****IPC:****C01F 7/42 (2006.01), C01F 7/02 (2006.01), C30B 1/02 (2006.01), C30B 29/20 (2006.01)****Applicants: POLAR SAPPHIRE LTD. [CA/CA]; 15 Dartmouth Cres. Toronto, Ontario M8V 1X8 (CA)****Inventors: NICHOL, Scott; (CA)****Agent: SMART & BIGGAR; P.O. Box 2999, Station D 900 - 55 Metcalfe Street Ottawa, Ontario K1P 5Y6 (CA)****Priority Data:****61/737,925****17.12.2012****US****Title (EN) PROCESS FOR MAKING HIGH-PURITY ALUMINUM OXIDE****(FR) PROCÉDÉ DE FABRICATION D'OXYDE D'ALUMINIUM DE PURETÉ ÉLEVÉE****Abstract: front page image**

(EN)A method comprising contacting high-purity acid, high-purity aluminum, and high-purity water to form a first solution in a heated non-contaminating vessel, wherein the aluminum is employed in at least a stoichiometric amount relative to the acid, heating the first solution in a non-contaminating container, to provide a mother liquor and solid aluminum salts, separating the solid aluminum salts from the mother liquor, heating the solid aluminum salts in a non- contaminating crucible, to provide alpha aluminum oxide, and, optionally, washing the alpha aluminum oxide with high-purity water after some or all of the heating of the solid aluminum salts to provide the alpha aluminum oxide.

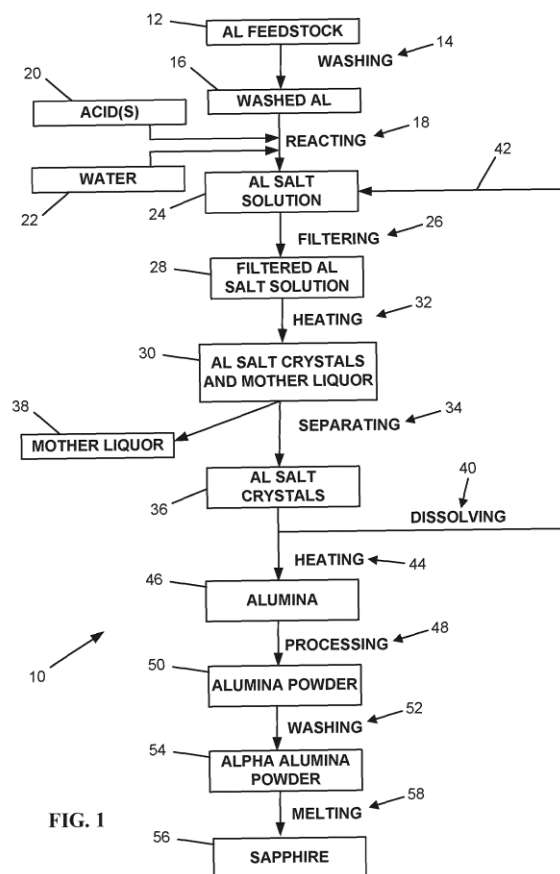


FIG. 1

Designated States: AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, 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, IR, IS, JP, KE, KG, 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, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, 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.

African Regional Intellectual Property Org. (ARIPO) (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW)

Eurasian Patent Organization (EAPO) (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM)

European Patent Office (EPO) (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)

African Intellectual Property Organization (OAPI) (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publication Language: English (EN)

Filing Language: English (EN)

Patent: CA 1224327

Application Number: 460222

English Title: PRODUCTION OF HIGH PURITY ALUMINA

French Title: PRODUCTION D'ALUMINE EXTRA-PURE

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

A process is described for the formation of high purity alumina from Bayer Process alumina trihydrate (gibbsite). The solid hydrated alumina is reacted with concentrated HCl to cause partial or complete conversion

to aluminum chloride hexahydrate (ACH). The ACH or mixture of ACH and unreacted hydrated alumina is recovered as a solid and calcined in a single or multistage calcination to high purity alumina. Soda contents in the product. anhydrous alumina can be reduced by 98% or greater. Contents of other impurities, such as silica, iron, magnesium, etc., are also markedly reduced. Different degrees of impurity reduction can be obtained by controlling the degree of conversion of the hydrated alumina to ACH and by recycling and treating the acid after solid/liquid separation. The purified products find use in the specialty ceramics field, as catalyst supports, as absorbents, in electronic components, in prosthetic devices or other applications in which alumina of controlled degrees of purity offers an advantage.

Patent Details

Canadian Patent Classification (CPC): 23/245

International Patent Classification (IPC):

C01F 7/02 (2006.01)

C01F 7/30 (2006.01)

C01F 7/46 (2006.01)

Inventors (Country):

CAMBRIDGE, EDWARD L. (United States of America)

WITHERS, JAMES C. (United States of America)

LOUTFY, RAOUF O. (United States of America)

BLAKE, DANIEL M. (United States of America)

Owners (Country):

ATLANTIC RICHFIELD COMPANY (United States of America)

Applicants (Country):

Agent: RICHES, MCKENZIE & HERBERT LLP

Issued: 1987-07-21

Filed Date: 1984-08-02

Availability of licence: N/A

Language of filing: English

Patent Cooperation Treaty (PCT): No

Application Priority Data:

Application No.	Country	Date
519,799	United States of America	1983-08-03

Patent Application: CA 2083614

English Title: METHOD FOR THE PREPARATION OF .ALPHA.-ALUMINIUM OXIDE POWDER

French Title: METHODE DE PREPARATION DE POUDRE D'OXYDE D'ALUMINIUM .ALPHA.

ABSTRACT

A method for preparing aluminium oxide powder having a high .alpha. proportion, crystallite sizes of approximately 0.1 µm and narrow particle size distribution is disclosed starting from customary Bayer aluminium hydroxide (gibbsite) or from aluminium oxide calcined at a low temperature. The starting material is wet-disagglomerated, mixed with .alpha.-aluminium oxide nuclei, dried and calcined. The calcination produces agglomerates with

the suitable crystallite size required, and which only need be disagglomerated to the particle size required. The .alpha.-aluminium oxide powder prepared according to this invention is particularly suitable as a starting material for the production of high-performance ceramics, such as blanking dies.

International Patent Classification (IPC):

C01F 7/04 (2006.01)
C01F 7/44 (2006.01)
C04B 35/111 (2006.01)

Inventors (Country):

VAN DIJEN, FRANCISCUS (Germany)

Owners (Country):

LONZA LTD. (Switzerland)

Applicants (Country):

Agent: G. RONALD BELL & ASSOCIATES

Issued:

Filed Date: 1992-11-23

Open to Public Inspection: 1993-05-23

Availability of licence: N/A

Language of filing: English

Patent Cooperation Treaty (PCT): No

Application Priority Data:

Application No.	Country	Date
3430/91	Switzerland	1991-11-22

Patent: CA 1226719

Application Number: 476003

English Title: PRODUCTION OF LOW SILICA CONTENT, HIGH PURITY ALUMINA

French Title: PRODUCTION D'ALUMINE EXTRA-PURE A FAIBLE TENEUR DE SILICE

ABSTRACT

A process is described for the formation of high purity alumina from aluminas such as Bayer Process alumina trihydrate (gibbsite) which contain both acid-soluble and -insoluble impurities, notably soda and silica. The solid hydrated alumina is reacted with a stoichiometric quantity of concentrated HCl to form a reaction product comprising of dissolved aluminum chloride and solid aluminum chloride hexahydrate (ACH). The acid and/or aluminum chloride concentration of the solution is then adjusted (as by water addition) to dissolve the solid ACH and form a solution at or near saturation in aluminum chloride, but with the remaining solid materials undissolved. The solution is then subjected to solid/liquid separation to eliminate the insoluble impurities, such as silica. Thereafter, the concentration is again adjusted to cause the ACH to crystallize and precipitate preferentially to the soluble impurities, following which the ACH is recovered as a solid and calcined in a single or multistage calcination to high purity alumina. The purified products find use in the specialty ceramics field, as synthetic sapphire, translucent tubing or other

applications in which alumina must meet SPA specifications.

Canadian Patent Classification (CPC): 23/249

International Patent Classification (IPC):

C01F 7/02 (2006.01)

C01F 7/47 (2006.01)

C01F 7/56 (2006.01)

Inventors (Country):

DAVIS, GERALD E. (United States of America)

Owners (Country):

ATLANTIC RICHFIELD COMPANY (United States of America)

Applicants (Country):

Agent: RICHES, MCKENZIE & HERBERT LLP

Issued: 1987-09-15

Filed Date: 1985-03-07

Availability of licence: N/A

Language of filing: English

Patent Cooperation Treaty (PCT): No

Application Priority Data:

Application No.	Country	Date
589,927	United States of America	1984-03-15

Способ получения мелкокристаллического альфа-оксида алюминия

Классификация по МПК: [C01F](#) [C09K](#)

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2257346

Автор: Мацак А.Н. (RU), Книжников О.Ю. (RU), Гаврилко В.М. (RU)

Патентообладатель: Открытое акционерное общество "Пьезо" (RU)

Дата публикации: 27 Июля, 2005

Начало действия патента: 10 Марта, 2004

Адрес для переписки: 121087, Москва, ул.Новозаводская, 2, корп.6/7, кв.66, пат. пов. Т.С.Скомороховой рег.№ 666

Изобретение относится к области синтеза неорганических материалов, в частности к производству керамических порошков, а именно к производству альфа-оксида алюминия оптического класса чистоты. Данный способ включает нагрев в автоклаве воды и оксида или гидроксида алюминия до температуры синтеза 250-400°C при повышенном давлении и выдержку при этой температуре. Оксид или гидроксид алюминия и воду берут в весовом соотношении 1:0,7-1,2 соответственно. Выдержку проводят при давлении 300-600 атм. После выдержки при температуре синтеза в течение времени не менее 20 часов проводят термообработку либо в процессе охлаждения от температуры синтеза до температуры окружающей среды в течение времени не менее 24 часов без снижения давления, либо в процессе снижения давления при температуре синтеза со скоростью 20-50 атм/час до атмосферного давления с последующим отключением нагрева в автоклаве. Изобретение позволяет получать мелкокристаллический оксид алюминия высокой степени чистоты. 2 з.п. ф-лы, 1 табл.

Изобретение относится к области синтеза неорганических материалов, в частности к производству керамических порошков, а именно к производству альфа-оксида алюминия (α -Al₂O₃), применяемого в

различных отраслях химической, радиотехнической, электрохимической и металлургической промышленности. Альфа-оксид алюминия используют как абразивный материал, а также в качестве сырья для изготовления керамики и монокристаллов лейкосапфира и как наполнитель композитных материалов.

Известен ряд способов получения порошка корунда, в том числе золь-гелиевый, гидротермальный способ, включающий кристаллизацию в гидротермальных условиях; флюсовый способ, заключающийся в добавлении флюса к гидроксиду алюминия, расплавлении и осаждении. Флюсовый способ применяют в качестве средства контроля формы частиц и распределения преимущественного размера частиц альфа-оксида алюминия.

На протяжении нескольких лет оксид алюминия получают с использованием способа Байера. При осуществлении способа Байера боксид преобразуют в гидроксид алюминия или переходной оксид алюминия, который затем обжигают на воздухе с получением порошка α -оксида алюминия. Так, согласно известной технологии, боксид предварительно измельчают и смешивают с каустической содой. При температуре 120-300° С получают раствор алюмината натрия. Раствор алюмината натрия стравливают с кристаллами тригидрата алюминия и гидрализуют в течение нескольких часов при умеренной температуре. Полученный продукт представляет собой гиббит $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ с определенным размером гранул. Продукт отстаивают и фильтруют для того, чтобы отделить его от отработанной жидкости, которая еще содержит значительные концентрации алюмината натрия. В конечном итоге продукт осаждают при температуре около 1200° С, в результате чего гиббит переходит в окись алюминия (корунд), потерявший три молекулы воды. Хотя способ Байера включает гидротермальную фазу, однако прямое осаждение окиси алюминия термодинамически невозможно. Использованию фазы гидротермального осаждения препятствуют два обстоятельства. Во-первых, продукт, образованный гидротермальным синтезом в субкритическом температурном диапазоне 100-374° С, все еще отчасти содержит гидратированный бемит $Al(OH)_3$ и, следовательно, для достижения безводной фазы необходимо осаждение целевого продукта. Во-вторых, частицы бемита имеют вытянутую форму кристаллов, неподходящую для изготовления керамики. Трудность состоит в определении условий, при которых частицы бемита могут переходить в окись алюминия при обжиге с сохранением при этом игольчатого габитуса.

Известная золь-гелиевая технология применяется с изменениями фаз осаждение-отжиг и, как правило, включает растворение кислых солей, их последующее осаждение при добавлении базового растворителя для образования смешанного гидроксида. Гидроксид фильтруют, промывают, а затем отжигают при нескольких сотнях градусов Цельсия для получения твердого раствора в виде порошка. После этого осуществляют помол для получения порошка мелкой фракции.

В патенте RU 2140876, кл. С 01 F 7/44, 1999 г. раскрыт способ получения альфа-оксида алюминия путем предварительного получения зауглероженной гамма-окиси алюминия и последующей ее обработки кислородсодержащим газом при температуре 1100-1250° С до полного выгорания углерода. При такой термообработке происходит фазовый переход гамма-оксида алюминия в альфа-оксид алюминия. Известный способ позволяет получать альфа-оксид алюминия с размером кристаллов менее 1 мкм. Известному способу присущи такие недостатки, как высокая себестоимость целевого продукта за счет энергоемкости способа его получения в связи с необходимостью затрат энергии на прогрев зауглероженной гамма-окиси алюминия. Кроме того, способ характеризуется сложностью проведения ввиду его двухстадийности. Способ включает этап предварительного получения в процессе термообработки зауглероженной гамма-окиси алюминия, а затем необходимость последующего выделения кристаллов альфа-оксида алюминия, что затруднительно при крупнотоннажном производстве. Полученный альфа-оксид алюминия включает множество агломерированных частиц, при этом порошок корунда содержит большое количество примесей, в том числе углерода, что снижает его механическую прочность и не позволяет использовать для выращивания методом профильной плавки кристаллов сапфира.

Другой патент RU 2118612, кл. С 01 F 7/44, 1998 г. предлагает способ получения корунда, позволяющий регулировать диаметр частиц от долей микрона до нескольких десятков микрон с получением узкого распределения преимущественного размера частиц. По известному способу японской компании

Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед, порошок α -оксида алюминия получают путем прокаливания, по крайней мере, одного исходного материала, выбранного из модификаций оксида алюминия и соединений алюминия. Прокаливание проводят в галогенсодержащей атмосфере, которая включает газообразный галогенид водорода, газообразный галоген или смесь газообразного галогена и пара. Последующее дегалогенирование позволяет получить продукт высокого качества; порошок альфа-оксида алюминия имеет чистоту 99,9%, однако характеризуется значительной себестоимостью.

Для производства альфа-оксида алюминия длительное время широко используется метод гидротермального синтеза, именуемый иногда способом гидротермальной обработки (Willam J. Dawson. Hydrothermal Synthesis of Advanced Ceramic Powders. Ceramic Bulletin, 1998, vol.67, № 10).

Гидротермальный синтез известен как метод дешевого производства керамических порошков. Этот метод представляет собой влажную (гидро-термальную) химическую технологию для получения прямым путем порошков оксидных соединений. Гидротермальный синтез, применяемый для получения керамических порошков, представляет собой водный химический процесс, позволяющий получать кристаллические безводные порошки. Этот процесс отличается от известной золь-гелиевой технологии такими параметрами, как температура и давление, сопровождающие реакцию синтеза керамических порошков. Как правило, температуру опускают до точки между температурой кипения воды и так называемой критической температурой, составляющей 374° С, в интервале давлений до 25 МПа (US 2001/0043910 A1, Patent Application Publication, кл. 424-63, 2001). Были предприняты различные попытки в данной области для получения кристаллов корунда заданного габитуса и размеров.

Так, в патенте US 2642337 раскрыт способ получения мелкокристаллического корунда с размером кристаллов 70-150 мкм из гидроксида алюминия путем его нагрева в парах воды в автоклаве до температуры не более 450° С. При нагревании в автоклаве за счет фазового превращения воды в пар создается давление не менее 30 атм. По известному способу обработку гидроксида алюминия ведут при давлении 30-250 атм и температуре из диапазона 350-450° С в течение 20 часов.

По способу EP 1148028, кл. С 01 F 7/02, 2001 г. альфа-оксид алюминия получают в виде пластинчатых кристаллов размером 0,5-25 мкм в поперечнике и отношением "диаметр/средняя толщина" в диапазоне 50-2000 с хорошо выраженной текстурированной формой. Такие "слоистые" частицы корунда, имеющие тонкоплоскостную форму частиц оксида получают методом гидротермального синтеза, в котором к исходному материалу корунду добавляют воду, после чего осуществляют нагрев до 450° С. Для полного протекания реакции превращения в альфа-оксид алюминия требуется не менее 24 часов. Давление в автоклаве поддерживают на уровне 5-25 МПа. Соотношение между температурой синтеза и давлением для метода гидротермального синтеза выбирают в области образования Al_2O_3 (корунд) на диаграмме состояния $Al_2O_3 - H_2O$.

В патентах RU 2092438, кл. С 01 F 7/02, 1991 г.; RU 2167817, кл. С 01 F 7/02, 1999 г., а также RU 2093464, кл. С 01 F 7/02, 1997 г. описаны модифицированные способы получения мелкокристаллического корунда в лабораторных условиях путем термopаровой обработки гидроксида алюминия при температуре из диапазона 350-450° С и давлении воды 50-300 атм. Полученный продукт имеет высокую влажность, при этом он характеризуется высоким содержанием примесей и низкой воспроизводимостью физико-химических свойств, поскольку его состав полностью определяется содержанием примеси в исходном сырье.

В патенте RU 2015105, кл. С 01 F 7/02, 1992 г. раскрыт гидротермальный способ получения альфа-оксида алюминия, в котором при температуре 370-450° С и давлении 100-800 атм обрабатывают смесь гидроксида алюминия и основания, в состав которой включено хромсодержащее соединение. Процесс ведут 41 час, после чего автоклав охлаждают. По патенту RU 2052383, кл. С 01 F 7/02, 1996 г. осуществляют способ получения тонкодисперсных порошков корунда путем термообработки в

автоклаве гидроксида алюминия с водным раствором минерализатора, в качестве которого используют соль лития.

Полученный известными способами оксид алюминия имеет хорошую абразивную способность, однако имеет высокую влажность и низкую воспроизводимость его физико-химических свойств ввиду сильной зависимости от состава примесей исходного сырья.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявленному способу является способ получения мелкокристаллического альфа-оксида алюминия методом гидротермального синтеза, включающий нагрев в автоклаве воды и оксида или гидроксида алюминия до температуры синтеза 250-400° С при повышенном давлении и выдержку при этой температуре (SU 1477682, кл. С 01

В 7/02, 1989 г.). Мелкокристаллический корунд (α -Al₂O₃) получают в лабораторных условиях путем обработки аморфного гидроксида алюминия в автоклаве в атмосфере паров воды в присутствии активатора и различных временных реакций. По данному способу процесс обработки исходных ингредиентов длителен, а поэтому непригоден для крупного промышленного использования. Хотя в известных способах гидротермального синтеза предъявляются высокие требования к уровню содержания минеральных примесей в исходном сырье (не более 0,015 вес.%), однако получаемый порошкообразный альфа-оксид алюминия имеет содержание примесей Fe, Cr, Cu, Ca, Ti, значительно превышающее уровень, требуемый для изготовления лейкосапфира и керамики.

В рамках данной заявки решается задача разработки такой промышленной технологии, которая позволила бы получать мелкокристаллический альфа-оксид алюминия в виде порошка, который имеет высокую чистоту оксида алюминия безотносительно к содержанию примесей в исходных ингредиентах, низкое содержание влаги. Имеется потребность в разработке способа с повышенной воспроизводимостью физико-химических свойств мелкозернистого корунда и с малой энергоемкостью производства.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения мелкокристаллического альфа-оксида алюминия методом гидротермального синтеза, включающем нагрев в автоклаве воды и оксида или гидроксида алюминия до температуры синтеза 250-400° С при повышенном давлении и выдержку при этой температуре, указанные воду и оксид или гидроксид алюминия берут в соотношении 1: 0,7÷ 1,2 соответственно, а выдержку проводят при давлении 300-600 атм, при этом после выдержки при температуре синтеза в течение времени не менее 20 часов проводят термообработку либо в процессе охлаждения от температуры синтеза до температуры окружающей среды в течение времени не менее 24 часов без снижения давления, либо сначала при температуре синтеза снижают давление со скоростью 20-50 атм/час до атмосферного давления, а затем отключают нагрев.

При этом нагрев до температуры синтеза осуществляют в режиме контролируемого удаления паров воды.

Предпочтительно вести нагрев до температуры синтеза со скоростью не более 10 град/час.

Целесообразно при получении кристаллов корунда различного габитуса нагрев исходных ингредиентов проводить в присутствии активаторов, взятых в количестве 0,001 - 1 вес.%.

Сущность данного изобретения состоит в установлении причинно-следственной связи между физико-химическими свойствами альфа-оксида алюминия и термодинамическими режимами его получения в отсутствие общеизвестных закономерностей физико-химического состояния вещества после гидротермальной обработки исходных ингредиентов безотносительно к их примесному составу в условиях избыточного содержания воды по отношению к оксиду либо гидроксиду алюминия. Порошок мелкокристаллического альфа-алюминия получают прямым путем из раствора в результате протекания при высокой температуре в воде сложных реакций. Контролируя процесс взаимодействия исходных

ингредиентов, время реакции, температуру, природу и уровень растворенных примесей, можно получить безводные кристаллические порошки с низким содержанием примесей.

