



(21)申請案號：113106115

(22)申請日：中華民國 113 (2024) 年 02 月 21 日

(51)Int. Cl. : C01B21/068 (2006.01) C08K3/34 (2006.01)

(30)優先權：2023/03/31 日本 2023-058618

(71)申請人：日商住友化學股份有限公司 (日本) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED (JP)

日本

日商燃燒合成股份有限公司 (日本) COMBUSTION SYNTHESIS CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：大門(上原)滿 DAIMON(UEHARA), MICHIRU (JP)；中田邦彦 NAKATA, KUNIHICO (JP)；原田和人 HARADA, KAZUTO (JP)；鏡好晴 KAGAMI, YOSHIHARU (JP)

(74)代理人：卓俊傑；鮑亞嵐；卓孟儀

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：0 共 35 頁

(54)名稱

氮化矽粉末及使用其的樹脂組成物

(57)摘要

一種氮化矽粉末，包含多個氮化矽粒子，且滿足以下的式（1）。

$$0\% \leq |X - Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

此處，X（nm）為由氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度，Y（nm）為由氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度。

Provided are silicon nitride powder comprising a plurality of silicon nitride particles and satisfying the following formula (1):

$$0\% \leq |X - Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

where X (nm) is a thickness of SiO₂ coat calculated based on a total amount of oxygen TO (% by mass) of the silicon nitride powder, and

Y (nm) is a thickness of SiO₂ coat calculated based on a surface oxygen rate SO (atom%) of the silicon nitride particles.



【發明摘要】

【中文發明名稱】氮化矽粉末及使用其的樹脂組成物

【英文發明名稱】 SILICON NITRIDE POWDER, AND RESIN
COMPOSITION USING SAME

【中文】

一種氮化矽粉末，包含多個氮化矽粒子，且滿足以下的式
(1)。

$$0\% \leq |X-Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

此處，X (nm) 為由氮化矽粉末的整體氧量 TO (質量%) 換
算出的 SiO₂ 被膜的厚度，Y (nm) 為由氮化矽粒子的表面氧率 SO
(原子%) 換算出的 SiO₂ 被膜的厚度。

【英文】

Provided are silicon nitride powder comprising a plurality of
silicon nitride particles and satisfying the following formula (1):

$$0\% \leq |X-Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

where X (nm) is a thickness of SiO_2 coat calculated based on a total amount of oxygen TO (% by mass) of the silicon nitride powder, and

Y (nm) is a thickness of SiO_2 coat calculated based on a surface oxygen rate SO (atom%) of the silicon nitride particles.

【指定代表圖】 無。

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】氮化矽粉末及使用其的樹脂組成物

【英文發明名稱】 SILICON NITRIDE POWDER, AND RESIN
COMPOSITION USING SAME

【技術領域】

【0001】 本揭示是有關於一種氮化矽粉末及使用其的樹脂組成物。

【先前技術】

【0002】 藉由對電子零件通電而產生的熱經由散熱器而散熱。出於提高散熱效率的目的，已知於電子零件與散熱器之間利用散熱材料進行填充的技術。

作為散熱材料之一，已知有包含樹脂與無機粒子的樹脂組成物，作為無機粒子，可利用氮化矽粉末（例如專利文獻 1）。

【0003】 另外，在專利文獻 2 中揭示了用於其他用途的氮化矽粉末。

專利文獻 2 揭示了內部氧量為 0.6 質量%以下的氮化矽粉末，作為能夠獲得具有高的熱傳導率的氮化矽燒結體的氮化矽粉末。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0004】 [專利文獻 1]日本專利特表 2022-522814 號公報

[專利文獻 2]國際公開第 2020/203695 號

【發明內容】**【0005】** [發明所欲解決之課題]

在樹脂組成物與水分接觸時，有時因樹脂組成物中的氮化矽粉末的水解而產生氨。氨有引起樹脂組成物的絕緣破壞之虞，因此對於作為樹脂組成物的填料使用的氮化矽粉末，要求與水的反應性低（即，耐水性）。

然而，在專利文獻 1 及專利文獻 2 中，完全未研究氮化矽粉末的耐水性。

【0006】 鑒於此種狀況，本發明的一實施形態的目的在於提供一種氮化矽粉末，其作為樹脂組成物用填料而使用，且可發揮耐水性。進而，本發明的另一實施形態的目的在於提供一種使用了一實施形態的氮化矽粉末的樹脂組成物。

[解決課題之手段]

【0007】 本發明的態樣 1 為一種氮化矽粉末，

包含多個氮化矽粒子，且滿足以下的式（1）。

$$0\% \leq |X - Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

此處，

X（nm）為由氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度，

Y（nm）為由氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子（atom）%）

換算出的 SiO_2 被膜的厚度。

【0008】 本發明的態樣 2 是如態樣 1 所述的氮化矽粉末，其中，
滿足以下的式 (2)。

$$0 < X \text{ (nm)} < 50.0 \quad (2)$$

【0009】 本發明的態樣 3 是如態樣 1 或 2 所述的氮化矽粉末，其中，

滿足以下的式 (3)。

$$SO \text{ (原子\%)} / SA \text{ (m}^2/\text{g)} > 10.1 \text{ (原子\% / (m}^2/\text{g))} \quad (3)$$

此處， $SA \text{ (m}^2/\text{g)}$ 為氮化矽粉末的比表面積。

【0010】 本發明的態樣 4 是如態樣 1 至 3 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

所述氮化矽粉末的整體氧量 $TO \text{ (質量\%)}$ 滿足以下的式 (4)。

$$TO \text{ (質量\%)} < 1.21 \quad (4)$$

【0011】 本發明的態樣 5 是如態樣 1 至 4 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

所述氮化矽粒子的表面氧率 $SO \text{ (原子\%)}$ 滿足以下的式 (5)。

$$\text{SO (原子\%)} > 10.0 \quad (5)$$

【0012】 本發明的態樣 6 是如態樣 1 至 5 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

比表面積小於 $2.66 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

【0013】 本發明的態樣 7 是如態樣 1 至 6 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

表面粗糙度 Ra 小於 0.97 nm 。

【0014】 本發明的態樣 8 是如態樣 1 至 7 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

β 化率為 65%以上。

【0015】 本發明的態樣 9 是如態樣 1 至 8 中任一項所述的氮化矽粉末，其中，

內部的邊界線的合計長度 L2 相對於外緣的長度 L1 之比 ($L2/L1$) 為 1%以下的氮化矽粒子的最大粒徑為 $6.8 \mu\text{m}$ 以上。

【0016】 本發明的態樣 10 為一種樹脂組成物，

包含：樹脂、以及如態樣 1 至 9 中任一項所述的氮化矽粉末。

[發明的效果]

