(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2005-170701
(P2005-170701A)
(43)公開日　平成17年6月30日(2005.6.30)

(51)Int.Cl.[7]	F I		テーマコード（参考）
C30B 29/38	C30B 29/38	B	4G077
B82B 3/00	B82B 3/00		
C01B 21/068	C01B 21/068	ZNMG	
C30B 29/66	C30B 29/66		

審査請求 有　請求項の数 1　OL　（全 5 頁）

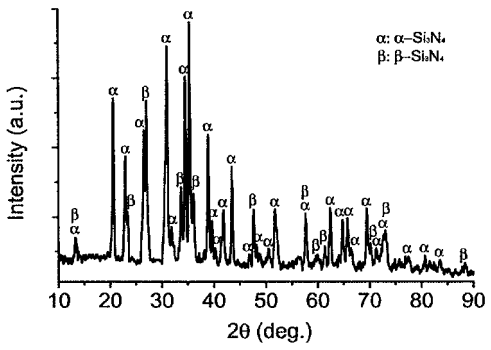
(21)出願番号　特願2003-409759 (P2003-409759)
(22)出願日　平成15年12月9日 (2003.12.9)

(71)出願人　301023238
独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現一丁目２番１号
(72)発明者　板東　義雄
茨城県つくば市千現一丁目２番１号　独立行政法人物質・材料研究機構内
(72)発明者　ジンツィ　フウ
茨城県つくば市千現一丁目２番１号　独立行政法人物質・材料研究機構内

Fターム(参考)　4G077 AA04　BE14　CA01　CA08　JA01

(54)【発明の名称】単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの製造方法

(57)【要約】
【課題】セラミックや金属の強化材として有用な単単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの製造方法を提供する。
【解決手段】窒素気流中で、一酸化ケイ素粉末を高温で加熱することにより、長さ数百ミクロンからミリメートルオーダー、幅２～３ミクロン、厚さ２０～３０ナノメートルの単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンを製造する。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
窒素気流中で、一酸化ケイ素粉末を1400～1600℃に、1～2時間加熱することを特徴とする単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、セラミックや金属の強化材として有用な単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
無機のウィスカーや繊維はセラミックに強靭性を与えるための強化材料として広く利用されている。窒化珪素多結晶体のウィスカーや繊維は、高強度、熱的安定性、化学的安定性などの特徴を有するため、金属をマトリックスとした複合材料の強化材として興味がもたれている(たとえば、非特許文献１参照)。α型窒化珪素ウィスカーおよびβ型窒化珪素ウィスカーは、シリカの炭素による還元法、イミド化合物の分解、直接窒化法などにより製造されている(たとえば、非特許文献2～4参照)。これらの方法で製造されたα型窒化珪素ウィスカーおよびβ型窒化珪素ウィスカーは、その直径がサブミクロンから10ミクロン程度である。このような非常に細いウイスカーは、アスベスト繊維のように環境的および健康的な問題が懸念される。
【非特許文献１】H.G.Jeong,ほか、「アクタ・マテリアリア」(ActaMater.)46巻、6009頁、1998年
【非特許文献２】Y.MiZuhara,ほか、「ジャーナル・オブ・アメリカン・セラミック・ソサイエティ」(J.Am.Ceram.Soc.)78巻、109頁、1995年
【非特許文献３】Y.L.Li,ほか、「ジャーナル・オブ・マテリアル・サイエンス」(J.Mater.Sci.)31巻、2677頁、1996年
【非特許文献４】S.Shimada,ほか、「ジャーナル・オブ・セラミック・ソサイエティ・オブ・ジャパン」(J.Ceram.Soc.Jpn.)106巻、935頁、1998年
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００３】
本発明は、上記の問題のない数百ミクロンからミリメートルオーダーの長さを有する単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの製造方法を提供することを解決すべき課題としている。
【課題を解決するための手段】
【０００４】
窒素気流中で、一酸化ケイ素粉末を1400～1600℃に1～2時間加熱することにより、長さ数百ミクロンから１ミリメートル、幅2～3ミクロン、厚さ20～60ナノメートルの単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンを製造する。
【発明の効果】
【０００５】
窒素気流中で、一酸化ケイ素粉末を高温に加熱することにより、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンが製造可能となったので、複合材料の強化材としての応用が期待される。
【発明を実施するための最良の形態】
【０００６】
グラファイト製るつぼの中に、一酸化ケイ素粉末を入れ、このるつぼを縦型高周波誘導加熱炉中に設置されているグラファイト製の円筒管の中心部に取り付ける。縦型高周波誘導加熱炉を減圧にした後、窒素ガスを100～200sccmの流量で流す。一酸化ケイ素粉末を1400～1600℃に1～2時間加熱する。窒化珪素はおおむね1500℃が、α型からβ型への相転移