В данном способе получения мелкокристаллического α -оксида алюминия исходные ингредиенты, оксид или гидроксид алюминия, берут при избыточном содержании воды, а после их гидротермальной обработки при температуре синтеза 250-400° С и давлении 300-600 атм проводят термообработку либо в режиме контролируемого охлаждения от температуры синтеза до температуры окружающей среды в течение времени не менее 24 часов без снижения давления, либо в режиме снижения давления при температуре синтеза со скоростью 20-50 атм/час от давления 300-600 атм до атмосферного давления с последующим отключением нагрева. Гидротермальный синтез в условиях избыточного содержания воды по отношению к оксиду или гидроксиду алюминия с последующей термообработкой в едином технологическом цикле позволяет в дальнейшем получить промышленным способом α -оксид алюминия высокой степени чистоты безотносительно к примесному составу исходных ингредиентов.

Сущность изобретения поясняется способами получения мелкокристаллического α -оксида алюминия.

Пример 1.

В промышленный автоклав типа ЕУВ-1-70-7,4-01, имеющий рабочий объем 6,9 м³, оснащенный двумя системами сброса давления (так называемая стравливающая система), помещают 5 т порошка оксида алюминия и заливают 4,2 т дистиллированной воды. Избыток воды составил 2,2 т, поскольку по диаграмме состояния “температура-давление” для получения порошка альфа-оксида алюминия необходимо было залить только 2,1 т воды (с учетом объема, занимаемого окисью алюминия). Соотношение исходных реагентов в реакционной смеси составляет $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{H}_2\text{O} = 1:0,84$.

Автоклав с исходными ингредиентами после герметизации нагревают со скоростью 6 град/час до температуры синтеза 390° С и поддерживают рабочее давление в автоклаве путем контролируемого удаления паров воды в процессе нагрева так, чтобы оно находилось в диапазоне 300-400 атм. С этой целью при достижении давления величины 240-280 атм открывают стравливающую систему для выпуска избыточных паров воды, продолжая нагрев и поддерживая давление в интервале 240-280 атм. После достижения в автоклаве температуры 380° С прекращают сброс давления. Затем нагревают автоклав до температуры 390° С, поднимая давление до 310 атм. Выдерживают реакционную смесь при температуре синтеза 96 часов до завершения процесса перекристаллизации и проводят термообработку в процессе охлаждения со скоростью 10 град/час до температуры окружающей среды в течение 36 часов. После этого автоклав вскрывают и извлекают мелкокристаллический альфа-оксид алюминия в виде порошка. Получаемые мелкие кристаллы корунда размером 10-50 мкм имеют природную огранку. При этом содержание примесей уменьшается следующим образом: окиси калия с 0,05 до 0,007 вес.%, окиси железа с 0,01 до 0,004 вес.%. В целом суммарное содержание примесей уменьшилось в 2 раза с 0,10 до 0,05 вес.%.

Пример 2.

Способ осуществляют аналогично примеру 1 с использованием гидроксида алюминия, который берут в количестве 5 т и заливают 4,2 т воды. По диаграмме состояния “температура-давление” для получения заданных параметров корунда в автоклав необходимо было залить 1,79 т воды с учетом объема, занимаемого гидратом окиси алюминия. Избыток залитой воды составил 2,4 т с учетом выделившейся в процессе кристаллизации, сопровождаемом протеканием реакции $\text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$. Процесс термообработки после выдержки при температуре синтеза 400° С до окончания процесса кристаллизации проводят в условиях снижения давления со скоростью 35 атм/час от рабочего давления 510 атм до атмосферного. Затем автоклав охлаждают, вскрывают и извлекают порошок мелкокристаллического альфа-оксида алюминия. Получают 2,65 т мелкокристаллического корунда с

фракцией от 120 до 200 мкм. При этом суммарное содержание примесей уменьшается в 2 раза с 0,02 до 0,016 вес.%.

В таблице приведены результаты исследований порошка мелкокристаллического α -оксида алюминия, полученного по данной технологии.

Табл

Тип примеси	Содержание, вес. %	
Исходный материал	Целевой продукт (α - Al_2O_3)	
Na_2O	0,3-0,5	0,1-0,001
Fe_2O_3	0,009	0,001
SiO_2	0,02	0,002

Анализ приведенных в таблице результатов позволяет сделать вывод о том, что данный гидротермальный метод с использованием избыточного содержания воды по отношению к содержанию оксида или гидроксида алюминия в составе исходных ингредиентов, включающий этап термообработки, позволяет получать порошок оксида алюминия высокой степени чистоты.

Существует множество различных конечных применений α -оксида алюминия, полученного посредством данного способа. Изобретение может быть использовано при промышленном получении мелкокристаллического оксида алюминия, соответствующего по чистоте оптическому классу кристаллов. Это приводит к ряду коммерческих преимуществ, включая способность получения корунда, соответствующего требованиям к сырью для изготовления лейкосапфира или светопропускающей керамики.

Формула изобретения

1. Способ получения мелкокристаллического альфа-оксида алюминия методом гидротермального синтеза, включающий нагрев в автоклаве воды и оксида или гидроксида алюминия до температуры синтеза 250-400°C при повышенном давлении и выдержку при этой температуре, отличающийся тем, что оксид или гидроксид алюминия и воду берут в весовом соотношении 1:0,7-1,2 соответственно, а выдержку проводят при давлении 300-600 атм, при этом после выдержки при температуре синтеза в течение времени не менее 20 ч проводят термообработку либо в процессе охлаждения от температуры синтеза до температуры окружающей среды в течение времени не менее 24 ч без снижения давления, либо в процессе снижения давления при температуре синтеза со скоростью 20-50 атм/ч до атмосферного давления с последующим отключением нагрева в автоклаве.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что нагрев до температуры синтеза ведут со скоростью не более 10 град/ч.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что нагрев в автоклаве до температуры синтеза осуществляют в режиме контролируемого удаления паров воды.

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента СССР или патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **11.03.2006**

Извещение опубликовано: [20.02.2007](#) **БИ: 05/2007**

Оксид алюминия

Классификация по МПК: C01F

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2107661

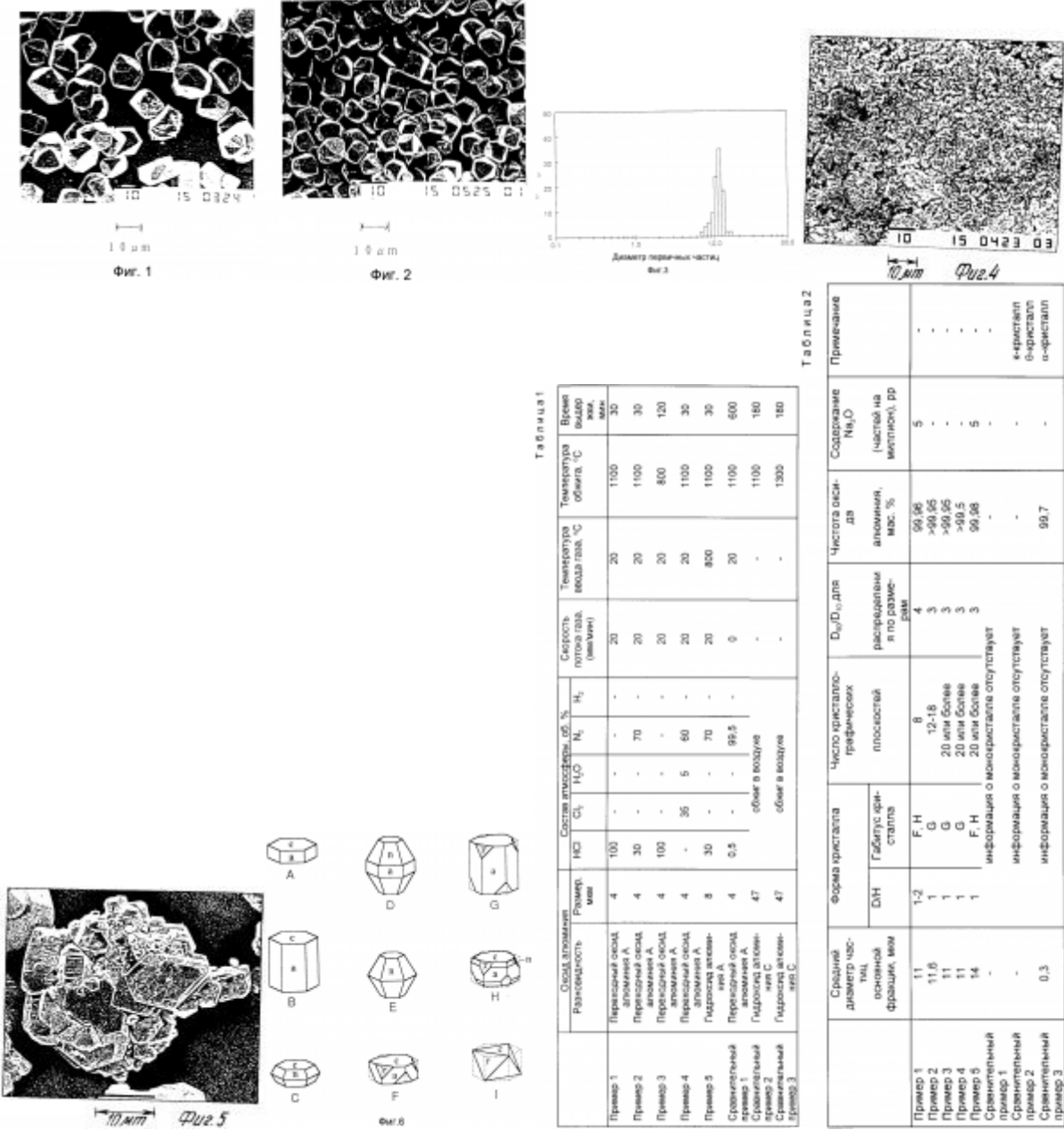
Автор: Масахиде Мохри[JP], Есио Утида[JP], Есинари Савабе[JP], Хисаси Ватанабе[JP]

Патентообладатель: Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP)

Дата публикации: 27 Марта, 1998

Файлы и изображения

Изображения:



Использование: при получении α -оксида алюминия. Сущность: получаемый α -оксид алюминия, содержит частицы

монокристаллического α -оксида алюминия, которые однородны и не содержат внутри себя частицы кристалла-затравки, имеют окта- или более высокую полиэдрическую форму, имеют отношение D/H от 0,5 до 3,0, где D представляет собой максимальный диаметр частицы, параллельный плоскости гексагональной решетки в гексагональной плотноупакованной

решетке частиц, а Н представляет собой диаметр, перпендикулярный плоскости гексагональной решетки, имеют средний диаметр частиц основной фракции более 5 мкм и не более 30 мкм, содержание натрия менее 0,05 мас. % в виде Na₂O, и чистоту оксида алюминия не менее 99,90 мас. %. 3 з. п.ф-лы, 6 ил., 2 табл.

Настоящее изобретение относится к α -оксиду алюминия. Порошок α -оксида алюминия нашел широкое применение в качестве абразива, сырья для спеченных продуктов, материала для плазменного распыления, наполнителя и т.п. α -Оксид

алюминия согласно настоящему изобретению содержит частицы монокристаллического α -оксида алюминия, которые являются неагломерированными частицами и имеют чистоту, структурную однородность и узкое распределение частиц по размерам и нашли широкое промышленное применение в качестве абразива, сырья для спеченных продуктов, материала для плазменного напыления, наполнителя, сырья для монокристаллов, сырья для носителя катализаторов, сырья для

флуоресцентных веществ, сырья для капсулирования (герметиков), сырья для керамических фильтров и т.д. α -Оксид алюминия согласно настоящему изобретению имеет исключительно высокую чистоту и может быть использован, в частности, в качестве исходного материала для монокристаллов алюмоиттриевого граната (АИГ), сапфира, рубина и т.д. и высокочистых спеченных продуктов, при получении которых нельзя применять α -оксид алюминия низкой чистоты.

Порошок α -оксида алюминия широко применяется в качестве абразива, сырья спеченных продуктов, материала для плазменного напыления, наполнителя и т.д. порошок α -оксида алюминия, полученного традиционными способами, включает поликристаллы неправильной формы, содержит много агломератов и имеет широкое распределение частиц по размерам. Для некоторых приложений чистота таких разновидностей порошков недостаточна. Чтобы снять эти проблемы, для особых приложений стали использовать порошок α -оксида алюминия, полученный специальными способами, о которых пойдет речь ниже. Однако эти специальные способы по-прежнему не могут обеспечить выборочный (arbitrarily) контроль формы или диаметра частиц α -оксида алюминия. Поэтому было трудно получить порошок α -оксида алюминия, имеющий узкое распределение частиц по размерам.

Известные специальные способы получения порошка α -оксида алюминия включают способ, при осуществлении которого используют гидротермальную реакцию гидроксида алюминия (именуемый далее способом гидротермальной обработки); способ, включающий добавление флюса и оксиду алюминия, плавление и осаждение (именуемый далее флюсовым способом); и способ, при котором гидроксид алюминия обжигают в присутствии минерализатора.

Что касается гидротермального способа, то в JP-B-57-22886 (термин "JP-B" здесь означает "прошедшая экспертизу опубликованная заявка на патент Японии") раскрыт способ, при осуществлении которого добавляют корунд в качестве затравочного кристалла, чтобы регулировать размер частиц. Этот способ включает синтез при высокой температуре и под

высоким давлением, что делает получаемый порошок α -оксида алюминия дорогим.

Согласно исследованию Matsui, et al. (Hydrothermal Hannon, Hydrothermal Reactions), v 2, p. 71-78 "Growth of Alumina Single

Crystal by Hydrothermal Methods"), монокристалл α -оксида алюминия, полученный путем выращивания монокристалла

оксида алюминия, содержащего хром, на затравочном кристалле сапфира (α -оксида алюминия) способом гидротермального выращивания (способом гидротермальной обработки), содержит трещины. При исследовании однородности кристалла с целью выяснения причин появления трещин подтвердилось, что на границе между затравочным кристаллом, и выращиваемым кристаллом существует большая деформация и что плотность ямок травления в выращиваемом кристалле вблизи этой границы, считающаяся соответствующей плотности дислокаций, высока. Из рассматриваемого сообщения вытекает, что трещины, предположительно, связаны с такой деформацией или таким дефектом и что процесс гидротермального выращивания способствует осуществлению внедрения гидроксильной группы или воды в кристаллы, что, очевидно, и вызывает деформацию или появление дефекта.

Флюсовый способ был предложен в качестве средства регулирования формы или размера частиц порошка α -оксиды алюминия, используемого в качестве абразива, наполнителя и т.д. Например, в JP-A-3-131517 (термин "JP-A" здесь означает "не прошедшую экспертизу опубликованную заявку на патент Японии") раскрыт способ, включающий обжиг гидроксида алюминия в присутствии флюса, содержащего фтор, и имеющего температуру плавления не более 800°C, для получения

частиц α -оксида алюминия, имеющих средний размер частиц от 2 до 20 мкм и гексагональную пластинчатую форму, имеющих отношение D/H от 5 до 40, где D представляет собой максимальный диаметр частицы, параллельный плоскости

гексагональной решетки в гексагональной плотноупакованной решетке α -оксида алюминия, а Н представляет собой диаметр, перпендикулярный плоскости гексагональной решетки. Однако этот способ не может обеспечить получение

мелкодисперсного порошка α -оксида алюминия, имеющего диаметр частиц не более 2 мкм, и обеспечить, чтобы все

полученные частицы имели пластинчатую форму. Следовательно, получаемый таким способом порошок α -оксида алюминия не всегда пригоден к употреблению в качестве абразивов, наполнителей и сырья для монокристаллов. На сегодняшний день внесено несколько предложений по разрешению этих проблем. В JP-A-59-97528 раскрыт способ

улучшения формы частиц α -оксида алюминия, включающий обжиг гидроксида алюминия, полученного байеровским способом, в присутствии борсодержащего аммониевого минерализатора и борного минерализатора для получения порошка

α -оксида алюминия, имеющего средний диаметр частиц от 1 до 10 мкм и отношение D/H, близкое к 1. Однако этот процесс обуславливает появление проблем, заключающихся в том, что добавляемый в качестве минерализатора борсодержащий или

фторсодержащий материал остается в получаемом α -оксиде алюминия, а по окончании обжига образуются агломераты.

В связи с обжигом натрийсодержащего гидроксида алюминия, полученного байеровским способом, было предложено проводить обжиг в присутствии фторида, например фторида алюминия или криолита, и хлорсодержащего соединения, например хлора или хлористого водорода (патент Великобритании N 990801), или проводить обжиг в присутствии борной кислоты и хлорида аммония, соляной кислоты или хлорида алюминия (западногерманский патент N 1767511), с целью эффективного удаления натрия при одновременном регулировании диаметра частиц.

Тем не менее, в предпоследнем способе, ввиду того, что минерализатор, такой, как фторид алюминия, добавляют в виде твердых частиц или проводят обжиг при одновременной подаче газообразного хлора и газообразного фтора без добавки воды, полученные частицы оксида алюминия имеют недостатки неправильной формы и широкого распределения частиц по размерам. В случае осуществления последнего способа тоже приходится сталкиваться с проблемой, заключающейся в том,

что борная кислота, используемая в качестве минерализатора, остается в полученном α -оксиде алюминия в виде борсодержащего материала. Кроме того, задачей этих способов является главным образом удаление натрия. Натриевую соль, такую, как NaCl или Na₂SO₄, являющуюся побочным продуктом реакции между натрием и удаляющим натрий веществом, нужно сублимировать или разлагать путем обжига при высокой температуре, составляющей по меньшей мере 1200°C.

Что касается реакции между алюминием и газообразным хлористым водородом, то имеется сообщение (Zeit für Anorg. und

All. Chem. T, v, 21, p.209, 1932) о константе равновесия реакционной системы, содержащей спеченный α -оксид алюминия, имеющий диаметр частиц от 2 до 3 мм, хлористый водород и полученный хлорид алюминия. Согласно этому сообщению,

хотя и обнаружено, что α -оксид алюминия получается не в том месте, где загружали исходный материал, были получены только гексагональные частицы пластинчатой формы.

В JP-B-43-8929 раскрыт способ, включающий обжиг гидроксида алюминия в присутствии хлорида аммония для получения оксида алюминия, имеющего малое содержание примесей и средний диаметр частиц не более 10 мкм. Получаемый порошок оксида алюминия имеет широкое распределение частиц по размерам.

Следовательно, ни один из традиционных способов не обеспечивает получение монокристаллов α -оксида алюминия и удовлетворение требований к чистоте и структурной однородности отдельных частиц.

Задача настоящего изобретения заключается в том, чтобы разрешить вышеупомянутые проблемы и получить α -оксид

алюминия высокой чистоты, который содержит однородные и неагломерированные частицы монокристаллического α -

оксида алюминия, из различного сырья. В частности, задача состоит в том, чтобы обеспечить получение α -оксида алюминия

в виде порошка, содержащего однородные частицы монокристаллического α -оксида алюминия, которые имеют форму восьмигранника или более высокую полиэдрическую форму, отношение D/H от 0,5 до 3,0, диаметр частиц основной фракции не менее 5 мкм и не более 30 мкм, узкое распределение частиц по размерам, высокую чистоту оксида алюминия и однородной состав в пределах одной частицы при отсутствии структурной деформации отдельных частиц.

Настоящее изобретения относится к следующим изобретениям.

(1) α -Оксид алюминия, содержащий частицы монокристаллического α -оксида алюминия, отличающийся тем, что частицы однородны, не содержат внутри себя частицы кристалла-затравки; имеют форму восьмигранника или более высокую полиэдрическую форму; имеют отношение D/H от 0,5 до 3,0, где D представляет собой максимальный диаметр частиц, параллельный плоскости гексагональной решетки в гексагональной плотноупакованной решетке частиц, а H представляет собой диаметр, перпендикулярный плоскости гексагональной решетки; имеют средний диаметр частиц основной фракции более 5 мкм и не более 30 мкм; имеют содержание натрия менее 0,05 мас.% в виде Na₂O; имеют чистоту оксида алюминия не менее 99,90 мас.%.
(2) α -Оксид алюминия по п. (1), отличающийся тем, что частицы монокристаллического α -оксида алюминия имеют такое распределение размеров частиц, что отношение D₉₀/D₁₀ не превышает 10, где D₁₀ и D₉₀ представляет собой интегральный (cumulative) 10%-ный диаметр и интегральный 90%-ный диаметр соответственно согласно интегральной функции распределения, построенной по стороне частиц, имеющей меньший диаметр.

(3) α -Оксид алюминия по п. (1) или (2), отличающийся тем, что α -оксид алюминия имеет чистоту оксида алюминия не менее 99,95 мас. %.

(4) α -Оксид алюминия по п. (1), (2) или (3), отличающийся тем, что α -оксид алюминия представляет собой сырье для получения монокристалла.

(5) α -Оксид алюминия по п. (1), (2) или (3), отличающийся тем, что α -оксид алюминия представляет собой сырье для получения спеченного продукта высокой частоты.

