

(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2017-178667

(P2017-178667A)

(43) 公開日 平成29年10月5日(2017.10.5)

(51) Int.Cl.
C01B 21/072 (2006.01)

F I
C O 1 B 21/072

テーマコード (参考)

G

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2016-68074 (P2016-68074)
(22) 出願日 平成28年3月30日 (2016. 3. 30)

(71) 出願人 306032316
新日鉄住金マテリアルズ株式会社
東京都中央区銀座七丁目16番3号
(74) 代理人 100137800
弁理士 吉田 正義
(74) 代理人 100148253
弁理士 今枝 弘充
(74) 代理人 100148079
弁理士 梅村 裕明
(74) 代理人 100158241
弁理士 吉田 安子
(72) 発明者 杉橋 敦史
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鉄住金株式会社内

最終頁に続く

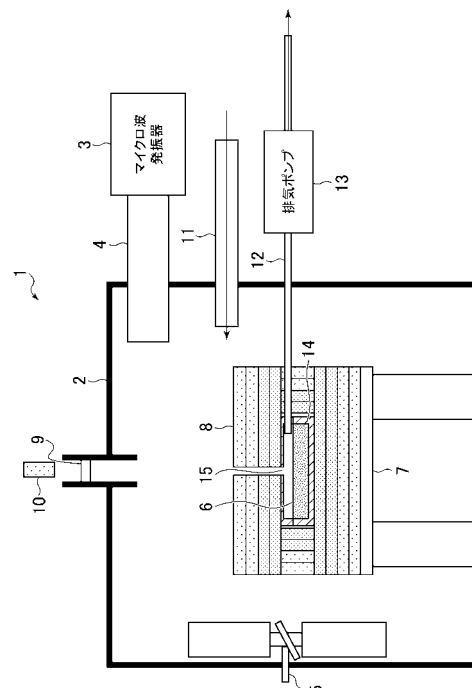
(54) 【発明の名称】 球状窒化アルミニウム粒子製造装置

(57) 【要約】

【課題】断熱性ケースの溶損や窒化効率の低下を抑制できる、球状窒化アルミニウム粒子製造装置を提供する。

【解決手段】球状窒化アルミニウム粒子製造装置1では、窒化の過程で発生するガスに含まれた不純物ガスが断熱性ケース8の外側表面まで到達する前に不純物ガスを当該断熱性ケース8内からアプリケーション2外へと排出できることから、不純物ガスが断熱性ケース8の外側表面で固化し難くなり、その分、断熱性ケース8の溶損や窒化効率の低下を抑制できる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

マイクロ波発振器を備えるアプリケーション内で、球状アルミナ粒子と炭素系材料粉末とを含む混合物を、窒素雰囲気下でマイクロ波を照射して、該球状アルミナ粒子の少なくとも一部を窒化して球状窒化アルミニウム粒子を製造する、球状窒化アルミニウム粒子製造装置であって、

前記アプリケーション内に設けられて前記球状アルミナ粒子と炭素系材料粉末とを含む混合物を収容する、非密閉性の断熱性ケースと、

前記球状窒化アルミニウム粒子の製造時における窒化反応の過程で生じる気体を該断熱性ケースの内側から該アプリケーションの外側へと排出する排気管と、
を備えることを特徴とする、球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

10

【請求項 2】

前記排気管の出口に接続された排気ポンプを備えることを特徴とする、請求項 1 記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

【請求項 3】

前記排気管は、前記断熱性ケースの天板部に形成された開口から前記アプリケーションの天板部に向けて延びる第一の管と、該第一の管と連通し、前記アプリケーションの外側へと延びる第二の管とを備え、

前記第一の管は、前記アプリケーションの天板部に設けられた窓部と連通することを特徴とする、請求項 1 又は 2 記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

20

【請求項 4】

窒素ガス供給管が、前記断熱性ケースの内側まで延びていることを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のうちのいずれか 1 項記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

【請求項 5】

前記断熱性ケースには、前記窒素ガス供給管の供給口が前記混合物の下側に配置されていることを特徴とする、請求項 4 記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