【0017】 發明的一實施形態的氮化矽粉末藉由對存在於粉末整體的氧量中的存在於粒子表面的氧量的比例進行控制，可發揮充分的耐水性。另外，本發明的另一實施形態的樹脂組成物由於使用

了一實施形態的氮化矽粉末，因此可顯示出高的耐水性。

【實施方式】

【0018】 [氮化矽粉末]

本發明者等人為了獲得可達成優異的耐水性的氮化矽粉末而進行了努力研究。而且，發現藉由使氧顯著地局部存在於構成氮化矽粉末的氮化矽粒子的表面，可獲得耐水性優異的氮化矽粉末。本發明者等人為了間接地知道氮化矽粉末的耐水性，新導入了表示氧的表面局部存在化的程度的指標，基於該指標，能夠獲得耐水性高的氮化矽粉末。

【0019】 以下對本發明的實施形態的氮化矽粉末的各特徵進行說明。

【0020】 實施形態的氮化矽粉末包含多個氮化矽粒子，進而滿足以下的式（1）。

$$0\% \leq |X - Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

此處，

X（nm）為由氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度，

Y（nm）為由氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度。

厚度 X、厚度 Y 的算出方法的詳細情況將在後文敘述。

【0021】式(1)的中間部分中記載的「 $|X-Y|/Y \times 100$ 」(%)是表示氧局部存在化於氮化矽粒子的表面的程度的新指標。將其稱為「氧局部存在化指標」。

厚度 X 是由氮化矽粉末的整體氧量 TO (質量%) 求出的 SiO_2 被膜的厚度。當在氮化矽粒子的內部包含大量的氧時，厚度 X 變厚。

厚度 Y 是由氮化矽粒子的表面 (至深度約 10 nm) 中所包含的氧的含量 (表面氧化率 SO) 求出的 SiO_2 被膜的厚度。即便在氮化矽粒子的內部 (除表面以外的部分) 包含大量的氧，對厚度 Y 的影響亦小。

【0022】X 與 Y 的值越接近 (即，氮化矽粒子的內部中所包含的氧越少)，氧局部存在化指標越接近 0%。換言之，在氮化矽粉末中所包含的整體氧量 TO (質量%) 的大部分局部存在化於氮化矽粒子的表面的情況下，所述指標接近 0%。

另一方面，X 與 Y 的值越偏離 (即，氮化矽粒子的內部中所包含的氧量越多)，氧局部存在化指標越大。換言之，在氧向表面的局部存在化的程度低的情況下，氧局部存在化指標為遠離 0% 的值。

【0023】本發明者等人發現，當氧局部存在化指標為 0% 以上且小於 240.0% 時，發揮氧局部存在化於表面的效果，可提高氮化矽粉末的耐水性。

氧局部存在化指標較佳為 0% 以上且 230.0% 以下，更佳為

0.01%以上且 220.0%以下，進而佳為 0.1%以上且 200.0%以下，進一步佳為 0.5%以上且 180.0%以下，特佳為 1.0%以上且 170.0%以下。

【0024】（關於整體氧量 TO（質量%）及厚度 X）

氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）是氮化矽粉末中的總氧量，依據日本工業標準(Japanese Industrial Standards, JIS)G 1239：2014，藉由惰性氣體熔融-紅外線吸收法進行測定。

【0025】所述氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）例如可設定為小於 1.21 質量%（即，滿足以下的式（4））。

$$TO（質量\%）< 1.21 \quad (4)$$

氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）可為 1.00 質量%以下，另外亦可為 0.70 質量%以下，亦可為 0.60 質量%以下，進而亦可為 0.50 質量%以下。整體氧量 TO 的下限並無特別限定，為了進一步發揮耐水性的效果，較佳為 0.05 質量%以上，更佳為 0.10 質量%以上，進而佳為 0.20 質量%以上，特佳為 0.25 質量%以上。

【0026】由氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）換算成 SiO₂ 被膜的厚度 X（nm）的方法如以下般。

首先，假定構成氮化矽粉末的氮化矽粒子由包含 Si₃N₄ 的球狀體及偏向存在於其表面的 SiO₂ 構成，Si₃N₄ 與 SiO₂ 的體積密度相同。另外，作為氮化矽粒子徑，使用自體積基準的累積粒度分佈

的微粒側起累積 50%的粒徑 D50。D50 的測定方法將在後文敘述。

【0027】 相對於氮化矽中的整體氧量 TO（質量%），矽的含量 l（mol%）、氧的含量 m（mol%）、氮的含量 n（mol%）可以如下方式算出。

【0028】 （i）關於矽的含量 l（mol%）

若設為 n（mol%）的 N 全部為 Si_3N_4 來源，m（mol%）的 O 全部為 SiO_2 來源，則矽的含量 l（mol%）可藉由式（6）求出。

$$l = 3/4 \times n + 1/2 \times m \quad (6)$$

【0029】 （ii）關於矽的含量（質量%）

矽的含量（質量%）可根據矽的原子量=28 與矽的含量 l（mol%）藉由式（7）求出。

另外，若將式（6）代入至式（7），則獲得式（8）。

$$\text{矽的含量（質量\%）} = 28 \times l \quad (7)$$

$$\begin{aligned} \text{矽的含量（質量\%）} &= 28 \times 3/4 \times n + 28 \times 1/2 \times m \\ &= 21 \times n + 14 \times m \quad (8) \end{aligned}$$

【0030】 （iii）根據氮的原子量=14、氧的原子量=16，氮的含量（質量%）及氧的含量（質量%）分別可根據式（9）、式（10）求

出。

$$\text{氮的含量 (質量\%)} = 14 \times n \quad (9)$$

$$\text{氧的含量 (質量\%)} = 16 \times m \quad (10)$$

【0031】 (iv) 若假定氮化矽僅包含矽、氮、氧，則氮化矽整體的質量根據式 (8) ~ 式 (10) 如式 (11) 般表示。

$$(21 \times n + 14 \times m) + 14 \times n + 16 \times m \quad (11)$$

【0032】 (v) 關於整體氧量 TO (質量%)