На фиг. 1 представлена сделанная с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) фотография (увеличение: 930),

отображающая форму частиц α -оксида алюминия, полученного в примере 1; на фиг. 2- сделанная с помощью растрового

электронного микроскопа (РЭМ) фотография (увеличение: 930), отображающая форму частиц α -оксида алюминия,

полученного в примере 2; на фиг. 3 - изображение распределения по размерам частиц α -оксида алюминия, полученного в

примере 2; на фиг. 4 - сделанная с помощью РЭМ фотография (увеличение: 930), отображающая форму частиц α -оксида алюминия полученного в сравнительном примере 1; на фиг. 5 - сделанная с помощью РЭМ фотография (увеличение: 1900),

отображающая форму частиц α -оксида алюминия полученного в сравнительном примере 2; на фиг. 6 - изображение

габитуса (внешнего вида) кристалла для монокристалла α -оксида алюминия.

Лучший вариант осуществления изобретения

Ниже приводится подробное описание настоящего изобретения.

α -Оксид алюминия согласно настоящему изобретению можно получать из переходного оксида алюминия или сырья, которое можно преобразовать в переходный оксид алюминия при нагреве. Термин "переходный оксид алюминия" означает все кристаллические фазы оксида алюминия, включенные в полиморфный оксид алюминия, представленный Al_2O_3 , за

исключением α -оксида алюминия, в частности - включая γ -оксид алюминия, δ -оксид алюминия, θ -оксид алюминия и т.д. Сырье, преобразуемое в переходный оксид алюминия при нагреве, включает те материалы, которые сразу же преобразуются

в переходный оксид алюминия, а затем - в α -оксид алюминия посредством обжига, такие, как гидроксид алюминия, сульфат алюминия, квасцы, например алюминиевые квасцы, алюминиевые квасцы, гидроксид алюмоаммониевого карбоната и алюмогель, например алюмогель, полученный путем окисления алюминия электрическим разрядом в воде.

На способы синтеза переходного оксида алюминия и сырье, преобразуемое в переходный оксид алюминия при нагреве, нет конкретных ограничений. Гидроксид алюминия, например, можно получать байеровским способом, гидролизом алюминийорганического соединения, или способом, при котором в качестве исходного материала применяют соединение алюминия, восстановленное из отходов веществ, используемых при травлении конденсаторов и т.д.

Переходный оксид алюминия можно получать термообработкой гидроксида алюминия, разложением сульфата алюминия, разложением квасцов, разложением паровой фазы хлорида алюминия или разложением алюмоаммониевого карбоната. Переходный оксид алюминия или сырье, преобразуемое в переходный оксид алюминия при нагреве, обжигают в атмосфере, содержащей по меньшей мере 1 об. %, предпочтительно по меньшей мере 5 об. %, более предпочтительно по меньшей мере 10 об. %, газообразного хлористого водорода. В число газов для разбавления газообразного хлористого водорода входят инертные газы, например азот и аргон, водород и воздух. На давление атмосферы, содержащей хлористый водород, нет

конкретных ограничителей, его выбирают выборочным образом из имеющего место в промышленной практике. α -Оксид алюминия в виде порошка, имеющий желаемые замечательные свойства, можно, таким образом, получить путем обжига при относительно низкой температуре, как будет разъяснено ниже.

Газообразный хлористый водород можно заменить смесью газов, состоящей из хлорида и водяного пара. в этом случае переходный оксид алюминия или сырье, преобразуемое в переходный оксид алюминия при нагреве, обжигают, вводя в атмосферу по меньшей мере 1 об. %, предпочтительно по меньшей мере 5 об. %, более предпочтительно по меньшей мере 10 об. %, газообразного хлора и по меньшей мере 0,1 об. %, предпочтительно по меньшей мере 1 об. %, более предпочтительно по меньшей мере 5 об. % водяного пара. В число газов для разбавления газообразной смеси хлора и водяного пара входят инертные газы, например азот и аргон, водород и воздух. На давление хлорсодержащей и парсодержащей атмосферы конкретных ограничений нет, его выбирают выборочным образом из имеющего место в промышленной практике диапазона.

α -Оксид алюминия в виде порошка, имеющий желаемые замечательные свойства, можно, таким образом, получать путем обжига при отрицательно низкой температуре, как будет разъяснено ниже.

Температура обжига составляет, как правило, 600°C или более, предпочтительно от 600 до 1400°C, более предпочтительно от 700 до 1300°C и наиболее предпочтительно от 800 до 1200°C. Путем обжига при температуре, контролируемой в этом

диапазоне. α -оксид алюминия в виде порошка, содержащего частицы монокристаллического α -оксида алюминия, которые плохо агломерируют и которые, даже сразу же после обжига имеют узкое распределение частиц по размерам, можно

получать с приемлемой для промышленности скоростью образования. = Надлежащее время обжига зависит от концентрации газа в атмосфере обжига, но предпочтительно составляет 1 мин или более, более предпочтительно 10 мин или более. Время

обжига является достаточным, если сырье оксида алюминия выдерживает рост кристалла для получения α -оксида

алюминия. Желательный α -оксид алюминия в виде порошка можно получить за меньшее время обжига, чем то, которое требуется при традиционных способах.

На источник и режим подачи газа в атмосферу обжига конкретных ограничений нет, как и на хлорсодержащий газ, вводимый в реакционную систему, содержащую исходный материал. Например, газообразные компоненты можно подавать из газовых цилиндров. В случае, когда в качестве источника газообразного хлора используют соединение хлора, например раствор соляной кислоты, хлорид аммония или хлорсодержащий высокомолекулярный полимер, то его используют при давлении его паров или в разложенном виде, чтобы получить заданный состав газа. В некоторых случаях использования полученного разложением газообразного хлорида аммония и т.д., в печи для обжига осаждается твердое вещество, вызывая нарушения технологического процесса. Кроме того при возрастании концентрации газообразного хлористого водорода

обжиг можно вести при более низкой температуре и за меньшее время, при этом чистота получаемого α -оксида алюминия может увеличиваться. Отсюда следует, что предварительно подавать хлористый водород или хлор непосредственно из газового цилиндра в печь для обжига. Подачу газа можно осуществлять как непрерывно, так и порциями.

В устройство для обжига конкретных ограничений нет, и можно применять обычную печь для обжига. Печь для обжига предпочтительно изготавливают из материала, стойкого к коррозии, вызванной воздействием газообразного хлористого водорода, газообразного хлора и т.д. Печь предпочтительно оснащают механизмом контроля атмосферы. Ввиду того, что используют кислый газ, например, газообразный хлористый водород или хлор, печь предпочтительно делают воздухонепроницаемой. В случае промышленного производства обжиг предпочтительно осуществляют непрерывно, посредством, например, туннельной печи, вращающейся печи, печи с выкатным поддоном и т.д.

Поскольку реакция происходит в кислотной атмосфере, тигель, лодочку или подобную им оснастку, используемую в технологическом процессе, предпочтительно изготавливают из оксида алюминия, кварца, кислотоупорного кирпича или графита.

Чтобы получить α -оксид алюминия согласно настоящему изобретению, который имеет чистоту оксида алюминия не менее

99,9 мас.% и содержит частицы монокристаллического α -оксида алюминия, имеющие средний диаметр частиц основной фракции более 5 мкм и не более 30 мкм, предпочтительно выбирать из вышеупомянутого сырья такое, которое имеет высокую чистоту оксида алюминия - не менее 99,9 мас.%.

Примеры конкретного предпочтительного сырья включают порошок гидроксида алюминия, полученный гидролизом изопропилата алюминия, и переходный оксид алюминия, полученный термообработкой такого гидроксида алюминия.

Частицы монокристалла, содержащие α -оксид алюминия согласно настоящему изобретению, имеют средний диаметр частиц основной фракции более 5 мкм и не более 30 мкм, отношение D/H от 0,5 до 3,0 и отношение D_{90}/D_{10} не более 10, предпочтительно не более 9, и более предпочтительно не более 7, где D_{10} и D_{90} представляют собой интегральный 10%-ный диаметр и интегральный 90%-ный диаметр соответственно согласно интегральной функции распределения, построенной по стороне частиц, имеющей меньший диаметр, и имеют высокую чистоту, т. е. чистоту оксида алюминия 99,9 мас.% и содержание натрия менее 0,05 мас.% в виде Na_2O .

Примеры

Теперь настоящее изобретение будет проиллюстрировано более подробно со ссылкой на примеры, но при этом нужно понимать, что настоящее изобретение не следует рассматривать как ограничиваемое этими примерами.

Различные измерения в примерах и сравнительных примерах выполняли следующим образом.

1. Диаметр частиц и распределение по диаметрам частиц α -оксида алюминия.

(1) Отношение D_{90}/D_{10} определяли методом лазерного рассеяния с помощью прибора "Master Sizer", изготовитель - Malvern Instruments, Ltd.

(2) Микроснимок α -оксида алюминия делали с помощью РЭМ ("T-300", изготовитель Japan Electron Optics Laboratory Co., Ltd., этот же РЭМ имеется в виду во всех перечисленных ниже случаях применения РЭМ) и выбирали 80 - 100 частиц, представленных на сделанной с помощью РЭМ фотографии, и подвергали их изображениям анализу, чтобы получить среднее значение и распределение их диаметров эквивалентных окружностей. Термин "диаметр эквивалентной окружности" здесь означает диаметр действительной окружности, имеющей площадь, равную площади контура частицы.

2. Форма кристалла (D/H) α -оксида алюминия

Форму частиц α -оксида алюминия представляли в терминах отношения D/H, где D и H определены выше. Отношение D/H

α -оксида алюминия получали как среднюю величину по 5-10 частицам методом анализа изображений представленных на вышеупомянутой фотографии, сделанной с помощью РЭМ.

(1) Число граней кристалла α - оксида алюминия определяли путем визуального контроля вышеупомянутой фотографии, сделанной с помощью РЭМ.

(2) Габитус кристалла частиц α - оксида алюминия определяли с целью оценки формы. Габитус кристалла для частиц α -

оксида алюминия, полученного в настоящем изобретении (обозначенный буквами от А до I), показан на фиг.6 α - оксид

алюминия имеет гексагональное строение а термин "габитус кристалла" применительно к α - оксиду алюминия означает форму его кристалла, отличающегося наличием граней, оставленных "а" - плоскостью {1120}; "с" -плоскостью { 0001} , "n" - плоскостью {2243} и "г" - плоскостью {1012}. На фиг.6 изображены плоскости кристалла "а", "с", "n" и "г".

Чистота оксида алюминия.

Количество ионов внедренных примесей определяли путем эмиссионного спектрохимического анализа, чтобы получить содержание примесей в пересчете на оксиды. Содержание хлора замеряли посредством потенциометрии. Чистоту оксида алюминия получали, вычитая суммарное содержание примесей (в мас.%), рассчитанное указанным образом, из 100 мас.%.
5. Содержание Na_2O

Количество внедренных ионов натрия определяли путем эмиссионного спектрохимического анализа, чтобы получить содержание Na_2O .

В примерах использовали следующее сырье.

1. Переходный оксид алюминия А.

Переходный оксид алюминия, полученный путем обжига гидроксида алюминия, полученного гидролизом изопропилата алюминия ("АКР-С 15", производитель -Sumitomo Chemical Co., Ltd.; диаметр вторичных частиц: около 4 мкм).

2. Гидроксид алюминия А.

Порошок гидроксида алюминия, синтезированного гидролизом изопропилата алюминия диаметр вторичных частиц: около 8 мкм).

3. Гидроксид алюминия С

Порошок гидроксида алюминия, полученный байеровским способом ("С 12) производитель - Sumitomo Chemical Co., Ltd.; диаметр вторичных частиц: около 47 мкм).

В качестве источника газообразного хлористого водорода использовали цилиндр с хлористым водородом (чистота: 99,9 %), поставляемый Tsurumi Soda K. K. , а в качестве источника газообразного хлора - цилиндр с хлором (чистота: 99,4 %), поставляемый Fujimoto Sangyo K.K. Объемный процент водяного пара контролировали посредством регулирования давления насыщенного водяного пара в зависимости от температуры и вводили в печь вместе с газообразным азотом.

Лодочку, сделанную из оксида алюминия, наполняли 0,4 г сырья, такого, как переходный оксид алюминия или гидроксид алюминия, до глубины 5 мм. Обжиг сырья проводили в трубчатой печи ("DSPSP - 28", изготовитель - Motoyama K.K.) с использованием кварцевой трубы (диаметр: 27 мм; длина: 1000 мм). Температуру увеличивали со скоростью 500°C/ч при одновременной подаче азота, газообразный хлористый водород или газообразную смесь хлора и водяного пара вводили в печь по достижении заданной температуры.

Концентрацию газа контролировали посредством регулирования скорости потока газа с помощью расходомера. Линейную скорость потока газа поддерживали на уровне 20 мм/с. Далее эта система именуется системой потока газа. В сравнительном примере 1, где использовали низкую концентрацию газообразного хлористого водорода, обжиг проводили с помощью системы, при которой введение газа прекращали после достижения заданной концентрации. Суммарное давление газов атмосферы обжига было равно атмосферному давлению.

По достижении заданной температуры печь поддерживали при этой температуре (именуемой далее температурой обжига) в течение заданного времени (именуемого далее временем выдержки). По истечении заданного времени выдержки печи

давали остыть, чтобы получить α - оксид алюминия в виде порошка.

Парциальное давление водяного пара контролировали путем регулирования давления насыщенного пар, а водяной пар подавали в печь вместе с газообразным азотом.

Примеры 1-3 и 5

Гидроксид алюминия или переходный оксид алюминия (γ -оксид алюминия) обжигали в атмосфере газообразного хлористого водорода при температуре обжига 1100°C или 800°C.

Условия и результаты обжига приведены в табл. 1 и 2 соответственно. Фотографии, полученные с помощью РЭМ, α - оксида

алюминия, полученного в примерах 1 и 2 , показаны на фиг. 1 и 2 соответственно. Распределение по диаметрам частиц α - оксида алюминия в виде порошка, полученного в примере 2, показано на фиг.3.

Пример 4.

Обжиг переходного оксида алюминия проводили в атмосфере, содержащей 35 об. % газообразного хлора, 5 об.% водяного пара и 60 об.% газообразного азота. Полученный α -оксид алюминия имел такую же высокую степень чистоты, как и тот, который получили в примере 1. Условия и результаты обжига приведены в табл. 1 и 2.

Сравнительные примеры 1 -3.

Сырье оксида алюминия обжигали в атмосфере с низкой концентрацией газообразного хлористого водорода или в соответствии с традиционным способом. Условия и результаты приведены в табл. 1 и 2. Созданные с помощью РЭМ фотографии α -оксида алюминия в виде порошка, полученного в сравнительных примерах 1 и 2, показаны на фиг. 4 и 5 соответственно.

Промышленная применимость

α - оксид алюминия согласно настоящему изобретению можно получать из сырья различных видов, степеней чистоты, форм, размеров и составов. Не имея внутри себя частиц затравочного кристалла - в отличие от порошков, полученных

традиционными гидротермальными способами, обуславливающими добавку затравочного кристалла, - α - оксид алюминия согласно настоящему изобретению однороден по структуре. Он содержит имеющие форму восьмигранника или более

высокую полиэдрическую форму частицы монокристаллического α - оксида алюминия обладающие однородностью мелкозернистых частиц, узким распределением частиц по размерам и не содержащие агломератов.

В частности, монокристаллические частицы, представляющие собой α - оксид алюминия согласно настоящему изобретению, имеют средний диаметр частиц более 5 мкм и не более 30 мкм, отношение D/H от 0,5 до 3,0, отношение D_{90}/D_{10} не более 10,

предпочтительно не более 9, более предпочтительно не более 7, и, кроме того, α - оксид алюминия согласно настоящему

изобретению имеет чистоту α - оксид алюминия 99,90 мас.% или более и содержание натрия менее 0,05 мас. % в виде Na_2O .

α - Оксид алюминия включает частицы монокристаллического α - оксида алюминия высокой степени чистоты, однородной структуры, имеющие узкое распределение частиц по размерам и пригодные к использованию в качестве абразива, сырья для спеченных продуктов, материала для плазменного напыления, наполнители, сырья для монокристаллов, сырья для носителя кристаллизаторов, сырья для флуоресцентных веществ, сырья для герметиков, сырья для керамических фильтров и т.д., и

исключительно полезен для промышленности. Благодаря исключительно высокой чистоте, α - оксид алюминия согласно настоящему изобретению можно использовать, в частности, как исходный материал для монокристаллов, таких, как монокристаллы алюмоиттриевого граната (АИГ), сапфира, рубина и т. д. , и высокочистых спеченных продуктов, при

получении которых нельзя применять α - оксид алюминия низкой чистоты.

Формула изобретения

1. α -Оксид алюминия, содержащий частицы монокристаллического α -оксида алюминия с гексагональной плотноупакованной решеткой, отличающийся тем, что частицы имеют окта- или более высокую полиэдрическую форму, имеют отношение D/H 0,5 - 3,0, где D - максимальный диаметр частицы, параллельный плоскости гексагональной решетки в гексагональной плотноупакованной решетке указанных частиц, а H - диаметр, перпендикулярный указанной плоскости гексагональной решетки, имеют средний диаметр частиц основной фракции более 5 мкм и не более 30 мкм, имеют содержание натрия менее 0,05 мас.% в виде Na_2O и имеют чистоту оксида алюминия не менее 99,90 мас.%.

2. α -Оксид по п. 1, отличающийся тем, что указанные частицы монокристаллического α -оксида алюминия имеют такое распределение размеров частиц, что отношение D_{90}/D_{10} составляет не более 10, где D_{10} и D_{90} - интегральный 10%-ный диаметр и интегральный 90%-ный диаметр соответственно, согласно интегральной функции распределения, построенной по стороне частиц, имеющей меньший диаметр.

5. α -Оксид по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что указанный α -оксид алюминия имеет чистоту оксида алюминия не менее 99,95 мас.%.

4. α -Оксид по п. 1, отличающийся тем, что частицы монокристаллического α -оксида алюминия не содержат кристаллической затравки внутри указанных частиц.

Способ получения α -оксида алюминия

Классификация по МПК: [C01F](#)

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2015105

Автор: Усов Леонид Витальевич

Патентообладатель: Усов Леонид Витальевич

Дата публикации: 30 Июня, 1994

Использование: для получения α -оксида алюминия, применяющегося в электронике, электротехнике, станкостроении, в частности в абразивной промышленности. **Существо изобретения:** гидротермальная обработка смеси гидроксида алюминия и основания, в состав которой включено хромсодержащее соединение. 3 з.п.ф.-лы, 2 табл. **Изобретение относится к области металлургии и может быть использовано в станкостроении (абразивная обработка материалов), электронике (наполнитель), электротехнике (сырье для керамики).**

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому является способ получения α -оксида алюминия, позволяющий получать из аморфного гидроксида алюминия посредством гидротермальной обработки в автоклаве мелкокристаллический материал, состоящий из кристаллов корунда ромбоэдрического габитуса и имеющий абразивную способность 125-130% по сравнению с электроплавленным корундом. Недостатком данного способа является необходимость использования в качестве исходного сырья аморфного гидроксида алюминия, а также его предварительного вымачивания в течение суток в маточном растворе.

Целью изобретения является повышение физико-механических характеристик монокристаллического α -оксида алюминия, в частности микротвердости, проявляющейся в повышенной абразивной способности материала, повышение производительности процесса синтеза.

Цель изобретения достигается тем, то гидроксид алюминия, независимо от содержания воды и степени упорядоченности структуры, смешивают с достаточно растворимым в воде основанием и в полученную смесь дополнительно вводят хромсодержащее соединение. Основание берут в количестве 0,05-5,0 мас.%. а хромсодержащее соединение - в количестве 0,05-10,0 мас.% от массы гидроксида алюминия. Подготовленную смесь вместе с необходимым количеством воды, обеспечивающим требуемое давление, загружают в автоклав. Кристаллизацию проводят при температуре 370-450°C и давлении 100-800 атм в течение 0,3-170 ч.

В результате образуется монофазный мелкокристаллический α -оксид алюминия имеющий окраску от бесцветной до интенсивно-розовой, с Гауссовым распределением размеров частиц, состоящий из отдельных хорошо ограненных кристаллов или их сростков. Абразивная способность продукта, полученного с помощью данного метода, составляет 110-250% по отношению к прототипу.

Данный способ не требует предварительного вымачивания исходного материала, что обеспечивает повышение производительности процесса.

Сравнивали абразивную способность для зернистости М40 материала, полученного данным способом, и материала-прототипа, выделенного в количестве, достаточном для проведения испытаний. Примеры, включающие варианты вводимых соединений и используемые режимы, приведены в табл.1.

Для реализации способа используют достаточно растворимое в воде основание, что не требует увеличения его количества по отношению к массе гидроксида алюминия более 5,0 мас.%. Применение слабого основания потребовало бы увеличения его концентрации, что нецелесообразно, так как снижает выход продукта и его чистоту. Предпочтительно использование сильных оснований, например гидроксидов щелочных металлов. Количество гидроксида щелочного металла выше 2,0 мас.% нецелесообразно из-за повышенного окисления материала автоклава и не способствует дальнейшему улучшению качества

продукта (табл. 1, примеры 18), а ниже 0,05 мас.% не обеспечивает 100%-ного выхода α -оксида алюминия (пр.5).