【請求項 6】

前記断熱性ケースが、前記混合物を保持するための保持板を備え、

前記保持板が前記窒素ガスを透過させる構造からなり、

前記窒素ガス供給管の供給口が該保持板の下側に配置されることを特徴とする、請求項 5 記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

30

【請求項 7】

前記断熱性ケースには、該断熱性ケース内への気体の出入りが可能な複数の開口を備えることを特徴とする、請求項 1 ~ 6 のうちのいずれか 1 項記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

【請求項 8】

前記断熱性ケースが、アルミナ、シリカ、及びムライトの少なくとも一種を含む断熱材からなることを特徴とする、請求項 1 ~ 7 のうちのいずれか 1 項記載の球状窒化アルミニウム粒子製造装置。

【発明の詳細な説明】

40

【技術分野】**【0001】**

本発明は、球状窒化アルミニウム粒子製造装置に関する。

【背景技術】**【0002】**

球状アルミナ (Al_2O_3) 粒子は、熱伝導性に優れたフィラーや放熱用シートの部材として、半導体基板等の電子デバイスに広く使用されている。熱伝導性をさらに高めるために、カーボンを付着させた球状アルミナ粒子を窒素雰囲気中でマイクロ波により 1400 ~ 1700 に加熱して窒化することによって、窒化アルミニウム改質層を備えたアルミナ粒子を製造するためのマイクロ波加熱装置が知られている (特許文献 1、図 1)。該装置は、カーボ

50

ンを付着させた球状アルミナ粒子を保持するアルミナ坩堝の全周囲を取り囲むように、セラミックファイバー製断熱ボードで形成された断熱性ケースを備え、該断熱性ケースの天板部に、アルミナ坩堝内に窒素ガスを供給するためのアルミナパイプが挿入された構造となっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開平2011-219309号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0004】

しかし、上記装置を用いた場合、断熱性ケースの外側表面の一部が黒焦げになって溶損することが認められた。これは、マイクロ波による加熱により、カーボンとして使用される活性炭やカーボンブラック中の不純物から発生した熱分解ガス（不純物ガスとも呼ぶ）が、断熱性ケースの外側表面で固化し、断熱性ケースに付着した固化物がマイクロ波により再加熱され炭化したことによるものと考えられる。断熱ボードの外側でマイクロ波が吸収されてしまうと、アルミナ粒子に到達するマイクロ波のエネルギーが低下するので窒化の反応効率も低下する。

【0005】

本発明は、上記のような問題に鑑みてなされたものであり、断熱性ケースの溶損や窒化効率の低下を抑制できる、球状窒化アルミニウム粒子製造装置を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置は、マイクロ波発振器を備えるアプリケーション内で、球状アルミナ粒子と炭素系材料粉末とを含む混合物を、窒素雰囲気中でマイクロ波を照射して、該球状アルミナ粒子の少なくとも一部を窒化して球状窒化アルミニウム粒子を製造する、球状窒化アルミニウム粒子製造装置であって、前記アプリケーション内に設けられて前記球状アルミナ粒子と炭素系材料粉末とを含む混合物を収容する、非密閉性の断熱性ケースと、前記球状窒化アルミニウム粒子の製造時における窒化反応の過程で生じる気体を該断熱性ケースの内側から該アプリケーションの外側へと排出する排気管と、を備えることを特徴とする。

30

【発明の効果】

【0007】

本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置によれば、窒化の過程で発生するガスが断熱性ケースからアプリケーション外へと速やかに排出されるので、窒化の過程で発生するガスに含まれた不純物ガスが断熱性ケースの外側表面で固化・付着し難くなり、付着箇所での意図しないマイクロ波吸収による加熱が発生することを防止でき、かくして、断熱性ケースの溶損や窒化効率の低下を抑制できる。