若假定氮化矽僅包含矽、氮、氧，則可將式 (10) 的右邊除以式 (11) 的左邊來求出整體氧量 TO (質量%)。即，關於整體氧量 TO (質量%)，以下的式 (12) 成立。

$$\text{TO (質量\%)} = 16 \times m \times 100 / \{(21 \times n + 14 \times m) + 14 \times n + 16 \times m\} \quad (12)$$

【0033】 (vi) 接著，若假定氮化矽僅包含矽、氮、氧，則對於氮化矽整體的物質質量，式 (13) 成立。

$$(3/4 \times n + 1/2 \times m) + n + m = 100 \quad (13)$$

根據式 (12)、式 (13)，氧的含量 m (mol%) 與氮的含量 n (mol%) 分別如以下的式 (14)、式 (15) 般算出。

$$m = 5/4 \times TO \quad (14)$$

$$n = (800 - 15 \times TO) / 14 \quad (15)$$

【0034】 接著，氮化矽中的 Si 中的 Si_3N_4 與 SiO_2 的各個 Si 所佔的物質量的比例 (mol%) 可根據以下的式 (16)、式 (17) 算出。

$$\begin{aligned} & (\text{Si}_3\text{N}_4 \text{ 來源的 Si 的物質量的比例 (mol%)}) / 3 = 3n/4 = \\ & (2400 - 45 \times TO) / 56 \quad (16) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & (\text{SiO}_2 \text{ 來源的 Si 的物質量的比例 (mol%)}) = m/2 = 5/8 \times TO \\ & (17) \end{aligned}$$

【0035】 若假定 Si_3N_4 與 SiO_2 的體積密度相等且 SiO_2 被膜以均勻的膜厚形成於 Si_3N_4 粒子的整個表面，則關於 Si_3N_4 的膜厚相對於氮化矽粒徑所佔的比例 k ，以下的式 (18) 成立。

$$\begin{aligned} k^3 &= (3/4 \times n) / (3/4 \times n + 1/2 \times m) \\ &= 3 \times n / (3 \times n + 2 \times m) \quad (18) \end{aligned}$$

【0036】 另外， SiO_2 被膜的膜厚 (厚度 X) 是使用粒徑 $D50$ (nm)

由以下的式（19）表示。

$$\text{SiO}_2 \text{ 被膜的膜厚（厚度 } X \text{）（nm）} = D50 \times (1-k) / 2 \quad (19)$$

若將式（14）、式（15）代入至式（18）中求出 k ，將該 k 的值與 $D50$ 的值代入至式（19），則可算出 SiO_2 被膜的膜厚。

【0037】 由氮化矽粉末的整體氧量 TO （質量%）換算出的 SiO_2 被膜的厚度 X （nm）較佳為超過 0 nm 且小於 50 nm 。即，較佳為滿足以下的式（2）。此種氮化矽粉末可具有進一步提高的耐水性。

$$0 < X \text{（nm）} < 50 \quad (2)$$

厚度 X 更佳為超過 0 nm 且為 30 nm 以下，進而佳為 0.5 nm 以上且 15.0 nm 以下，更進而佳為 1.0 nm 以上且 11.0 nm 以下，進一步佳為 3.0 nm 以上且 10.0 nm 以下，更進一步佳為 6.1 nm 以上且 10.0 nm 以下，特佳為 7.1 nm 以上且 10.0 nm 以下。

【0038】 （關於表面氧率 SO （原子%）及厚度 Y ）

氮化矽粒子的表面氧率 SO （原子%）是在氮化矽粉末中所包含的氮化矽粒子的表面局部存在的氧量。進行氮化矽粉末（更準確而言是氮化矽粒子）的 X 射線光電子能譜（ $X\text{-ray photoelectron spectroscopy}$ ， XPS ）測定，對存在於氮化矽粒子表面的 Si 、 N 、 C 及 O 的各元素的含量進行測定。將該四種元素的合計含量設為 100

原子%時的 O 元素的含量（原子%）為表面氧率 SO（原子%）。

即，SO 可藉由以下的式（20）求出。

$$SO=[O]/([Si]+[N]+[C]+[O])\times 100 \quad (20)$$

此處，[Si]、[N]、[C]及[O]為存在於氮化矽粒子表面的 Si、N、C 及 O 的含量（原子%）。

【0039】 XPS 測定的測定對象（XPS 測定部）為氮化矽粒子的自表面至深度 10 nm 為止的部分，認為 XPS 測定部中所包含的元素無論自表面起的深度如何，全部以相等的強度檢測出。

氮化矽粒子表面的 XPS 測定例如使用日本電子公司製造的 JFS-9010 型，以激發 X 射線：AlK α 、X 射線輸出設為 110 W、光電子逃逸角度為 45 度、通過能量 50 eV，對氮化矽粒子表面的 Si、N、C 及 O 的各元素的含量進行測定。

【0040】 所述氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）例如較佳為超過 10.0 原子%（即，滿足以下的式（5））。藉此，存在於氮化矽粒子的表面的局部存在化的氧量變多，可提高氮化矽粉末的耐水性。

$$SO（原子\%）> 10.0 \quad (5)$$

氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）可為 11.0 原子%以上、

亦可為 13.0 原子%以上、進而亦可為 15.0 原子%以上、亦可為 20.0 原子%以上。氮化矽粒子的表面氧率 SO 的上限並無特別限定，例如為 60.0 原子%以下。

【0041】 由氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）換算成 SiO₂ 被膜的厚度 Y（nm）的方法如以下般。

首先，設為藉由 XPS 測定出的元素中的 N 元素全部為 Si₃N₄ 來源，O 元素全部為 SiO₂ 來源。假定由包含 Si₃N₄ 的球狀體及偏向存在於其表面的 SiO₂ 構成，Si₃N₄ 與 SiO₂ 的體積密度相同。而且，假定 SiO₂ 膜、Si₃N₄ 膜的膜厚分別與各個膜中所包含的 Si 含量成比例。