В качестве хромсодержащего соединения можно использовать, например, достаточно растворимые в воде соли. Количество хромсодержащего соединения может быть до 10 мас.%. Однако предпочтительно использование хорошо растворимых солей с высоким содержанием хрома, например хроматов (бихроматов) щелочных металлов. В этом случае достаточно введение в исходную смесь добавки в количестве 0,05-2,5 мас.%. Добавка хромата (бихромата) щелочного металла в количестве ниже 0,05 мас.% от массы гидроксида алюминия не дает увеличения абразивной способности продукта по сравнению с прототипом (пр.6), а в количестве выше 2,5 мас.% не приводит к дальнейшему увеличению абразивной способности и потому нецелесообразно (пр.7,25). Температура ниже 370°C при всех условиях не обеспечивает фазового превращения гидроксид - оксид алюминия (пр. 8), а выше 450°C нецелесообразна ввиду повышенного износа оборудования (пр. 9). Предпочтительным является температурный интервал 400-430°C. Температура ниже 400°C требует значительного увеличения времени реакции и не обеспечивает достаточно высокого качества материала (пр.10,11), а выше 430°C не приводит к дальнейшему росту абразивной способности (пр.12). Использование давления ниже 100 атм способствует агрегированию кристаллов, что отрицательно сказывается на абразивной способности продукта (пр.13), а выше 800 атм нецелесообразно ввиду повышенных требований к прочности автоклава. Предпочтительным является давление до 500 атм, так как более высокое давление не приводит к дальнейшему росту абразивной способности материала, однако при необходимости максимального повышения производительности процесса давление в автоклаве может быть повышено до

800 атм. Время гидротермальной обработки менее 0,3 ч не позволяет получить 100%-ный выход α -оксида алюминия (пр.16), а более 170 ч во всех случаях является избыточным.

П р и м е р 1. 100 г гидроксида алюминия $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ заливают 50 мл водного раствора, содержащего 4,0 мас.% гидроксида калия KOH и 1,0 мас.% хромата калия K_2CrO_4 , и перемешивают. Полученную смесь вместе с некоторым количеством дистиллированной воды помещают в автоклав из специальной стали с внутренним диаметром 28 мм, имеющим внутренний объем 170 см³ и снабженный цилиндрическим затвором. После этого автоклав герметизируют и выводят на режим. Процесс

гидротермальной обработки проводят при температуре 400°C и давлении 320 атм в течение 41 ч, после чего автоклав охлаждают. Полученный продукт высушивают при температуре 70-90°C в течение 1-2 ч. Синтезированный материал представляют собой мелкокристаллический порошок розового цвета и имеет дифрактограмму, идентичную дифрактограмме

монофазного α -оксида алюминия (табл. 2). Кристаллы α -оксида алюминия, полученного данным способом, имеют близкий к изометричному габитус с преобладающим развитием граней призмы $\{11\bar{2}0\}$ и ромбоэдра $\{10\bar{1}1\}$. Абразивная способность составляет 160% по отношению к прототипу.

Пример 2. 60 г гидроксида алюминия $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ смешивают с 30 мл водного раствора, содержащего гидроксид натрия

NaOH и бихромат натрия $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ в количестве соответственно 4,0 и 3,0 мас.% и помещают в автоклав такого же типа, как в примере 1, вместе с необходимым количеством воды. Автоклав герметизируют и проводят реакцию синтеза при

температуре 430°C и давлении 500 атм в течение 25 ч. Высушенный продукт содержит 100% мелкокристаллического α -оксида алюминия интенсивно-розового цвета и имеет абразивную способность 250% по отношению к прототипу.

Пример 3. 300 г гидроксида алюминия $Al_2O_3 \cdot H_2O$, имеющего слабоупорядоченную структуру, смешивают со 100 мл водного раствора, содержащего гидроксид калия KOH в количестве 5,0 мас.% и бихромат калия $K_2Cr_2O_7$ в количестве 3,0 мас.%, и вместе с требуемым количеством воды помещают внутрь автоклава внутренним диаметром 45 мм, имеющего внутренний объем 500 см³, после чего автоклав герметизируют и помещают в печь. Процесс синтеза проводят при температуре 400°C и давлении 260 атм в течение 45 ч. Продукт реакции характерного внешнего вида (розового цвета)

содержит 100% α -оксида алюминия и имеет абразивную способность 150% по отношению к прототипу.

Пример 4. К 100 г аморфного гидроксида алюминия добавляют 40 мл водного раствора, содержащего гидроксид натрия и хромат калия в количестве соответственно 1,0 и 1,5 мас.%, далее производят операции аналогично примеру 1. Реакцию

проводят при температуре 420°C и давлении 440 атм в течение 72 ч. Продукт реакции - мелкокристаллический α -оксид алюминия розового цвета имеет абразивную способность 200% по сравнению с беспримесным прототипом. Аналогично проводят серию опытов. Остальные примеры приведены в табл. 1.

Сопоставительный анализ полученного материала показал, что его абразивная способность значительно выше абразивной способности материала, получаемого с помощью известного технического решения. Кроме того, производительность при реализации данного технического решения выше благодаря исключению стадии предварительного вымачивания исходного материала. Важным в практическом отношении является и то, что данный способ позволяет использовать различные виды сырья.

Формула изобретения

1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ α -ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, включающий автоклавную гидротермальную обработку смеси гидроксида алюминия и основания при 370 - 450°C, отличающийся тем, что в смесь дополнительно вводят хромсодержащее соединение в количестве до 10,0 мас.%, при этом основание берут в количестве 0,05 - 5,0 мас.% от массы гидроксида алюминия, а гидротермальную обработку проводят при давлении 100 - 800 атм.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве основания берут гидроксид щелочного металла в количестве 0,05 - 2,0 мас.%.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве хромсодержащего соединения берут хромат или бихромат щелочного металла в количестве 0,05 - 2,5 мас.%.

4. Способ по пп.1 - 3, отличающийся тем, что обработку смеси проводят при температуре 400 - 430°C и давлении 100 - 500 атм.

ММ4А Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Номер и год публикации бюллетеня: 27-2000

Извещение опубликовано: 27.09.2000

Способ получения мелкокристаллического корунда

Классификация по МПК: [C01F](#)

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2167817

Автор: Данчевская М.Н., Ивакин Ю.Д., Торбин С.Н.

Патентообладатель: Химический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Данчевская Марина Николаевна, Ивакин Юрий Дмитриевич, Торбин Сергей Николаевич

Дата публикации: 10.10.1997

Начало действия патента: 2 Июня, 1999

Файлы и изображения

Качество кристаллов дано в таблице 1 мас. %

Примеси	Нормы, Al(OH) ₃	Нормы, из 70% H ₂ O	Нормы, для смеси	Нормы, для смеси
Mn	0,0002	0,0003	0,0002	0,0003
Mg	0,001	0,001	0,0005	0,0005
Fe	0,001	0,0003	0,0002	0,0002
Ni	0,0005	0,0001	0,0001	0,0002
Cr	0,0003	0,005	0,0001	0,0001
Co	0,0005	0,0005	0,0001	0,000006
Cu	0,001	0,01	0,001	0,001
Cu	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
Ag	0,0005	0,0005	0,0001	0,00005
Al	0,001	0,0005	0,0005	0,0001
Ti	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005
Pb	0,00005	0,00003	0,00005	0,00001
Σ	0,0192	Σ = 0,018	Σ = 0,003	Σ = 0,0024

Изображения:

Изобретение относится к области синтеза неорганических материалов, а именно мелкокристаллического α -Al₂O₃ (корунда) повышенной чистоты, используемого как сырье для изготовления светопропускающей керамики и лейкосапфира. Задачей предлагаемого изобретения является получение чистого мелкокристаллического корунда с содержанием примесей менее 0,01 мас.% по сумме 12 элементов. Поставленная задача достигается тем, что термopаровую обработку гидроксида алюминия проводят при 380-420°C и давлении паров воды 50-300 атм в присутствии низших предельных спиртов (метилового, этилового, пропилового или бутилового) в количестве 0,06-1% по отношению к массе гидроксида алюминия или с добавкой карбамида в количестве 0,05-0,5% к массе гидроксида алюминия. Образцы корунда, полученные в присутствии органических добавок, соответствуют по чистоте оптическому классу кристаллов и могут быть использованы для наплава монокристаллов лейкосапфира и светопропускающей керамики. 1 табл.

Изобретение относится к области синтеза неорганических материалов, а именно мелкокристаллического α -Al₂O₃ (корунда) повышенной чистоты, используемого как сырье для изготовления светопропускающей керамики и лейкосапфира. Основным требованием к корунду, используемому в качестве сырья для получения указанных материалов, являются содержание минеральных примесей, не превышающее уровень - 0,015 мас.% по сумме 12 элементов.

Известно, что при производстве мелкокристаллического корунда термopаровым способом (ТПС) при 350-450°C и 30-250 атм в присутствии в качестве активатора процесса смеси бромида калия и гидроксида натрия (в соотношении 1/5 - 1/10 при концентрации бромида калия (2-15%)) получается порошкообразный корунд с содержанием примесей Fe, Cr, Cu, Ca, Ti, значительно превышающим уровень, требуемый для изготовления лейкосапфира и керамики (А.С. СССР 1477682, С 01 F 7/02, 07.05.89., Бюл. N 17). Использование в качестве активатора KBr приводит к коррозии металла автоклава и загрязнению продукта.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ получения мелкокристаллического корунда, включающий обработку гидроксида или оксида алюминия при 350-400°C и давлении паров воды 50-400 атм в присутствии активаторов ионного типа (Патент РФ 2077157, С 01 F 7/02, 10.04.97, Бюл. N 10), в частности тетрабората натрия или борной кислоты. В этом случае интенсивность коррозионных процессов значительно снижается и продукт получается менее загрязненным, чем получаемый по способу 1. Однако, уровень чистоты корунда, получаемого по способу 2, также не соответствует требованиям к сырью для изготовления лейкосапфира или керамики, поскольку он содержит 0,018% примесей по сумме 12 элементов (см. 3-й столбец, табл. 1).

Задачей предлагаемого изобретения является получение чистого мелкокристаллического корунда с содержанием примесей менее 0,01 мас.% по сумме 12 элементов.

Поставленная задача достигается тем, что термopаровую обработку гидроксида алюминия проводят при 380-420°C и давлении паров воды 50 - 300 атм в присутствии низших предельных спиртов (метилового, этилового, пропилового или бутилового) в количестве 0,06-1%, по отношению к массе гидроксида алюминия или с добавкой карбамида в количестве 0,05-0,5% к массе гидроксида алюминия. Добавки низших спиртов и карбамида не только предотвращают коррозию внутренних стенок автоклава, но и повышают степень чистоты сырья (гидроксида алюминия), образуя летучие соединения с примесными металлами. Выход за нижний предел указанных интервалов концентраций не дает эффекта очистки продуктов термopаровой обработки от примесей, превышение верхнего предела приводит к зауглероживанию продуктов.

Сущность способа иллюстрируется примерами.

Пример 1. В сосуд высокого давления объемом 1 л загружают 450 г гидроксида алюминия и заливают 65 см³ деионизированной воды, содержащей 0,3% от массы гидроксида алюминия этилового спирта. Автоклав после опрессовывания нагревают до 400°C и выдерживают при этой температуре 72 ч.

Продукт, извлеченный из автоклава после охлаждения, представляет собой мелкокристаллический (50-150 мкм) корунд с химическим составом: Al₂O₃ - 99,9915%, Si - 0,005%, Mn - < 0,0003%, Mg - 0,0005%, Fe - 0,0005%, Ni - 0,0001%, Cr - < 0,0004%, Cu - 0,00001%, Ca - 0,001%, Co - < 0,0001%, Ti - < 0,0005%, Pb - 0,00005%, Ag - 0,00005%.

Пример 2. В сосуд высокого давления объемом 1 л загружают 450 г гидроксида алюминия и заливают 65 см³ деионизированной воды, содержащей 0,15% от массы гидроксида алюминия карбамида. Автоклав после опрессовывания нагревают до 400°C и выдерживают при этой температуре 72 ч.

Продукт, извлеченный из автоклава после охлаждения, представляет собой мелкокристаллический (50-150 мкм) корунд с химическим составом: Al₂O₃ - 99,996%, Si - 0,001%, Mn - 0,00005%, Mg - 0,0007%, Fe - 0,0002%, Ni - < 0,0001%, Cr - 0,0002%, Cu - 0,00005%, Ca - 0,001%, Co - < 0,00001%, Ti - < 0,00001%, Pb - 0,00005%, Ag - 0,00005%.

Для сравнения в таблице приведен состав примесей в исходном сырье (гидроксид алюминия Пикалевского глиноземного комбината) и образцов корунда, полученных с использованием добавок этилового спирта (0,5%) и карбамида (0,3%) и без них (синтез корунда в этом случае проводился в присутствии добавки тетрабората натрия). Из таблицы видно, что содержание примесей по сумме 12 элементов у корунда, полученного с добавкой этилового спирта, снижается в 6 раз, а карбамида - в 7,5 раз по сравнению с корундом, полученным без органических добавок.

Количество примесей дано в таблице в мас. %.

Образцы корунда, полученные в присутствии органических добавок, соответствуют по чистоте оптическому классу кристаллов и могут быть использованы для наплава монокристаллов лейкосапфира и светопропускающей керамики.

Формула изобретения

Способ получения мелкокристаллического корунда, включающий термopаровую обработку гидроксида алюминия при 380-420°C и давлении 50-300 атм, отличающийся тем, что термopаровую обработку проводят в присутствии низшего предельного спирта - 0,06-1% от массы гидроксида алюминия или карбамида - 0,05-0,5% от массы гидроксида алюминия.

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **03.06.2009**

Дата публикации: [10.12.2011](#)

Способ получения порошка альфа-окси алюминия (варианты)

Классификация по МПК: [C01F](#)

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2126364

Автор: Масахиде Мохри (JP), Йосино Утида (JP), Йосинари Савабе (JP)

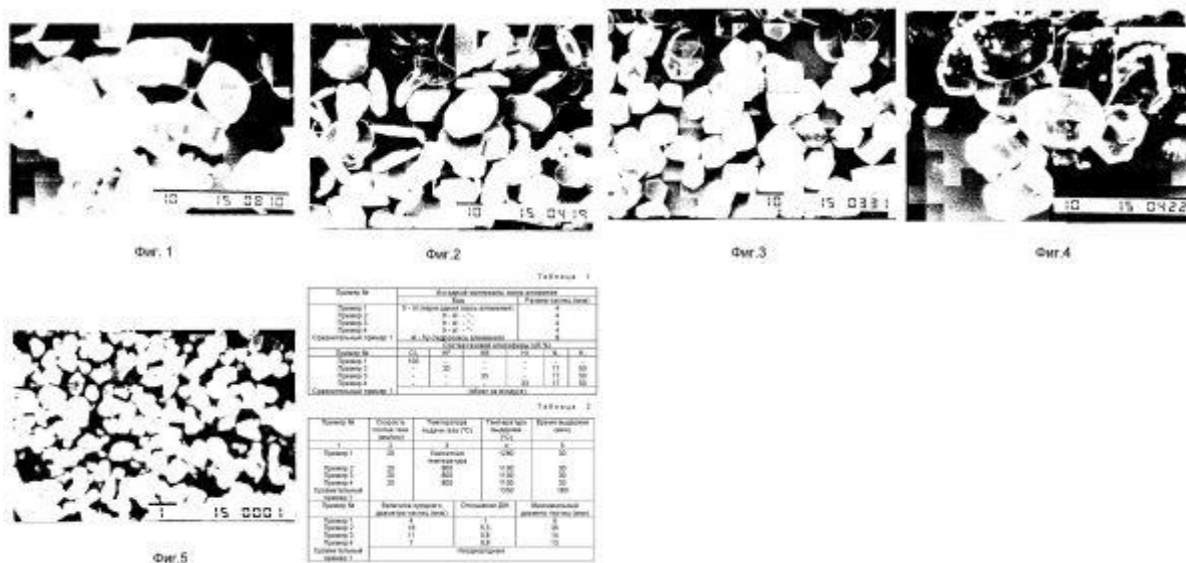
Патентообладатель: Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP)

Дата публикации: 20 Февраля, 1999

Адрес для переписки: 103735 Москва, ул.Ильинка 5/2, Союзпатент Патентному поверенному Томской Е.В.

Файлы и изображения

Изображения:



Изобретение предназначено для получения порошка альфа-окси алюминия. По первому варианту, по меньшей мере одну переходную окись алюминия и материал, предшествующий переходной окиси алюминия, способный превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, обжигают в газовой атмосфере, содержащей по меньшей мере приблизительно 5 об. % от всей газовой атмосферы галогена, выбранного из группы, состоящей из фтора, хлора, брома и йода. По второму варианту, по меньшей мере одну переходную окись алюминия и материал, предшествующий переходной окиси алюминия, способный превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, обжигают в газовой атмосфере, содержащей по меньшей мере приблизительно 1 об. % от всей газовой атмосферы галогенида водорода, выбранного из фтористого водорода, бромистого водорода и йодистого водорода. По третьему варианту, по меньшей мере одну переходную окись алюминия и материал, способный превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, обжигают в газовой

атмосфере, содержащей компонент, полученный из по меньшей мере приблизительно 1 об. % от всей газовой атмосферы газообразного галогена, выбранного из газообразного фтора, газообразного брома и газообразного йода и по меньшей мере приблизительно 0,1 об. % от всей газовой атмосферы пара. Изобретение позволяет получать порошок альфа-окси алюминия, содержащий монокристаллические частицы, имеющий высокую частоту, однородность, узкий гранулометрический состав основных частиц и октаэдрическую и высшую полиэдрическую форму. 3 с. и 21 з.п.ф.-лы, 5 ил., 2 табл.

,,*,*

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Настоящее изобретение относится к способу получения порошка альфа-окси алюминия.

Порошок альфа-окси алюминия нашел широкое применение в качестве исходного материала для абразивов, спеченных изделий, материалов для плазменного распыления, наполнителей и так далее. Порошок альфа-окси алюминия, полученный с помощью обычных способов, с помощью которых получают, как правило порошки, включающие поликристаллические частицы неправильной формы, содержит много агломерированных частиц и имеет широкий гранулометрический состав частиц. Кроме того, чистота такого обычного порошка альфа-окси алюминия является недостаточной для некоторых случаев применения. Чтобы преодолеть эти недостатки, для некоторых специальных случаев применения использовали порошок альфа-окси алюминия, полученный, как описано ниже, с помощью специальных способов. Однако эти специальные способы еще включают в себя трудность получения порошка альфа-окси алюминия с узким гранулометрическим составом частиц, который содержит однородные частицы альфа-окси алюминия.

Среди известных способов получения порошка альфа-окси алюминия самым экономичным способом является способ Байера. В способе Байера боксит преобразуют в гидроокись алюминия или переходную окись алюминия, которую затем обжигают на воздухе для получения порошка альфа-окси алюминия.

Гидроокись алюминия или переходная окись алюминия, которую получают в качестве промежуточного продукта в промышленном масштабе, при низкой стоимости, как правило, содержит агломерированные частицы, имеющие диаметр более 10 микрон. Порошок альфа-окси алюминия, полученный с помощью обжига такой гидроокиси алюминия или переходной окиси алюминия на воздухе, содержит главным образом частицы неправильной формы, содержащие много крупных сильно агломерированных частиц. Порошок альфа-окси алюминия, содержащий крупные агломерированные частицы, для получения окончательного продукта подвергают помолу в шаровой мельнице, вибромельнице и так далее, но помол не всегда является простой операцией и увеличивает общую стоимость. Кроме того, порошок альфа-окси алюминия, имеющий плохую размолоспособность, требует длительное время для размалывания. Следовательно, может быть образован слишком мелкий порошок, который непригоден особенно в качестве исходного материала абразивов.

Для решения этих проблем было сделано несколько предложений. Например, в JP-A-59- 97528 (используемый здесь термин "JP-A" означает "неизученная опубликованная заявка на патент Японии") описывается способ улучшения формы порошка альфа-окси алюминия, который содержит для получения порошка альфа-окси алюминия обжиг гидроокиси алюминия, полученной с помощью способа Байера, в присутствии бора, содержащего аммоний, или минерализатора семейства бора. Чтобы одновременно удалить натрий и регулировать размер частиц, было предложено проводить обжиг содержащей натрий гидроокиси алюминия, полученной с помощью способа Байера, в присутствии (1) материала, содержащего хлор, и материала, содержащего фтор (как описывается в патенте Великобритании 990801), или (2) борной кислоты и хлорида, например, хлористого аммония или хлористого водорода (как описывается в патенте Западной Германии 176511). В JP-B-43-8929 (используемый здесь термин "JP-B" означает "неизученная опубликованная заявка на патент Японии") описывается обжиг гидрата окиси алюминия в присутствии хлористого аммония.

Однако каждый из этих предложенных способов еще является неудовлетворительным для получения однородного порошка альфа-окси алюминия высокой чистоты, имеющего однородную форму частиц и узкий гранулометрический состав частиц. Известные специальные способы получения альфа-окси алюминия включают в себя гидротермический способ, содержащий гидротермическую реакцию гидроокиси алюминия в присутствии корунда в качестве зародыша кристаллизации (как описывается в JP-B-57-22886), и способ флюсования, содержащий обжиг гидроокиси алюминия в присутствии флюса семейства фтора, имеющего температуру плавления 800°C или менее (как описывается в JP- A-3-131517).

Поскольку гидротермальный способ осуществляют при высокой температуре и высоком давлении, он вызывает проблему, которая заключается в том, что полученный порошок альфа-окси алюминия становится дорогим. Поскольку введенный флюс остается в порошке альфа-окси алюминия, полученного с помощью способа флюсования, он вызывает проблему, которая заключается в том, что оставшийся флюс должен быть извлечен путем промывания, чтобы получить альфа- окись алюминия высокой чистоты.

Целью настоящего изобретения является обеспечение способа получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия из различных исходных материалов окиси алюминия. Другой целью настоящего изобретения является обеспечение способа получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, имеющие октаэдрическую или высшую полиэдрическую форму, отношение Д/Н от 0,5 до 30, узкий гранулометрический состав основных частиц и высокую чистоту окиси алюминия, отдельные частицы, имеющие однородный состав и структурную однородность.