【図面の簡単な説明】

40

【0008】

【図1】本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置の一態様の断面模式図である。

【図2】本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置の他の態様の断面模式図である。

【図3】本発明における断熱性ケースの他の態様の断面模式図である。

【図4】本発明における断熱性ケースのさらに他の態様の断面模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本発明において、球状窒化アルミニウム粒子とは、主に、フィラーとしての性能を確保するために球状アルミナ粒子の表面近傍を窒化することで改質し、球状アルミナ粒子の表面を窒化アルミニウムとなしたものをいうが、それ以外にも、窒化反応が進み、球状アル

50

ミナ粒子全体が、球状窒化アルミニウムと化したものも含んでいる。

【 0 0 1 0 】

図 1 は、本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置の一態様の断面模式図である。球状窒化アルミニウム粒子製造装置 1 は、アプリケーション（加熱炉）2 と、マイクロ波発振器 3 とを備える。アプリケーション 2 には、アプリケーション 2 内の電磁界分布を均一化するためのスターラー 5 と、被加熱体が載置される載置台 7 とが内部に設けられており、マイクロ波発振器 3 からのマイクロ波を当該アプリケーション 2 内へと導く導波路 4 が側壁の所定位置に設けられている。

【 0 0 1 1 】

本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置 1 は、アプリケーション 2 内の載置台 7 上に、球状アルミナ粒子と炭素系材料粉体とを含む混合物 6（以下「混合物 6」という場合がある）を収容するための、非密閉性の断熱性ケース 8 を備える。ここで「非密閉性」とは、断熱性ケース 8 において窒素ガス等の気体の出入りが可能であることを意味する。ここで、アプリケーション 2 には、窒素ガス供給管 11 が側壁の所定位置に設けられているが、窒素ガス供給管 11 は断熱性ケース 8 の内側にまで挿入されている必要はなく、窒化ガスを吐出する供給口がアプリケーション 2 内の任意の箇所に備えられる。これによりアプリケーション 2 内全体を反応に必要な窒素ガスで満たすことができる。窒素ガス供給管 11 は、図示しないポンプ等の窒素ガス貯留部と接続されており、当該窒素ガス貯留部内の窒素ガスをアプリケーション 2 内に供給する。

【 0 0 1 2 】

本態様では、断熱性ケース 8 は所定の厚みの断熱ボード又は断熱ファイバーからなる多層構造体であり、原料アルミナの窒化に必要な窒素ガスは断熱ボード自体の孔や、断熱ボード間の隙間又は断熱ファイバーの間を通して、断熱性ケース 8 内へと入り、及び断熱性ケース 8 から出ることができる。混合物 6 は、断熱性ケース 8 の底板上に直接置いてもよいが、好ましくは、混合物 6 を、例えばマイクロ波透過性の高純度アルミナ、高純度シリカ、高純度マグネシア、トリジマイト、サイアロン、窒化アルミニウム等からなるこう鉢 14、坩堝、又は皿等の容器に入れる。断熱性ケース 8 はマイクロ波透過性の繊維状のアルミナ、シリカ、及びムライトの少なくとも一種を含む断熱材から形成することができる。

【 0 0 1 3 】

アプリケーション 2 には排気管 12 が設けられている。排気管 12 は、混合物 6 と断熱性ケース 8 の天板部との間の空間に、吸気口を配置しており、当該空間から断熱性ケース 8 の側面を貫通してアプリケーション 2 の外側へと延びる。排気管 12 は、断熱性ケース 8 内で発生される、炭素系材料粉体中の不純物による熱分解ガス（不純物ガス）を、吸気口を介してアプリケーション 2 の外側へと排出する。これにより球状窒化アルミニウム粒子製造装置 1 では、窒化の過程で発生するガスに含まれた不純物ガスが断熱性ケース 8 の外側表面まで到達する前に不純物ガスを当該断熱性ケース 8 内からアプリケーション 2 外へと排出できることから、不純物ガスが断熱性ケース 8 の外側表面で固化・付着し難くなり、付着箇所での意図しないマイクロ波吸収による加熱が発生することを防止できる。かくして、球状窒化アルミニウム粒子製造装置 1 では、断熱性ケース 8 の溶損や窒化効率の低下を抑制できる。この際、窒化反応により生成される一酸化炭素ガスも反応系外へと排出されるので、窒化反応が促進される。