若基於該些假定，則獲得式（21）。

【0042】 將氮化矽粒子表面的 N 含量[N]（原子%）與 O 含量[O]（原子%）的測定結果代入至以下的式（21）中，求出 SiO₂ 被膜的厚度 Y（nm）。

$$Y \text{ (nm)} = 10 \times ([O]/2) / (3[N]/4 + [O]/2) \quad (21)$$

在式（21）的右邊

「10」為 XPS 測定部的厚度（=10 nm），

「[O]/2」為 SiO₂ 來源的矽的含量（原子%）及

「3[N]/4」為 Si₃N₄ 來源的矽的含量（原子%），

「([O]/2) / (3[N]/4 + [O]/2)」為 SiO₂ 來源的矽的含量相對於

矽的總含量的比率。

【0043】 厚度 Y 較佳為 1.0 nm 以上，更佳為 1.5 nm 以上，更進而佳為 2.0 nm 以上，進一步佳為 2.6 nm 以上，特佳為 3.6 nm 以上。

【0044】 (SO/SA 的值)

將氮化矽粒子的表面氧率 SO (原子%) 除以氮化矽粉末的比表面積 SA (m^2/g) 而得的值 (SO/SA) 較佳為超過 10.1 (原子%/(m^2/g))(即，滿足以下的式 (3))。若 SO/SA 的值大、即每單位比表面積的表面氧量多，則氧化膜變厚，從而可期待耐水性提高。

$$\text{SO (原子\%)} / \text{SA (}\text{m}^2/\text{g}\text{)} > 10.1 \text{ (原子\% / (}\text{m}^2/\text{g}\text{))} \quad (3)$$

【0045】 SO/SA 更佳為 11.0 (原子%/(m^2/g)) 以上，進而佳為 15.0 (原子%/(m^2/g)) 以上，更進而佳為 20.0 (原子%/(m^2/g)) 以上，特佳為 22.0 (原子%/(m^2/g)) 以上。

氮化矽粉末的比表面積 SA (m^2/g) 的測定方法將在後文敘述。

【0046】 (比表面積)

實施形態的氮化矽粉末的比表面積 SA 是基於 JIS Z 8830 : 2013，藉由氮吸附法測定的布厄特 (Brunauer-Emmett-Teller, BET) 比表面積。氮化矽粉末的比表面積 SA 較佳為小於 $2.66 \text{ m}^2/\text{g}$ ，可以少的 SiO_2 量覆蓋構成氮化矽粉末的氮化矽粒子的表面。另外，若為包含相同的 SiO_2 量的氮化矽粒子，則比表面積越小，則可使表面所形成的 SiO_2 膜的厚度越厚。因此，期待氮化矽粉末的耐水

性提高。

氮化矽粉末的比表面積更佳為 $2.00 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下，進而佳為 $1.50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下，進一步佳為小於 $1.36 \text{ m}^2/\text{g}$ 。比表面積的下限並無特別限制，例如可為 $0.01 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上，亦可為 $0.10 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上，亦可為 $0.50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上。

【0047】（表面粗糙度 Ra）

氮化矽粉末的表面粗糙度 Ra（算術平均粗糙度）較佳為小於 0.97 nm 。若表面粗糙度 Ra 小於 0.97 nm ，則表面積變小，因此 SiO_2 膜變厚，耐水性可提高。進而，藉由表面積小，與水的接觸面積降低，因此耐水性可提高。

表面粗糙度 Ra 較佳為小於 0.97 nm ，更佳為 0.95 nm 以下，進而佳為小於 0.93 nm ，更進而佳為 0.90 nm 以下，更進一步佳為 0.80 nm 以下，特佳為 0.50 nm 以下。

【0048】 在表面粗糙度 Ra 的測定中，對於任意的氮化矽粒子的表面，藉由掃描式探針顯微鏡（scanning probe microscope，SPM）觀察 $100 \text{ nm} \times 100 \text{ nm}$ 的測定區域。根據所獲得的形狀像，算出表面粗糙度 Ra。利用四個氮化矽粒子測定表面粗糙度 Ra，將該些的平均值設為氮化矽粉末的表面粗糙度 Ra。

【0049】（ β 化率）

氮化矽粉末的 β 化率較佳為 65% 以上。藉由 β 化率為 65% 以上，可提高氮化矽粉末的耐水性。

β 化率更佳為 70% 以上，進而佳為 80% 以上，更進一步佳為

85%以上，特佳為 90%以上。

【0050】 在本說明書中所謂「 β 化率」，是指相對於氮化矽粉末中所包含的全部氮化矽而言的 β 型氮化矽的含有率（體積%）。

【0051】 在 β 化率的算出中，藉由粉末 X 射線繞射法對氮化矽粉末進行測定，藉由加紫拉與梅西耶（Gazzara&Messier）法（G.P. 加紫拉與 D.P. 梅西耶（G.P. Gazzara and D.P. Messier），「藉由 X 射線繞射分析測定 Si_3N_4 的相含量（Determination of Phase Content of Si_3N_4 by X-ray Diffraction Analysis）」，美國陶瓷學會公報（Am.Ceram.Soc.Bull.），56[9]777-80（1977））對繞射圖案進行分析而算出 β 化率。

【0052】 （內部的邊界線的合計長度 L_2 相對於外緣的長度 L_1 之比（ L_2/L_1 ）為 1% 以下的氮化矽粒子的最大粒徑為 $6.8\ \mu\text{m}$ 以上）

氮化矽粒子內部的粒界及空洞越少，則水分越不易浸入至內部，可提高耐水性。因此，作為氮化矽粒子內部的粒界的含量的指標，導入邊界線的合計長度 L_2 相對於外緣的長度 L_1 之比（ L_2/L_1 ）。 L_1 及 L_2 是根據氮化矽粒子的剖面觀察求出。再者，此處所謂「粒界」及「邊界線」，是指電子背散射繞射（Electron Back Scatter Diffraction，EBSD）解析的結果為結晶方位差（斜角）超過 15° 的邊界（亦稱為大角粒界）。

【0053】 在將一個氮化矽粒子的外緣的長度設為 L_1 、將該氮化矽粒子所具有的邊界線的合計長度設為 L_2 時， L_2/L_1 的值小的氮化矽粒子可謂是邊界線的含量少的氮化矽粒子。在本實施形態中，

