



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113227238 B

(45) 授权公告日 2023.04.11

(21) 申请号 201980086309.8

(22) 申请日 2019.12.26

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 113227238 A

(43) 申请公布日 2021.08.06

(30) 优先权数据  
2018-244647 2018.12.27 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2021.06.25

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/JP2019/051239 2019.12.26

(87) PCT国际申请的公布数据  
W02020/138335 JA 2020.07.02

(73) 专利权人 住友化学株式会社  
地址 日本东京

(72) 发明人 中山笃 竹本克则

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司  
72002

专利代理师 白丽

(51) Int.Cl.  
C08K 7/18 (2006.01)  
C08K 3/22 (2006.01)  
C08K 3/34 (2006.01)  
C08L 63/00 (2006.01)

(56) 对比文件  
WO 2018079362 A1, 2018.05.03  
JP H0888488 A, 1996.04.02  
WO 2018139642 A1, 2018.08.02  
JP 2011088759 A, 2011.05.06  
JP 2008270678 A, 2008.11.06  
JP 2016193825 A, 2016.11.17  
EP 3379604 A1, 2018.09.26

审查员 刘宇雄

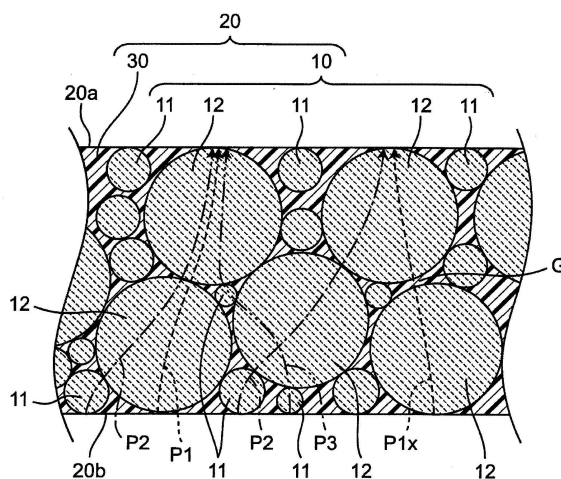
权利要求书2页 说明书15页 附图4页

## (54) 发明名称

散热性树脂组合物用无机粉体、使用了该散热性树脂组合物用无机粉体的散热性树脂组合物以及它们的制造方法

## (57) 摘要

本发明提供适于制造厚的散热性树脂组合物的无机粉体以及使用了该无机粉体的散热性树脂组合物。本发明的无机粉体是用于散热性树脂组合物(20)的无机粉体(10),其包含粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒(11)和BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒(12),上述第二无机颗粒(2)的含量为30~95质量%。另外,本发明的散热性树脂组合物(20)包含树脂(30)和无机粉体(10),其相对于100重量份的上述树脂包含100重量份以上的上述第二无机颗粒(12)。



1. 一种无机粉体,其用于散热性树脂组合物,其包含粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒和BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒,

所述第二无机颗粒的含量为30~95质量%,

其中,截面SEM图像中,存在于所述第二无机颗粒的内部的孔的最大尺寸小于 $40\mu\text{m}$ ,

所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒由导热性为 $15\text{W}/\text{mK}$ 以上的无机材料形成。

2. 一种无机粉体,其用于散热性树脂组合物,其包含粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒和BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒,

所述第二无机颗粒的含量为30~95质量%,

其进一步包含粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒,

所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒、所述第三无机颗粒由导热性为 $15\text{W}/\text{mK}$ 以上的无机材料形成。

3. 一种散热性树脂组合物,其包含树脂和权利要求1或2所述的无机粉体,其相对于100质量份的所述树脂包含100重量份以上的所述第二无机颗粒。

4. 一种无机粉体的制造方法,其是用于散热性树脂组合物的包含无机颗粒的无机粉体的制造方法,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒与BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒以使所述无机粉体包含30~95质量%的所述第二无机颗粒的方式混合,

其中,截面SEM图像中,存在于所述第二无机颗粒的内部的孔的最大尺寸小于 $40\mu\text{m}$ ,

所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒由导热性为 $15\text{W}/\text{mK}$ 以上的无机材料形成。

5. 一种无机粉体的制造方法,其是用于散热性树脂组合物的包含无机颗粒的无机粉体的制造方法,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒与BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒以使所述无机粉体包含30~95质量%的所述第二无机颗粒的方式混合,

其进一步包括下述工序:使所述第一无机颗粒和/或所述第二无机颗粒与粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒混合,

所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒、所述第三无机颗粒由导热性为 $15\text{W}/\text{mK}$ 以上的无机材料形成。

6. 一种散热性树脂组合物的制造方法,其是包含树脂和含有无机颗粒的无机粉体的散热性树脂组合物的制造方法,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒、BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒与树脂原料以使所述无机粉体包含30~95质量%的所述第二无机颗粒并且以使所述第二无机颗粒按照相对于100重量份的所述树脂原料成为100重量份以上配合的方式混合;以及使所得到的混合物成型,

其中,截面SEM图像中,存在于所述第二无机颗粒的内部的孔的最大尺寸小于 $40\mu\text{m}$ ,

所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒由导热性为 $15\text{W}/\text{mK}$ 以上的无机材料形成。

7. 一种散热性树脂组合物的制造方法,其是包含树脂和含有无机颗粒的无机粉体的散热性树脂组合物的制造方法,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒、BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒与树脂原料以使所述无机粉体包含30~95质量%的所述第二无机颗粒并且以使所述第二无机颗粒按照相对于100重量份的所述树脂原料成为100重量份以上配合的方式混合;以及使所得到的混合物成型,

其中,所述无机粉体进一步包含粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒,  
所述第一无机颗粒、所述第二无机颗粒、所述第三无机颗粒由导热性为 $15\text{W/mK}$ 以上的  
无机材料形成。

## 散热性树脂组合物用无机粉体、使用了该散热性树脂组合物用无机粉体的散热性树脂组合物以及它们的制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及散热性树脂组合物用无机粉体、使用了该散热性树脂组合物用无机粉体的散热性树脂组合物以及它们的制造方法。

### 背景技术

[0002] 作为配置于发热元件与散热部件之间的导热性材料,已知存在包含有机硅弹性体、导热性填料和陶瓷烧结体的散热性树脂组合物(例如专利文献1)。就专利文献1来说,通过使陶瓷烧结体的平均粒径为导热性填料的平均粒径的五倍以上,能够形成安装尺寸的偏差小的散热性树脂组合物。

[0003] 就专利文献1来说,优选的导热性填料的平均粒径为 $0.5\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ ,优选的陶瓷烧结体的平均粒径为 $3\text{mm}$ 以下。作为优选的配合比,相对于100重量份的液状有机硅弹性体,导热性填料为 $100\sim 1200$ 重量份,陶瓷烧结体为 $5\sim 30$ 重量份。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:日本特开2000-232190号公报

### 发明内容

[0007] 发明所要解决的问题

[0008] 近年来,电动汽车、机器人之类的各种器件的电动化正在进展。根据各电动器件所包含的电子部件(发热体)的设置位置、设置方案等,发热体与散热部件之间的间隙的尺寸是多种多样的。为了适应各种间隙的尺寸,需要多种尺寸形状的散热性树脂组合物。例如,需求比以往还厚(例如厚度为 $5\text{mm}$ 以上的)的散热性树脂组合物。

