

(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2015-3845  
(P2015-3845A)

(43) 公開日 平成27年1月8日(2015.1.8)

(51) Int.Cl.  
C01B 31/36 (2006.01)

F I  
C O 1 B 31/36 G O 1 H

テーマコード (参考)  
4 G 1 4 6

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2013-130453 (P2013-130453)  
(22) 出願日 平成25年6月21日 (2013.6.21)

(71) 出願人 000005278  
株式会社ブリヂストン  
東京都中央区京橋三丁目1番1号  
(74) 代理人 100083806  
弁理士 三好 秀和  
(74) 代理人 100100712  
弁理士 岩▲崎▼ 幸邦  
(74) 代理人 100101247  
弁理士 高橋 俊一  
(74) 代理人 100095500  
弁理士 伊藤 正和  
(74) 代理人 100098327  
弁理士 高松 俊雄

最終頁に続く

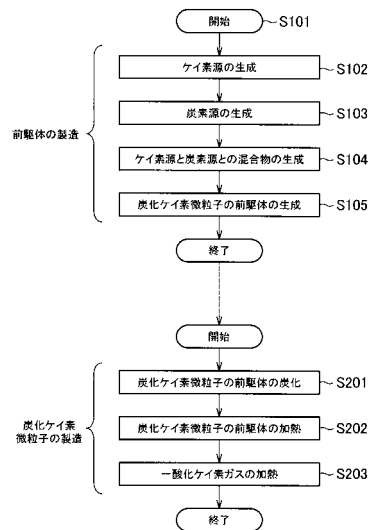
(54) 【発明の名称】 炭化ケイ素微粒子の製造方法及び製造装置

(57) 【要約】

【課題】炭化ケイ素微粒子の収率を高くする。

【解決手段】本発明に係る、炭化ケイ素微粒子の製造方法であって、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、加熱手段によって、ケイ素源及び炭素源を含む混合物を炭化することによって得られた炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱する工程Aと、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することによって生成されたガスを加熱する工程Bとを有し、工程Aにおいて、混合物の炭化前におけるケイ素源及び前記炭素源の少なくとも一方は、液状である。

【選択図】図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

炭化ケイ素微粒子の製造方法であって、

非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、加熱手段によって、ケイ素源及び炭素源を含む混合物を炭化することによって得られた炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱する工程 A と、

非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、前記炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することによって生成されたガスを加熱する工程 B とを有し、

前記工程 A において、前記混合物の炭化前における前記ケイ素源及び前記炭素源の少なくとも一方は、液状であることを特徴とする炭化ケイ素微粒子の製造方法。

10

## 【請求項 2】

前記混合物の炭化後において、前記ケイ素に対する前記炭素のモル比は、1.5倍以上、かつ、5.0倍以下となるように、前記炭素源と前記ケイ素源とを混合する工程とを有することを特徴とする請求項 1 に記載の炭化ケイ素微粒子の製造方法。

## 【請求項 3】

前記工程 A において、非炭素物質の内壁を有する領域内で、前記加熱手段として、熱プラズマ、抵抗加熱装置、レーザ加熱装置或いはアークプラズマを用いて、前記炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の炭化ケイ素微粒子の製造方法。

20

## 【請求項 4】

炭化ケイ素微粒子の製造装置であって、

非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、加熱手段によって、ケイ素源及び炭素源を含む混合物を炭化することによって得られた炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱するように構成されている加熱手段と、

非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、前記炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することによって生成されたガスを加熱するように構成されている加熱手段とを具備し、

前記加熱手段において、前記混合物の炭化前における前記ケイ素源及び前記炭素源の少なくとも一方は、液状であることを特徴とする炭化ケイ素微粒子の製造装置。

30

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、炭化ケイ素微粒子の製造方法及び製造装置に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

炭化ケイ素は、極めて硬質な物質であるため、細かく粉砕することが困難であり、炭化ケイ素微粒子を得ることは、困難であった。炭化ケイ素微粒子を製造する方法として、特許文献 1 に開示されている製造方法が知られている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