L2/L1 為 1%以下的氮化矽粒子視為包含單晶的氮化矽粒子（將其稱為「單晶粒子」）。

【0054】 在本實施形態中，L2/L1 為 1%以下（即，單晶的）的氮化矽粒子的最大粒徑較佳為 $6.8\ \mu\text{m}$ 以上，更佳為 $10.0\ \mu\text{m}$ 以上，進而佳為 $15.0\ \mu\text{m}$ 以上。上限並無特別限定，例如可為 $200.0\ \mu\text{m}$ 以下，亦可為 $100.0\ \mu\text{m}$ 以下，亦可為 $80.0\ \mu\text{m}$ 以下。

【0055】 （氮化矽粒子的平均縱橫比）

氮化矽粉末中所包含的氮化矽粒子的短徑相對於長徑的平均縱橫比較佳為超過 0.50，更佳為超過 0.60，進而佳為 0.70 以上，更進一步佳為 0.72 以上。另一方面，氮化矽粒子的平均縱橫比較佳為小於 0.87，更佳為 0.85 以下，進而佳為 0.80 以下。

【0056】 氮化矽粒子的平均縱橫比以如下方式測定。

藉由圖像處理軟體（例如，圖像 J（Image J）（美國國立衛生研究所（National Institute of Health）製造））對氮化矽粉末中所包含的氮化矽粒子的 SEM 圖像進行解析。確定氮化矽粒子的最大粒徑（將其設為「長徑」），將與長徑正交的方向上的粒徑設為「短徑」。對於任意的 20 個氮化矽粒子，測定長徑與短徑，對於各粒子，求出短徑相對於長徑之比（短徑/長徑）。將該些比的算術平均值設為氮化矽粒子的平均縱橫比。

【0057】 （自體積基準的累積粒度分佈的微粒側起累積 50%的粒徑 D50）

氮化矽粉末自體積基準的累積粒度分佈的微粒側起累積 50%

的粒徑 D50（以下有時簡稱為「D50」）較佳為 1.5 μm 以上，更佳為 2.0 μm 以上。上限並無特別限定，例如較佳為 500.0 μm 以下，更佳為 300.0 μm 以下，進而佳為 200.0 μm 以下。

【0058】氮化矽粉末的 D50 是藉由雷射繞射法進行測定。具體而言，對分散於水中的粉末照射雷射光線，測定其繞射，求出各粒度。測定裝置可使用西萊斯（CILAS）製造的 1090L 型等。

【0059】[氮化矽粉末的製造方法]

對本發明的實施形態的氮化矽粉末的製造方法進行說明。

氮化矽粉末包含如下步驟：

（1）使用包含 Si 的原料，在氮氣環境下藉由燃燒合成法合成氮化矽合成體結晶的步驟、

（2）將氮化矽合成體結晶碎解，而獲得氮化矽的粗粉碎粉的步驟、及

（3）將氮化矽的粗粉碎粉微粉碎，而獲得氮化矽的微粉碎粉的步驟。

進而，亦可任意地包含

（4）對氮化矽的微粉碎粉進行熱處理的步驟。

【0060】·步驟（1）：合成氮化矽合成體結晶的步驟

作為包含 Si 的原料，例如使用 Si 粉末。

原料的平均粒子徑 D50 例如為 2 μm ～10 μm 的範圍內。藉此，可抑制氧雜質量並且可使燃燒速度上升而提高合成溫度，可獲得良好的結晶生長。雖為一例，但 Si 的平均粒子徑 D50 為 5 μm 。

【0061】 稀釋劑用於對原料中所佔的 Si 量進行調整。作為稀釋劑，使用另外準備的氮化矽粉末。該稀釋劑可為 α 型氮化矽粉末、 β 型氮化矽粉末中的任一者，該些亦可混合存在。稀釋劑的平均粒子徑 D50 較佳為 $0.5\ \mu\text{m} \sim 2.0\ \mu\text{m}$ 的範圍。雖為一例，但稀釋劑的平均粒子徑 D50 為 $1.0\ \mu\text{m}$ 。相對於原料整體（包含稀釋劑），稀釋劑的添加量設為小於 10 質量%。作為一例，稀釋劑相對於原料整體而添加 5 質量% $\sim$ 8 質量%。藉由稀釋劑的添加量處於所述範圍內，可生成規定量的氧局部存在化於氮化矽粒子的表面的氮化矽粒子。

【0062】 在本實施形態中，在原料中混合稀釋劑，並填充至絕熱性耐熱容器中。該絕熱性耐熱容器的熱傳導率為 $1\ \text{W/mK}$ 以下，材質亦能夠為氧化鋁或氧化鋯，但考慮到雜質的混入，較佳為碳。另外，在原料填充後，藉由與絕熱性耐熱容器同樣的材質的物體蓋上蓋子。進而，為了提高燃燒時的合成體內部的溫度，混合原料的厚度設為超過 100 mm、較佳為超過 100 mm 且為 150 mm 以下。在 $0.5\ \text{MPa} \sim 1\ \text{MPa}$ （例如 $0.9\ \text{MPa}$ ）的範圍的氮氣環境下進行燃燒合成。藉由將壓力範圍調整至所述範圍內，可在有效率的合成的同時抑制設備成本的上升。

【0063】 在將混合原料填充至坩堝中時，將層厚 1 mm 以上且 80 mm 以下的敷粉（氮化矽）鋪在坩堝底面與側面後，填充混合原料，進而，利用層厚 1 mm 以上且 80 mm 以下的敷粉覆蓋上表面。藉由利用敷粉覆蓋整個面，可對混合原料進行保溫，可生成規定量

的氧局部存在化於氮化矽粒子的表面的氮化矽粒子。

【0064】 為了更有效果地促進結晶生長，亦可使用觸媒，例如添加 0.01 質量%~0.1 質量%左右的 Y_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 Ni 、 Co 、 C 等。另外，進行 $500^\circ\text{C} \sim 1700^\circ\text{C}$ 範圍（例如 1500°C ）的外部輔助加熱，即便藉由基於自引燃的燃燒合成法燃燒溫度亦變高。

【0065】 ·步驟（2）：獲得氮化矽的粗粉碎粉的步驟

氮化矽合成體結晶是多個氮化矽粒子凝聚而成的形態。在步驟（2）中，藉由將氮化矽合成體結晶碎解，獲得氮化矽的粗粉碎粉。例如，藉由鎚磨機、盤磨機等一般的粗粉碎裝置將合成體碎解至通過規定的孔徑的篩子（例如，孔徑處於 $400\ \mu\text{m} \sim 500\ \mu\text{m}$ 的範圍內的篩子）為止。