【 0 0 1 4 】

また、排気管 12 には、出口に排気ポンプ 13 が接続されている。排気ポンプ 13 は、断熱性ケース 8 内における空間内の気体を、排気管 12 を介して排出し、断熱性ケース 8 内を当該断熱性ケース 8 外よりも負圧に維持し得る。これにより、排気ポンプ 13 は、断熱性ケース 8 内において窒化の過程で発生するガスが、断熱性ケース 8 内から排出されることを促すと共に、窒素ガスの断熱性ケース 8 内への流入を促す。なお、図 1 では、窒素ガス供給管 11 により窒素ガスが混合物 6 の上側から供給される構成としたが、窒素ガス供給管 11 の供給口の位置についてはこれに限定されず、例えば窒素ガス供給管により混合物 6 の下側から窒素ガスを供給するようにしてもよい。なお、窒素ガス供給管 11 及び

排気管 12 は、例えばアルミナ等のマイクロ波透過性の材料で構成することができる。

【0015】

なお、この実施の形態の場合、断熱性ケース 8 及びこう鉢 14 は、内部の混合物 6 の温度を監視するために、天板部に测温用の開口 15 を有している。また、アプリケーション 2 の天板部には、所定位置に石英等である赤外線透過性の窓部 9 が設けられており、窓部 9 の外側に表面温度計 10 が設けられている。表面温度計 10 は、混合物 6 から射出される赤外線を、開口 15 及び窓部 9 を介して検出し、混合物 6 の表面温度へと換算する。表面温度計 10 にて測定した混合物 6 の表面温度は、アルミナ粒子の窒化の度合いの指標となり得る。

【0016】

次に、他の実施の形態による球状窒化アルミニウム粒子製造装置について以下説明する。図 1 との対応部分に同一符号を付した図 2 は本発明の球状窒化アルミニウム粒子製造装置の他の態様の断面模式図である。この球状窒化アルミニウム粒子製造装置 21 は、排気管 26 が第一の管 24 及び第二の管 22 から構成されている点と、該第一の管 24 が、原料を充填する断熱性ケース 8 の所定位置からアプリケーション 2 に設けられた窓部 9 まで連通し、表面温度測定用の管を兼ねる構造となっている点とにおいて、上述した図 1 における球状窒化アルミニウム粒子製造装置 1 と相違している。

【0017】

排気管 26 を構成する第一の管 24 は、こう鉢 14 及び断熱性ケース 8 の天板部に形成された開口 25 と一体化しており、当該開口 25 から、アプリケーション 2 の天板部に向けて直線的に伸び、端部がアプリケーション 2 内の所定位置に配置されている。第一の管 24 の途中には、第一の管 24 と連通し、かつ第一の管 24 の長手方向とは異なる方向に向けてアプリケーション 2 の外側へと伸びた第二の管 22 が設けられている。なお、この実施の形態の場合では、断熱性ケース 8 の天板部に形成された開口 25 からアプリケーション 2 の天板部に向けて鉛直に第一の管 24 が伸びており、当該第一の管 24 の側壁からアプリケーション 2 の側壁に向けて第二の管 22 が伸び、アプリケーション 2 の側壁を第二の管 22 が貫通するように設けられている。

【0018】

第二の管 22 は、出口に排気ポンプ 13 が設けられており、当該排気ポンプ 13 によって第二の管 22 内の気体が排出され得る。これにより、断熱性ケース 8 内における空間内の気体は、第一の管 24 から第二の管 22 を経由してアプリケーション 2 外へと排出され得る。第一の管 24 は、アプリケーション 2 の天板部に窓部 9 を設定するための窓設置部まで端部が到達しており、上部がアプリケーション 2 の天板部における窓設置部と一体形成されており、窒化の過程で断熱性ケース 8 内において発生したガスが第一の管 24 から漏れ出すことなく、第二の管 22 へと誘導し得る。

【0019】

ここで、第一の管 24 は、断熱性ケース 8 内における混合物 6 の表面から窓部 9 までを直線的に結ぶように配置されていることから、窓部 9 の外側に設けられた表面温度計 10 によって、混合物 6 から射出される赤外線を、窓部 9、第一の管 24 を介して検出し得る。