40

## 【0003】

【特許文献 1】特開 2007 - 191364 号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

しかしながら、特許文献 1 の製造方法によって炭化ケイ素微粒子を生成した場合、工数が多くかかるという問題点があった。そこで、本発明は、上述の課題に鑑みてなされたものであり、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子の製造方法及び製造装置を提供することを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

50

## 【0005】

本発明の一態様に係る第一の特徴は、炭化ケイ素微粒子の製造方法であって、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、加熱手段によって、ケイ素源及び炭素源を含む混合物を炭化することによって得られた炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱する工程Aと、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することによって生成されたガスを加熱する工程Bとを有し、工程Aにおいて、混合物の炭化前におけるケイ素源及び炭素源の少なくとも一方は、液状であることを要旨とする。

## 【0006】

上記態様において、混合物の炭化後において、ケイ素に対する炭素のモル比は、1.5倍以上、かつ、5.0倍以下となるように、炭素源とケイ素源とを混合する工程とを有することを要旨とする。

10

## 【0007】

上記態様において、非炭素物質の内壁を有する領域内で、加熱手段として、熱プラズマ、抵抗加熱装置、レーザ加熱装置或いはアークプラズマを用いて、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することを要旨とする。

## 【0008】

本発明の一態様に係る第二の特徴は、炭化ケイ素微粒子の製造装置であって、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、加熱手段によって、ケイ素源及び炭素源を含む混合物を炭化することによって得られた炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱するように構成されている加熱手段と、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することによって生成されたガスを加熱するように構成されている加熱手段とを具備し、加熱手段において、混合物の炭化前におけるケイ素源及び炭素源の少なくとも一方は、液状であることを要旨とする。

20

## 【0009】

上記態様において、混合物の炭化後において、ケイ素に対する炭素のモル比は、1.0倍以上、かつ、5.0倍以下であることを要旨とする。

## 【0010】

上記態様において、加熱手段は、非炭素物質の内壁を有する領域内で、熱プラズマ、抵抗加熱装置、レーザ加熱装置或いはアークプラズマを用いて、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することを要旨とする。

30

## 【発明の効果】

## 【0011】

上記態様によれば、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子の製造方法及び製造装置を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0012】

【図1】本実施形態に係るケイ素微粒子におけるケイ素と炭素の比を示す図である。

【図2】本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の前駆体及び炭化ケイ素微粒子の製造方法について示すフローチャートである。

40

【図3】本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の一例を示す図である。

【図4】本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例を示す図である。

【図5】本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例を示す図である。

【図6】本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例を示す図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0013】

(本実施形態)

(炭化ケイ素微粒子の前駆体について)

本本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の前駆体について、説明をする。

## 【0014】

50

炭化ケイ素微粒子の前駆体は、ケイ素 (Si) を含むケイ素源と、炭素 (C) を含む炭素源とによって構成される混合物である。混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比は、1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である。炭化とは、炭化ケイ素微粒子の前駆体の成分として必要なケイ素、酸素、炭素以外の有機等の成分を除去し、無機化することを示す。別の言い方をすると、炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素源のケイ素と、炭素源の炭素とのモル比は、1.0対1.0~5.0である。モル (mol) とは、国際単位系における物理量の単位を示す。モル (mol) は、質量を原子量で割る (mol = 資料 ÷ 原子量) ことから算出される。モル比とは、モルとモルの比率を示す。混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上であり5.0倍以下ということは、炭素のモル比がケイ素のモル比よりも大きい。よって、炭化ケイ素微粒子の前駆体から、炭化ケイ素微粒子を製造する際に、一酸化ケイ素に対して、炭素源を過剰に供給することができる。その結果、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子を生成することができる。

10

20

30

40

50

#### 【0015】

図1に示すように、ケイ素微粒子の前駆体におけるケイ素及び炭素の比と、炭化ケイ素及びケイ素微粒子の生成量との関係を示す。ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上であると、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子を生成できる。ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が5.0倍以下であると、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子を生成できる。