【0066】 ·步驟（3）：獲得氮化矽的微粉碎粉的步驟

將氮化矽的粗粉碎粉進而微粉碎而獲得氮化矽的微粉碎粉。微粉碎例如藉由噴射磨機、球磨機等微粉碎裝置進行。亦可視需要對所獲得的微粉碎粉進行分級。分級可藉由篩選、濕式分級等進行。

可將所獲得的微粉碎粉直接作為氮化矽粉末使用，另外，亦可將對微粉碎粉進行了熱處理步驟（後述的步驟（4））後的物質作為氮化矽粉末使用。

【0067】 ·步驟（4）：對氮化矽的微粉碎粉進行熱處理的步驟

亦可任意地對氮化矽的微粉碎粉進行熱處理。藉由進行熱處理，可使氧進一步局部存在化於表面，在氮化矽粒子的表面形成

氧化膜。這具有使氮化矽粒子化學穩定化的效果，獲得耐水性優異的氮化矽粉末。熱處理在大氣下在 500℃ 以上且 1200℃ 以下、較佳為 550℃ 以上且 1100℃ 以下、特佳為超過 800℃ 且 1000℃ 以下進行。熱處理時間可根據熱處理溫度適宜調節。熱處理時間例如為 5 小時。

【0068】 在氮化矽粉末的製造方法中，利用燃燒合成法的生成熱合成氮化矽合成體結晶，並對其進行碎解、分級及微粉碎，藉此可製造本實施形態的氮化矽粉末。

【0069】 [樹脂組成物]

本發明的實施形態的氮化矽粉末具有優異的耐水性，因此適合於樹脂組成物用填料。樹脂組成物包含樹脂及本發明的實施形態的氮化矽粉末。

【0070】 本發明的實施形態的氮化矽粉末與樹脂的調配比率可根據目的或用途適宜決定。作為一例，相對於樹脂組成物(複合物)，可為樹脂 5 體積%~75 體積%、氮化矽粉末 95 體積%~25 體積%的比例。

再者，所謂氮化矽粉末向樹脂組成物的填充率，是指將樹脂組成物(包含氮化矽粉末)的體積設為 100 體積%時的氮化矽粉末的含量(體積%)。

【0071】 對樹脂組成物的製造方法進行說明。

使用一般使用的公知的方法，將氮化矽粉末與樹脂混合，藉此可獲得樹脂組成物。例如，在樹脂為液狀的情況下(例如液狀

環氧樹脂等)，在將液狀樹脂、氮化矽粉末以及硬化劑混合後，利用熱或紫外線等使其硬化，藉此可獲得樹脂組成物。硬化劑、混合方法、及硬化方法可使用公知的硬化劑及方法。另一方面，在樹脂為固體狀的情況下，在將氮化矽粉末與樹脂混合後，利用熔融混練等公知的方法進行混練，藉此可獲得目標樹脂組成物。

【0072】 作為樹脂組成物中使用的樹脂，可使用如環氧樹脂等般的公知的樹脂。作為樹脂的種類，亦可自熱塑性樹脂、熱塑性彈性體、熱硬化性樹脂中選擇。再者，樹脂可單獨使用一種，亦可併用兩種以上。

【0073】 進而，視需要亦可於不損及發明的效果的範圍內，於該些樹脂組成物中將塑化劑、硬化促進劑、偶合劑、填充劑、顏料、阻燃劑、抗氧化劑、界面活性劑、相容劑、耐候劑、抗黏連劑、抗靜電劑、調平劑、脫模劑等公知的添加劑單獨或適宜調配兩種以上。

[實施例]

【0074】 以下，藉由為了明確本發明的實施形態的效果而實施的實施例，對本發明的實施形態進行詳細說明。再者，本發明的實施形態並不受以下實施例的任何限定。

【0075】 <氮化矽粉末的製成>

(試樣 No.1～試樣 No.3、試樣 No.5、試樣 No.6)

藉由轉動球磨機將 Si 粉末(粒子徑=5 μm)與作為稀釋劑的另外準備的氮化矽粉末(粒子徑=1 μm)混合。相對於原料整體(包

含稀釋劑)，稀釋劑的添加量設為 5 質量%～8 質量%。在底面及側面鋪有層厚 1 mm 以上且 80 mm 以下的敷粉的碳質的絕熱性耐熱容器中，以原料層厚超過 100 mm 且為 150 mm 以下的方式填充混合粉末，進而在原料層上利用層厚 1 mm 以上且 80 mm 以下的敷粉覆蓋。其後，蓋上包含碳質的絕熱性耐熱材料的蓋子，在 0.9 MPa 的氮氣環境下進行合成。合成後，在研鉢中進行粗粉碎（碎解）直至通過規定的孔徑的篩子。將各試樣中的篩子的孔徑示於表 1 中。

【0076】 將所獲得的粗粉碎粉進而利用奈米噴射器（Nanojetmizer）（安心奈米技術（Aishin nanotech）股份有限公司製造）進行微粉碎。微粉碎使用表 1 中記載的型號的奈米噴射器。所獲得的微粉碎粉藉由表 1 中記載的方法進行分級。再者，在試樣 No.2 中不進行分級。

其後，將所獲得的分級粉（試樣 No.1、試樣 No.3、試樣 No.6）、微粉碎粉（試樣 No.2）放入至氧化鋁製的坩堝中，使用粉小型程式電爐（亞速旺（Asone）製造的 MMF 系列），在表 1 中記載的條件（熱處理溫度、熱處理時間）下，在大氣環境下進行熱處理，獲得氮化矽粉末（試樣 No.1～試樣 No.3、試樣 No.6）。再者，分級粉（試樣 No.5）不進行熱處理而直接作為氮化矽粉末（試樣 No.5）使用。

【0077】 [表 1]

試樣 No.	粗粉碎時的 篩子的孔徑	奈米噴射器 的型號	微粉碎粉的分級	熱處理	
1	500 μm	NJ-80A 型	篩分級（振動篩） + 濕式分級	900℃、5 hr	實施例
2	425 μm	NJ-50B 型	無	600℃、1 hr	實施例
3	425 μm	NJ-80A 型	篩分級 （精密分級機）	900℃、5 hr	實施例
5	500 μm	NJ-80A 型	篩分級（振動篩） + 濕式分級	無	實施例
6	500 μm	NJ-80A 型	篩分級（振動篩） + 濕式分級	900℃、10 hr	實施例