[0009] 然而,如果使专利文献1所述的散热性树脂组合物较厚地形成,则使用了平均粒径为 $0.5\sim 100\mu\text{m}$ 的微细的导热性填料,因此互相不接触的导热性填料的增加,散热性树脂组合物的散热性能下降。如果为了提高散热性能而增加导热性填料的配合量,则固化前的液状树脂组合物的粘度变得过高,存在液状树脂组合物的流动性下降而成型性恶化的问题。另外,如果增加导热性填料的配合量,则也会产生散热性树脂组合物的粘着性、粘接性、柔性等物性下降的问题。

[0010] 因此,本发明的目的在于:提供适于制造厚的散热性树脂组合物的无机粉体以及使用了该无机粉体的散热性树脂组合物。进而,本发明的目的在于:提供适于制造无机粉体和散热性树脂组合物的制造方法。

[0011] 用于解决问题的手段

[0012] 本发明的方式1是:一种无机粉体,其用于散热性树脂组合物,其包含粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒和BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒,上述第二无机颗粒的含量为 $30\sim 95$ 质量%。

[0013] 本发明的方式2是:根据方式1所述的无机粉体,其中,截面SEM图像中,存在于上述第二无机颗粒的内部的孔的最大尺寸小于 $40\mu\text{m}$ 。

[0014] 本发明的方式3是:根据方式1或2所述的无机粉体,其进一步包含粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒。

[0015] 本发明的方式4是:一种散热性树脂组合物,其包含树脂和方式1~3中任一项所述的无机粉体,其相对于100重量份的上述树脂包含100重量份以上的上述第二无机颗粒。

[0016] 本发明的方式5是:一种无机粉体的制造方法,其是用于散热性树脂组合物的包含无机颗粒的无机粉体的制造方法,其中,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒与BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒以使上述无机粉体包含30~95质量%的上述第二无机颗粒的方式混合。

[0017] 本发明的方式6是:根据方式5所述的无机粉体的制造方法,其进一步包括下述工序:使上述第一无机颗粒和/或上述第二无机颗粒与粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒混合。

[0018] 本发明的方式7是:一种散热性树脂组合物的制造方法,其是包含树脂和含有无机颗粒的无机粉体的散热性树脂组合物的制造方法,其包括下述工序:使粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒、BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒与树脂原料以使上述无机粉体包含30~95质量%的上述第二无机颗粒并且以使上述第二无机颗粒按照相对于100重量份的上述树脂原料成为100重量份以上配合的方式混合;以及使所得到的混合物成型。

[0019] 本发明的方式8是:根据方式7所述的散热性树脂组合物的制造方法,其中,上述无机粉体进一步包含粒径为 $53\mu\text{m}$ 以上且小于 $100\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒。

[0020] 发明效果

[0021] 根据本发明,能够提供适于制造厚的散热性树脂组合物的无机粉体和使用了该无机粉体的散热性树脂组合物。另外,根据本发明,能够提供适于制造无机粉体和散热性树脂组合物的制造方法。

## 附图说明

[0022] 图1是实施方式1的散热性树脂组合物的剖视示意图。

[0023] 图2是无机颗粒的粒度分布曲线的一个例子。

[0024] 图3是无机颗粒的粒度分布曲线的其它例子。

[0025] 图4是无机颗粒的截面SEM图像的示意图。

[0026] 图5(a)~图5(f)是为了对散热性树脂组合物的制造方法进行说明的示意图。

## 具体实施方式

[0027] <实施方式1>

[0028] 1.无机粉体10、树脂30和散热性树脂组合物20

[0029] 图1是实施方式1的散热性树脂组合物20的剖视示意图。图1示出了片材状的散热性树脂组合物20。散热性树脂组合物20包含无机粉体10和树脂30。在此“无机粉体10”是指由多个第一无机颗粒11和多个第二无机颗粒12构成的颗粒的集合体。在散热性树脂组合物

20的内部,多个第一无机颗粒11和多个第二无机颗粒12大多与相邻的其它第一无机颗粒11和/或第二无机颗粒12相接触。树脂30填埋无机颗粒之间的间隙,由此第一无机颗粒11和第二无机颗粒12被固定。

[0030] 以下,对用于散热性树脂组合物20的无机粉体10、树脂30和包含它们的散热性树脂组合物20进行说明。

[0031] (1) 无机粉体10

[0032] 无机粉体10至少包含粒径小于 $53\mu\text{m}$ 的第一无机颗粒11和粒径为 $100\mu\text{m}$ 以上的第二无机颗粒12。

[0033] 如果形成包含无机粉体10的散热性树脂组合物20,则在散热性树脂组合物20的下表面20b和上表面20a之间配置有多个第一无机颗粒11和/或第二无机颗粒12。第一无机颗粒11和第二无机颗粒12与树脂30相比导热率更高,因此散热性树脂组合物20的散热路径是以优先从互相接触或接近的第一无机颗粒11和第二无机颗粒12通过的方式形成的。当在散热性树脂组合物20的下表面20b配置有发热体(电子部件等)并在上表面20a配置有散热部件(散热器等)时,热从存在于下表面20b附近的第一无机颗粒11和/或第二无机颗粒12向存在于散热性树脂组合物20的上表面20a附近的第一无机颗粒11和/或第二无机颗粒1传递。

[0034] 图1所示的第一传热路径P1是由存在于下表面20b附近的第二无机颗粒12和存在于散热性树脂组合物20的上表面20a附近的第二无机颗粒12形成的。由于这些第二无机颗粒12互相接触,因此可以不介由其它无机颗粒地形成传热路径P1。由于第二无机颗粒12与第一无机颗粒11相比粒径更大,因此可以仅由少数(图1中为两个)第二无机颗粒12形成传热路径。

[0035] 另外,就散热路径P1x来说,虽然形成散热路径P1x的多个无机颗粒12互相接近,但互相不接触。即,在这些无机颗粒12之间产生间隙G。如图1所示,无机颗粒12之间的间隙G被与无机颗粒相比导热率更低的树脂30填埋。如果在散热路径P1x之上存在间隙G,则该散热路径P1x由于填埋间隙G的树脂30而导热性下降。因此,优选间隙G在散热路径之上数量少的情况。

[0036] 形成散热路径的无机颗粒的数量越多,则无机颗粒之间的间隙G的数量越增加。因此,如上所述,优选减少使用第二无机颗粒12形成散热路径的无机颗粒的数量,由此能够减少无机颗粒之间的间隙G的数量而提高散热性树脂组合物20的导热性。

[0037] 另一方面,在仅包含第二无机颗粒12的散热性树脂组合物20的情况下,在多个第二无机颗粒12之间容易产生大的空间。由于该空间被导热率低的树脂30填埋,因此散热性树脂组合物20的散热性能下降。故而,散热性树脂组合物20通过除了第二无机颗粒12以外还包含与第二无机颗粒12相比粒径更小的第一无机颗粒11,能够形成利用了第二无机颗粒12和第一无机颗粒11这两者的传热路径。

[0038] 例如,图1所示的第二传热路径P2是由存在于下表面20b附近的第一无机颗粒11、存在于散热性树脂组合物20的上表面20a附近的第二无机颗粒12和与这些第一无机颗粒11和第二无机颗粒12这两者相接触的其它第二无机颗粒12形成的。