#### 【0016】

(ケイ素源について)

ケイ素源として、液状のケイ素源と、固体状のケイ素源とが知られている。まずは、液状のケイ素源について、説明をする。液状のケイ素源は、常温、常圧にて、液状であるケイ素化合物と、水を加えることにより、液状となるケイ素化合物とを含む。水を加えることにより液状となるケイ素化合物とは、以下で説明する固体状のケイ素化合物に対して、水を加えることにより、液状となるケイ素化合物を示す。液状であるケイ素化合物として、モノアルコキシシラン、ジアルコキシシラン、トリアルコキシシラン、テトラアルコキシシラン、テトラアルコキシシランの重合体が知られている。特に、液状であるケイ素化合物として、メトキシシラン、エトキシシラン、プロポキシシラン、ブトキシシランを用いることが好ましい。また、液状であるケイ素化合物として、テトラアルコキシシランの重合体の中では、2~15程度の重合度を持つ低分子量重合体(オリゴマー)及びケイ酸ポリマーを用いることが好ましい。

#### 【0017】

以上、液状のケイ素源を説明したが、次に、固体状のケイ素源について、説明を行う。固体状のケイ素源として、常温、常圧にて、固体状のケイ素化合物が知られている。固体状のケイ素化合物として、酸化ケイ素が知られている。酸化ケイ素は、一酸化ケイ素 (SiO)、シリカゲル(コロイド状超微細シリカ含有液、内部にOH基やアルコキシシル基を含む)、二酸化ケイ素(シリカゲル、微細シリカ、石英粉末)を含む。液状及び固体状のケイ素源を単独で用いることができる。しかし、複数のケイ素源を用いる場合、少なくとも1つの液状のケイ素源を用いることが好ましい。液状のケイ素源は、分子レベルで均一に分散するからである。複数のケイ素源を用いる場合、均質性やハンドリング性が良好という観点より、テトラエトキシシランのオリゴマーと微粉末シリカとの混合物を用いることが好ましい。

#### 【0018】

(炭素源について)

炭素源として、液状の炭素源と、固体状の炭素源とが知られている。まずは、液状の炭素源について、説明をする。液状の炭素源は、常温、常圧にて、液状である有機化合物と、酸を加えることにより、液状となる固体状の有機化合物とを含む。有機化合物とは、酸素を分子内に含有し、加熱により炭素を残留させる化合物である。液状及び固体状の有機

化合物として、フェーノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、グルコース等の単糖類、蔗糖等の少糖類、セルロースやデンプン等の多糖類などの各種糖類が知られている。特に、液状及び固体状の有機化合物として、レゾール型フェーノール樹脂及びノボラック型フェーノール樹脂を用いることが好ましい。

#### 【0019】

液状及び固体状の有機化合物と混合させる酸として、無機酸よりも、有機酸を用いることが好ましい。有機酸は、100 ~ 900 の加熱により蒸発し、不純物として残らない。特に、強い酸性度を有する有機酸を用いることが好ましい。強い酸性度を有する有機酸として、硫酸、塩酸、マレイン酸、p-トルエンスルホン酸を用いることが好ましい。その中でも、マレイン酸又はp-トルエンスルホン酸を用いることが好ましい。

10

#### 【0020】

以上、液状の炭素源を説明したが、次に、固体状の炭素源について説明する。固体状の炭素源として、常温、常圧にて、固体状の有機化合物が知られている。具体的には、固体状の有機化合物として、酸などの溶媒に溶解する固体状の有機化合物、熱可塑性或いは熱融解性のように加熱により軟化及び液化する固体状の有機化合物が知られている。液状及び固体状の炭素源は、単独で用いることができる。しかし、複数のケイ素源を用いる場合、少なくとも1つの液状の炭素源を用いることが好ましい。液状の炭素源は、分子レベルで均一に分散するからである。

#### 【0021】

(炭化ケイ素微粒子について)