温度であるので、たとえば、1400℃で一旦α型を生成させ、その後1500℃以上でβ型に転移させる方法が取れる。この後、縦型高周波誘導加熱炉を室温に冷却すると、グラファイト製円筒管の内壁に灰白色の生成物が堆積する。

【０００７】

上記において、窒素ガスの流量は100～200sccmの範囲が好ましく、100sccm以下の場合、収率が低下し、200sccm以上では粒子のような別の形状の生成物が出来る。加熱温度は1400～1600℃が好ましく、この範囲以上の温度にしても収率の向上は望めない。この範囲以下の温度では、β型窒化珪素が生成しない。加熱時間は1～2時間の範囲が好ましく、これ以上の時間をかけても収率の向上はない。また、1時間以下では、β型窒化珪素の生成率が低下する。

【実施例１】

【０００８】

次に、実施例を示して、本発明の内容をさらに具体的に説明する。

【０００９】

グラファイト製るつぼの中に、シグマ・アルドリッチ社製の一酸化ケイ素粉末(純度 99.99%)1.5gを入れ、このるつぼを縦型高周波誘導加熱炉の中のグラフト製円筒管の中心部に取り付けた。縦型高周波誘導加熱炉をおよそ2×10^{-1}Torrの減圧状態にした後、流量150sccmの窒素ガスを流しながら、一酸化ケイ素粉末を1550℃に急速に加熱し、この温度に1.5時間維持した。この後、縦型高周波誘導加熱炉を室温に冷却するとグラファイト製円筒管の内壁に灰白色の生成物が堆積した。

【００１０】

図１に、生成物のX線回折のパターンを示した。格子定数a=7.750Å、c=5.620Åを有するα型窒化珪素と格子定数a=7.588Å、c=2.904Åを有するβ型窒化珪素からなる混合結晶相であることが分かった。1550℃の加熱温度ではまずα型が生成し、この一部がβ型に転移したものと解釈される。さらに、このX線回折のパターンからは、珪素や一酸化ケイ素粉末のピークはなく、不純物の存在しない高純度品であることが確認された。

【００１１】

図2Aに、走査型電子顕微鏡で観察した生成物の低倍率の像を示し、図2Bには高倍率の像を示した。これらの図から、長い直線状で均一な幅を持つナノリボンが形成されていることが確認される。その長さは数百ミクロンからミリメートルのオーダーに達し、幅は2～3ミクロンであることが分かった。また、図2B中に示した挿入図から、その厚さは20～30ナノメートルであることが見積もられた。

【００１２】

さらに、高分解能透過型電子顕微鏡と電子線回折の結果から、このナノリボンは、α型窒化珪素とβ型窒化珪素の単結晶であることが分かった。また、図3に示したX線エネルギー拡散スペクトルの結果から、このナノリボンの化学組成は珪素と窒素のみからなり、その組成の割合は、珪素が42.43atom%、窒素が57.57atom%であり、化学量論的組成の窒化珪素であることが確かめられた。なお、銅のピークは試料を取り付けるための銅グリッドに由来している。

【００１３】

図4に、室温で測定した単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンのカソードルミネッセンスの発光スペクトルを示したが、このナノリボンは433nmに強い青色の発光を示すことが分かった。