【0020】

以上の構成において、この球状窒化アルミニウム粒子製造装置 21 でも、窒化の過程で発生するガスに含まれた不純物ガスが断熱性ケース 8 の外側表面まで到達する前に、排気管 26 により不純物ガスを当該断熱性ケース 8 内からアプリケーション 2 外へと排出できることから、不純物ガスが断熱性ケース 8 の外側表面で固化・付着し難くなり、付着箇所の意図しないマイクロ波吸収による加熱が発生することを防止できる。かくして、球状窒化アルミニウム粒子製造装置 21 でも、断熱性ケース 8 の溶損や窒化効率の低下を抑制できる。

【0021】

また、球状窒化アルミニウム粒子製造装置 21 では、断熱性ケース 8 の開口 25 に第一

10

20

30

40

50

の管 2 4 を設け、当該第一の管 2 4 から第二の管 2 2 を介して、断熱性ケース 8 内で発生したガスを排気するようにしたことにより、図 1 に示すように、第一の管 2 4 を設けずに断熱性ケース 8 の開口がアプリケーション 2 内と連通している場合に比べて、断熱性ケース 8 内で発生したガスを排気管 2 6 によって確実に排気させることができる。

【 0 0 2 2 】

さらに、球状窒化アルミニウム粒子製造装置 2 1 では、第二の管 2 2 を介して第一の管 2 4 内の気体も排気することから、第一の管 2 4 の末端に配置された窓部 9 からのガス漏れも防止できる。

【 0 0 2 3 】

因みに、第二の管 2 2 が第一の管 2 4 から分岐する位置は、断熱性ケース 8 の天板部からアプリケーション 2 の天板部までの間であれば種々の位置としてよい。なお、第一の管 2 4、第二の管 2 2 はアルミナ等のマイクロ波透過性の材料で構成することができる。第一の管 2 4 の内側にアルミニウムを蒸着する等して赤外線反射率を高めてもよい。また、本態様では、第二の管 2 2 が第一の管 2 4 に対して垂直に配置されているが、これに限定されず所望の角度であってよい。

【 0 0 2 4 】

次に、他の実施の形態による断熱性ケースについて以下説明する。図 3 は、図 1 及び図 2 に示す断熱性ケース 8 とは異なる態様の断熱性ケースの断面模式図である。断熱性ケース 3 8 は、混合物 6 を保持するための保持板 3 9 を、断熱性ケース 3 8 の底板から所定の高さの位置に備えている。保持板 3 9 は、多孔質等の窒素ガスを透過（通過）させる構造となっており、マイクロ波を吸収しづらい、アルミナ、シリカ、サイアロン、トリジマイト、マグネシア、窒化アルミニウム等の耐熱性セラミック素材から形成されている。なお、断熱性ケース 3 8 には、図示ない蓋部により内部の保持板 3 9 を外部に露出可能な構成されており、当該保持板 3 9 上に混合物 6 を保持し得る。

【 0 0 2 5 】

断熱性ケース 3 8 には、保持板 3 9 と底板との間の側壁に一の窒素ガス供給管 1 1 a が設けられており、保持板 3 9 と底板との間の下側空間 E R 1 に一の窒素ガス供給管 1 1 a によって窒化ガスが供給され得る。また、断熱性ケース 3 8 には、天板部と混合物 6 との間の側壁に、他の窒素ガス供給管 1 1 b と排気管 1 2 とが設けられている。これにより、他の窒素ガス供給管 1 1 b は、天板部と混合物 6 との間の上側空間 E R 2 に窒化ガスを供給し、排気管 1 2 は、天板部と混合物 6 との間の上側空間 E R 2 内のガスを排気し得る。

