



Title	ミリ波加熱法による窒化アルミニウムの焼結に関する研究
Author(s)	吉岡, 尚志
Citation	大阪大学, 2004, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/44989">https://hdl.handle.net/11094/44989</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏 名	吉 岡 尚 志
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 1 8 7 6 3 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 16 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科マテリアル応用工学専攻
学 位 論 文 名	ミリ波加熱法による窒化アルミニウムの焼結に関する研究
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 三宅 正司 (副査) 教 授 野城 清 教 授 宮本 欽生 助教授 巻野勇喜雄

### 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、新しい焼結方法として大いに注目されているミリ波加熱法を用いて、窒化アルミニウムの低温・短時間焼結を行い、成形体の緻密化挙動や焼結体の熱伝導度について従来法によるものと比較検討をおこなった結果を述べている。

第 1 章では窒化アルミニウム焼結の現状と問題点ならびにミリ波加熱法の特徴について述べている。

第 2 章では試料の成形方法、焼結方法および焼結体の評価方法について述べている。

第 3 章では種々の希土類酸化物を助剤として窒化アルミニウムをミリ波焼結した場合の緻密化挙動について述べている。希土類のイオン半径が小さくなるほど低温で緻密化され、とりわけイッテルビアがミリ波焼結の助剤として優れており、従来焼結法に比べて 300℃ 近く低温の 1600℃ での緻密化ができることを示している。

第 4 章ではイッテルビアを助剤として窒化アルミニウムを焼結した場合の緻密化挙動、およびその焼結体の熱伝導度について述べている。助剤相が共晶組成に近くなる 5 wt% の添加量が緻密化に最適であることを示している。また、高い熱伝導度を得るためには緻密化温度よりわずかに高い 1700℃ までの加熱が必要であり、焼結には約 1 時間必要とすることを明らかにしている。さらに非還元雰囲気であっても 180 W/(m・K) の高い熱伝導度を有する焼結体が得られ、その焼結体の強度も 500 MPa 近いことを示している。

第 5 章ではカルシアイッテルビア-アルミナ 3 元系助剤を添加した窒化アルミニウムの低温焼結について述べている。ミリ波加熱法で焼結した場合、従来法に対して約 400℃ 近く低温である 1500℃ での焼結で十分な緻密化が可能であり、150 W/(m・K) 近くの熱伝導度を有する焼結体が容易に得られることを示している。

第 6 章では、還元雰囲気を用いたミリ波焼結による窒化アルミニウムの高熱伝導度化について述べている。わずか 2 時間の焼結で 200 W/(m・K) を超える熱伝導度を有する焼結体を作成できることを明らかとしている。そしてこのような高い熱伝導度の焼結体が容易に得られるのは、ミリ波照射の効果により粒界の厚さが従来法に比べて非常に薄くなることによるものであることを示している。

第 7 章では得られた結果を総括している。

## 論文審査の結果の要旨

窒化アルミニウムは高い理論熱伝導度とシリコンに近い熱膨張率を有するため、LSIなどのセラミックス基板材料として注目を集めている。しかしながら従来の焼結法では焼結性が低いことが大きな問題点となっている。すなわち十分な緻密化と高い熱伝導度を得るためには約1900℃で10時間の処理を必要とする。このような条件での焼結は生産性を大きく低下させる。そのため、より低温、短時間での焼結が望まれている。本研究では、従来の電気炉加熱に代わる新しい焼結方法としてミリ波加熱法を用いて窒化アルミニウムの焼結を行い、その焼結挙動について以下のような種々の新しい知見を得ている。

本論文を要約すると以下の通りである。

- (1) 希土類酸化物を添加助剤として窒化アルミニウムを焼結する場合、従来法ではその焼結挙動は助剤の種類にほとんど依存しないのに対し、ミリ波加熱法では焼結挙動は助剤の種類に大きく依存することを明らかにしている。また、その緻密化温度は希土類のイオン半径が小さいほど低温になることを示している。そして、イッテルビアを添加助剤にした場合、1600℃の焼結温度で理論密度の97%を超える十分な緻密化が得られることを示している。
- (2) ミリ波加熱法により窒化アルミニウムの焼結を行った場合、非還元雰囲気下における低温・短時間の焼結であっても、180 W/(m・K)を超える高い熱伝導度を得ることができ、焼結体の強度も従来法で焼結したものに比べて高くなり、500 Mpa程度の曲げ強度が得られることを示している。
- (3) カルシウムアルミナ-イッテルビア3元系助剤を添加した窒化アルミニウムをミリ波加熱法で焼結した場合、従来法に対して約400℃近く低温である1500℃での焼結で十分な緻密化が得られること明らかとしている。
- (4) 還元雰囲気下で窒化アルミニウムのミリ波焼結を行った場合、約2時間で200 W/(m・K)を超える高い熱伝導度が得られることを明らかにしている。従来法でこのような値の熱伝導度を得るためには10時間以上の焼結を必要とすることから、ミリ波加熱法では焼結時間の大幅な短縮が可能であることを実証している。
- (5) ミリ波加熱法によって窒化アルミニウムの焼結を行った場合、従来法で得られるよりも薄い粒界を持つ微細構造が形成され、これが高い熱伝導度をもたらすことを明らかにしている。

以上の成果は窒化アルミニウムの焼結体合成とその実用化に対して、ミリ波加熱法が極めて有効な新しいプロセスであることを実証しており、材料工学に貢献する所が大きい。よって本論文は博士論文として価値のあるものと認める。