[0039] 就其它例子来说,由图1所示的第三传热路径P3是由存在于下表面20b附近的第一无机颗粒11、与该第一无机颗粒11相接触的第二无机颗粒12、与该第二无机颗粒12相接触的其它第一无机颗粒11、与该其它第一无机颗粒11相接触的存在于散热性树脂组合物20的

上表面20a附近的其它第二无机颗粒12形成的。

[0040] 由于第一无机颗粒11进入第二无机颗粒12所不能进入的空间,新形成第二传热路径P2和第三传热路径P3,而能够提高散热性树脂组合物20的散热性能。

[0041] 像这样,为了得到散热性能良好的散热性树脂组合物20,用于散热性树脂组合物20的无机粉体并包含第二无机颗粒12和第一无机颗粒11。

[0042] 无机粉体10包含第一无机颗粒11第二无机颗粒12。

[0043] 无机粉体10包含第二无机颗粒12可以通过使用了网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网的湿式筛分法来确认。相同地,无机粉体10包含第一无机颗粒11可以通过使用了网眼为53 $\mu\text{m}$ 的筛网的湿式筛分法来确认。

[0044] 本说明书中,作为网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网和网眼为53 $\mu\text{m}$ 的筛网,可以使用JIS Z 8801:2006所规定的标准筛。

[0045] 本说明书中,湿式筛分法可以以依据JIS K 0069:1992的方法来实施。

[0046] 无机粉体10包含第一无机颗粒11还可以在粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的粒度分布曲线进行了测定的情况下在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围对频率进行观测来确认。频率有时也可以在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围作为至少一个峰来进行观测。在将频率作为峰进行观测的情况下,可知无机粉体10以在粒度分布曲线的粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围明确地出现峰的程度含有第一无机颗粒11。粒度分布曲线中,通过使峰在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 处明确地出现,能够充分地发挥基于第一无机颗粒11的散热性能的提高效果和基于第二无机颗粒12的散热性能的提高效果,而能够进一步提高散热性树脂组合物20的散热性能。

[0047] 就粒度分布曲线的测定来说,首先,使用网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法从无机粉体10去掉第二无机颗粒12。使用激光粒度分布测定装置(日机装株式会社制造的“Microtrac:MT-3300”)通过激光衍射法对不包含第二无机颗粒12的无机粉体10(将其称为“粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10”)测定粒度分布。所得到的粒度分布曲线中,确认能否在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围观测到频率。

[0048] 图2是无机粉体10的粒度分布曲线的一个例子,对粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10进行了测定。图2的粒度分布曲线中,在该粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围存在一个峰X1。该峰X1示出了粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10包含第一无机颗粒11。

[0049] 无机粉体10还可以包含其它粒径的无机颗粒。例如,无机粉体10可以包含粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ 的第三无机颗粒。

[0050] 无机粉体10包含第三无机颗粒可以通过使用了网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网和网眼为53 $\mu\text{m}$ 的筛网的湿式筛分法来确认。

[0051] 无机粉体10包含第三无机颗粒还可以在粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10的粒度分布曲线中在粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ 的范围对频率进行观测来确认。频率有时也可以在粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ 的范围作为峰进行观测。

[0052] 图3是粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10中的粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的粒度分布曲线的其它例子,其存在四个峰。存在于粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围的三个峰X1a、X1b、X1c示出了粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10包含第一无机颗粒11。位于粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的范围的一个峰X3示出了粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10包含第三无机颗粒。

[0053] 第二无机颗粒12的BET比表面积为2 $\text{m}^2/\text{g}$ 以下。BET比表面积成为了解无机颗粒的

表面的多孔性程度的指标, BET比表面积 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) 越大, 则无机颗粒的表面包含越多细孔。

[0054] 无机颗粒的表面的细孔吸收成为散热性树脂组合物20所包含的树脂30的原料的液状的树脂原料。因此, 如果使用表面细孔多的无机颗粒, 则使无机颗粒之间固定的树脂30不足, 而有可能使散热性树脂组合物20无法成型。如果增加树脂原料的配合量以使散热性树脂组合物20能够成型, 则无机粉体10的配合量相对地降低, 而有时所得到的散热性树脂组合物20的散热性能降低。

[0055] 通过使第二无机颗粒的BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下, 能够在不过度地增加树脂原料的配合量的情况下增加第二无机颗粒的配合量, 能够使导热率高的散热性树脂组合物20成型。

[0056] 无机粉体10所包含的第二无机颗粒12的BET比表面积的测定如下进行。使用网眼为 $100\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法从无机粉体10收集第二无机颗粒12。使用BET比表面积测定装置(岛津制作所公司制造的“2300-PC-1A”)通过氮吸附法对所得到的第二无机颗粒12进行测定。本说明书中的BET比表面积是基于JIS Z 8830:2013来进行测定的。

[0057] 如上所述, 无机粉体10所包含的第二无机颗粒12对散热性树脂组合物20的散热性能有很大影响。从提高散热性树脂组合物20的散热性能的观点考虑, 就无机粉体10所包含的第二无机颗粒12的含量来说, 当以无机粉体10的总量为100质量%时, 其为30~95质量%。第二无机颗粒12的含量优选为35~85质量%, 更优选为40~80质量%。

[0058] 无机粉体10所包含的第二无机颗粒12的含量的测定如下进行。分取规定量(例如P(g))的无机粉体10, 使用网眼为 $100\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法从无机粉体10收集第二无机颗粒12。对所收集的第二无机颗粒12的质量(g)进行测定, 通过将测定值除以最初分取的无机粉体10的质量P(g), 求出第二无机颗粒12的含量(质量%)。

[0059] 无机粉体10可以仅包含第一无机颗粒11和第二无机颗粒12。在该情况下, 无机粉体10所包含的第一无机颗粒11的含量是将如上所述求出的第二无机颗粒12的含量(质量%)除以100(质量%)而得到的值。具体来说, 就无机粉体10所包含的第一无机颗粒11的含量来说, 当以无机粉体10的总量为100质量%时, 其为5~70质量%, 优选为15~65质量%, 更优选为20~60质量%。

[0060] 无机粉体10可以包含第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒。在该情况下, 无机粉体10所包含的第一无机颗粒11的含量例如为4~65质量%, 优选为5~65质量%, 更优选为8~40质量%; 第三无机颗粒的含量为1~40质量%, 优选为5~40质量%, 更优选为10~30质量%。

[0061] 在无机粉体10包含第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒的情况下, 如下进行第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒的含量的测定。

[0062] 分取规定量(例如P(g))的无机粉体10, 使用网眼为 $100\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法从无机粉体10收集第二无机颗粒12。对所收集的第二无机颗粒12的质量(g)进行测定, 通过将测定值除以最初分取的无机粉体10的质量P(g), 求出第二无机颗粒12的含量(质量%)。

[0063] 使用网眼为 $53\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法对去除了第二无机颗粒12之后的无机粉体10(粒径小于 $100\mu\text{m}$ 的无机粉体10)筛分出第一无机颗粒11和第三无机颗粒。分别对第一无机颗粒11的质量(g)和第三无机颗粒的质量(g)进行测定, 通过将各测定值除以最初分取的无机粉体10的质量P(g), 求出第一无机颗粒11的含量(质量%)和第三无机颗粒的含量(质