【 0 0 2 6 】

なお、上述した実施の形態においては、一の窒素ガス供給管 1 1 a 及び他の窒素ガス供給管 1 1 b の 2 つを設けるようにした場合について述べたが、本発明はこれに限らず、一の窒素ガス供給管 1 1 a 及び他の窒素ガス供給管 1 1 b のいずれか一方のみを設けるようにしてもよい。ここで、下側空間 E R 1 に窒素ガス供給管 1 1 a を設け、上側空間 E R 2 に排気管 1 2 を設けた場合（即ち、他の窒素ガス供給管 1 1 b を設けない場合）には、下側空間 E R 1、保持板 3 9、混合物 6、上側空間 E R 2、及び排気管 1 2 に向けて流れる気流を形成できることから、混合物 6 において窒化反応を促進させることができるとともに、供給管が設けられた側に対し、混合物 6 の反対側に窒素ガスが到達しにくいという問題を解決し、工業的に一定以上の分量の窒化アルミニウムを焼成するプロセスにおける焼成ムラを抑制することが可能となる。特に、この実施の形態の場合、断熱材ケース 3 8 には、下側空間 E R 1 における一の側壁に窒素ガス供給管 1 1 a を設け、上側空間 E R 2 において当該一侧壁と対向する他の側壁に排気管 1 2 を設け、窒素ガス供給管 1 1 a と排気管 1 2 とを対向するように配置したことにより、一の側壁側から他の側壁側に向けて窒化ガスを流すことができ、混合物 6 全体の窒化反応を促進させることができる。

【 0 0 2 7 】

保持板 3 9 を備える位置は、混合物 6 の量に応じて、断熱性ケース 3 8 の底板と天板部との間であれば任意の位置であってよい。また、保持板 3 9 は断熱性ケース 3 8 の側面に固定されている必要はなく、混合物 6 の量に応じて、可動式としてもよい。或いは、保持

10

20

30

40

50

板 39 に複数の脚部を付して、自立性の台として構成してもよい。断熱性ケース 38 は、例えば前記のマイクロ波を吸収しづらいアルミナ等の耐熱性セラミック材料から構成することができる。

【0028】

以上の構成においても、上述した実施の形態と同様に、排気管 12 により不純物ガスを断熱性ケース 38 内からアプリケーション 2 外へと排出できることから、不純物ガスが断熱性ケース 38 の外側表面で固化し難くなり、その分、断熱性ケース 38 の溶損や窒化効率の低下を抑制できる。

【0029】

次に、図 3 に示した断熱性ケース 38 とは構成が異なる他の実施の形態による断熱性ケースについて以下説明する。図 4 は、断熱性ケースの他の態様の断面模式図であり、窒素ガス等の気体の出入りが可能な複数の開口 48d を備える断熱性ケース 48 の一例を示す。断熱性ケース 48 は、蓋部 48a と本体部 48b とを備え、蓋部 48a と本体部 48b との境界に沿って開口 48d が形成されている。

10

【0030】

この実施の形態の場合、蓋部 48a は、本体部 48b の縁部と接する縁部 48c に凹部が形成された構成を有しており、当該凹部に対して、本体部 48b の縁部が接することで本体部 48b との境界に開口 48d を形成し得る。因みに、排気管 12 は、図 3 の態様と同様に、断熱性ケース 48 内における図示しない混合物 6 の上側に備えられる。図 4 では、蓋部 48a の縁部 48c に開口 48d を形成する凹部を形成した場合について述べたが、本発明はこれに限らず、本体部 48b の縁部に開口 48d を形成する凹部を形成してもよい。また、開口 48d を形成する形状としては、凹部と凸部が交互に規則的に配置されている必要はなく、凹部や凸部が不規則に配置された構成であってもよい。また、開口 48d は四辺状でなくてもよく、円形等のその他種々の形状であってもよく、さらに、開口 48d として、蓋部 48a 及び / 又は本体部 48b の側壁に貫通孔を設けてもよい。更に、開口 48d は図 3 の上部空間 ER2 に接する側面に設けてもよく、又は、図 3 の下部空間 ER1 に接する側面に設けても良い。