Эти и другие объекты и эффекты настоящего изобретения станут очевидными из следующего описания.

Было обнаружено, что указанные выше цели настоящего изобретения выполняются путем обжига исходного материала окиси алюминия в газовой атмосфере, содержащей конкретное количество конкретного компонента. Настоящее изобретение было выполнено на основе этого открытия.

Настоящее изобретение относится к способу получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, причем способ содержит этап обжига по меньшей мере одной переходной окиси алюминия и предшествующего материала переходной окиси алюминия, способного стать переходной

окисью алюминия при нагревании в газовой атмосфере, содержащей (1) по меньшей мере приблизительно 5 об.% от всей газовой атмосферы, галоген, выбранный из группы, состоящей из фтора, хлора, брома и йода, (2) по меньшей мере приблизительно 1 об.% от всей газовой атмосферы, галогенид водорода, выбранный из группы, состоящей из фтористого водорода, бромистого водорода и йодистого водорода, или (3) компонент, полученный из по меньшей мере приблизительно 1 об.% от всей газовой атмосферы газа галогена, выбранного из газа фтора, газа брома и газа йода, и по меньшей мере приблизительно 0,1 об.% от всей газовой атмосферы, пара.

Фиг. 1 - фотография, выполненная с помощью растрового электронного микроскопа (увеличение: 4500), на которой показана структура частиц порошка альфа-окси алюминия, полученного в Примере 1.

Фиг. 2 - фотография, выполненная с помощью растрового электронного микроскопа (увеличение: 900), на которой показана структура частиц порошка альфа-окси алюминия, полученного в Примере 2.

Фиг. 3 - фотография, выполненная с помощью растрового электронного микроскопа (увеличение: 900), на которой показана структура частиц порошка альфа-окси алюминия, полученного в Примере 3.

Фиг. 4 - фотография, выполненная с помощью растрового электронного микроскопа (увеличение: 4300), на которой показана структура частиц порошка альфа-окси алюминия, полученного в Примере 4.

Фиг. 5 - фотография, выполненная с помощью растрового электронного микроскопа (увеличение: 900), на которой показана структура частиц порошка альфа-окси алюминия, полученного в Сравнительном примере 1.

Порошок альфа-окси алюминия в соответствии с настоящим изобретением может быть получен из исходного материала окиси алюминия из переходной окиси алюминия, причем исходный материал способен превращаться в переходную окись алюминия при нагревании (ниже называется предшествующим материалом переходной окиси алюминия), и его смеси.

Переходная окись алюминия означает все разновидности окиси алюминия, включенные в полиморфную окись алюминия, представленную формулой Al_2O_3 , за исключением альфа-окси алюминия. Конкретные примеры переходной окиси алюминия включают гамма-окись алюминия, бета-окись алюминия и тета-окись алюминия. Исходный (предшествующий) материал переходной окиси алюминия включает в себя те материалы, которые могут быть преобразованы в альфа-окись алюминия через переходную окись алюминия с помощью этапа обжига в соответствии со способом настоящего изобретения. Примеры исходного материала переходной окиси алюминия включают в себя гидроокись алюминия, сульфат алюминия, квасцы (например, алюминиевокалиевые квасцы или алюминиево-аммониевые квасцы), алюминиево-аммониевый карбонат, алюмогель (например, алюмогель, полученный с помощью электрического разряда алюминия в воде).

Переходная окись алюминия и исходные материалы переходной окиси алюминия, которые могут быть использованы в настоящем изобретении, особенно не ограничены в синтезе. Например, гидроокись алюминия может быть получена с помощью способа Байера, гидролизом органоалюминиевого соединения или с помощью способа, начинающегося с извлечения алюминия из отходов травления, используемых для конденсаторов и, так далее. Переходная окись алюминия может быть получена путем термической обработки гидроокиси алюминия, разложением сульфата алюминия, разложением квасцов, разложением газообразной фазы хлорида алюминия, или разложением алюминиево-аммониевого карбоната.

В соответствии со способом настоящего изобретения требуемый порошок альфа-окси алюминия может быть получен даже из гидроокиси алюминия или переходной окиси алюминия, имеющей размер частиц 10 мкм или более, которую получают с помощью промышленного экономичного способа, например, способом Байера.

Переходная окись алюминия и/или ее исходный материал обжигают в (1) газовой атмосфере, содержащей галоген. Примеры галогена, которые могут быть использованы, включают в себя фтор, хлор, бром, и йод, причем фтор и хлор, являются предпочтительными, а хлор является более предпочтительным. Концентрация каждого галогена в газовой атмосфере составляет от всей газовой атмосферы приблизительно 5 об.% или более, предпочтительно приблизительно 10 об. % или более, более предпочтительно 20 об.% или более, а предпочтительнее всего 30 об.% или более. Хотя это и не является ограничивающим, но введение галогена в газовую атмосферу, как правило, выполняют путем введения газа галогена в реакционную систему. Компонент (компоненты), отличный от галогена в газовой атмосфере, так называемый газ-разбавитель, включает в себя инертные газы (например, азот и аргон), водород и воздух. Давление галоген-содержащей газовой атмосферы не является критичным и может быть выбрано произвольно из практического промышленного диапазона.

Обжиг в содержащей галоген газовой атмосфере предпочтительно проводят при температуре от 1150°C до 1500°C, а более предпочтительно при температуре от 1200°C до 1400°C. Если исходный материал, то есть переходная окись алюминия, и/или ее исходный материал, имеет большие размеры частиц, например, если используют агломерированные частицы, имеющие средний размер частиц, превышающий 10 мкм, предпочтительной является относительно высокая температура обжига в пределах указанного выше диапазона, конкретно температура 1250°C или выше.

Обжиг должен продолжаться в течение времени, достаточного для роста (превращения) исходного материала в альфа-окись алюминия. В зависимости от вида и концентрации газовой атмосферы, температура обжига и других параметров, время отжига, как правило, составляет 1 минуту или более, а предпочтительно 10 минут или более, но не ограничивается этими значениями. В соответствии с этим способом, порошок альфа-окси алюминия, содержащей монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, может быть получен при меньшем времени обжига по сравнению с обычными способами.

Газовая атмосфера, содержащая галоген, (1) может быть заменена газовой атмосферой, содержащей (2) галогенид водорода. В этом случае переходная окись алюминия и/или ее исходный материал обжигают в атмосфере, содержащей галогенид водорода в концентрации приблизительно 1 об.% или более, предпочтительно 5 об. % или более, более предпочтительно 10 об.% или более, а предпочтительнее всего 20 об.% или более, от всей газовой атмосферы. Примеры галогенида водорода, который может быть использован, включает в себя фтористый водород, бромистый водород и йодистый водород, причем фтористый водород и бромистый водород являются предпочтительными, а бромистый водород является более предпочтительным. Хотя это и не является ограничивающим, но введение галогенида водорода в газовую атмосферу, как правило, выполняют введением в реакционную систему газа галогенида водорода. Компонент (компоненты), отличный от галогенида водорода в газовой атмосфере, так называемый газ-разбавитель, включает в себя инертные газы (например, азот

и аргон), водород и воздух. Давление содержащей галоген газовой атмосферы не является критичным и может быть выбрано произвольно из практического промышленного диапазона.

Обжиг в содержащей галогенид водорода газовой атмосфере проводят при температуре от 600°C до 1400°C, более предпочтительно при температуре от 700°C до 1300°C, а предпочтительнее всего при температуре от 800°C до 1200°C. Если исходный материал, то есть переходная окись алюминия и/или ее исходный материал, имеет большие размеры частиц, например, если используют агломерированные частицы, имеющие средний размер частиц, превышающий 10 мкм, предпочтительной является относительно высокая температура обжига в пределах указанного выше диапазона, конкретно температура 800°C или выше.

Обжиг должен продолжаться в течение времени, достаточного для роста (превращения) исходного материала в альфа-окись алюминия. В зависимости от вида и концентрации газовой атмосферы, температуры обжига и других параметров, время обжига, как правило, составляет 1 минуту или более, а предпочтительно 10 минут или более, но не ограничивается этими значениями. В соответствии с этим способом, порошок альфа- окись алюминия, содержащий монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия, может быть получен при меньшем времени обжига по сравнению с обычными способами. Газовая атмосфера, содержащая галоген, (1) или галогенид водорода (2) может быть заменена газовой атмосферой, содержащей (3) компонент, полученный из газа галогена и пара. В этом случае, переходная окись алюминия и/или ее исходный материал обжигают в газовой атмосфере, содержащей компонент, получаемый приблизительно 1 об.% или более газа галогена и приблизительно 0,1 об. % или более пара; более предпочтительно приблизительно 10 об.% или более газа галогена и приблизительно 1 об.% или более пара; а предпочтительнее всего приблизительно 20 об.% или более газа галогена и предпочтительнее всего приблизительно 2 об. % или более пара, каждого от всего объема газовой атмосферы. Примеры используемого газа галогена включают в себя газ фтор, газ бром и газ йод, причем газ фтор и газ бром являются предпочтительными, а газ бром является более предпочтительным. Хотя это и не является ограничивающим, но введение компонента, получаемого из галогена и пара в газовую атмосферу может быть выполнено, как правило, введением в реакционную систему газа галогена и пара. Компонент (компонент), отличный от компонента, получаемого из галогена и пара в газовой атмосфере, так называемый газ- разбавитель, включает в себя инертные газы (например, азот и аргон), водород и воздух. Давление газовой атмосферы не является критичным и может быть выбрано произвольно из практического промышленного диапазона.

Обжиг в газовой атмосфере, содержащей компонент, полученный из газообразного галогена и пара, предпочтительно проводят при температуре от 600°C до 1400°C, более предпочтительно при температуре от 700°C до 1300°C, а предпочтительнее всего при температуре от 800°C до 1200°C. Если исходный материал, то есть переходная окись алюминия и/или ее исходный материал, имеет большие размеры частиц, например, если используют агломерированные частицы, имеющие средний размер частиц, превышающий 10 мкм, предпочтительной является относительно высокая температура обжига в пределах указанного выше диапазона, конкретно температура 800°C или выше.

Обжиг должен продолжаться в течение времени, достаточного для роста (превращения) исходного материала в альфа- окись алюминия. В зависимости от вида и концентрации газовой атмосферы, температура обжига и других параметров, время обжига, как правило, составляет 1 минуту или более, а предпочтительно 10 минут или более, но не ограничивается этими значениями. В соответствии с этим способом, порошок альфа-окиси алюминия, содержащий монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия, может быть получен при меньшем времени обжига по сравнению с обычными способами.

Способ подачи газовой атмосферы в систему особенно не ограничивается, пока газовая атмосфера, содержащая (1) галоген, (2) галогенид водорода или (3) компонент, получаемый из газа галогена и пара, может быть введена в реакционную систему, содержащую исходный материал, например, переходную окись алюминия. Концентрация галогена, галогенида водорода или компонента, получаемого из газа галогена и пара, в газовой атмосфере в течение обжига должна регулироваться. Баллон газа, как правило, используют в качестве источника подачи галогена, галогенида водорода и газа галогена. Если в качестве источника галогена, галогенида водорода или газа галогена используют водный раствор галогенида водорода, соединение водорода, например, галогенид аммония, или высокомолекулярный полимер, содержащий галоген, то они могут подаваться при давлении их пара или разлагаться так, чтобы дать предписанную композицию газа. Подача газа может осуществляться непрерывно или периодически.

Устройство обжига особенно не ограничивается и может быть использована обычная печь для обжига. Печь для обжига предпочтительно изготавливают из материала, который способен сопротивляться коррозии в результате воздействия газа галогенида водорода, газа галогена и так далее. Печь предпочтительно оборудуют устройством для регулирования концентрации галогена, галогенида водорода или компонента, получаемого из газа галогена и пара в газовой атмосфере. Вследствие использования кислого газа, например, галогенида водорода или газа галогена, предпочтительно, чтобы печь была герметичной. Для промышленного применения обжиг предпочтительно выполнять в непрерывном режиме, с помощью, например, туннельной печи, вращающейся печи или толкательной печи.

Поскольку реакция протекает в кислой газовой атмосфере, тигель, лодочку или подобный инструмент используемый в этом процессе предпочтительно изготавливают из окиси алюминия, кварца, кислотоупорного кирпича или графита.

Порошок альфа- окиси алюминия, получаемый с помощью способа настоящего изобретения содержит монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия, имеющие октаэдрическую или высшую полиэдрическую форму. Средний диаметр монокристаллических частиц альфа-окиси алюминия, как правило, составляет 4 мкм, или более, а предпочтительно от 4 мкм до 30 мкм. Монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия, полученные в газовой атмосфере, содержащей хлор, бром, йод, бромистый водород, йодистый водород, компонент, получаемый из газа брома и пара, или компонент, получаемый из газа йода и пара, как правило, имеют отношение D/H, в котором D представляет максимальный диаметр частицы параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окиси алюминия, а H представляет максимальный диаметр частицы перпендикулярный этой решетки от 0,5 до 5, а предпочтительно от 0,5 до 3. Частицы, полученные в газовой атмосфере, содержащей фтор, фтористый водород или компонент, получаемый из газа фтора и пара, как правило, имеют отношение D/H от 1 до 30, а предпочтительно от 3 до 30.

Кроме того, порошок альфа-оксида алюминия, содержащий монокристаллические частицы альфа-оксида алюминия, предпочтительно имеет отношение максимального диаметра частицы к величине среднего диаметра частицы 3 или менее, а более предпочтительно 2,5 или менее, как получено в результате визуального анализа. Чистота порошка альфа-оксида алюминия, как правило составляет не менее 99,8%, а предпочтительно не менее 99,9%.

В соответствии со способом настоящего изобретения порошок альфа-оксида алюминия, содержащий монокристаллические частицы альфа-оксида алюминия, имеющие высокую чистоту, однородность, узкий гранулометрический состав основных частиц и октаэдрическую и высшую полиэдрическую форму, может быть получен из исходных материалов оксида алюминия множества видов, форм, размеров и составов, с выгодами промышленного производства.

Порошок альфа-оксида алюминия, получаемый с помощью способа настоящего изобретения, является пригодным в качестве исходного материала для абразивов, спекаемых изделий, материалов для распыления в плазме, наполнителей, монокристаллов, носителей для катализаторов, флуоресцентных веществ, герметиков, керамических фильтров и прокладок для жидкокристаллических ячеек и крайне полезен в промышленности.

Теперь настоящее изобретение будет более подробно проиллюстрировано со ссылкой на Примеры, но при этом не надо понимать, что настоящее изобретение ограничивается ими.

В Примерах и Сравнительных примерах были проведены следующие измерения.

1) Величина среднего диаметра частиц:

С помощью растрового электронного микроскопа (SEM) ("T-300" производства JEOL Ltd., в этом случае и далее использовали один микроскоп) получают микрофотографии порошка альфа-оксида алюминия и 80 - 100 выбранных частиц подвергают анализу изображения для получения среднего диаметра эквивалентного круга. Используемый здесь термин "диаметр эквивалентного круга" означает диаметр истинного круга, имеющего площадь подобную площади частицы.

2) Форма кристалла (отношение D/H):

Форму частиц альфа-оксида алюминия выражали в терминах отношения D/H, в котором D и H определены выше. Для получения среднего отношения D/H на указанной выше микрофотографии, выполненной с помощью растрового электронного микроскопа, и подвергнутой визуальному анализу выбирают от пяти до десяти частиц и подвергают анализу изображения.

Ниже описываются исходные материалы, которые подвергают обжигу в примерах и сравнительных примерах.

1. Переходная окись алюминия:

Переходную окись алюминия, полученную обжигом гидрооксида алюминия, приготовленной путем гидролиза окиси органоалюминия ("AKP-G15", производимого Symitomo Chemical Co., Ltd., диаметр частиц: приблизительно 4 мкм) (сокращено как tr-al в таблицах).

2. Гидроокись алюминия:

Порошок, полученный гидролизом изопророксида алюминия (диаметр вторичной частицы: приблизительно 8 мкм) (сокращено как al-hy в таблицах).

В качестве источника газа хлора использовали хлор в баллонах, производства Fujimoto Sandyo K.K.

Концентрацию галогена или галогенида водорода в газовой атмосфере регулировали путем регулирования расхода газа (скорость газового потока) галогена, галогенида водорода, газа разбавителя и так далее с помощью расходомера (реометра). Линейную скорость потока устанавливали равной 20 - 49 мм/мин (система газового потока). Во всех Примерах и Сравнительных примерах обжиг проводили при атмосферном давлении.

Разложение газа фтористого аммония использовали в качестве источника газа фтористого водорода. Фтористый аммоний нагревали до температуры его сублимации (220°C) и полученный газ вводили в трубу трубчатой печи. Газовая атмосфера состояла из 33 об.% фтористого водорода, 17 об.% водорода, и 50 об.% азота при температуре выдержки (температура обжига) 1100°C.

Разложение газа бромистого аммония использовали в качестве источника газа бромистого водорода. Бромистый аммоний нагревали до температуры его сублимации (420°C) и полученный газ вводили в трубу трубчатой печи. Газовая атмосфера состояла из 33 об.% бромистого водорода, 17 об.% водорода, и 50 об.% азота при температуре выдержки (температура обжига) 1100°C.

Разложение газа йодистого аммония использовали в качестве источника газа йодистого водорода. Йодистый аммоний нагревали до температуры его сублимации (380°C) и полученный газ вводили в трубу трубчатой печи. Газовая атмосфера состояла из 33 об.% бромистого водорода, 17 об.% водорода, и 50 об.% азота при температуре выдержки (температура обжига) 1100°C.

Предписанное количество (0,4 г) исходного материала (переходная окись алюминия и/или ее исходный материал) помещали в лодочку из оксида алюминия высотой 5 мм. Обжиг выполняли в трубчатой печи ("DS PSH-28" производства Motoyama K. K.) при использовании трубы из оксида алюминия (диаметр: 27 мм; длина: 1000 мм). Повышение температуры осуществляли со скоростью 500°C/час, в то время как подаваемый газообразный азот и газ, имеющий предписанный состав, вводили в трубчатую печь, когда температура достигала предписанной температуры (называемой ниже температурой подачи газа). При достижении предписанной температуры, печь выдерживали при этой температуре (называемой ниже температурой выдержки (температура обжига) в течение предписанного времени (называемого ниже временем выдержки - (время обжига)). Если газовая атмосфера содержит газ разложения, реакцию проводили в закрытом состоянии без потока газовой атмосферы. Если газовая атмосфера содержит газ хлор, реакцию проводили в потоке газовой атмосферы при указанной выше линейной скорости потока. После истечения предписанного времени выдержки, печи давали остыть, чтобы получить порошок альфа-оксида алюминия.

ПРИМЕР 1

Переходную окись алюминия (гамма-окись алюминия) в качестве исходного материала окиси алюминия обжигали при температуре обжига 1280°C в течение времени обжига 30 минут в газовой атмосфере, содержащей газ хлор. Газ хлор подавали при комнатной температуре. Параметры обжига и результаты показаны в приведенных ниже Таблицах 1 и 2. На фиг.1 показана фотография, полученная с помощью растрового электронного микроскопа, полученного порошка альфа-окиси алюминия.

ПРИМЕР 2

Переходную окись алюминия (гамма-окись алюминия), в качестве исходного материала окиси алюминия, обжигали при температуре обжига 1100°C в течение времени обжига 30 минут в газовой атмосфере, содержащей газ разложения фтористого аммония (то есть фтористый водород). Газ подавали при температуре 800°C. Параметры обжига и результаты показаны в приведенных ниже Таблицах 1 и 2. На фиг.2 показана фотография, полученная с помощью растрового электронного микроскопа, полученного порошка альфа-окиси алюминия.

ПРИМЕР 3

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 2 за исключением того, что заменили газ разложения фтористого аммония газом разложения бромистого аммония (то есть бромистым водородом). На фиг.3 показана фотография, полученная с помощью растрового электронного микроскопа, полученного порошка альфа-окиси алюминия. Параметры обжига и полученные результаты приведены в Таблицах 1 и 2.

ПРИМЕР 4

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 2 за исключением того, что заменили газ разложения фтористого аммония газом разложения йодистого аммония (то есть йодистым водородом). На фиг.4 показана фотография, полученная с помощью растрового электронного микроскопа, полученного порошка альфа-окиси алюминия. Параметры обжига и полученные результаты приведены в Таблицах 1 и 2.

ПРИМЕР 5

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 2 за исключением того, что использовали газовую атмосферу в которую вводили газ фтор и пар. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия эквивалентный порошку, полученному в Примере 2.

ПРИМЕР 6

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 2 за исключением того, что использовали гидроокись алюминия в качестве исходного материала окиси алюминия. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия эквивалентный порошку, полученному в Примере 2.

ПРИМЕР 7

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 3 за исключением того, что использовали газовую атмосферу, в которую вводили газ бром и пар. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия, эквивалентный порошку, полученному в Примере 3.

ПРИМЕР 8

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 3 за исключением того, что использовали гидроокись алюминия в качестве исходного материала окиси алюминия. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия эквивалентный порошку, полученному в Примере 3.

ПРИМЕР 9

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 4 за исключением того, что использовали газовую атмосферу в которую вводили газ йод и пар. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия эквивалентный порошку, полученному в Примере 4.

