

AIN ウィスカーの量産化実験の支援

○伊藤広樹、鳥居実恵、林育生、神野貴昭、都築賢太郎

工学系技術支援室 分析・物質技術系

概要

本学の宇治原研究室では、単結晶の窒化アルミニウム（AIN）ウィスカーの合成に成功した。これをフィラーとして樹脂に混ぜた絶縁放熱樹脂では、従来使われてきた粉末状 AIN よりも熱伝導率が飛躍的に向上することを確認している。しかし、1 度に合成できる量が少ないのが現状であり、研究開発のための試料の確保やその量産技術開発の支援を行うため、宇治原研究室から業務依頼を受けている。合成条件や回収方法などの検討を重ね、生成量、回収量が共に増加し、当初よりも安定的に生産できるようになった。

1 はじめに

電子デバイスの小型化、高集積化などにより、絶縁性のあるより高い熱伝導率を有す絶縁放熱材料が求められている。中でも、絶縁放熱フィラーを樹脂に混ぜ込み、易加工性を付与した絶縁放熱樹脂が注目されている。絶縁性と高い熱伝導率を有する材料として、AIN やダイヤモンド、窒化ホウ素などがあるが、その形状は粒子状や鱗状などであった。本学宇治原研究室で合成に成功したウィスカー状の AIN は、それらのフィラーと比べて樹脂への添加に効果的で、熱伝導率を大幅に向上させることが確認できた。しかし、1 度に合成できる量が少ないため、実用化に向けてその量産方法が課題となっている。そこで、研究開発を行うための AIN ウィスカーの合成と量産化を行うための支援の依頼があった。本報告では、現在宇治原研究室から依頼を受けている AIN ウィスカーの量産化実験の支援に関する技術職員の取り組みについて紹介する。

2 AIN ウィスカー

AIN は無色透明なセラミックスであり、比表面積が大きい粉末状 AIN は、空気中の水分と容易に反応し、アンモニアを放出して分解する。AIN ウィスカーは繊維形状であり、粉末状 AIN に比べて化学的に安定であることがわかっている。図 1 に AIN ウィスカーの光学顕微鏡写真と電子顕微鏡写真を示す。