量%)。

[0064] 无机粉体10所包含的无机颗粒优选存在于其内部的空洞小或者不存在空洞。

[0065] 特别地,如果存在于第二无机颗粒12内部的空洞小或者不存在空洞,则提高散热性树脂组合物20的散热性能的效果好。如图4所示,第二无机颗粒12的截面SEM图像中,内部的空洞有时作为孔151、152而被观察到。该截面SEM图像中,存在于第二无机颗粒12的内部的孔151、152优选尺寸小于 $40\mu\text{m}$ 。在此,“尺寸”是指具有与出现在截面的孔的面积相等的面积的圆的直径,即是指当量圆直径。另外,“存在于第二无机颗粒12的内部的孔151、152的尺寸小于 $40\mu\text{m}$ ”中,包含孔的尺寸为 $0\mu\text{m}$ 的情况(即不存在孔的情况)。

[0066] 就对孔151、152的截面SEM图像的观察来说,首先,制作对无机粉体10进行了树脂填埋的树脂试样,对该树脂试样的表面进行研磨而使无机粉体10的无机颗粒(包含第一无机颗粒11和第二无机颗粒12,还可以包含第三无机颗粒)的截面露出。在树脂试样的研磨面的任意位置拍摄SEM图像,对无机颗粒的截面进行观察。然后,在这些无机颗粒之中,对于第二无机颗粒12的截面SEM图像,求出在颗粒内观察到的孔的面积,算出该面积的当量圆直径,由此能够测定孔的尺寸。

[0067] 具体来说,以截面抛光机(CP)加工对无机粉体10进行了树脂填埋的树脂试样,并使无机粉体10中的无机颗粒的截面露出。以SEM对该研磨截面进行观察,找出第二无机颗粒12,决定测定对象。在此,第二无机颗粒12作为颗粒的最大尺寸(最大直径)为 $100\mu\text{m}$ 以上的颗粒被观察到。例如,以倍率为300倍在纵 $300\mu\text{m}$ ×横 $420\mu\text{m}$ 的视场,以能够明确地确认到存在于测定对象的第二无机颗粒12内的各个孔151、152的方式拍摄SEM图像。使用ImageJ等图像分析软件以提取无机颗粒内的孔的方式对所得到的截面SEM图像进行二值化。由所得到的二值化图像算出孔的面积,求出该面积的当量圆直径,由此能够测定孔的尺寸。以该方法对随机提取的15个第二无机颗粒12观察孔,在全部15个第二无机颗粒12的内部没有尺寸为 $40\mu\text{m}$ 以上的孔的情况下,判断为满足“存在于第二无机颗粒12的内部的孔151、152的尺寸小于 $40\mu\text{m}$ ”的要件。

[0068] 第二无机颗粒12的粒径大的情况下(例如3mm以上),以CP加工难以使一个第二无机颗粒12的整体的截面露出。在该情况下,使用研磨纸来进行粗研磨,此后也可以使用研磨剂进行镜面精加工。还可以通过超声波清洗去除堵塞在孔中的研磨碎屑之后使用该研磨截面由SEM观察进行孔的有无和尺寸的测定。

[0069] 作为无机粉体10所包含的第一无机颗粒11、第二无机颗粒12、第三无机颗粒等无机颗粒,优选由导热性高的无机材料形成的颗粒,特别优选由导热性为 $15\text{W/mK}$ 以上的无机材料形成的颗粒。作为这样的无机材料,氧化铝、氮化铝、氮化硼、氮化硅、碳化硅等陶瓷是适合的。无机颗粒优选为陶瓷颗粒。由于陶瓷具有高导热率,因此如果使用陶瓷颗粒,则能够提高散热性树脂组合物20的散热性能。另外,在将绝缘性的陶瓷用作无机颗粒的情况下,当在发热体和散热部件之间配置了散热性树脂组合物20时,能够抑制发热体与散热部件的短路。因此,无机颗粒更优选为绝缘性的陶瓷颗粒;具体来说,更优选为氧化铝颗粒、氮化铝颗粒、氮化硼、氮化硼、氮化硅。其中,由于价格低廉,因此进一步优选为氧化铝。

[0070] 另外,作为无机粉体10所包含的第一无机颗粒11、第二无机颗粒12、第三无机颗粒等无机颗粒,可以使用氢氧化铝颗粒。氢氧化铝的导热率比陶瓷差,但由于其是阻燃性的,因此适于制造在高温环境下使用的散热性树脂组合物20。

[0071] 无机粉体10至少包含第一无机颗粒11和第二无机颗粒12,这些无机颗粒可以由相同的无机材料形成的,也可以由不同的无机材料形成。例如,第一无机颗粒11也可以由氧化铝颗粒形成,第二无机颗粒12也可以由氮化硅颗粒形成。另外,在无机粉体10进一步包含第三无机颗粒的情况下,第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒全部可以由相同的无机材料形成,也可以均由不同的无机材料形成,或者这三个无机颗粒之中的两个由相同的无机材料形成,剩余的一个由不同的无机材料形成。进而,第一无机颗粒11可以包含由不同的无机材料形成的两种以上的无机颗粒(粒径均小于53 $\mu\text{m}$ ),第二无机颗粒12也可以包含由不同的无机材料形成的两种以上的无机颗粒(粒径均为100 $\mu\text{m}$ 以上)。

[0072] 无机粉体10可以包含除了无机材料以外的成分(例如有机化合物)。例如,无机颗粒可以进行表面处理。表面处理没有特别限制,例如可以列举出基于以下物质的处理:硅烷偶联剂;钛酸酯偶联剂;油酸、硬脂酸之类的脂肪族羧酸;安息香酸之类的芳香族羧酸和它们的脂肪酸酯;甲基硅酸盐、乙基硅酸盐之类的硅酸盐化合物;磷酸;磷酸化合物;表面活性剂等。特别优选为硅烷偶联剂,通过表面处理能够提高无机颗粒与树脂的亲合性。如果无机颗粒与树脂的亲合性变高,则将无机颗粒添加于树脂原料时的树脂原料的粘度上升变小,能够增加无机颗粒的配合量(无机颗粒的填充性提高)。

[0073] 作为硅烷偶联剂,可以适当选择使用环氧硅烷、氨基硅烷、乙烯基硅烷、丙烯酸硅烷、氟硅烷等。作为具体的硅烷偶联剂,存在乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、2-(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基三乙氧基硅烷、N-2-(氨基乙基)-3-氨基丙基甲基二甲氧基硅烷、N-2-(氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨基乙基)-3-氨基丙基三乙氧基硅烷、3-氨基丙基三甲氧基硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷、3-三乙氧基硅烷基-N-(1,3-二甲基-亚丁基)丙基胺、N-苯基-3-氨基丙基三甲氧基硅烷、三氟丙基三甲氧基硅烷等。

[0074] 另外,对无机颗粒进行表面处理的方法没有特别限定,可以进行干式和湿式中的任一种处理方法,或者也可以进行预先使表面处理剂与树脂30混合的整体混合法(integral method)。通过表面处理,能够提高无机颗粒与树脂的亲合性并且提高无机颗粒的填充性。