【0078】 對所獲得的試樣 No.1～試樣 No.3 及試樣 No.5～試樣 No.6（實施例）與作為比較例的市售的氮化矽粉末（奧德里奇（Aldrich）公司製造，氮化矽（主要為 β-相（predominantly β-phase），≤10 微米一次粒徑（10micron primary particle size），製品代碼 248622）：以下表述為「試樣 No.4」）進行各種測定。

【0079】 （1）氮化矽粉末的 β 化率的測定

藉由粉末 X 射線繞射裝置（理學電機製造）獲取試樣（氮化矽粉末）的繞射圖案。測定條件設為如以下般。

- ・X 射線源：CuKα 射線
- ・X 射線輸出：45 kV、200 mA
- ・石墨單色器
- ・繞射角（2θ）：以 0.02°為單位對 2°～90°的範圍進行步進掃描
- ・掃描速度：21.7 deg/分鐘

【0080】 在試樣包含氮化矽以外的成分的情況下，藉由將該些成

分的波峰與該些成分的標準試樣的對應的波峰進行對比，求出該些成分的比例。在試樣 No.1～試樣 No.6 中，根據所獲得的粉末 X 射線繞射圖案，確認到試樣僅包含 α 型氮化矽與 β 型氮化矽。在此基礎上，藉由加紫拉與梅西耶（Gazzara&Messier）的方法算出試樣中的 β 型氮化矽的比例（ β 化率）。

【0081】（2）L2/L1 為 1% 以下的氮化矽粒子的最大粒徑（單晶粒子的最大粒徑）

使用試樣（氮化矽粒子）製作剖面觀察用試樣。於剖面觀察用試樣的製作中，於對氮化矽粒子進行樹脂包埋後，利用金剛石切割機將樹脂與氮化矽粒子切斷。其後，在剖面上蒸鍍 Pt 作為保護膜，利用 Ar 離子研磨進行剖面製備，利用 Cu 雙面膠帶固定於 SEM 試樣台，在無蒸鍍的情況下進行 SEM-EBSD 測定。決定觀察位置，以使兩個以上的氮化矽粒子完全進入觀察區域內（即，以使兩個以上的氮化矽粒子不與觀察區域的框接觸）。測定是利用 β 型氮化矽粒子進行。

【0082】在樣品的預處理及 EBSD 測定中，使用以下機器。

・使用機器

離子研磨裝置：E-3500（日立高新技術股份有限公司製造）

離子濺鍍裝置：E-1030（日立製作所股份有限公司製造）

肖特基（Schottky）掃描電子顯微鏡：SU5000（日立高新技術股份有限公司製造）

背散射電子繞射裝置：維樂希蒂（Velocity）美泰科（METEK）

股份有限公司製造)

【0083】 EBSD 測定的條件設為如以下般。

- 測定區域：500.0 μm ×400.0 μm
- 加速電壓：15.0 kV
- 倍率：×500
- 真空度：30 Pa

【0084】 在所獲得的 EBSD 像中，選擇兩個以上的不與觀察區域的框接觸的氮化矽粒子，對於各氮化矽粒子的外緣的長度 L1，算出圖像處理軟體圖像 J (Image J) (美國國立衛生研究所 (National Institute of Health) 製造) 的平均值。另外，亦算出邊界線的合計長度 L2。「邊界線的合計長度 L2」是氮化矽粒子的內部所包含的邊界線的總和，設為不包含氮化矽粒子的外緣。邊界線的合計長度 L2 是將氮化矽粒子內部的粒界的合計長度與 (在氮化矽粒子的內部具有空洞的情況下) 該空洞的內壁的合計長度相加而求出。

【0085】 利用任意 20 個氮化矽粒子各進行一次此種測定，將 L2/L1 為 1% 以下的氮化矽粒子視為單晶粒子，測定其長徑的長度，設為「單晶粒子的最大粒徑」。在所測定的 20 個氮化矽粒子中包含多個單晶粒子的情況下，求出該些的最大粒徑的算術平均值。

【0086】 (3) 表面粗糙度 Ra 的測定

在表面粗糙度 Ra 的測定中，使用精工儀器 (Seiko Instruments) 公司製造的掃描式探針顯微鏡 SPA300HV。測定條件設為如下述般。

探針台/單元 SPI4000/SPA300HV

懸臂：SI-DF20

掃描儀：20 μm

資料類型：形狀像

觀察模式：DFM（動態力模式（動態力模式顯微鏡（Dynamic Force Mode Microscope）））

掃描區：100 nm $\times$ 100 nm

掃描頻率：0.25 Hz

解析軟體：（附帶於測定裝置）

【0087】 在圖像上，選擇 5 個任意的氮化矽粒子，對於各粒子的表面，藉由掃描式探針顯微鏡（SPM）觀察 100 nm $\times$ 100 nm 的測定區域。根據所獲得的形狀像算出各粒子的表面粗糙度 Ra，將其平均值設為氮化矽粉末的表面粗糙度 Ra。

【0088】 （4）氮化矽粉末的整體氧量 TO 的測定

氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）是依據 JIS G 1239:2014，藉由惰性氣體熔融-紅外線吸收法進行測定。

【0089】 （5）氮化矽粒子的表面氧率 SO 的測定

使用賽默飛世爾科技（Thermo Fisher Scientific）公司製造的 K-Alpha，以激發 X 射線：AlK α 、X 射線輸出設為 72 W、光電子逃逸角度為 90 度、通過能量 50 eV，對氮化矽粒子表面的 Si、N、C 及 O 的各元素的含量（原子%）進行測定。

將測定結果代入至以下的式（6），求出氮化矽粒子的表面氧

率 SO（原子%）。

$$SO \text{（原子\%）} = [O] / ([Si] + [N] + [C] + [O]) \times 100 \quad (6)$$

此處，[Si]、[N]、[C]及[O]為存在於氮化矽粒子表面的 Si、N、C 及 O 的含量（原子%）。

【0090】 （6）SiO₂ 被膜的厚度 X、厚度 Y 及氧局部存在化指標

使用實施形態中說明的方法，根據氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）的測定結果求出 SiO₂ 被膜的厚度 X（nm），根據氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）的測定結果求出 SiO₂ 被膜的厚度 Y（nm）。