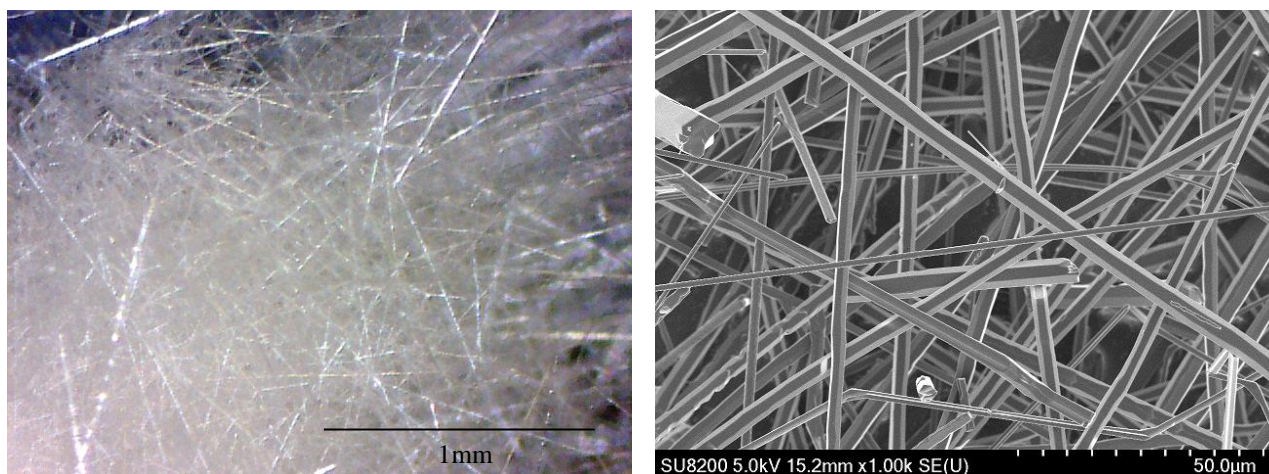


図 1 AIN ウィスカーの写真（左：光学顕微鏡写真、右：電子顕微鏡写真）

3 AIN ウィスカーの合成方法

アルミナ板（25cm×25cm）にアルミニウムと金属の混合物を載せ、箱型雰囲気制御型電気炉に入れる。炉内をアルゴン置換してから高温で加熱する。目的温度に到達後、窒素を炉内に流入させアルミニウムを直接窒化し、数時間加熱することで結晶成長させる。2日間かけて炉内を冷却し、白いわた状のAIN ウィスカーが得られる（図2）。



図2 AIN ウィスカー析出の様子

4 技術職員の支援内容

現在、AIN ウィスカーの量産化実験の支援は、全学技術センター工学系技術支援室の分析・物質系技術職員5名で行っている。内容は主にAIN ウィスカーの合成と回収、分析を行っている。AIN ウィスカーの合成は、愛知県の研究施設である知の拠点あいちの実験室で行っている。週に1回の頻度で知の拠点に2人1組で行き、箱型雰囲気制御型電気炉内への試料の設置及び、前週に設置し合成を終えたAIN ウィスカーの回収を行っている。この時、使用したアルミニウムや金属の重量、反応後の重量などを記録し、電気炉内の様子を写真撮影するなど実験の状況を詳細に記録している。

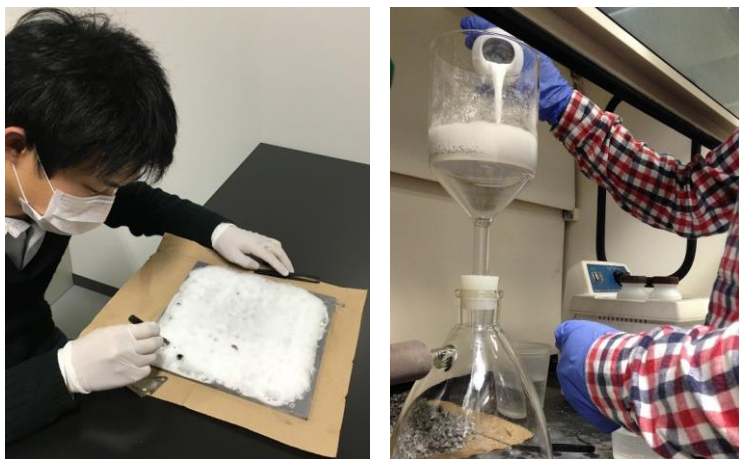


図3 AIN ウィスカー回収の様子（左：手作業、右：吸引ろ過）

知の拠点あいちで合成したAIN ウィスカーは名古屋大学に持ち帰り、ピンセットを使った手作業（図3左）、もしくは有機溶媒中に分散して吸引ろ過装置を用いて（図3右）回収を行っている。ピンセットを使った手作業での回収は25cm×25cmのアルミナ板上のAIN ウィスカーを約2時間かけて回収する。また、吸引ろ過装置を用いた回収は回収の手順や分散媒の選択など、技術職員の持つ知識をもとに行った。その結果、手作業で2時間かかる回収を30分程度の時間にまで短縮することができた。

AIN ウィスカーの分析は、実験条件を変えたときや試料の回収の方法を変えた時など生成物の確認のために主にSEMとXRDなどを用いて行っている。

またこれら以外にも電気炉の操作マニュアルの作成や電気炉の修理に立ち会うなど様々なことを行っている。

5 これまでの成果

2015年4月頃から量産化実験に関わってきたが、当初は1回の実験でAIN ウィスカーを5g程度しか回収できなかったが、詳細な実験データの記録による実験条件の改善やAIN ウィスカーの回収方法の工夫によって、1回の実験で20～30g回収できるようになった。現在実用化に向けてさらなる効率化を目指している。

謝辞

このような貴重な実験に取り組む機会を与えてくださった名古屋大学マテリアル理工学専攻の宇治原教授、宇治原研究室の竹内様に厚く御礼を申し上げます。