[0075] (2) 树脂30

[0076] 如图1所示,树脂30填埋无机粉体10所包含的第一无机颗粒11与第二无机颗粒12之间的间隙,由此固定第一无机颗粒11和第二无机颗粒12。

[0077] 适于树脂30的树脂材料没有特别限定,例如可以优选列举出:环氧树脂、硅树脂、硅橡胶、丙烯酸树脂、苯酚树脂、三聚氰胺树脂、尿素树脂、不饱和聚酯、聚烯烃、含氟树脂、聚酰亚胺、聚酰胺酰亚胺、聚醚酰亚胺等聚酰亚胺;聚对苯二甲酸丁二酯、聚对苯二甲酸乙二酯等聚酯;聚苯醚、聚苯硫醚、全芳香族聚酯、聚砜、液晶聚合物、聚醚砜、聚碳酸酯、马来酰亚胺改性树脂、ABS树脂、AAS(丙烯腈-丙烯酸橡胶/苯乙烯)树脂、AES(丙烯腈/乙烯/丙烯/双烯橡胶-苯乙烯)树脂、聚乙醇酸树脂、聚邻苯二甲酰胺、聚缩醛、聚氨酯、尼龙树脂等。特别优选为环氧树脂、硅树脂、硅橡胶。

[0078] 散热性树脂组合物20所包含的树脂30与无机粉体10可以以优选配合比进行配合。例如,期望无机粉体相对于100质量份的树脂为105重量份以上。

[0079] 此外,无机粉体10所包含的第二无机颗粒12对散热性树脂组合物20的散热性能的影响大。因此,通过使第二无机颗粒12与树脂30之配合比足够高,能够提高散热性树脂组合物20的散热性能。第二无机颗粒12相对于100重量份的树脂优选为100重量份以上,更优选为200重量份以上,进一步优选为500重量份以上,特别优选为1000重量份以上。

[0080] (3) 散热性树脂组合物20

[0081] 散热性树脂组合物20所包含的树脂30和无机粉体10的配合比可以由预先测得的散热性树脂组合物20的质量和从散热性树脂组合物20去除树脂30而得到的无机粉体10的质量求出。

[0082] 散热性树脂组合物20所包含的树脂30与第二无机颗粒12的配合比可以由从散热性树脂组合物20去除树脂30而得到的无机粉体10的质量和使用网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网由湿式筛分从无机粉体10收集的第二无机颗粒12的质量求出。

[0083] 对散热性树脂组合物20所包含的无机粉体10测定粒度分布、测定第二无机颗粒12的BET比表面积和测定第二无机颗粒12的含量可以以如下的步骤进行。

[0084] 首先,从散热性树脂组合物20去除树脂30而得到无机粉体10。作为从散热性树脂组合物20去掉树脂30的具体方法,可以列举出:以溶剂使树脂30溶解而去除的方法、使散热性树脂组合物20灰化而去除树脂30的方法等。通过使用网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网对所得到的无机粉体10进行湿式筛分,得到第二无机颗粒12。对第二无机颗粒12进行BET比表面积的测定。另外,分别称量筛分之前的无机粉体10和筛分之后的第二无机颗粒12,由此可以求出无机粉体10所包含的第二无机颗粒12的含量的比例。

[0085] 2. 制造方法

[0086] (1) 无机粉体10的制造方法

[0087] 无机粉体10的制造方法包括使第一无机颗粒11与第二无机颗粒12混合的工序。根据需要,也可以进一步包括使第三无机颗粒混合的工序。

[0088] 在使第一无机颗粒11、第二无机颗粒12与第三无机颗粒混合的情况下,可以依次使它们混合,或者也可以同时混合。例如,也可以从这三种无机颗粒选择两种混合,并使剩余的一种无机颗粒与所得到的混合物混合。或者,还可以使这三种无机颗粒同时混合。

[0089] 作为第二无机颗粒12,使用BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的无机颗粒。另外,以使所得到的无机粉体10包含30~95质量%的第二无机颗粒12的方式决定各无机颗粒的配合量。

[0090] 无机颗粒(第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒)均可以利用市售的无机颗粒。作为第二无机颗粒12,粉碎用无机材料球是特别适合的。

[0091] 另外,就第二无机颗粒12来说,例如可以使用造粒机将无机颗粒造粒并使所得到的致密的造粒物干燥、烧结的方法制造。具体来说,例如在第二无机颗粒12为氧化铝颗粒的情况下,可以通过如下方法来制造作为第二无机颗粒12的氧化铝颗粒:制作粒径为1 $\mu\text{m}$ 以下的 $\alpha$ 氧化铝种颗粒的浆料,使该浆料与 $\alpha$ 氧化铝前体混合,使所得到的混合物干燥,对干燥后的混合物进行高温烧成。此外, $\alpha$ 氧化铝前体是指通过烧成而转化成 $\alpha$ 氧化铝的化合物;作为 $\alpha$ 氧化铝前体,可以列举出:氢氧化铝、 $\gamma$ 氧化铝、 $\delta$ 氧化铝、 $\theta$ 氧化铝等过渡氧化铝等。

[0092] 另外,第二无机颗粒12可以通过以电熔融法使无机颗粒熔融固化并将所得到的固化物粉碎的方法来制造。具体来说,例如,在第二无机颗粒12为氧化铝颗粒的情况下,可以通过以电炉使由拜耳法等得到的氧化铝高温熔融之后使熔融物固化并将所得到的铸锭粉

碎的方法来制造作为第二无机颗粒12的氧化铝颗粒。

[0093] 如果通过这样的方法来制造第二无机颗粒12,则得到在截面SEM图像中存在于内部的孔的尺寸小于40 $\mu\text{m}$ 的第二无机颗粒12。

[0094] (2) 散热性树脂组合物20的制造方法

[0095] 散热性树脂组合物20的制造方法包括以下的工序1~2。

[0096] 工序1:使包含第一无机颗粒11和第二无机颗粒12的无机粉体10与树脂原料混合的工序

[0097] 工序2:使所得到的混合物成型的工序

[0098] 一边参照图5(a)~(f)一边对各工序进行详细叙述。

[0099] (工序1:混合工序)

[0100] 工序1是:使包含第一无机颗粒11和第二无机颗粒12的无机粉体10与树脂原料300混合而得到混合物200的工序。作为第二无机颗粒12,使用BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以下的无机颗粒。无机粉体10可以进一步包含第三无机颗粒13。

[0101] 就第二无机颗粒12与树脂原料300的配合比来说,当以无机粉体10的总量为100质量%时,以使第二无机颗粒成为30~95质量%的方式并且以使第二无机颗粒12相对于100重量份的树脂原料300成为100重量份以上的方式配合。

[0102] 图5(a)~(c)图示了工序1的一个例子。如图5(a)和(b)所示,使第一无机颗粒11、第二无机颗粒12与第三无机颗粒13混合而得到无机粉体10。如图5(c)所示,使用适当的机构(例如搅拌机)使所得到的无机粉体10与液状的树脂原料300混合而得到混合物200。

[0103] 此外,就图5(a)~(c)来说,首先准备无机粉体10,使无机粉体10与树脂原料300混合,但不限于此,只要最终得到混合物200就行,可以使用不同的步骤。例如,可以依次将第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒13添加至树脂原料300。

[0104] (工序2:成型工序)