20

【0031】

本態様においても、断熱性ケース 48 は、例えば前記のマイクロ波を吸収しづらいアルミナ等の耐火性セラミック材料から構成することができる。

30

【0032】

以上の構成においても、上述した実施の形態と同様に、排気管 12 により不純物ガスを断熱性ケース 48 内からアプリケーション 2 外へと排出できることから、不純物ガスが断熱性ケース 48 の外側表面で固化し難くなり、その分、断熱性ケース 48 の溶損や窒化効率の低下を抑制できる。

【0033】

因みに、上述した各実施の形態においては、断熱性ケース 38、48 (蓋部 48a 及び本体部 48b) も、アルミナ、シリカ、及びムライトの少なくとも一種を含む断熱材から形成することができる。図 4 の態様においても、断熱性ケース 48 を多孔質体で構成することによって、窒素ガスの取り込み効率がさらに向上される。なお、他の実施の形態としては、例えば、図 4 に示すような開口 48d を、図 3 に示した断熱性ケース 38 に設けてもよく、図 1 ~ 図 4 の構成を適宜選択的に組み合わせた構成としてもよい。また、図 3 及び図 4 における排気管 12 にも排気ポンプ 13 が設けられている。

40

【0034】

本発明において、球状窒化アルミニウム粒子を得るために用いる球状アルミナ粒子は真球状又は略真球状であればよい。球状アルミナ粒子は、例えば、レーザ粒度分布測定機 (CILAS 製 CILAS-920) を用いて質量基準で求めた 50 質量 % 平均粒子径 (D50) で 5 ~ 150 μm であることが望ましい。これは、製造した球状窒化アルミニウム粒子を樹脂と混合し、フィラーとした場合に必要な熱伝導特性を得やすい粒子径であることによる。

【0035】

50

球状アルミナ粒子は、アルミナ粉末を球状に造粒することにより得られたものを使うことができる。球状アルミナ粉末は、例えばアルコキシド法、バイヤー法、アンモニウム明ばん熱分解法、又はアンモニウムドーソナイト熱分解法等によって得ることができる。造粒法としては、湿式攪拌造粒法、スプレードライ法等があるが、好ましくはスプレードライ法により造粒した粒子が使用される。スプレードライ法としては、ノズル法、ディスク法等の何れの方式であってもよい。

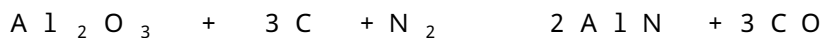
【0036】

炭素系材料粉末としては、例えば黒鉛、カーボンブラック、アセチレンブラック、無定形炭素等の粉末が挙げられ、天然由来であっても工業的に製造されたものであってもよい。好ましくは製造後の窒化アルミニウムの絶縁性能に影響を与えないために、金属含有率が1質量%以下、好ましくは金属含有率が0.1質量%以下であるものが望ましい。炭素系粉末は混合原料である球状アルミナ粒子を被覆するように存在することが望ましく、球状アルミナ粒子の上記平均径以下の平均粒径を有することがより望ましい。

10

【0037】

球状アルミナ粒子と炭素系材料粉体とを含む混合物は、球状アルミナ粒子と炭素系材料粉体を乾式でボールミル等により混合することで調製することができる。混合の際に、例えば水、アルコール等の液状分散媒を加えてもよいが、乾燥する手間がかかるので、好ましくは乾式で混合する。混合比は、下記反応式に基づく $Al_2O_3 / 3C$ 化学量論比の0.5倍以下程度であることが望ましい。