次に、本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子について、説明をする。炭化ケイ素微粒子は、ケイ素を含むケイ素源と、炭素を含む炭素源とからなる炭化ケイ素微粒子の前駆体から生成される粉体である。特に、混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である炭化ケイ素微粒子の前駆体から生成された一酸化ケイ素ガスと、炭化ケイ素微粒子の前駆体から供給される炭素とが反応することにより、炭化ケイ素微粒子を生成することができる。

20

#### 【0022】

(炭化ケイ素微粒子の前駆体の製造方法について)

次に、図2を参照して、本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の前駆体の製造方法について、説明をする。ケイ素源として、液状のケイ素源と、固体状のケイ素源とが知られている。まずは、液状のケイ素源の製造方法について、説明をする。図2に示すように、ステップS101において、ケイ素化合物及び水の混合によって、加水分解により、液状のケイ素源を生成する。ケイ素化合物及び水の混合は、常温、常圧にて行われる。液状であるケイ素化合物として、モノアルコキシシラン、ジアルコキシシラン、トリアルコキシシラン、テトラアルコキシシラン、テトラアルコキシシランの重合体を用いることが知られている。特に、液状であるケイ素化合物として、メトキシシラン、エトキシシラン、プロポキシシラン、ブトキシシランを用いることが好ましい。また、液状であるケイ素化合物として、テトラアルコキシシランの重合体の中では、2~15程度の重合度を持つ低分子量重合体(オリゴマー)及びケイ酸ポリマーを用いることが好ましい。

30

#### 【0023】

以上、液状のケイ素源の製造方法を説明したが、次に、固体状のケイ素源の製造方法について、説明を行う。固体状のケイ素源として、常温、常圧にて、固体状のケイ素化合物が知られている。固体状のケイ素化合物として、酸化ケイ素を用いることが知られている。酸化ケイ素は、一酸化ケイ素(SiO)、シリカゲル(コロイド状超微細シリカ含有液、内部にOH基やアルコキシシル基を含む)、二酸化ケイ素(シリカゲル、微細シリカ、石英粉末)を含む。液状及び固体状のケイ素源を単独で用いることができる。しかし、複数のケイ素源を用いる場合、少なくとも1つの液状のケイ素源を用いることが好ましい。液状のケイ素源は、分子レベルで均一に分散するからである。複数のケイ素源を用いる場合、均質性やハンドリング性が良好という観点より、テトラエトキシシランのオリゴマーと微粉末シリカとの混合物を用いることが好ましい。

40

50

## 【0024】

図2に示すように、ステップS102において、炭素源の生成を行う。炭素源として、液状の炭素源と、固体状の炭素源とを用いることが知られている。

## 【0025】

まずは、液状の炭素源の製造方法について、説明をする。液状の炭素源は、常温、常圧にて、液状である有機化合物と、酸を加えることにより、液状となる固体状の有機化合物とを含む。有機化合物とは、酸素を分子内に含有し、加熱により炭素を残留させる化合物である。液状及び固体状の有機化合物として、フェノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、グルコース等の単糖類、蔗糖等の少糖類、セルロースやデンプン等の多糖類などの各種糖類が知られている。特に、液状及び固体状の有機化合物として、

10

## 【0026】

レゾール型フェノール樹脂及びノボラック型フェノール樹脂を用いることが好ましい。液状及び固体状の有機化合物と混合させる酸として、無機酸よりも、有機酸を用いることが好ましい。有機酸は、100～900の加熱により蒸発し、不純物として残らない。酸として、硫酸、塩酸、マレイン酸、p-トルエンスルホン酸を用いることができるが、有機酸であるマレイン酸、p-トルエンスルホン酸が好ましい。その中でも、マレイン酸を用いることが特に好ましい。

## 【0027】

以上、液状の炭素源を説明したが、次に、固体状の炭素源について説明する。固体状の炭素源として、常温、常圧にて、固体状の有機化合物が知られている。具体的には、固体状の有機化合物として、酸などの溶媒に溶解する固体状の有機化合物、熱可塑性或いは熱融解性のように加熱により軟化及び液化する固体状の有機化合物が知られている。液状及び固体状の炭素源は、単独で用いることができる。しかし、複数のケイ素源を用いる場合、少なくとも1つの液状の炭素源を用いることが好ましい。液状の炭素源は、分子レベルで均一に分散するからである。