再者，求出厚度時所需的氮化矽粉末的 D50 以如下方式測定。

【0091】 （氮化矽粉末的 D50 的測定）

測定試樣（氮化矽粉末）的粒度分佈，求出累積 50%的粒徑 D50。

氮化矽粉末的粒度分佈是藉由雷射繞射法進行測定。對分散於水中的試樣照射雷射光線，測定其繞射，求出粒度。測定裝置使用西萊斯（CILAS）製造的 1090L 型。粒子徑設為圓相當粒子徑。所謂圓相當粒子徑是與投影粒子圖像相同的面積的正圓的粒子徑。另外，將粒子徑的基準設為體積。

【0092】 根據算出的厚度 X、厚度 Y，求出氧局部存在化指標（|

$X - Y \mid / Y \times 100 (\%)$ 。

【0093】 (7) 氮化矽粒子的表面氧率 SO 相對於氮化矽粉末的比表面積 SA 的比率 (SO/SA)

將氮化矽粒子的表面氧率 SO (原子%) 除以藉由後述的方法測定出的氮化矽粉末的比表面積 SA (m^2/g)，求出 SO/SA。

【0094】 (8) 氮化矽粉末的整體氧量 TO 相對於氮化矽粉末的比表面積 SA 的比率 (TO/SA)

將氮化矽粉末的整體氧量 TO (質量%) 除以藉由後述的方法測定出的氮化矽粉末的比表面積 SA (m^2/g)，求出 TO/SA。

【0095】 (9) 氮化矽粉末的比表面積 SA

對試樣 (氮化矽粉末) 的比表面積進行測定。

利用氣體吸附的粉體 (固體) 的比表面積測定法依據 JIS Z 8830:2013，使用氮作為吸附氣體。在測定時，將 1 g 的氮化矽粉末放入至樣品管中，獲取吸附/解吸等溫線，藉由多點繪圖法算出比表面積 (m^2/g)。

【0096】 (10) 耐水性試驗

將氮化矽 2 g 浸漬於純水 18 g 中，加熱至 80℃ 並保持 72 小時。其後，依據 JIS K 0127:2013，藉由離子層析法對浸漬水中所包含的銨離子 (NH_4^+) 濃度進行測定。

若 NH_4^+ 濃度為 30 ppm 以下，則判斷為氮化矽的耐水性優異 (◎)，若 NH_4^+ 濃度超過 30 ppm 且為 50 ppm 以下，則判斷為耐水性良好 (○)，若 NH_4^+ 濃度超過 50 ppm，則判斷為耐水性不良

(×)。

【0097】 將測定結果彙總於表 2 及表 3 中。

【0098】 [表 2]

試樣 No.	β 化率 (%)	單晶 粒子的 最大粒徑 (μm)	表面 粗糙度 Ra (nm)	整體 氧量 TO (質量%)	表面 氧率 SO (原子%)	SiO ₂ 換算膜厚		氧 局部存在化 指標 X-Y /Y×100 (%)	
						X (nm) (由 TO 換算)	Y (nm) (由 SO 換算)		
1	100	23.4	0.20	0.325	29.6	9.7	4.4	120.5	實施例
2	65	53.8	0.38	0.575	20.6	2.9	2.8	3.6	實施例
3	100	45.3	0.28	0.370	29.6	7.5	4.9	53.1	實施例
4	100	6.7	0.97	1.210	26.8	11.9	3.5	240.0	比較例
5	100	20.8	0.63	0.24	19.2	7.0	2.5	180.0	實施例
6	100	20.8	0.63	0.30	32.1	8.8	4.3	103.1	實施例

【0099】 [表 3]

試樣 No.	SO/SA (原子%/ (m ² /g))	TO/SA (質量%/ (m ² /g))	比表面積 SA (m ² /g)	[耐水性試驗]	
1	41.1	0.45	0.72	◎	實施例
2	11.8	0.33	1.74	◎	實施例
3	41.1	0.51	0.72	◎	實施例
4	10.1	0.45	2.66	×	比較例
5	21.3	0.27	0.90	○	實施例
6	39.1	0.37	0.82	◎	實施例

【0100】 以下對測定結果進行研究。

滿足本實施形態的必要條件的試樣 No.1～試樣 No.3 及試樣 No.5～試樣 No.6 的氮化矽粉末被評價為耐水性良好（○）或優異（◎）。另一方面，不滿足本實施形態的必要條件的試樣 No.4 的氮化矽粉末的耐水性不良（×）。

【0101】 本申請案伴隨以申請日為 2023 年 3 月 31 日的日本專利申請案、日本專利特願第 2023-058618 號為基礎申請案的優先權

主張。日本專利特願第 2023-058618 號藉由參照而併入至本說明書中。

【符號說明】

【0102】

無

【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種氮化矽粉末，包含多個氮化矽粒子，且滿足以下的式（1），

$$0\% \leq |X - Y| / Y \times 100 < 240.0\% \quad (1)$$

此處，

X（nm）為由氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度，

Y（nm）為由氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）換算出的 SiO₂ 被膜的厚度。

【請求項2】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，滿足以下的式（2），

$$0 < X \text{（nm）} < 50.0 \quad (2)。$$

【請求項3】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，滿足以下的式（3），

$$SO \text{（原子%）} / SA \text{（m}^2\text{/g）} > 10.1 \text{（原子%} / \text{（m}^2\text{/g））} \quad (3)$$

此處，SA（m²/g）為氮化矽粉末的比表面積。

【請求項4】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，所述氮化矽粉末的整體氧量 TO（質量%）滿足以下的式（4），

$$TO（質量\%）< 1.21 \quad （4）。$$

【請求項5】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，所述氮化矽粒子的表面氧率 SO（原子%）滿足以下的式（5），

$$SO（原子\%）> 10.0 \quad （5）。$$

【請求項6】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，比表面積小於 $2.66 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

【請求項7】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，表面粗糙度 Ra 小於 0.97 nm 。

【請求項8】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中， β 化率為 65% 以上。

【請求項9】 如請求項 1 所述的氮化矽粉末，其中，內部的邊界線的合計長度 L2 相對於外緣的長度 L1 之比（L2/L1）為 1% 以下的氮化矽粒子的最大粒徑為 $6.8 \text{ }\mu\text{m}$ 以上。

【請求項10】 一種樹脂組成物，包含：樹脂、以及如請求項 1 至 9 中任一項所述的氮化矽粉末。