20

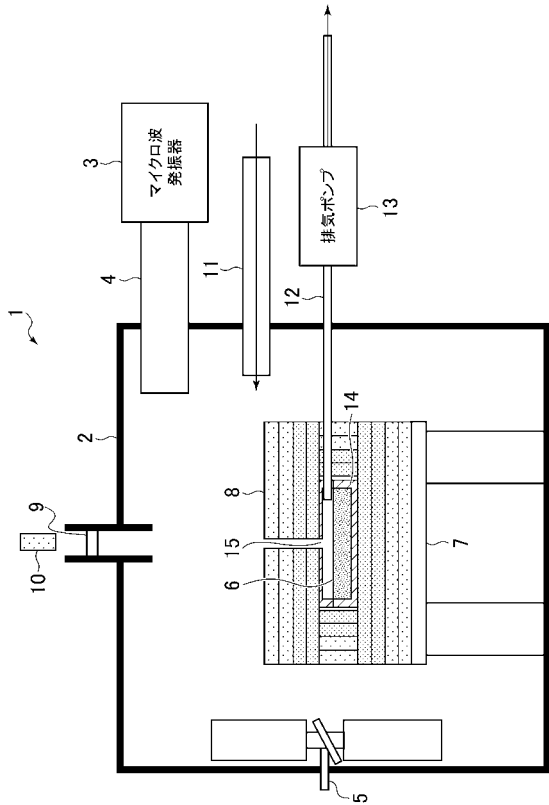
【符号の説明】

【0038】

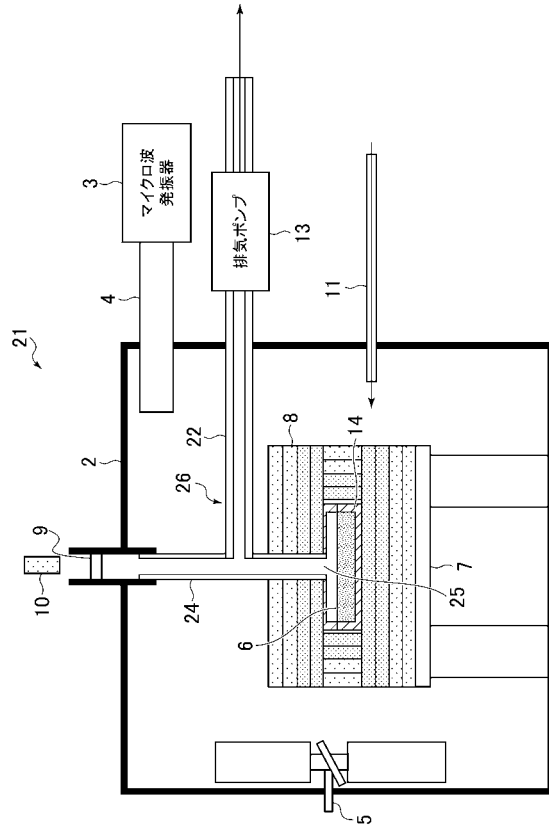
- 1、21 球状窒化アルミニウム粒子製造装置
- 2 アプリケーター（加熱炉）
- 3 マイクロ波発振器
- 4 導波路
- 5 スターラー
- 6 球状アルミナ粒子と炭素系材料粉体とを含む混合物
- 7 載置台
- 8、38、48 断熱性ケース
- 9 窓部
- 12、26 排気管
- 13 排気ポンプ
- 22 第二の管
- 24 第一の管
- 39 保持板

30

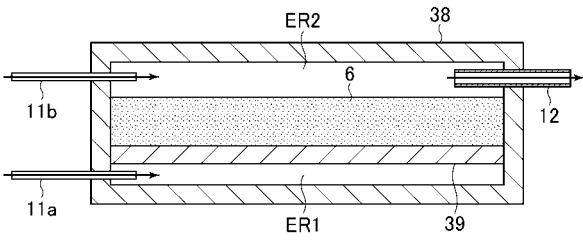
【 図 1 】



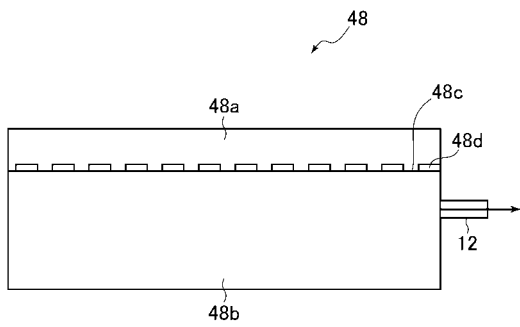
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

- (72)発明者 佐藤 裕
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
- (72)発明者 景山 宏治
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
- (72)発明者 澤野 清志
東京都中央区銀座七丁目1番3号 新日鐵住金マテリアルズ株式会社内