【図面の簡単な説明】

【００１４】

【図１】図１は、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンのX線回折のパターンである。

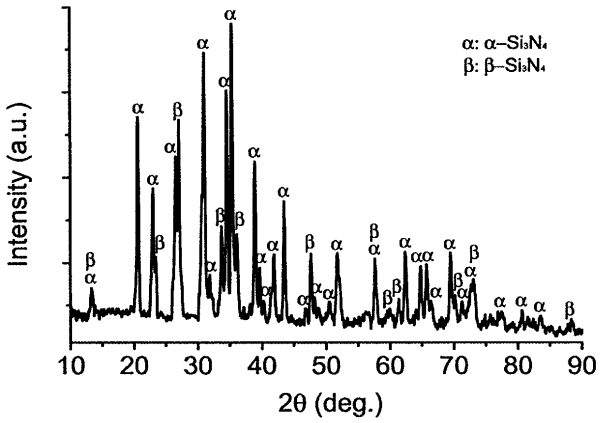
【図２】図2Aは、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの低倍率走査型電子顕微鏡像の図面代用写真である。図2Bは、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの高倍率走査型電子顕微鏡像の図面代用写真である。図2B中の

挿入図は単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの端部の高倍率走査型電子顕微鏡像の図面代用写真である。

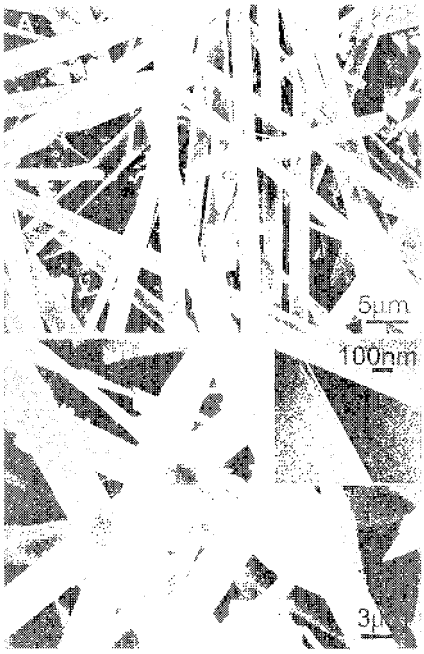
【図３】図３は、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンのX線エネルギー拡散スペクトルの図である。

【図４】図４は、単結晶α型窒化珪素ナノリボンおよびβ型窒化珪素ナノリボンの室温におけるカソードルミネツセンスの発光スペクトルの図である。

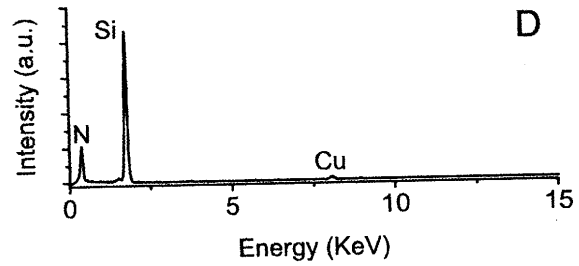
【図１】



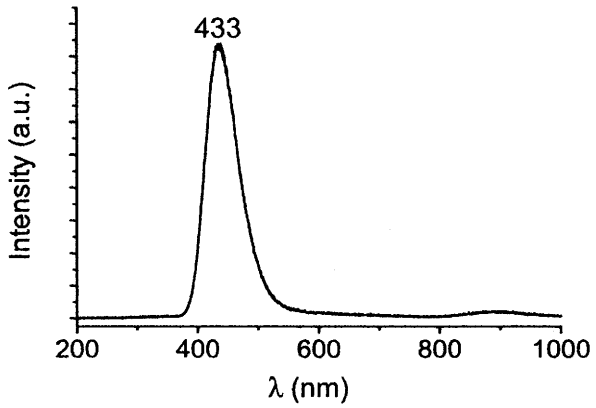
【図２】



【図３】


D
Si
N
Cu
Intensity (a.u.)
0
5
10
15
Energy (KeV)

【図４】


433
Intensity (a.u.)
200
400
600
800
1000
λ (nm)