[0105] 工序2是:通过将由工序1得到的混合物200加入模具90而使之固化来得到散热性树脂组合物20的工序。图5(d)~(f)图示了工序2的一个例子。

[0106] 如图5(d)所示,将混合物200加入所期望的模具90。如图5(e)所示,以加入模具90的状态使混合物200固化。由此,得到散热性树脂组合物20。在树脂原料300为热固化性树脂的情况下,将混合物200加热至固化温度而使之固化。在树脂原料300为热可塑性树脂的情况下,混合物200中的树脂原料300为高温的熔融状态,因此通过使该混合物200冷却,使混合物200中的树脂原料固化。最后,从模具90取出散热性树脂组合物20(图5(f))。

[0107] 实施例

[0108] 使用表1所示的第一无机颗粒11、第二无机颗粒12和第三无机颗粒(颗粒A~M),以表2所示的比例使无机颗粒混合,由此得到了无机粉体。以成为表2所示的比例使所得到的无机粉体和树脂原料(环氧树脂)、添加物(固化剂、固化催化剂、表面处理剂)配合并以自转/公转搅拌器进行混炼,得到了混合物。向置于脱模处理后的聚酯膜上的模具投入混合物,并将另一片脱模处理后的聚酯膜放置于其上而进行了成型。此外,在装入填充率为95质量%以上的情况下,进一步使用压制成型机进行了加压成型。此后,在120 $^{\circ}\text{C}$ 、120分钟的条件下进行加热固化,由此得到了散热性树脂组合物。

[0109] 此外,表2的“装入填充率”是指混合物中的无机粉体的含量(质量%)。

- [0110] 所使用的颗粒A~J(表1和2)如下所述。
- [0111] (第二无机颗粒12:颗粒A~F)
- [0112] • 颗粒A:平均粒径为1mm的粉碎用氧化铝球(Nikkato制,产品名:HD-1)
- [0113] • 颗粒B:平均粒径为0.3mm的粉碎用氧化铝球(亚速旺制,产品名:AL9-0.3)
- [0114] • 颗粒C:平均粒径为0.2mm的粉碎用氧化铝球(亚速旺制,产品名:AL9-0.2)
- [0115] • 颗粒D:平均粒径为15mm的氧化铝球(Nikkato制,产品名:HD-15)
- [0116] • 颗粒E:平均粒径为2mm的氧化铝颗粒(住友化学公司制,产品名:AKQ-10)
- [0117] • 颗粒F:平均粒径为0.3mm的碳化硅颗粒(太平洋蓝达姆制,产品名:RC-24)
- [0118] (第三无机颗粒13:颗粒G~H)
- [0119] • 颗粒G:平均粒径为70 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(电化公司制,产品名:DAW-70)
- [0120] • 颗粒H:以105 $\mu\text{m}$ 筛网对碳化硅颗粒(太平洋蓝达姆制,产品名:RC-100F)进行干式筛分并将平均粒径被调整成80 $\mu\text{m}$ 的碳化硅颗粒
- [0121] 此外,颗粒G和H不仅可包含第三无机颗粒13(粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ )还可包含除了第三无机颗粒13以外的无机颗粒(粒径小于53 $\mu\text{m}$ 或为100 $\mu\text{m}$ 以上),但就本实施例来说,为了方便,将颗粒G和H分类为了第三无机颗粒13。
- [0122] (第一无机颗粒11:颗粒I~M)
- [0123] • 颗粒I:平均粒径为45 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(电化公司制,产品名:DAW-45)
- [0124] 此外,颗粒I不仅可包含第一无机颗粒11(粒径小于53 $\mu\text{m}$ )还可包含除了第一无机颗粒11以外的无机颗粒(粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上),但就本实施例来说,为了方便,将颗粒I分类为了第一无机颗粒11。
- [0125] • 颗粒J:平均粒径为12 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(电化公司制,产品名:DAW-10)
- [0126] • 颗粒K:平均粒径为5 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(电化公司制,产品名:DAW-05)
- [0127] • 颗粒L:平均粒径为0.4 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(住友化学公司制,产品名:AA-03)
- [0128] • 颗粒M:平均粒径为0.3 $\mu\text{m}$ 的氧化铝颗粒(电化公司制,产品名:AFSP-20)
- [0129] 所使用的树脂原料、固化剂、固化催化剂、表面处理剂(表2)如下所述。
- [0130] • 树脂原料300:环氧树脂(epoxy828)
- [0131] • 固化剂:脂环式骨格酸酐(新日本理化公司制,产品名:MH-700)
- [0132] • 固化催化剂:咪唑系固化促进剂(四国化成公司制,产品名:1B2PZ)
- [0133] • 表面处理剂:3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷(东丽/道康宁公司制,产品名:Z-6040)
- [0134] 表1

[0135]

	颗粒No.	产品名	平均粒径 (μm)	BET比表面积 (m <sup>2</sup> /g)
第二无机颗粒12	A	HD-1	1000	<0.1
	B	AL9-0.3	300	0.3
	C	AL9-0.2	200	0.4
	D	HD-15	15000	<0.1
	E	AKQ-10	2000	2.8
	F	RC-24	300	<0.1
第三无机颗粒13	G	DAW-70	70	0.2
	H	RC-100F筛分品	80	<0.1
第一无机颗粒11	I	DAW-45	45	0.2
	J	DAW-10	12	0.4
	K	DAW-05	5	0.4
	L	AA-03	0.4	5.2
	M	ASFP-20	0.3	13.4

[0136]

表2

	颗粒No.	产品名	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6	实施例 7	比较例 1	比较例 2	比较例 3	比较例 4	比较例 5	比较例 6		
第二无机颗粒12	A	HD-1	32	32	32	72		24		120							
	B	AL9-0.3	20	20	20						20						
	C	AL9-0.2					42										
	D	HD-15						60									
	E	AKQ-10									32						
	F	RC-24															
	G	DAW-70						20	6				84	84	84		
第三无机颗粒13	H	RC-100F 筛分品														84	
	I	DAW-45	20	20	20			12			20						
第一无机颗粒11	J	DAW-10	18	18	18			12	24		18					24	
	K	DAW-05	18	18	18						18	24	24	24			
	L	AA-03	12	12	12	48		6	12		12					12	
	M	ASFP-20											12	12	12		
		环氧树脂															
树脂、添加剂		epoxy828	3.9	2.0	12.0	2.0	3.9	2.0	6.7	3.9	7.7	3.9	2.0	12.0	6.7	6.7	

[0137]

无机物 粉体	固化剂	MH-700	3.5	1.8	10.6	1.8	3.5	6.8	3.5	1.8	6.0	3.5	6.0	10.6	1.8	3.5	6.0
	固化催化剂	1B2PZ	0.3	0.2	0.9	0.2	0.3	0.6	0.3	0.2	0.7	0.3	0.7	0.9	0.2	0.3	0.7
	表面处理剂	Z6040	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
无机物 粉体	第二无机颗粒12的比例	(%)	43	60	43	35	100	43	100	70	70	100	0	0	0	0	0
	粒度分布曲线 中的频率的观 测	粒径53μm以上且小于 100μm的范围	无	有	无	有	无	有	无	有	无	有	无	有	有	有	无
		粒径小于53μm的范围	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有
混炼物 物性	装入充填率	(质量%)	93.1	95.9	82.9	93.1	90.0	88.0	93.1	95.9	90.0	93.1	90.0	82.9	95.9	93.1	90.0
	第二无机颗粒12 相对于100质量份树脂的配合量	(重量份)	675	1834	221	545	632	344	1558	2140	632	0	0	0	0	0	0
	成型性	-	○	○	○	○	○	×	△	○	○	○	○	○	×	○	○
固化物 物性	导热率	(W/mK)	8.2	10.4	6.1	7.5	5.6	-	4.3	18.4	5.6	4.9	4.5	3.0	-	4.9	4.5