ПРИМЕР 10

Обжиг выполняли таким же образом, как и в Примере 4 за исключением того, что использовали гидроокись алюминия в качестве исходного материала окиси алюминия. В результате получали порошок альфа-окиси алюминия эквивалентный порошку, полученному в Примере 4.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ ПРИМЕР 1

Гидроокись алюминия обжигали при температуре обжига 1350°C на воздухе в течение времени обжига 180 минут. На фиг.5 показана фотография, полученная с помощью растрового электронного микроскопа, полученного порошка альфа-окиси алюминия. Параметры обжига и полученные результаты приведены в Таблицах 1 и 2.

Хотя настоящее изобретение было подробно описано со ссылкой на его конкретные примеры, квалифицированному специалисту будет очевидно, что могут быть сделаны различные изменения и модификации без отклонения от его духа и объема.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, включающий обжиг по меньшей мере одной переходной окиси алюминия и материала, предшествующего переходной окиси алюминия, способного превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, отличающийся тем, что обжиг проводят в газовой атмосфере, содержащей по меньшей мере приблизительно 5 об.% от всей газовой атмосферы галогена, выбранного из группы, состоящей из фтора, хлора, брома и йода.
2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит указанный галоген, по меньшей мере приблизительно 10 об.% от всей газовой атмосферы.
3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит указанный галоген, по меньшей мере приблизительно 20 об.% от всей газовой атмосферы.
4. Способ по п.1, отличающийся тем, что обжиг проводят при температуре 1150 - 1500°C.
5. Способ по п.1, отличающийся тем, что материал, предшествующий переходной окиси алюминия, выбирают из группы, состоящей из гидроокси алюминия, квасцов и сульфата алюминия.
6. Способ по п.1, отличающийся тем, что галоген выбирают из группы, состоящей из хлора, брома и йода, а указанный порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы и отношением $D : H$, равным 0,5 - 5, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окси алюминия, а H представляет собой максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
7. Способ по п.1, отличающийся тем, что галогеном является фтор, а порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы с отношением $D : H$, равным - 30, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окси алюминия, а H представляет собой максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
8. Способ по п.7, отличающийся тем, что указанный порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, имеющие отношение $D : H$, равное 3 - 30, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки альфа-окси алюминия, а H представляет собой максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
9. Способ получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, включающий обжиг по меньшей мере одной переходной окиси алюминия и материала предшествующего переходной окиси алюминия, способного превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, отличающийся тем, что обжиг проводят в газовой атмосфере, содержащей по меньшей мере приблизительно 1 об.% от всей газовой атмосферы галогенида водорода, выбранного из фтористого водорода, бромистого водорода и йодистого водорода.
10. Способ по п.9, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит галогенид водорода, по меньшей мере приблизительно 5 об.% от всей газовой атмосферы.
11. Способ по п.9, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит галогенид водорода, по меньшей мере приблизительно 10 об.% от всей газовой атмосферы.
12. Способ по п.9, отличающийся тем, что обжиг проводят при температуре 600 - 1400°C.
13. Способ по п.9, отличающийся тем, что материал, предшествующий переходной окиси алюминия, выбирают из группы, состоящей из гидроокси алюминия, квасцов и сульфата алюминия.
14. Способ по п.9, отличающийся тем, что галогенид водорода выбирают из группы, состоящей из бромистого водорода и йодистого водорода, а указанный порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы с отношением $D : H$, равным 0,5 - 5, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окси алюминия, а H представляет собой максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
15. Способ по п.9, отличающийся тем, что галогенидом водорода является фтористый водород, а порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы с отношением $D : H$, равным 1 - 30, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окси алюминия, а H представляет собой максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
16. Способ по п.15, отличающийся тем, что порошок альфа-окси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, имеющие отношение $D : H$, равное 1 - 30, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окси алюминия, а H представляет максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
17. Способ получения порошка альфа-окси алюминия, содержащего монокристаллические частицы альфа-окси алюминия, включающий обжиг по меньшей мере одной переходной окиси алюминия и материала, предшествующего переходной окиси алюминия, способного превращаться в переходную окись алюминия при нагревании, отличающийся тем, что обжиг проводят в газовой атмосфере, содержащей компонент, полученный из по меньшей мере приблизительно 1 об.% от всей газовой атмосферы газообразного галогена, выбранного из газообразного фтора, газообразного брома и газообразного йода и по меньшей мере приблизительно 0,1 об.% от всей газовой атмосферы пара.
18. Способ по п.17, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит компонент, полученный из по меньшей мере приблизительно 10 об.% от всей газовой атмосферы газообразного галогена, выбранного из газообразного фтора, газообразного брома и газообразного йода и по меньшей мере приблизительно 1 об.% от всей газовой атмосферы пара.

19. Способ по п.17, отличающийся тем, что газовая атмосфера содержит компонент, полученный из по меньшей мере приблизительно 20 об.% от всей газовой атмосферы газообразного галогена, выбранного из газообразного фтора, газообразного брома и газообразного йода и по меньшей мере приблизительно 2 об.% от всей газовой атмосферы пара.
20. Способ по п.17, отличающийся тем, что обжиг проводят при температуре 600 - 1400°C.
21. Способ по п.17, отличающийся тем, что материал, предшествующий переходной окиси алюминия, выбирают из гидроокиси алюминия, квасцов и сульфата алюминия.
22. Способ по п.17, отличающийся тем, что газообразный галоген выбирают из газообразного брома и газообразного йода, а указанный порошок альфа-окиси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы с отношением D : H, равным 0,5 - 5, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окиси алюминия, а H представляет максимальный диаметр частиц, перпендикулярный плоскости решетки.
23. Способ по п.17, отличающийся тем, что газообразный галоген является газообразным фтором, а указанный порошок альфа-окиси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия октаэдрической или высшей полиэдрической формы и отношением D : H, равным 1 - 30, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окиси алюминия, а H представляет максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.
24. Способ по п.17, отличающийся тем, что порошок альфа-окиси алюминия содержит однородные монокристаллические частицы альфа-окиси алюминия, имеющие отношение D : H, равное 0,5 - 5, в котором D представляет максимальный диаметр частиц, параллельный гексагональной плоскости решетки гексагональной плотноупакованной кристаллической решетки альфа-окиси алюминия, а H представляет максимальный диаметр частиц, перпендикулярный этой плоскости решетки.

Способ получения порошка --оксида алюминия и порошок -- оксида алюминия

Классификация по МПК: [C01F](#)

Патентная информация

Патент на изобретение №: 2136596

Автор: Масахиде Мохри (JP), Норико Мацуда (JP), Синитиро Танака (JP), Есио Утида (JP), Есинари Савабе (JP), Хисаси Ватанабе (JP), Хироки Огава (JP)

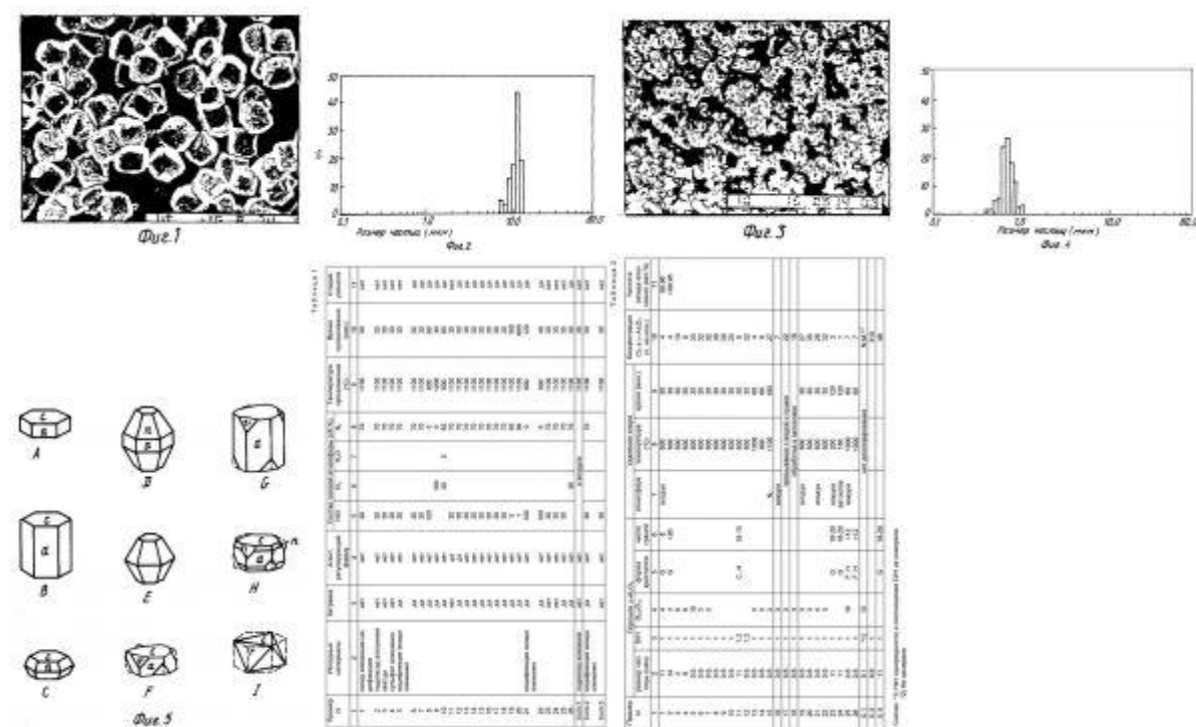
Патентообладатель: Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед (JP)

Дата публикации: 10 Сентября, 1999

Адрес для переписки: 129010, Москва, ул.Б.Спасская 25, стр.3, Союзпатент, патентному поверенному Кирюшиной Л.Н.

Файлы и изображения

Изображения:



Изобретение предназначено для получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия получают путем прокаливания по крайней мере одного исходного материала, выбранного из модификаций оксида алюминия, исключая α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, и соединений алюминия. Прокаливание проводят в галогенсодержащей атмосфере, которая включает газообразный галогенид водорода, газообразный галоген или смесь газообразного галогена и пара и включает по крайней мере 0,1 об.% одного галогенсодержащего газа, выбранного из группы, включающей газообразный галогенид водорода и газообразный галоген, и из прокаленного материала удаляют галоген. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия содержит частицы, которые имеют гексагональную плотноупакованную решетку, формы многогранника с по крайней мере 8 гранями, соотношением Д/Н от 0,5 до 3,0, где Д является максимальным размером частиц в направлении, параллельном плоскости гексагональной решетки, и Н является размером частицы в направлении, перпендикулярном к плоскости гексагональной решетки, соотношением D_{90}/D_{10} 10 или менее, где D_{10} и D_{90} являются размером частицы при 10 и 90% накоплении соответственно от наименьшего размера частицы, и содержание галогена составляет 40 частей на миллион или менее. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет чистоту по крайней мере 99,9 %. Изобретение позволяет получить продукт высокого качества. 2 с. и 15 з.п. ф-лы, 5 ил., 2 табл.

.....

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Настоящее изобретение касается метода получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. В частности, настоящее изобретение касается метода получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающего регулируемым размером и формой частиц, распределением по размеру частиц и низким содержанием галогена, и α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного таким методом.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия широко известен в качестве исходного материала для получения абразивных и металлокерамических материалов и других подобных, известны различные методы его получения. Но такие обычные методы имеют следующие недостатки.

Например, метод, описанный в заявке патента Японии N 131517/1991 (метод в расплаве), дает только частицы порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, которые имеют гексагональную плотноупакованную решетку и форму частиц гексагональной пластины с соотношением Д/Н 5 - 40, где Д - представляет собой максимальный размер частиц в направлении, параллельном плоскости гексагональной решетки, Н - представляет размер частицы в направлении, перпендикулярном плоскости гексагональной решетки, и кроме того, этот метод имеет проблему: форма полученных частиц не однородна.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный методом, описанным в патенте Великобритании N 990801 и немецком патенте N 1767511, имеет неоднородную форму частиц и широкое распределение по размеру частиц. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный по методу, описанному в японском патенте N 8929/1968, содержит меньше примесей, но имеет широкое распределение по размерам.

Метод, описанный в японском патенте N 22886/1982, делает возможным контролирование размера частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с помощью добавления корунда в качестве затравки. Однако, этот метод получения является не эффективным в промышленных условиях, так как требует высокого давления и длительного времени.

Методом, описанным в заявке японского патента N 97528/1984, можно получить порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающий средним размером частиц от 1 до 10 мкм и формой с соотношением Д/Н приблизительно 1, но

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия содержит остатки бора и фтора, которые используются в качестве минерализатора при получении, и включает множество агломератов, которые образуются на стадии прокаливания.

Как описано выше, известные методы имеют недостатки, полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет недостаточные упаковочные свойства и не может быть однородно упакован, так как затруднено контролирование размера

частиц полученного порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, форма частиц неоднородна, порошок

α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия включает множество агломерированных частиц, которые - поликристаллические,

или порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет широкое распределение по размеру частиц.

Целью настоящего изобретения является получение порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, не имеющего

недостатков обычного метода получения, и метод для получения такого порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

В результате широких исследований найдено, что при прокаливании модификаций оксида алюминия или соединений алюминия в атмосфере, содержащей по крайней мере 0.1% объемн. галогена, размер и форма частиц полученного порошка

α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия хорошо контролируются, и получают порошок α --оксида алюминия и порошок

α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающий распределением частиц по размерам, и что последующее дегалогенирование дает порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающий хорошими свойствами и низким содержанием галогена.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия преимущественно используется в качестве сырья для металлокерамических материалов высокой чистоты и абразивных материалов, сырья для пористых материалов, таких как керамические фильтры, сырья для монокристаллов и т.д., так как он имеет высокие свойства упаковки, может быть однородно упакован и имеет низкое содержание галогена.

Таким образом, настоящее изобретение предлагает метод получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, включающий стадию прокаливания по крайней мере одного исходного материала, выбранного из модификаций оксида алюминия и соединений алюминия, в галогенсодержащей атмосфере, которая включает газообразный галогенид водорода, газообразный галоген или смесь газообразного галогена и пара, и содержит по крайней мере 0,1% объемн. по крайней мере одного галогенсодержащего газа, выбранного из группы, включающей газообразный галогенид водорода и газообразный галоген и стадию удаления галогена из прокаленного материала.

Кроме того, настоящее изобретение дает порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, включающий частицы, которые имеют гексагональную плотноупакованную решетку, имеющую форму многогранника с по крайней мере 8 гранями, соотношение Д/Н от 0,5 до 3,0, где Д представляет собой максимальный размер частиц в направлении, параллельном плоскости гексагональной решетки и Н - размер частиц в направлении, перпендикулярном плоскости гексагональной

решетки, соотношение D_{90}/D_{10} 10 или менее, где D_{10} и D_{90} являются размерами частиц при 10% и 90% аккумуляровании, соответственно от наименьшего размера частиц, и содержание галогена 40 ч. на млн. или менее.

Фиг. 1 представляет фотографию, сделанную на электронном микроскопе (X 900), порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 1.

Фиг. 2 показывает распределение по размеру частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 1.

Фиг. 3 представляет фотографию порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 16, сделанную на электронном микроскопе (X 4900).

Фиг. 4 показывает распределение по размеру частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 16.

Фиг. 5 показывает особенности кристаллов отдельных кристаллических частиц α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136009/947.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Настоящее изобретение будет объяснено подробно.

Для метода получения настоящего изобретения в качестве исходного материала используют модификации оксида алюминия, соединения алюминия или их смесь. Если необходимо, в исходные материалы могут включать затравку, агент, регулирующий форму, или их смесь.

Модификации оксида алюминия, используемые здесь, означают любой оксид алюминия, имеющий полиморфную структуру,

выраженную Al_2O_3 , исключая α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136009/948.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия. Конкретными примерами

модификаций оксида алюминия являются α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136032/920.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">- оксид

алюминия, α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">- оксид алюминия и т.д.

Примеры соединений алюминия, используемых в качестве исходного материала, включают гидроксид алюминия, сульфат алюминия, квасцы, такие как алюмокалиевый сульфат, алюмоаммониевый сульфат, алюмоаммониевый карбонат, исходные для модификаций оксида алюминия, такие как алюмогель, который получают из алюминия с помощью подводного метода загрузки, и т.д.

Методы, получения модификаций оксида алюминия или соединений алюминия не ограничиваются. Они могут быть получены любыми обычными методами, такими как термообработка гидроксида алюминия, разложение сульфата алюминия, разложение квасцов, газозное разложение хлористого алюминия, разложение алюмоаммониевого карбоната, метод Байера, гидролиз алюминийорганических соединений, метод, использующий в качестве сырья протравленные остатки жидкости при получении конденсаторов и подобные.

С помощью метода настоящего изобретения возможно получение из гидроксида алюминия или модификаций оксида

алюминия требуемого порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающего размером частиц 10 мкм или более крупных, чем получаемые экономическим промышленным методом, таким как метод Байера. В настоящем изобретении размер частиц может контролироваться добавлением затравочных кристаллов.

Если затравочные кристаллы не добавляются, то получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с размером частиц 0.1-30 мкм. В таком случае, размер частиц до некоторой степени может контролироваться выбором исходного материала. Например, при использовании в качестве исходного материала гидроксида алюминия, полученного гидролизом

алюминийорганического соединения, получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с размером частиц приблизительно 18 мкм. Если в качестве исходного материала применяют модификации оксида алюминия, полученные

прокаливанием вышеуказанного гидроксида алюминия, получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с

размером частиц приблизительно 10 мкм. Кроме того, размер частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия может изменяться с помощью выбора условий гидролиза, температуры прокаливания, атмосферы прокаливания и других подобных. Например, если в качестве исходного материала используют модификации оксида алюминия, которые получают

при прокаливании при высоких температурах, получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, имеющий маленький размер частиц.

Если добавляют затравочные кристаллы, то получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с размером частиц от 0.1 до 10 мкм. В этом случае размер частиц контролируется изменением количества затравочных кристаллов. При увеличении количества затравочных кристаллов размер частиц уменьшается. Добавляемое количество затравочных кристаллов обычно составляет от 10^{-3} до 50 частей весовых, предпочтительно от 10^{-3} до 30 частей весовых, более предпочтительно от 10^{-3} до 10 частей весовых на 100 частей весовых количества исходного материала, которое превращается до оксида алюминия. Количество оксида алюминия, используемое здесь, означает чистое количество оксида алюминия после вычитания веса абсорбированной воды или кристаллизационной воды, которая может содержаться в исходном материале модификаций оксида алюминия или гидроксида алюминия.

Затравочный кристалл означает кристалл, который действует в качестве места для роста кристалла порошка α --оксида

алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Может быть использован любой затравочный кристалл, поскольку вокруг него

может расти порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Конкретными примерами затравочных кристаллов являются соединения, такие как оксиды, нитриды, оксинитриды, карбиды, нитрилы, галогениды и бориды алюминия, титана, ванадия, хрома, железа, никеля и т.д. Среди них наиболее предпочтительны оксиды и нитриды. Особенно предпочтительно использование оксидов.

Эти соединения металлов могут использоваться по отдельности или как смеси двух или более из них.

При добавлении затравочных кристаллов могут использоваться различные методы, такие как перемешивание, перемешивание шаровой мельницей, ультразвуковое диспергирование и другие подобные. Вместо добавления затравочных

кристаллов могут быть использованы для контроля размера частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия шлифованные частицы из материала мешалки. Например, если в шаровой мешалке используются мелющие шары из оксида алюминия, шлифованные частицы оксида алюминия смешиваются как затравочные кристаллы в исходном материале для

контролирования размера порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Для регулирования формы частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия предпочтительно добавлять к исходному материалу, а именно модификациям оксида алюминия, соединениям алюминия или смесям их, регулирующий форму агент.

Функциями регулирующего форму агента является регулирование в продолжении роста кристаллов α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия соотношения Д/Н и особенностей кристалла. Может использоваться любой материал, обладающий такими функциями.

Примерами регулирующего форму агента являются отдельные металлы, такие как магний, кальций, стронций, иттрий, цирконий, ниобий, ванадий, молибден, медь, цинк, бор, кремний, лантан, церий, неодим и др., соединения этих металлов, такие как оксиды, нитриды, оксинитриды, карбиды, нитрилы, галогениды, бориды и т.д. Наиболее предпочтительные среди них оксиды.

Отдельные металлы и соединения металлов могут использоваться по отдельности или как смесь двух или более из них.

Ванадий также действует в качестве затравочного кристалла. Количество регулирующего форму агента обычно составляет от 10^{-3} - 50 частей весовых, предпочтительно от 10^{-3} до 30 частей весовых, более предпочтительно от 10^{-3} до 10 частей весовых на 100 частей весовых от количества исходного материала, которое восстанавливается до оксида алюминия.

В качестве регулирующего форму агентов, которые уменьшают соотношение Д/Н, используют магний, кальций, кремний, медь, молибден, ниобий, цинк, цирконий, ванадий или стронций.

В качестве регулирующих форму агентов, которые уменьшают соотношение Д/Н, используют лантан, церий или неодим.

Если контролируют форму кристалла, то в качестве регулирующего форму агента для образования n грани используют

лантан, церий, неодим или цирконий. Для синтеза частиц α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент №

2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающих с и г гранями используют кальций. Для исчезновения грани а используют цирконий. Для образования гексагонального цилиндра, обладающего а и с гранями, используют бор.

Для добавления регулирующего форму агента могут использоваться различные методы, такие как шаровая мельница, ультразвуковое диспергирование и другие. Альтернативно, шлифованные частицы из смешивающего аппарата, такие как среда перемешивания, могут использоваться в качестве регулирующего форму агентов.

