

高強度および高熱伝導性を持つ窒化アルミニウムセラミックスの焼結性，熱伝導率と破壊強度

研究代表者 大石 克嘉 研究員

1. はじめに

AIN(窒化アルミニウム)セラミックスは、右に示すような高い熱伝導性及び絶縁性を持ちながら、LSIの材料であるSiと同等な熱膨張率をもつため、半導体の放熱基板として用いられている。具体的には、モータの回転を制御するインバータなどに使用される「パワーモジュール」向け放熱／絶縁基板として需要が伸びている。より具体的に言うと、AIN基板は、トヨタのハイブリッド車であるプリウスの発進用モータの「パワーモジュール」部分に実際に使われているが、近年のアメリカにおける、「自動車をガソリン駆動から電気駆動に変える」という政策を考慮すると、電気自動車の増産にともない、AINセラミックスの需要はさらに伸びると考えられる。

需要の伸びは望ましい事であるが、新しく発生する問題点にも注意しなければならない。その問題点とは、不要になったAINセラミックスの後処理の問題である。一般的に、AINセラミックスを含む使用済みのセラミックスはそのまま廃棄されているのが現状であると考えられる。

以上の点を考慮して本研究では、今後需要が期待されるAINセラミックスの「製造方法」とその対極にある「廃材としてのAINセラミックスの再利用」について考える事を目的に、AINセラミックスの破壊挙動(砕いた場合)や破壊されたセラミックスの充填密度(砕いたものを応用する場合に必要)などについて調査を行った。

2. 実験(製造・焼結)

AIN(窒化アルミニウム)セラミックスの製造方法を以下に示す。

AIN原料粉末(トクヤマ製のHグレード)に最も一般的な焼結剤である Y_2O_3 を3mass%添加した粉末を、湿式ボールミル(溶媒はn-ブタノール)により、機械的に4時間混合した。その後、ロータリーエバポレータを用いてこの混合物から溶媒を除去した。このようにして得られた出発混合粉末を、金型を用いて100mm×100mm×5mmの形状をもつ圧粉体にした。この圧粉体を、グラファイト製ヒータをもつ電気試験炉中にて1気圧の純 N_2 雰囲気-1850℃で4時間熱処理する事により試験用のAINセラミックスを得た。

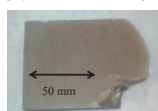
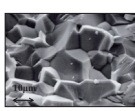


Fig.2 (a) AIN板状試料の実物写真



(b) AIN板状試料の微構造

もう一つの試験用AINセラミックスを以下の方法で得た。表面酸化を施し酸素成分を多く含むAIN粉末(ベースはトクヤマ製のHグレード)を、金型を用いて約15mmφ×15mm(高さ)の圧粉体に成形した。これを、熱間等方加圧(ホットアイソスタティックプレス;HIP)法により、10MPaの純窒素雰囲気中で、1850℃で3時間熱処理する事により、試験用AINセラミックスを得た。

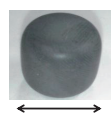
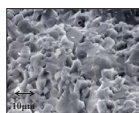


Fig.3 (a) AINボール状試料の実物写真



(b) AIN試験試料の微構造

2. 実験・評価

上記2種類のAINセラミックスの評価を以下の方法で行った。

- 1)粉末X線回折装置を用いた粒界相の同定
- 2)走査型電子顕微鏡を用いた試料セラミックスの破断面の微構造の観察
- 3)レーザーフラッシュ法を用いた試料セラミックスの熱伝導率の測定
- 4)高硬度のWC(タングステンカーバイド)製のボールと容器を用いた遊星ボールミルによる、AIN試料セラミックスの破壊挙動の調査と破壊された試料セラミックスの充填密度の調査

ICチップの放熱基板材料に求められる特性

1. 熱伝導率が高い
2. 電気絶縁性が高い
3. 誘電率が低い
4. Si(半導体)と熱膨張率が近い($4.0 \times 10^{-6}/^{\circ}C$)