20

## 【0028】

図2に示すように、ステップS103において、ケイ素源と炭素源との混合物の生成を行う。混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比は、1.0倍以上、かつ、5.0倍以下となるように、ケイ素源と、炭素源との混合を行う。炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上であり5.0倍以下ということは、炭素のモル比がケイ素のモル比よりも大きい。その結果、炭化ケイ素微粒子を製造する際に炭素源を過剰に供給することができる炭化ケイ素微粒子の前駆体を生成することができる。ケイ素源と炭素源との混合物を生成する際、ケイ素源と炭素源とを硬化させるために、硬化剤を使用する。硬化剤として、トルエンスルホン酸水溶液、トルエンカルボン酸水溶液、酢酸水溶液、しゅう酸水溶液、硫酸水溶液などの弱酸水溶液を用いることが好ましい。

30

## 【0029】

図2に示すように、ステップS103において、炭化ケイ素微粒子の前駆体の生成を行う。ケイ素源と炭素源の混合物を、領域内において、100～300の温度で加熱し、炭化させることによって、炭化ケイ素微粒子の前駆体を生成する。生成された炭化ケイ素微粒子の前駆体は、固体状である。生成された炭化ケイ素微粒子の前駆体は、ケイ素源または炭素源のどちらか一つが液状であるため、生成された炭化ケイ素微粒子の前駆体の内部は、二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )分子レベル及び炭素(C)分子レベルにおいて、均一に分散している。混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比は、1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である。よって、炭化ケイ素微粒子を製造する際に、炭素源を過剰に供給することができる。その結果、工数がかからず、収率の高い炭化ケイ素微粒子を生成することができる。

40

## 【0030】

(炭化ケイ素微粒子の製造方法について)

次に、図2を参照して、本実施形態に係るケイ素微粒子の製造方法について、説明を

50

する。図2に示すように、ステップS201において、非酸化雰囲気下において、加熱炉を用いて500～1300にて、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱することにより、炭化ケイ素微粒子の前駆体の炭化を行う。炭化ケイ素微粒子の前駆体を有機化合物から生成するため、500～1300にて加熱することにより、炭化ケイ素微粒子の前駆体中の有機化合物を飛ばすことができる。

#### 【0031】

図2に示すように、ステップS202において、不活性雰囲気下において、非炭素物質によって形成された領域内の加熱領域において、炭化ケイ素微粒子の前駆体を加熱する。領域内の加熱領域にて、1300以上で加熱されることが好ましい。特に、領域内の加熱領域にて、1500以上で加熱されることが好ましい。(式1)に示す化学式によって、領域内の加熱領域にて加熱された炭化ケイ素微粒子の前駆体により、一酸化ケイ素(SiO)を生成する。生成された一酸化ケイ素は、ガスである。

10

#### 【0032】

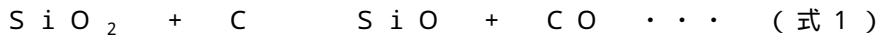
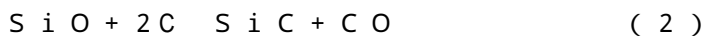


図2に示すように、ステップS203において、非炭素物質によって形成された領域内で、不活性雰囲気下において、生成された一酸化ケイ素ガスを加熱する。生成された一酸化ケイ素ガスを、領域内の加熱領域において、そのまま1600以上の温度で加熱し続けると、(2)式に示す化学反応によって、炭化ケイ素(SiC)が形成される。

#### 【0033】



20

混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である炭化ケイ素微粒子の前駆体は、炭化ケイ素微粒子を製造する際に、炭素源を過剰に供給する。その結果、一酸化ケイ素ガスと、炭素とによって、炭化ケイ素が生成される。