Для регулирования размера и формы частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия затравочные кристаллы и регулирующие форму агенты добавляются при одной и той же температуре. Тем самым может быть получен порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, имеющий основной размер частиц и форму частиц, пригодных для предполагаемого использования.

Если затравочный кристалл и регулирующий форму агент прибавляют при одинаковой температуре, то общее количество их обычно составляет от 10^{-3} до 50 частей весовых, предпочтительно от 10^{-3} до 30 частей весовых, более предпочтительно от 10^{-3} до 10 частей весовых на 100 частей весовых исходного материала, из которого получают оксид алюминия.

Прокаливание сырья выполняется в атмосфере, содержащей газообразный галогенид водорода и газообразный галоген и смесь газообразного галогена и пара.

Если на стадии прокаливания используется газообразный галогенид водорода, его концентрация составляет по крайней мере 0.1% объемных, предпочтительно по крайней мере 0.5% объемных, более предпочтительно по крайней мере 1% объемных от целого объема атмосферы газа. Для разбавления галогенида водорода могут использоваться азот, водород, инертный газ, такой как аргон, или воздух.

Давление атмосферы газа, содержащего галогенид водорода, обычно является атмосферным давлением, в то время как оно может быть свободно выбрано в ряду, используемом в промышленности. Прокаливанием исходного материала в такой

атмосфере получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия при относительно низкой температуре.

Температура прокаливания обычно составляет от 500 до 1400°C, предпочтительно от 600 до 1300°C, более предпочтительно от 800 до 1200°C.

Если используется газообразный галоген на стадии прокаливания, то его концентрация составляет, по крайней мере, 0,1% объемных, предпочтительно, по крайней мере, 0,5% объемных, более предпочтительно, по крайней мере, 1% объемных от всего объема атмосферы газа. Для разбавления газообразного галогена могут использоваться азот, водород, инертный газ такой, как аргон, или воздух.

Давление атмосферы газа, содержащей газообразный галоген, обычно составляет атмосферное давление, в то время как оно может быть выбрано свободно из ряда значений, используемых в промышленности. С помощью прокаливания исходного

материала в такой атмосфере газа получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия при относительно низких температурах. Температура прокаливания обычно от 950 до 1500°C, предпочтительнее от 1050 до 1400°C, а наиболее предпочтительнее от 1100 до 1300°C.

Если используется смесь газа галогена и пара на стадии прокаливания, то газообразный галоген используется в концентрации по крайней мере, 0,1% объемных, предпочтительно 0,5% объемных, более предпочтительно по крайней мере 1% объемных, пар используется в концентрации по крайней мере 0,01% объемных, предпочтительно, по крайней мере, 0,1% объемных, более предпочтительно, по крайней мере, 0,5% объемных от всего объема атмосферы газа. Для разбавления газообразного галогена могут использоваться азот, водород, инертный газ, такой как аргон, или воздух. Пар подают в печь прокаливания с газом азотом, его процент в объеме контролируется изменением давления насыщенного пара воды в зависимости от температуры.

Давление атмосферы газа, содержащей смесь газообразного галогена и пара, обычно составляет атмосферное давление, в то время как оно может быть выбрано из любых возможных используемых в промышленности значений. С помощью

прокаливания исходного материала в такой атмосфере газа получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Температура прокаливания обычно составляет от 500 до 1400°C, предпочтительно от 600 до 1300°C, более предпочтительно от 800 до 1200°C.

Если исходный материал прокаливают в вышеприведенной атмосфере газа при соответствующей температуре прокаливания,

то получают промышленно благоприятную скорость получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, частицы которого едва агломерируют и имеют распределение частиц по размеру.

Прокаливание проводится до тех пор, пока модификации оксида алюминия или соединения алюминия растут до кристаллов

α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Время прокаливания составляет предпочтительно по крайней мере одну минуту, более предпочтительно по крайней мере 10 минут.

Согласно методу настоящего изобретения порошок α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE"> -оксид алюминия получают за сравнительно более короткое время в сравнении с обычными методами.

Источник атмосферы газа и способ подачи газа не является определяющим, поскольку газ может подаваться к реакционной системе, в которой присутствует исходный материал, такой как модификации оксида алюминия. Например, в качестве источника газообразного галогенида водорода или газообразного галогена используют в основном газ в баллонах, в то время как возможно использование галогенсодержащих соединений в твердом или жидком состоянии, которые испаряются или сублимируются и загружаются так, что достигается требуемый состав атмосферы.

В качестве твердого или жидкого источника газообразного галогенида водорода приводят пример раствора галогенида водорода, такого как фтористоводородная кислота, хлористоводородная кислота и иодистоводородная кислота; галогенсодержащих соединений, таких как галогенид аммония (например, фторид аммония, хлорид аммония, бромид аммония и иодид аммония); галогенсодержащих полимеров; и т.д. Среди них предпочтителен хлорид аммония. Например, так как хлорид аммония сублимируется при приблизительно 400°C, он смешивается с исходным материалом или подается в печь вместе с исходным материалом и сублимируется до образования атмосферы, содержащей хлористоводородный газ. Если прокаливание выполняется периодическим способом при использовании хлорида аммония, то аммоний хлорид полностью разлагается при температуре прокаливания настоящего изобретения с образованием атмосферы, содержащей 33% объемных газа хлористого водорода, 17% объемных газа азота и 50% объемных газа водорода в соответствии с молярными соотношениями. Затем концентрация хлористого водорода может регулироваться с помощью выбора количества загружаемого хлорида аммония и объемом печи.

В качестве твердого или жидкого источника газообразного галогена приводят пример твердого $K_2N_2F_6KF$, твердого иода, жидкого брома, жидкой бромистоводородной кислоты, галогенсодержащих полимеров и т.д. Они могут использоваться аналогично хлориду аммония.

Когда концентрация галогенида водорода является более высокой, может получаться порошок α --оксида алюминия и

порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">/ - оксида алюминия высокой чистоты при более низкой температуре прокаливания за более короткое время прокаливания. Газ может подаваться периодическим или непрерывным способом.

Тип аппаратуры для прокаливания не ограничивается и может быть использовано любое обычное оборудование. Печь предпочтительно делают из материала, который не корродирует под действием газообразного галогенида водорода или газообразного галогена, печь включает устройство для регулирования атмосферы.

Так как используют кислотный газ, такой как галогенид водорода или газообразный галоген, печь является предпочтительно герметичной. При промышленном получении может использоваться туннельная печь, печь барабанного типа или толкательная печь.

Оборудование, используемое в методе настоящего изобретения, такое как тигли или лодочка, делают предпочтительно из глинозема, кварца, кислотоустойчивого кирпича, платины, карбида кремния, алюмосиликата или графита, так как реакция протекает в кислой атмосфере.

Для эффективного выполнения прокаливания исходного материала в промышленных условиях твердый или жидкий источник газообразного галогенида водорода и/или газообразного галогена загружают непосредственно в печь и исходный материал непрерывно прокаливают в атмосфере, содержащей газообразный галогенид водорода и/или газообразный галоген.

В этом случае модификации оксида алюминия и/или соединения алюминия прокаливают с помощью загрузки непосредственно в печь твердого или жидкого источника, газообразного галогенида водорода, твердого или жидкого источника газообразного галогена или их смеси с тем, чтобы образовалась атмосфера, содержащая по крайней мере 1% объемных, предпочтительно по крайней мере 5% объемных, более предпочтительно по крайней мере 10% объемных газообразного галогенида водорода, газообразного галогена или их смеси.

Источник газообразного галогена и пар могут подаваться одновременно.

Концентрация галогенида водорода или газообразного галогена в атмосфере печи прокаливания, в которой прокаливают исходный материал, сохраняется в приведенных выше специфических значениях. Поэтому источник газообразного галогенида водорода или источник газообразного галогена загружают в количестве, необходимом для сохранения такой концентрации. При загрузке источника газообразного галогенида водорода или источника газообразного галогена избыточное количество не является недостатком, и поэтому нет необходимости удалять из печи неиспользованный источник газа.

В предпочтительном воплощении твердый или жидкий источник газообразного галогенида водорода или источник газообразного галогена загружается непосредственно в печь прокаливания. Источник газа может загружаться отдельно или в смеси с исходным материалом для оксида алюминия. Например, когда используют непрерывно работающую печь, в которую исходный материал загружают с интервалами, такую как туннельную печь толкательного типа, источник газа загружают в сосуд, в который загружают исходный материал для оксида алюминия и затем помещают в печь. В этом случае оборудование, подающее газ, которое необходимо при использовании газовых баллонов, может не учитываться.

Для сохранения необходимой концентрации газообразного галогенида водорода и/или газообразного галогена при более высоких температурах гомогенно нагреваемой зоны печи газообразный галогенид водорода и/или газообразный галоген, которые производятся при разложении источников газа, подаются предпочтительно параллельно направлению подачи модификаций оксида алюминия и/или соединения алюминия.

Для подачи газообразного галогенида водорода и/или газообразного галогена параллельно направлению подачи исходного материала, газ подают из входа исходного материала по направлению к гомогенно нагреваемой до высоких температур

зоне с помощью перекачки газа с азотом или газ заканчивают из выхода порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия вентилятором. Тем самым, концентрация галогенида водорода и газообразного галогена в атмосфере печи может быть легко сохранена на конкретном значении в зоне, где прокаливают исходный материал.

Здесь, гомогенно нагреваемая до высоких температур зона означает зону, в которой модификации оксида алюминия и/или соединения алюминия реагируют с газообразным галогенидом водорода и/или газообразным галогеном и прокаливаются. В печи температура в этой зоне должна поддерживаться при высоких значениях, наиболее пригодных для реакции.

Температура прокаливания обычно составляет от 600°C до 1400°C, предпочтительно от 700 до 1300°C, более предпочтительно от 800 до 1200°C. При прокаливании исходного материала при этом ряде температур могут получать

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, обладающий распределением частиц по размерам как раз после прокаливания при промышленно благоприятных скоростях получения.

Время прокаливания аналогично указанному выше.

Хотя используются печи прокаливания непрерывного действия, в которых исходный материал непрерывно загружают и продукт непрерывно выгружают, такие как туннельная печь или печь барабанного типа, предпочтительно используют обжигательную электропечь или туннельную печь типа с нагреванием непрямым газом.

В настоящем изобретении, так как исходный материал прокаливают в атмосфере, содержащей газообразный галогенид водорода, газообразный галоген или смесь газообразного галогена и пара, галоген, остающийся в прокаленном продукте, удаляют из продукта.

Например, поскольку тонкий порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с размером частиц 1 мкм или менее имеет большую площадь поверхности, основная масса порошка может содержать 200 ч. на млн. или более галогена сразу

после прокаливания. Даже порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия с размером частиц несколько мкм и относительно большой площадью поверхности может содержать несколько десятков ч на млн. галогена.

Если используют порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий несколько сотен ч. на млн. или более галогена, например, в качестве сырья для изоляционного материала, то коррозионный газообразный галоген

просачивается из запечатанного IC и разрушает алюминиевую проводку. Поэтому из порошка α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, используемого для применения в областях, в которых ион галогена будет иметь вредное действие, таких как сырье для высокочистых металлокерамических и абразивных материалов, керамических фильтров, герметизирующих материалов, монокристаллов, галоген должен удаляться.

Для удаления галогена могут использоваться следующие методы.

а) Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в атмосфере воздуха или азота, которая дополнительно может содержать по крайней мере 0.1% объемных, предпочтительно по крайней мере 1% объемных, более предпочтительно по крайней мере 10% весовых по крайней мере одного газа, выбранного из группы, включающей пар, кислород, водород, двуокись углерода, спирт и аммоний, при температуре от 550°C до 1400°C, предпочтительно от 600°C до 1200°C, более предпочтительно от 800°C до 1200°C в течение по крайней мере 1 минуты, предпочтительно по крайней мере 10 минут, более предпочтительно по крайней мере 1 часа. Например, если остаточная концентрация галогена сокращается до 10 ч на млн. или менее для некоторых областей применения, то порошок

α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия предпочтительно нагревают в атмосфере, содержащей по крайней мере 1% весовой приведенного выше дополнительного газа при температуре по крайней мере 800°C в течение по крайней мере 30 минут.

в) Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в

атмосфере инертного газа при температуре от 600°C до 1400°C, предпочтительно от 900°C до 1200°C в течение по крайней мере 1 минуты, предпочтительно по крайней мере 30 минут, более предпочтительно по крайней мере 1 часа.

е) Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в вакууме при давлении 1 тор (133,3 Па) или менее, предпочтительно 0.1 тор (13, 33 Па) или менее при температуре от 400°C до 1400°C, предпочтительно от 700°C до 1200°C в течение по крайней мере 1 минуты, предпочтительно по крайней мере 10 минут, более предпочтительно по крайней мере 1 часа.

d), е) и f) α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-окись алюминия, содержащая галоген, (d) промывается водой, щелочным раствором (pH 9 - 13) или спиртом, затем сушится при температуре от 70°C до 300°C, (е) нагревается в воде, щелочном растворе (pH 9 - 13) или спирте до кипения жидкости и сушится при температуре 70°C до 300°C, или (f) обрабатывается в автоклаве водой, щелочным раствором (pH 9-13) или спиртом при температуре от 70°C до 200°C и сушится при температуре от 70°C до 300°C.

Тип щелочного раствора не ограничивается. Например, используется водный аммиак или водный раствор гидроксида натрия с регулированием pH в вышеуказанных пределах.

Тип спирта не ограничивается. Например, предпочтительно используют метанол или этанол.

В случае обработки в автоклаве, когда обработку проводят при давлении насыщенных паров растворителя, галоген может удаляться эффективно. Для сокращения времени обработки используют предпочтительно автоклав, оснащенный механизмом поддержания давления.

Поскольку количества удаляемого галогена очень маленькие, могут использоваться коммерчески имеющиеся печи прокаливания или автоклавы.

Если порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия очень тонкий, то поскольку часть частиц слегка агломерируется, предпочтительно слегка измельчать порошок.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия может легко размалываться до или после удаления галогена. В промышленном масштабе процесс может проектироваться с удобным порядком стадий.

Метод измельчения не ограничивается. Например, может использоваться струйная мельница, вибромельница, шаровая мельница и другие подобные. Среди них предпочтительна струйная мельница.

Агломерация порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного методом настоящего изобретения - слабая и частицы могут быть рассеяны измельчением при небольшой энергии. Например, при использовании струйной мельницы агломерированный порошок настоящего изобретения может быть измельчен при очень низком давлении

подаваемого воздуха, например, 1 - 6 кг/см², при котором порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный обычным методом, не может быть удовлетворительно измельчен.

Поскольку порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный методом настоящего изобретения, имеет регулированный размер частиц, однородную форму частиц и распределение частиц по размеру, он имеет превосходные высокие упаковочные свойства и гомогенные упаковки. Кроме того, он отличается низким содержанием

галогена. Кроме того, частицы α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения имеют превосходную однородность внутренней части частиц, в особенности, когда они получены в отсутствии затравочного кристалла.

Частица α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет гексагональную плотноупакованную решетку, имеющую форму многогранника с по крайней мере 8 гранями, соотношением Д/Н от 0.5 до 3.0, где Д является максимальным размером частицы в направлении, параллельном плоскости гексагональной решетки и Н является размером частицы в направлении, перпендикулярном плоскости гексагональной решетки, Д₉₀/Д₁₀ соотношение 10 или менее, где Д₁₀ и Д₉₀ являются размерами частиц при 10% и 90% накоплений от наименьшего размера частиц, и

содержание галогена 40 ч. на млн. и менее. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет средний размер частиц от 0.1 до 30 мкм.

Так как порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный методом настоящего

изобретения имеет высокие упаковочные свойства, он однородно пакуется и имеет низкое содержание галогена, он хорошо используется как сырье для монокристалла, сырье для высокочистометаллокерамического и абразивного материала, сырье для пористого материала, такого как керамические фильтры, сырье для изоляционного материала и т.д.

Соотношение D_{90}/D_{10} составляет обычно 10 или менее, предпочтительно 7 или менее. Если это соотношение 7 или менее, то

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет лучшие упаковочные свойства и предпочтительно используется в качестве сырья для монокристалла или изоляционного материала, который требует особенно высокие упаковочные свойства.

Содержание галогена обычно составляет 40 ч на млн. или менее, предпочтительно 20 ч на млн. или менее, более предпочтительно 10 ч на млн. или менее. Для использования в качестве сырья для монокристалла или высокочистого металлокерамического материала, содержание галогена составляет предпочтительно 20 ч. на млн. или менее. Для использования в качестве сырья для изоляционного материала, для которого требуется избегать проблемы коррозии, содержание галогена составляет предпочтительно 10 ч. на млн. или менее.

В то время как чистота оксида алюминия зависит от исходного материала, согласно методу настоящего изобретения

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия может быть получен с чистотой как или лучшей, чем уровень чистоты исходного материала.

Чистота оксида алюминия составляет предпочтительно по крайней мере 99.90%, более предпочтительно по крайней мере 99.95%.

Для использования в качестве сырья для монокристаллов чистота оксида алюминия составляет предпочтительно по крайней мере 99.90%. Для использования в качестве сырья для металлокерамического материала высокой чистоты оксида алюминия составляет предпочтительно по крайней мере 99.95%. При чистоте оксида алюминия 99.95% или выше отсутствует ненормальный рост частиц и получают металлокерамический материал, обладающий однородной микроструктурой и

высокой прочностью. Затем такой порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия может использоваться в качестве сырья монокристаллов, которые используются в областях, требующих особенно высокой чистоты, таких как лазерный материал.

В частности, с помощью метода настоящего изобретения, поскольку содержание примесей железа или кальция такое же или

меньшее, чем в исходном материале, так, что любой ненормальный рост отсутствует, порошок α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения предпочтительно используется в качестве сырья для металлокерамического материала высокой чистоты.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия может обрабатываться следующим методом и использоваться в вышеуказанных применениях.

Монокристалл может быть получен, например, методом Czochralski, которому процесс, включающий заполнение тигля

исходным порошком α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, нагревание до температуры плавления для расплавления порошка и охлаждение, повторяют несколько раз до заполнения расплавом тигля и извлекают оксид алюминия. Этот метод требует снижения количества нагревания и стадии расплава с точки зрения стоимости и

загрязнения примесями. С этой целью предпочтительно увеличить объемную плотность исходного порошка α --оксида

алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif"

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения предпочтительно используется в качестве исходного материала для монокристалла, поскольку он имеет регулируемый размер частиц, однородную форму частиц и

распределение частиц по размерам, и поэтому он имеет более высокую объемную плотность, чем обычный порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Для получения металлокерамического материала и пористого материала, такого как керамические фильтры, порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif"

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения формуют с помощью прессования, отливки, литьевого прессования, экструзии и т.д., прокаливают и обрабатывают.

В случае металлокерамических тел высокой чистоты, когда порошок, пакующийся в сырое тело, неоднороден, тело на стадии прокаливания усыхает неровно так, что ухудшается пространственная точность. Если распределение частиц по размеру - широкое, включаются агломерированные частицы или содержатся примеси, то прочность или износостойкость тела уменьшаются. Поэтому для получения металлокерамических тел высокого качества предпочтительно использование

порошка α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения, который

содержит очень немного агломерированных частиц и может давать однородно упакованные сырые тела. Порошок α --оксида

алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif"

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения используется предпочтительно для получения металлокерамических тел высокого качества, поскольку он имеет однородную форму частиц и распределение частиц по размерам и может быть однородно упакован.

Так как пористый материал такой как керамические фильтры, требуется для фильтрования различных веществ, обладающих различным размером частиц, и для получения высокой эффективности фильтрования, предпочтителен пористый материал, в

котором может контролироваться размер пор, и который имеет распределение пор по размеру. Использование порошка α --

оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif"

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения предпочтительно для получения пористого материала, такого как керамические фильтры, так как он имеет однородную форму частиц и распределение частиц по размерам и размер его частиц может регулироваться и может быть получен пористый материал, такой как керамические фильтры, с требуемым размером пор.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения смешивают с эпоксистолой и используют в качестве изоляционного материала, которым покрывают IC или LS1 для улучшения механической прочности, теплостойкости, долговечности, удельной теплопроводности и других подобных качеств.

Использование порошка α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения в качестве сырья для изоляционного материала предпочтительно, поскольку он имеет однородную форму частиц, распределение частиц по размерам, он однородно упакован и, кроме того, он содержит только небольшое количество галогена, который вызывает коррозию, и его качество высоко.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения имеет высокое сопротивление раздавливанию и является также предпочтительным для использования в качестве абразивного материала.

Кроме того, поскольку порошок α --оксида алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения имеет высокие упаковочные свойства, однородно пакуются и содержат небольшое количество галогена, он может использоваться в качестве сырья для монокристаллов, таких как YAG (иттрий-алюминий гранат), сапфир или рубин, сырья для металлокерамических тел высокого качества, абразивных материалов, сырья для керамических фильтров или сырья для изоляционных материалов.

Настоящее изобретение иллюстрируется следующими примерами, которые во всяком случае не ограничивают область настоящего изобретения.

В примерах проводятся следующие измерения:

1. Измерение численного среднего размера частиц и распределения по размеру частиц (D_{90}/D_{10}) порошка α --оксида

алюминия и порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

1) Численный средний размер частиц получают с помощью отбора 80 - 100 частиц на фотографии α --оксида алюминия и

порошок α -- оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, сделанной на сканирующем электронном микроскопе T - 300 от Nippon Electron Co., Ltd. И анализа изображения по подсчету средней величины эквивалентных диаметров окружности частиц и распределения. Эквивалентным радиусом окружности является диаметр окружности, имеющей ту же площадь, что и частица на фотографии.