[0138] 对所得到的无机粉体和散热性树脂组合物测定或评价了以下项目。

[0139] (1) 第二无机颗粒12的含量

[0140] 分取由表2的配合得到的无机粉体10g,使用网眼为100 $\mu\text{m}$ 的筛网以湿式筛分法收集了第二无机颗粒12。

[0141] 对所收集的无机颗粒的质量(g)进行测定,将测定值除以最初分取的无机粉体的质量10g,由此求出了无机粉体中的第二无机颗粒12的含量(质量%)。将结果示于表2。

[0142] (2) 粒度分布曲线

[0143] 就“(1)第二无机颗粒12的比例”来说,对去除了第二无机颗粒1之后的无机粉体10(粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10)测定粒度分布,制得了粒度分布曲线。

[0144] 使用激光粒度分布测定装置(日机装株式会社制“Microtrac:MT-3300”),通过激光衍射法对粒径小于100 $\mu\text{m}$ 的无机粉体10测定了粒度分布。

[0145] 所得到的粒度分布曲线中,分别在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围和粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ 的范围内确认了能否观察到频率并将其示于表2。

[0146] (3) 成型性

[0147] 对由表2的配合得到的混合物进行了成型性的评价试验。评价基准如下所述。将评价试验示于表2的“成型性”一栏。

[0148] “○”:没有问题地成型。

[0149] “ $\Delta$ ”:虽然可以成型,但在成型体中包含大量气泡。

[0150] “ $\times$ ”:与无机颗粒和树脂的混合物的粘度变得过高而不能成型,或者混合物是粉状而不能成型。

[0151] (4) 导热率

[0152] 使由表2的配合得到的混合物成型为宽度为10mm $\times$ 长度为10mm $\times$ 厚度为1mm,然后使树脂固化,制得了散热性树脂组合物(测定用试样)。使用基于激光脉冲法的热阻力测定机(NETZSCH公司制,LFA467),测得了试样的导热率。以导热率小于5W/mK为“不可”,以5W/mK以上且小于10W/mK为“良”,以10W/mK以上为“优”。此外,比较例2和4的混合物的成型性差,不能制备测定用试样,因此没有进行导热率的测定。

[0153] 对实施例1~7和比较例1~6进行如下讨论。

[0154] 实施例1~7所使用的第二无机颗粒12(平均粒径为200 $\mu\text{m}$ ~15000的颗粒A~D和F)的BET比表面积为2m<sup>2</sup>/g以下。另外,筛分之后的第二无机颗粒12的BET比表面积也为2m<sup>2</sup>/g以下。

[0155] 实施例1~7的无机粉体包含30~95质量%的第二无机颗粒12。如果确认它们的无机粉体的粒度分布曲线,则在粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围观测到频率。由此,确认到了实施例1~7的无机颗粒包含第一无机颗粒11。此外,就实施例5和6来说,进一步在粒度分布曲线的粒径为53 $\mu\text{m}$ 以上且小于100 $\mu\text{m}$ 的范围观测到了频率。由此,确认到了实施例5和6的无机颗粒包含第三无机颗粒13。

[0156] 就实施例1~7的散热性树脂组合物(测定用试样)来说,第二无机颗粒12的配合量相对于100质量份的树脂为100重量份以上,所得到的测定用试样的导热率为5W/mK以上,是良好的。特别地,就实施例2、4和6来说,第二无机颗粒12的配合量相对于100质量份的树脂为1000重量份以上,所得到的测定用试样为10W/mK以上,显示了优异的导热率。

[0157] 比较例1的无机粉体在粒度分布曲线的粒径小于53 $\mu\text{m}$ 的范围没有观测到频率。即,比较例1的无机粉体不包含第一无机颗粒11。因此,散热性树脂组合物的保型性差,成型体

中包含大的气泡,散热性树脂组合物(测定用试样)的导热率小于5W/mK。

[0158] 就比较例2的无机粉体来说,所使用的第二无机颗粒12(平均粒径为2000 $\mu\text{m}$ 的颗粒E)的BET比表面积为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以上。另外,筛分后的第二无机颗粒12的BET比表面积也为 $2\text{m}^2/\text{g}$ 以上。因此,第二无机颗粒12吸收树脂原料,由此混合物成为了粉状。其结果是,混合物的成型性显著恶化而不能制备散热性树脂组合物(测定用试样)。

[0159] 比较例3、5和6的无机粉体不包含第二无机颗粒12。因此,散热性树脂组合物(测定用试样)的导热率成为了小于5W/mK。

[0160] 比较例4的无机粉体不包含第二无机颗粒12。进而制备散热性树脂组合物(测定用试样)时的装入填充率高,因此无机粉体与树脂的混合物的粘度变得过高。因此,混合物的成型性显著恶化而不能制备散热性树脂组合物(测定用试样)。

[0161] 符号说明

[0162]	10	无机粉体
[0163]	11	第一无机颗粒
[0164]	12	第二无机颗粒
[0165]	13	第三无机颗粒
[0166]	20	散热性树脂组合物
[0167]	200	混合物
[0168]	30	树脂
[0169]	300	树脂原料
[0170]	90	模具
[0171]	151、152	孔