#### 【0034】

(炭化ケイ素微粒子の製造装置について)

図3を参照して、本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の一例について説明する。本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置として、図3に示すような高周波誘導熱プラズマ装置100を用いることができる。なお、本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置として、図3に示す高周波誘導熱プラズマ装置100以外にも、局所加熱を実現できる装置であれば、レーザ焼成装置や抵抗加熱焼成装置等の任意の装置を用いることができる。

30

#### 【0035】

図3に示すように、かかる高周波誘導熱プラズマ装置100は、プラズマ発生用のトーチ100Aを具備する。トーチ100Aは、円筒部材100Bと、円筒部材100Bの上部に取り付けられているガスリング100Cと、円筒部材100Bの外側に配置されている誘導コイル100Dとを有する。また、円筒部材100Bは、内側管及び外側管からなる二重管構造として形成されており、内側管は、非炭素物質で形成されている。非炭素物質は、炭素が表面に染み出していない物質で、炭素を含む物質のことである。非炭素物質として、ステンレスを用いることが好ましい。また、非炭素物質として、炭素結合の強い物質である炭化ケイ素(SiC)を用いることが好ましい。更に、非炭素物質として、昇華温度が十分高温である炭素(C)を用いることが好ましい。また、円筒部材100Bは、上部フランジ100Eと下部フランジ100Fとの間に取り付けられており、上部フランジ100E及び下部フランジ100Fは、ネジ100Gによって支持棒100Hに固定されている。上部フランジ100Eと下部フランジ100Fの間には、イグニションコイル等の高電圧発生装置100Iが接続されている。上部フランジ100Eは、冷却水の出口通路100Jを有し、下部フランジ100Fは、冷却水の入口通路100Kを有している。冷却水は、入口通路100Kを介して、円筒部材100Bの二重管構造の内部に供給され、出口通路100Jを介して、円筒部材100Bの二重管構造の内部から排出されるように構成されている。ガスリング100Cの中央部分は、プローブ100Lを有して

40

50

いる。プローブ100Lの中心部は、プローブ100Lの長手方向に沿ってプローブ中心孔Hを形成しており、プローブ中心孔H内にパイプQを挿入する。パイプQを介して、粉体供給装置から円筒部材100Bの内部に、炭化ケイ素微粒子の前駆体を含むガス（例えば、アルゴンガス）が供給されるように構成されている。また、ガスリング100Cの内部の供給通路100Mを介して、プラズマガス源（図示せず）から円筒部材100Bの内部に、プラズマガス（例えば、アルゴンガス）が供給されるように構成されている。また、プローブ100Lの内部は、冷却水の通路（図示せず）を有しており、冷却水は、入口100Nから供給され、出口100Oから排出されるように構成されている。さらに、ガスリング100Cの内部は、冷却水の通路100Pを有しており、冷却水は、通路100P内に供給されている。なお、誘導コイル100Dには、高周波電源（図示せず）からの高周波電力が供給されるように構成されている。また、トーチ100Aの下部には、加熱炉100Qが配置されている。

#### 【0036】

以下、高周波誘導熱プラズマ装置100の動作を簡単に説明する。第1に、ガスリング100Cの内部の供給通路100Mを介して、プラズマガス源から円筒部材100Bの内部に、プラズマガスを供給すると共に、高周波電源から誘導コイル100Dに対して高周波電力を供給する。第2に、このような状態において、高圧発生装置100Iから、上部フランジ100Eと下部フランジ100Fとの間に高電圧を印加すると、部フランジ100Eと下部フランジ100Fとの間でコロナ放電が生起し、かかるコロナ放電が引き金となって、トーチ100Aの内部に熱プラズマPが発生（着火）する。第3に、粉体供給装置から、ガスリング100Cの中心に位置するプローブ中心孔H内のパイプQを介して、炭化ケイ素微粒子の前駆体を含むガスを、熱プラズマPによる加熱炉の加熱領域に供給する。第4に、炭化ケイ素微粒子の前駆体は、10000程度の熱プラズマPによる加熱炉の加熱領域内で、蒸発したり溶解されたりして、上述の（式1）に示す化学反応によって、一酸化ケイ素（SiO）ガスが生成される。第5に、熱プラズマPによる加熱炉の加熱領域内で生成された一酸化ケイ素ガスを、そのままの加熱炉の加熱領域にて加熱を行う。ここで、加熱炉の加熱領域において、一酸化ケイ素ガスと、ケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である炭化ケイ素微粒子の前駆体から過剰に供給された炭素源とが反応した結果、上述の（式2）に示す化学反応によって、炭化ケイ素微粒子を含む粉体が生成される。第6に、生成された粉体については、加熱領域外100Qに接続されている集塵機によって回収される。