2) Соотношение D_{90}/D_{10} измеряют с помощью измерителя (выпускаемого Malvern Instrument, Inc), который измеряет по принципу метода рассеивания лазерного луча. D_{10} и D_{90} являются размерами частиц при 10% и 90% накопления, соответственно от наименьшего размера частиц в накопленном распределении частиц по размеру.

2. Измерение формы частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия

Здесь форма частиц выражается соотношением Д/Н, где Д является максимальным размером частиц α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, имеющей гексагональную плотноупакованную решетку в направлении, параллельном гексагональной плотности решетки и Н является размером частиц в направлении, перпендикулярном к гексагональной плоскости решетки.

Соотношение Д/Н получают выбором 5 - 10 частиц на фотографии порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, сделанной на сканирующем электронном микроскопе Т-300, измерением Д и Н, подсчетом Д/Н соотношения каждой частицы и усреднением Д/Н соотношения для 5-10 частиц.

3. Изменение концентрации остатков галогена

Количество остаточного галогена 10 ч. на млн. или более измеряют рентгеноструктурным флуоресцентным анализом.

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия загружают в контейнер диаметром 40 мм и облучают рентгеновскими лучами.

Количество остаточного галогена менее 10 ч. на млн. измеряют масс-спектрометром с ионизацией вещества в искровом

разряде, так, что порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия наносят на 1п проволоку и анализируют.

4. Количество граней кристалла и формы кристалла

(1) Количество граней кристалла

Делают фотографию порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия на сканирующем электронном микроскопе Т-300 и изображение анализируют.

(2) Оценка формы кристалла

Для оценки формы кристалла порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия настоящего изобретения наблюдают

форму (габитус) кристалла. Формы кристаллов А - 1 частиц α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученные в настоящем

изобретении показаны на фиг. 5. Кристалл α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия имеет гексагональную систему и форма его кристалла означает форму кристалла, характеризующуюся проявлением граней кристаллов, включающих грань а {1120}, грань с {0001}, грань n {2243} и грань r { 1012}.

5. Измерение чистоты оксида алюминия

Количества примесных ионов измеряется эмиссионным спектрохимическим анализом превращенных в количества их окислов.

Содержание галогена измеряется как показано выше.

Чистота оксида алюминия рассчитывается с помощью вычитания общего процента (% весовых) примесей от 100%.

6. Сопротивление раздавливанию частиц

Сопротивление раздавливанию частиц порошка измеряют ультрамаленьким прибором измерения твердости (выпускаемым Shimadzu Corporation).

В примерах используются следующие материалы:

1. Модификация оксида алюминия

Модификацию оксида алюминия получают гидролизом изопропоксиалюминия с образованием гидроксида алюминия и

спекшегося гидроксида алюминия (АКР-G15 (торговая марка) Sumitomo Chemical Co., Ltd., вторичный размер частиц приблизительно 4 мкм).

2. Гидроксид алюминия

Порошок гидроксида алюминия получают гидролизом изопропоксиалюминия и он имеет вторичный размер частиц приблизительно 8 мкм.

3. Газообразный галогенид водорода и газообразный галоген.

В качестве газообразного галогенида водорода используют газообразный хлористый водород. В качестве газообразного хлористого водорода используют хлористый водород из баллона (чистота: 99.9%), выпускаемый Tsurumi Soda Co., Ltd. В качестве газообразного хлора используют газообразный хлор из баллона (чистота: 99.4%), выпускаемый Fujimoto Industries Co., Ltd.

Пример 1

Порошок модификаций алюминия (АКР-G15) (200 г) загружают в графитовую лодочку и прокаливают в цилиндрической печи, имеющей кварцевый муфель. Температура повышается при скорости нагревания 500°C/час при прокачивании азота. Когда температура достигает 800°C, подают хлористый водород из баллона при использовании азота в качестве разбавляющего газа. Концентрация хлористого водорода в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи азота и хлористого водорода с помощью расходомера. Общее количество потока газа регулируется до линейной скорости 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению.

После достижения 1100°C эта температура сохраняется в течение 30 минут, затем самопроизвольно охлаждается.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревают на воздухе при 600°C в

течение 30 минут для удаления хлора для получения требуемого порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Условия получения примеров и примеров для сравнения показаны в таблице 1 и результаты измерений приведены в таблице 2 (см. в конце описания).

Фиг. 1 представляет фотографию порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 1, сделанную

на электронном сканирующем микроскопе, и фиг. 2 показывает график распределения частиц по размерам для порошка α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере.

Частицы имеют сопротивление раздавливанию частиц 580 кг/мм².

Пример 2

Проводят тем же способом, что и в примере 1, за исключением того, что вместо исходного оксида алюминия используют

гидроксид алюминия, который получают гидролизом алюминийорганического соединения, и получают порошок α --оксида

алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif"

ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Результаты приведены в таблице 2.

Пример 3

Получают тем же способом, что и в примере 1, за исключением того, что вместо модификации оксида алюминия

используются квасцы (выпускаемые WAKO JUNYAKU), и получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты показаны в таблице 2.

Пример 4

Получают тем же способом, что и в примере 1, за исключением того, что вместо модификации оксида алюминия используют

сульфат алюминия (выпускаемый WAKO JUNYAKU Co., Ltd.), и получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Результаты приведены в таблице 2.

Пример 5

Модификация оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50 (торговое название), выпускаемый Sumitomo Chemical Co., Ltd.) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, смешивают и наполняют

графитовую лодочку. Согласно этому, тем же способом, что в примере 1, получают α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">/-оксид алюминия. Результаты приведены в таблице 2.

Пример 6

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученный в примере 5, размалывают на струйной мельнице (PJM-100SP, Nippon Pneumatic Industries Co., Ltd.) при давлении воздуха 6 кг/см² и при скорости загрузки порошка 2.4 кг/час. Результаты приведены в таблице 2.

Содержание Fe и Са составляет 7 и 4 ч. на млн., соответственно.

Пример 7

Модификация оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, смешивают и наполняют графитовую лодочку. Затем, в условиях, приведенных в примере

1, смесь прокаливают 30 минут при 1100°C, самопроизвольно охлаждают и получают порошок α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия размалывают на струйной мельнице (PJM-100SP) при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости загрузки порошка 2.4 кг/час, нагревают 30 минут в воздухе для удаления хлора и получают требуемый порошок оксида алюминия. Результаты приведены в таблице 2.

Пример 8

Смесью порошка модификации оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, наполняют графитовую лодочку и прокаливают в цилиндрической печи, имеющей кварцевый муфель. Температура повышается со скоростью нагревания 500°C/час с подачей азота. Когда температура достигает 400°C подают газ, хлористый водород, из баллона. Концентрация хлористого водорода в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи хлористого водорода с помощью расходомера. Поток газа регулируется до линейной скорости 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению. После достижения 600°C температуру поддерживают 90 минут, затем самопроизвольно охлаждают.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревают на воздухе в течение 30 минут при 600°C для удаления хлора, размалывают на струйной мельнице при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости

расхода порошка 2.4 кг/час и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 9

Смесью порошка модификаций оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, наполняют графитовую лодочку, прокаливают в цилиндрической печи, имеющей кварцевый муфель. Температура повышается со скоростью нагревания 500°C/час подачей азота. Когда температура достигает 800°C, подают газ, хлор, из баллона. Концентрация хлора в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи хлора с помощью расходомера. Поток газа регулируется линейной скоростью 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению. При достижении 1200°C, эта температура сохраняется 30 минут, затем охлаждается самопроизвольно.

Для удаления хлора полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревают на воздухе при 600°C в течение 30 минут, размалывают на струйной мельнице при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости подачи порошка 2.4

кг/час и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 10

Смесь порошка модификации оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия (АКР-50) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, загружают в графитовую лодочку, прокаливают в цилиндрической печи, имеющей кварцевый муфель. Температура повышается со скоростью нагревания 500°C/час с подачей азота. Когда температура достигает 600°C, подают газ хлора из баллона при использовании азота в качестве газа-разбавителя. Концентрация хлора в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи хлора и азота с помощью расходомера. Общее количество потока газа регулируется по линейной скорости 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению.

После достижения 800°C, температура сохраняется 90 минут и затем самопроизвольно охлаждается.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия размалывается струйной мельницей при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости подачи порошка 2.4 кг/час, для удаления хлора нагревают на воздухе при 600°C

в течение 30 минут и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 11

Смесью порошка модификаций оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошок MgO (выпускаемый WAKO JUNYAKU Co., Ltd.) (6 г), в качестве регулирующего форму агента, наполняют графитовую лодочку и прокаливают в цилиндрической печи, имеющей кварцевый муфель. Температура достигается при скорости нагревания 500°C/час с подачей азота. Когда температура достигает 800°C подают газ, хлористый водород, из баллона при использовании азота в качестве газа-разбавителя. Концентрация хлористого водорода в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи хлористого водорода и азота с помощью расходомера. Общий поток газа регулируется линейной скоростью 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению.

После достижения 1100°C, эта температура сохраняется 30 минут и затем происходит самопроизвольное охлаждение.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревается на воздухе 30 минут при

600°C для удаления остатков хлора и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты показаны в таблице 2.

Пример 12

Смесью порошка модификации оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50) (6 г), в качестве затравочного кристалла, и порошок MgO (выпускаемый WAKO JUNYAKU Co., Ltd.) (11.6 г) в качестве регулирующего форму агента наполняют графитовую лодочку и прокаливают в цилиндрической печи с кварцевым муфелем. Температура повышается со скоростью нагревания 500°C/час с потоком азота. Когда температура достигает 800°C, подают хлористый водород из баллона при использовании азота в качестве газа-разбавителя. Концентрация хлористого водорода в атмосфере печи контролируется регулированием скорости потока хлористого водорода и азота с помощью расходомера. Общий поток газа регулируется линейной скоростью 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению. После достижения 1100°C, такая температура поддерживается 30 минут и затем происходит самопроизвольное охлаждение.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия размалывается на струйной мельнице при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости подачи порошка 2.4 кг/час, для удаления хлора нагревают на воздухе 30 минут

при 600°C и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 13

Модификация оксида алюминия (АКР-G15) (200 г) и порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (АКР-50) (11.6 г), в качестве затравочного кристалла, смешивают и наполняют смесью графитовую лодочку. Затем, при условиях, описанных в примере 1, смесь прокаливают при 1100°C в течение 30 минут, затем происходит самопроизвольное охлаждение и получают

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревают на воздухе 30 минут при 1000°C для удаления хлора, размалывают на струйной мельнице (PSM-100SP) при давлении воздуха 6 кг/см² при скорости

подачи порошка 2.4 кг/час и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 14

По методу примера 13, за исключением того, что дехлорирование проводят при 900°C, получают порошок α --оксида

алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 15

По методу примера 13, за исключением того, что дехлорирование проводят при 1100°C в течение 180 минут, получают

порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 16

По методу примера 13, за исключением того, что дехлорирование проводят 60 минут при 1000°C при давлении 0.1 тор (13,33

Па), которое создается роторным насосом (GVL) 050A, выпускаемым SHWKU KIKO Co., Ltd.), получают порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Фиг. 3 является фотографией порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 16, сделанной на сканирующем электронном микроскопе и фиг. 4 является графиком, показывающим распределение по размеру

частиц порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 16.

Пример 17

По методу примера 13, за исключением того, что дехлорирование проводят промыванием α --оксида алюминия и порошок

α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида

алюминия водой и сушкой 60 минут при 250°C, получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример 18

Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученного в примере 5, замачивают в воде, нагревают в автоклаве 2 часа при 180°C, размалывают на струйной мельнице (PJM-100SP) при давлении

воздуха 6 кг/см² при скорости подачи порошка 2.4 кг/час и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок

α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Результаты приведены в таблице 2.

Примеры 19-22

По методу примера 5, за исключением того, что состав газа, температура прокаливания и время прокаливания изменены как

показано в таблице 1, получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Результаты приведены в таблице 2.

Пример для сравнения 1

В качестве исходного используют гидроксид алюминия, такой же, что используется в примере 2 (200 г), его прокаливают в воздухе в цилиндрической печи с кварцевым муфелем. Температура повышается со скоростью 500°C/час. После достижения 1100°C, такая температура сохраняется 30 минут, затем происходит самопроизвольное охлаждение. Но требуемый порошок

α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия не образуется. Результаты приведены в таблице 2.

Пример для сравнения 2

По методике примера 1, за исключением того, что остаточный хлор не удаляется, получают порошок α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий 310 ч. на млн. хлора. Результаты приведены в таблице 2.

Пример 23

До стадии удаления хлора повторяют методику примера 1 и получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (приблизительно 1 г) загружают в глиноземный тигль и прокаливают в вакууме для удаления хлора.

Тигль, содержащий порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, помещают в электрический нагреватель (металлическая элементная печь) при комнатной температуре, закрывают, нагреватель подключают к роторному насосу при 0.1 тор (13,33 Па), повышают температуру со скоростью нагрева 5°C/мин до 200°C, поддерживая в нагревателе вакуум с помощью роторного насоса. После достижения 200°C, такая температура и давление 0.1 тор поддерживаются 2

часа. Затем температура уменьшается при охлаждении со скоростью 20°C/мин до комнатной температуры. Порошок α --

оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия содержит 3 ч. на млн. хлора.

Условия получения и результаты показаны в таблицах 1 и 2, соответственно.

Пример 24

До стадии удаления хлора повторяют методику примера 1 и получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия нагревают в автоклаве 2 часа при

180°C для удаления хлора и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Содержание хлора составляет 1 ч. на млн.

Условия получения и результаты приведены соответственно в таблицах 1 и 2.

Пример для сравнения 3

По методике примера 1, за исключением того, что не удаляют хлор, модификации оксида алюминия прокалывают и

получают порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия. Форма частиц и распределение

частиц по размеру хорошие, но содержание хлора у порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия составляет 48 ч. на млн.

Пример 25

Модификацию оксида алюминия (α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"

SRC="/images/patents/335/2136009/947.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, AKP-G15) (200 г), порошок α --оксида

алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (AKP-50), в качестве затравочного кристалла, (11.6 г) и изопропанол смешивают. Затем изопропанол упаривают. Смесь модификации оксида алюминия и затравки (приблизительно 200 г) наполняют цилиндрическую печь с кварцевым муфелем. Температуру повышают со скоростью нагревания 500°C/час с потоком газа, азота. Когда температура достигает 800°C подают хлористый водород из баллона при использовании азота в качестве газа-разбавителя. Концентрация хлористого водорода в атмосфере печи контролируется регулированием скорости подачи азота и хлористого водорода с помощью расходомера. Общее количество потока газа регулируется линейной скоростью 20 мм/мин. Общее давление газа равняется атмосферному давлению. После достижения 1100°C такая температура сохраняется 30 минут, затем происходит самопроизвольное охлаждение.

Содержание хлора в полученном порошке α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия измеряется масс-спектрометрией с ионизацией вещества в искровом разряде и составляет 310 ч. на млн.

Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия (приблизительно 1 г) помещают в

глиноземный тигль и прокаливают в вакууме для удаления хлора. Тигль с порошком α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия помещают в электрическую печь (металлическая элементная печь) при комнатной температуре, закрывают в нагревателе, создают вакуум приблизительно 0.1 (13,33 Па) тор с помощью роторного насоса и повышают температуру со скоростью нагревания 5°C/мин до 1000°C, сохраняя при этом вакуум в нагревателе с помощью роторного насоса. После достижения 1000°C такая температура и давление 0.1 тор сохраняются 1 час. Затем температуру снижают со скоростью 20°C/мин до

комнатной температуры и получают дехлорированный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Условия получения и результаты приведены соответственно в таблицах 1 и 2.

Пример 26

По методу примера 25, за исключением того, что вместо хлористого водорода используют в качестве газа хлор, прокаливают

модификацию оксида алюминия. Полученный порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия размалывают в струйной мельнице при давлении воздуха 6 кг/см², при скорости подачи порошка 2.4 кг/час, нагревают для удаления хлора в тех же

условиях, что и в примере 25, и получают требуемый порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия.

Условия получения и результаты приведены соответственно в таблицах 1 и 2.

Пример для сравнения 4

Частицы α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, полученные гидротермальным методом и имеющие размер частиц 10 мкм, имеют сопротивление раздавливанию 13 кг/мм².

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения порошка α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE"> - оксида алюминия, включающий прокаливание по

крайней мере одного исходного материала, выбранного из модификаций оксида алюминия, исключая α --оксида алюминия и

порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, и соединений алюминия, отличающийся тем, что прокаливание проводят в галогенсодержащей атмосфере, которая включает газообразный галогенид водорода, газообразный галоген или смесь газообразного галогена и пара и включает по крайней мере 0,1 об.% по крайней мере одного галогенсодержащего газа, выбранного из группы, включающей газообразный галогенид водорода и газообразный галоген, и из прокаленного материала удаляют галоген.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходный материал содержит по крайней мере одну добавку, выбранную из группы, содержащей затравочный кристалл и регулирующий форму агент.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрация галогенсодержащего газа составляет по крайней мере 1 об.%.

4. Способ по п.3, отличающийся тем, что галогенсодержащий газ производят с помощью подачи непосредственно в систему прокаливания по крайней мере одного источника газа, выбранного из группы, содержащей твердые и жидкие источники газообразного галогенида водорода и твердые и жидкие источники газообразного галогена.

5. Способ по п.3, отличающийся тем, что по крайней мере один источник газа, выбранный из группы, включающей твердые и жидкие источники газообразного галогенида водорода и твердые и жидкие источники газообразного галогена, смешивают с по крайней мере одним исходным материалом и затем смесь подают в систему прокаливания.
6. Способ по п.1, отличающийся тем, что температуру прокаливания поддерживают от 600 до 1400°C.
7. Способ по п.4 или 5, отличающийся тем, что источником газообразного галогенида водорода является галогенид аммония.
8. Способ по п.7, отличающийся тем, что в качестве галогенида аммония используют хлористый аммоний.
9. Способ по п.2, отличающийся тем, что в качестве затравочного кристалла используют по крайней мере одно соединение, выбранное из группы, содержащей соединения алюминия, титана, ванадия, хрома, железа и никеля.
10. Способ по п.2, отличающийся тем, что в качестве регулирующего форму агента используют по крайней мере один материал, выбранный из магния, кальция, стронция, иттрия, циркония, ниобия, ванадия, молибдена, меди, цинка, бора, кремния, лантана, церия, неодима и их соединений.
11. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходный материал прокаливают в атмосфере газа, содержащей по крайней мере 0,1 об.% газообразного галогенида водорода, при температуре от 500 до 1400°C.
12. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходный материал прокаливают в атмосфере газа, содержащей по крайней мере 0,1 об.% газообразного галогена, при температуре от 950 до 1500°C.
13. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходный материал прокаливают в атмосфере газа, содержащей по крайней мере 0,1 об.% газообразного галогена и по крайней мере 0,01 об.% пара, при температуре от 500 до 1400°C.
14. Способ по п.1, отличающийся тем, что галоген удаляют одной из следующих стадий;

a) порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в атмосфере воздуха или азота при температуре от 550 до 1400°C

b) порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в атмосфере инертного газа при температуре от 600 до 1400°C

c) порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают при уменьшенном давлении 133,3 Па или менее при температуре от 400 до 1400°C

d) порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, промывают по крайней мере одной жидкостью, выбранной из группы, включающей воду, щелочной раствор и спирт, и затем сушат

e) α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, содержащий галоген, нагревают по крайней мере в одной жидкости, выбранной из группы, содержащей воду, щелочной раствор и спирт, до кипения жидкости и сушат, и

f) α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксид алюминия, содержащий галоген, обрабатывают в автоклаве, содержащем по крайней мере одну жидкость, выбранную из группы, включающей воду, щелочной раствор и спирт, при температуре от 70 до 200°C и сушат.

15. Способ по п.1 или 14, отличающийся тем, что порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596" SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, содержащий галоген, нагревают в атмосфере воздуха или азота, содержащего по крайней мере 0,1 об. % по крайней мере одного газа, выбранного из группы, включающей пар, кислород, водород, двуокись углерода, спирт и аммиак, при температуре от 550 до 1400°C.

16. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия, отличающийся тем, что содержит частицы, которые имеют гексагональную плотноупакованную решетку, формы многогранника с по крайней мере 8 гранями, соотношением Д/Н от 0,5 до 3,0, где Д является максимальным размером частиц в направлении, параллельном плоскости гексагональной решетки, и Н является размером частицы в направлении, перпендикулярном к плоскости гексагональной решетки, соотношением Д₉₀/Д₁₀ 10 или менее, где Д₁₀ и Д₉₀ являются размером частицы при 10 и 90% накоплении, соответственно от наименьшего размера частицы, и содержание галогена составляет 40 частей на миллион или менее.

17. Порошок α --оксида алюминия и порошок α --оксида алюминия, патент № 2136596"
 SRC="/images/patents/335/2136008/945.gif" ALIGN="ABSMIDDLE">-оксида алюминия по п.16, отличающийся тем, что имеет чистоту оксида алюминия по крайней мере 99,90%.

Приоритет по пунктам:

25.11.93 по пп.1 - 3, 6, 9 - 17;

30.11.93 по пп.4, 5, 7 и 8.