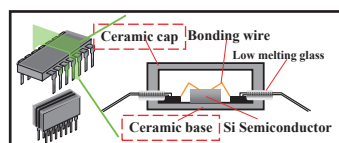


Fig.1 ICのAINセラミックスの応用



DVDなどのレーザーダイオード用基板



ハイブリッドカーの内部パーツ

3. 結果・今後の方針

XRDによる相の同定とSEMによる微構造観察と熱伝導率

板状のAINセラミックス試料中には、AIN以外の相として、 $Y_3Al_5O_{10}$ 相が確認された。これは、焼結剤として添加した Y_2O_3 とAIN表面上の Al_2O_3 成分が反応して生成したと考えられる。この相は、AINを常圧下で焼結させるのに必要な物質である。これに対して、ボール状のAINセラミックス(Y_2O_3 が添加されていない)中には、AINの他に Al_2O_3 が確認された。これは、無しの状態でAINを焼結させるために、加圧に加えてAIN表面に Al_2O_3 を増やしたために、焼結過程で生成してしまったものであると考えられる。

これらセラミックスの内部の微構造を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した結果をFig.2(b)及び、Fig.3(b)に示す。両図を比較すると、 Y_2O_3 (焼結剤)が添加されたセラミックスの方が大きな粒径をもつ事がわかる。

レーザーフラッシュ法を用いて測定した両試料の熱伝導率は、それぞれ、 $110 W m^{-1}K^{-1}$ (板状AINセラミックス)、 $70 W m^{-1}K^{-1}$ (ボール状AINセラミックス)であった。これら測定値の違いは、AINの粒界相に存在する酸化アルミニウムの量に依存していると思われる。

WC(タングステンカーバイド)を用いた遊星ボールによるAINの破壊挙動

高い強度をもつWC(タングステンカーバイド)をボールに用いた遊星ボールミルにより、2種類のAINセラミックス試料の粉碎を試みたが、回転数を1分間に400回転に固定した状態で、粉碎時間を変化させたが1時間～12時間の場合には試料セラミックスはほとんど粉碎されなかった。このため、ハンマーを用いて手動で2種類の試料セラミックスを粉碎した。粉碎した結果を、Fig.4 (a), (b)に示す。

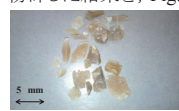


Fig.4 (a) 粉碎されたAINボール状試料の実物写真 (b) 粉碎されたAIN試験試料の微構造

上記粗く粉碎されたセラミックス試料を遊星ボールミルに入れ、1分間に400回転の回転数で24時間及び48時間粉碎した。この場合には、セラミックス試料の差異に関係なく、試料は表面より細かく粉碎された。粉碎された試料の粒径をSEM観察とX線により測定した結果を表2に示す。表2より両試料とも予想以上に細かく粉碎されてしまう事がわかった。下表に示される粒径では、本AINセラミックスを、例えば地盤材料として使用する場合には細かく粉碎されすぎてしまうので、今後手動粉碎するもしくは回転数を極力低くして粉碎を行い、地盤材料としての基礎データである「最大充填密度」と「最低充填密度」を測定するとともに、直径15cmの中型圧密試験装置あるいは三軸圧縮試験機を用いて圧縮、せん断特性を把握を試みる予定である。

Table 2 遊星ボールミルで粉碎したAINセラミックスの粒径

試料名	粉碎時間	XRD	最小粒径 / μm	
			1次粒子	2次粒子
ボール状 AIN セラミックス	24h	0.0225	2.0	20
	48h	0.0118	2.0	20
板状 AIN セラミックス	24h	0.16	0.3	19
	48h	0.0125	2.0	20
試料名	粉碎時間	SEM	最大粒径 / μm	
			1次粒子	2次粒子
ボール状 AIN セラミックス	24h	78		100
	48h	124		100
板状 AIN セラミックス	24h	91	0.75	60
	48h	118		130