#### 【0037】

図4乃至6を参照して、本本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉について説明する。

#### 【0038】

図4は、炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例として、熱プラズマを用いた加熱炉を示す。領域内10の加熱領域20Aは、熱プラズマによって加熱されている。加熱炉10の領域内10Aは、非炭素物質によって形成されている。粉体供給装置を用いて、細かく粉砕された炭化ケイ素微粒子の前駆体1を含むガスを、領域内10の加熱領域20A内に噴霧する。加熱炉の加熱領域内で生成された一酸化ケイ素ガスを、そのまま加熱する。上述の（式2）に示す化学反応によって、炭化ケイ素微粒子2を生成する。

#### 【0039】

図5は、炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例として、抵抗加熱装置を用いた加熱炉を示す。領域内10の加熱領域20Bは、抵抗加熱装置によって加熱されている。加熱炉10の領域内10Aは、非炭素物質によって形成されている。粉体供給装置を用いて、細かく粉砕された炭化ケイ素微粒子の前駆体1を含むガスを、領域内10の加熱領域20B内に噴霧する。加熱炉の加熱領域内で生成された一酸化ケイ素ガスを、そのまま加熱する。その結果、上述の（式2）に示す化学反応によって、炭化ケイ素微粒子2を生成する。

#### 【0040】

10

20

30

40

50



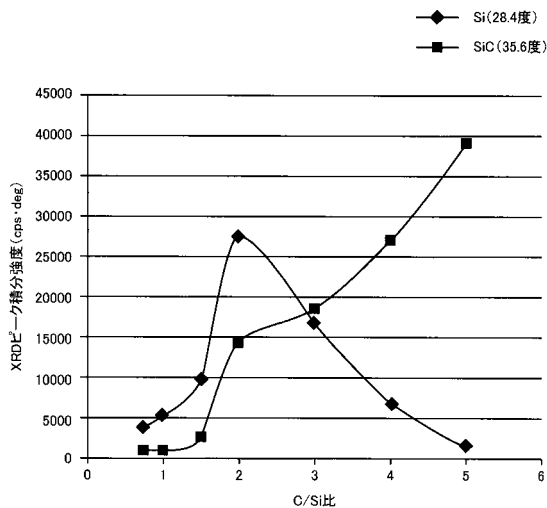
図6は、炭化ケイ素微粒子の製造装置の加熱炉の一例として、レーザ加熱装置を用いた加熱炉を示す。領域内10の加熱領域20Cは、レーザ加熱装置によって加熱されている。加熱炉10の領域内10Aは、非炭素物質によって形成されている。粉体供給装置を用いて、細かく粉碎された炭化ケイ素微粒子の前駆体1を含むガスを、領域内10の加熱領域20C内に噴霧する。加熱炉の加熱領域内で生成された一酸化ケイ素ガスを、そのまま加熱する。その結果、上述の(式2)に示す化学反応によって、炭化ケイ素微粒子2を生成する。図6(a)、6(b)に示すように、加熱領域20Cは、ガラス窓10Bを介して2方向から領域内10内に入射されたCO<sub>2</sub>レーザ又はYAGレーザの交差する領域である。

【0041】

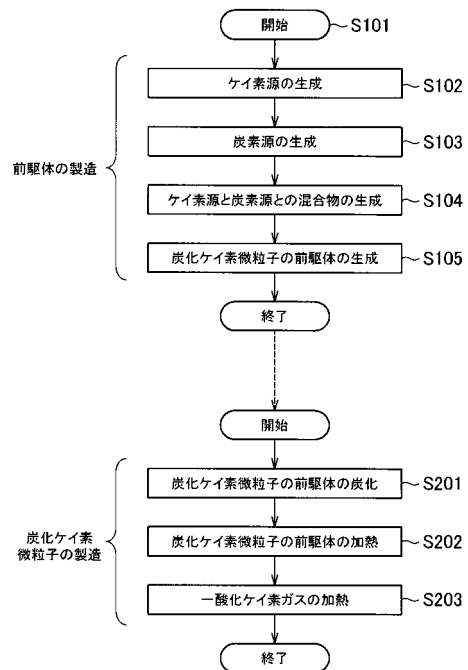
(作用及び効果について)

本実施形態に係る炭化ケイ素微粒子の製造方法によれば、混合物の炭化後において、炭化ケイ素微粒子の前駆体に含まれるケイ素に対する炭素のモル比が1.0倍以上、かつ、5.0倍以下である炭化ケイ素微粒子の前駆体は、炭化ケイ素微粒子を製造する際に、炭素源を過剰に供給する。その結果、工数がかからずに、過剰に供給された炭素と一酸化ケイ素ガスとによって、炭化ケイ素微粒子が生成される。

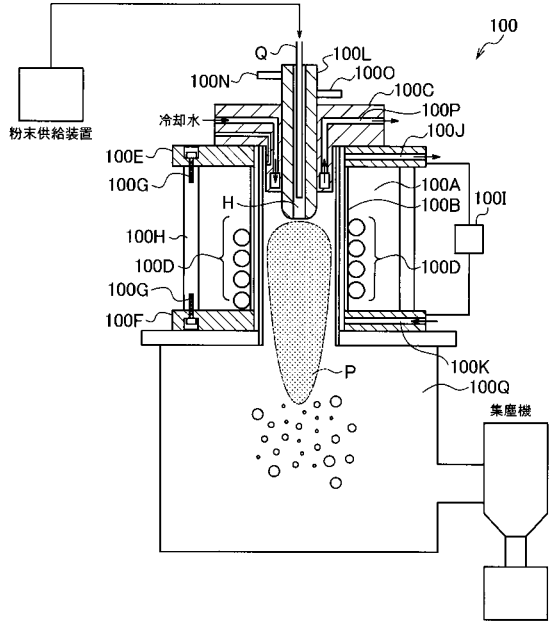
【図1】



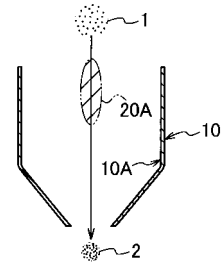
【図2】



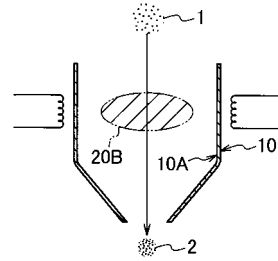
【 図 3 】



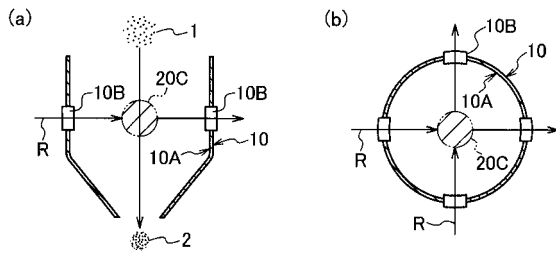
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 遠藤 忍

東京都小平市小川東町 3 - 1 - 1 株式会社ブリヂストン技術センター内

Fターム(参考) 4G146 MA14 MB02 NA05 NA21 NA24 NB02 NB07 NB08 NB10 NB12  
NB14 NB18 QA02 QA08