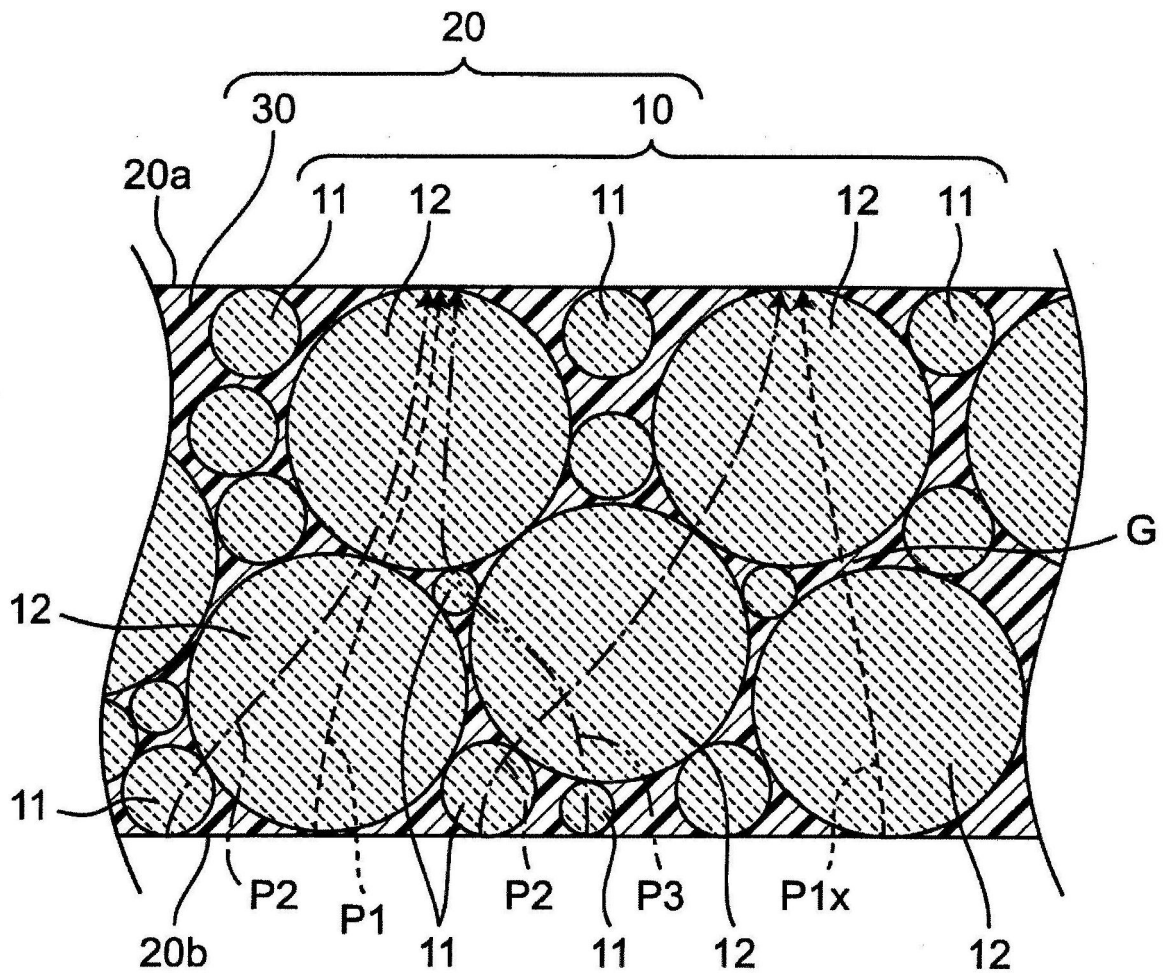


图1

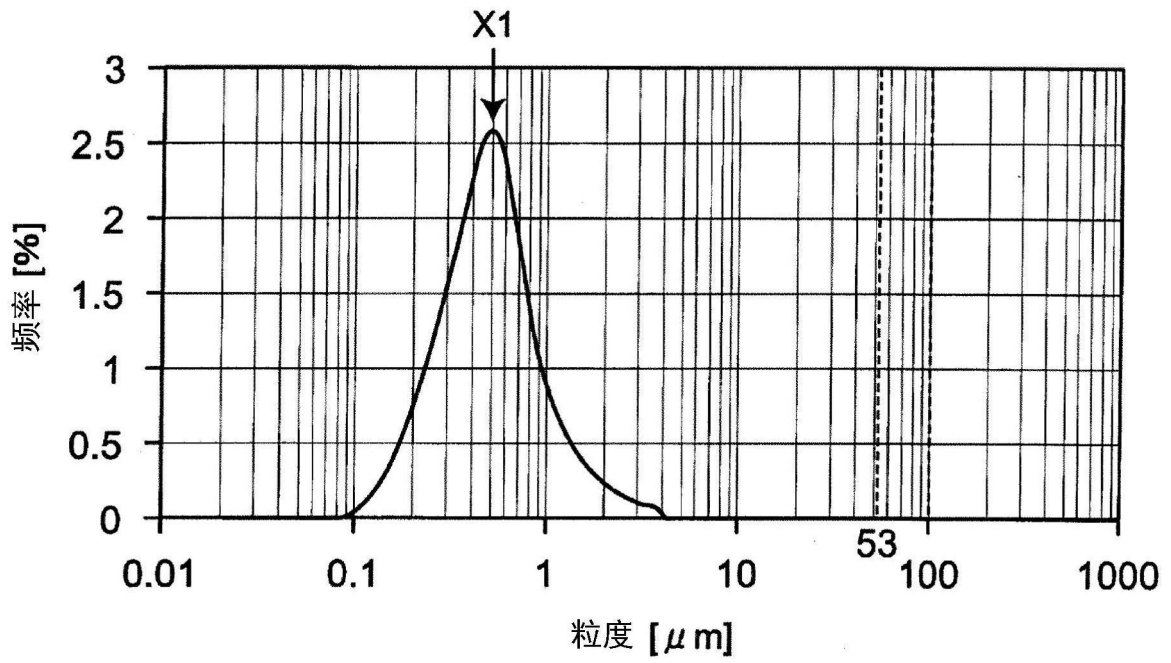


图2

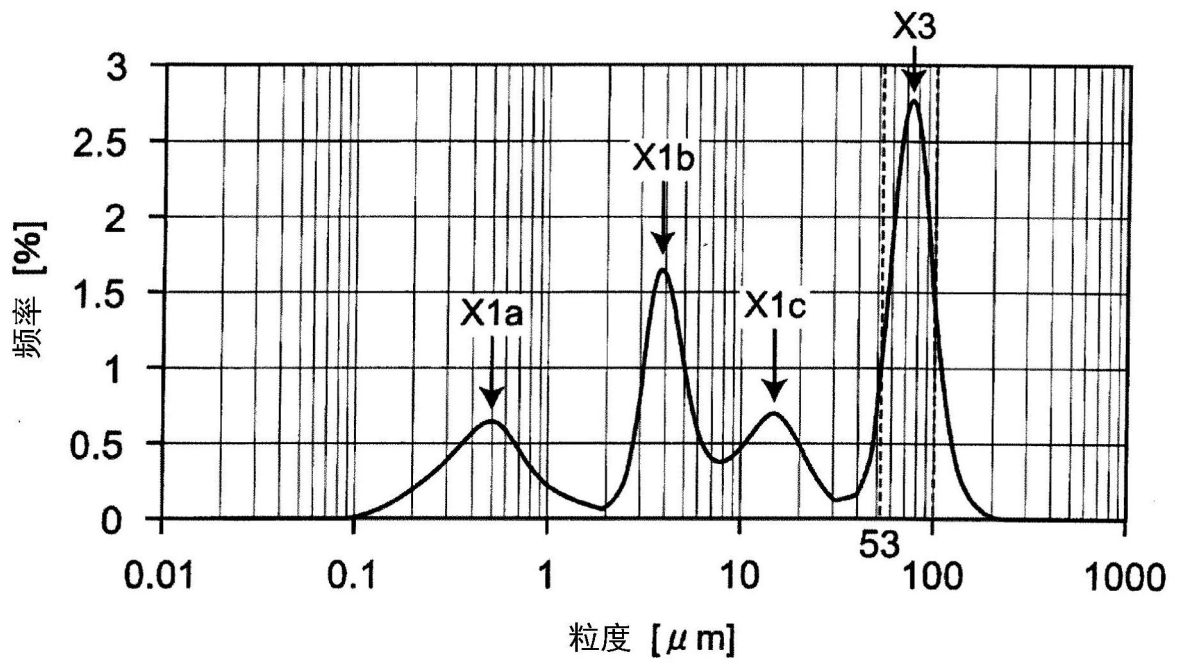


图3

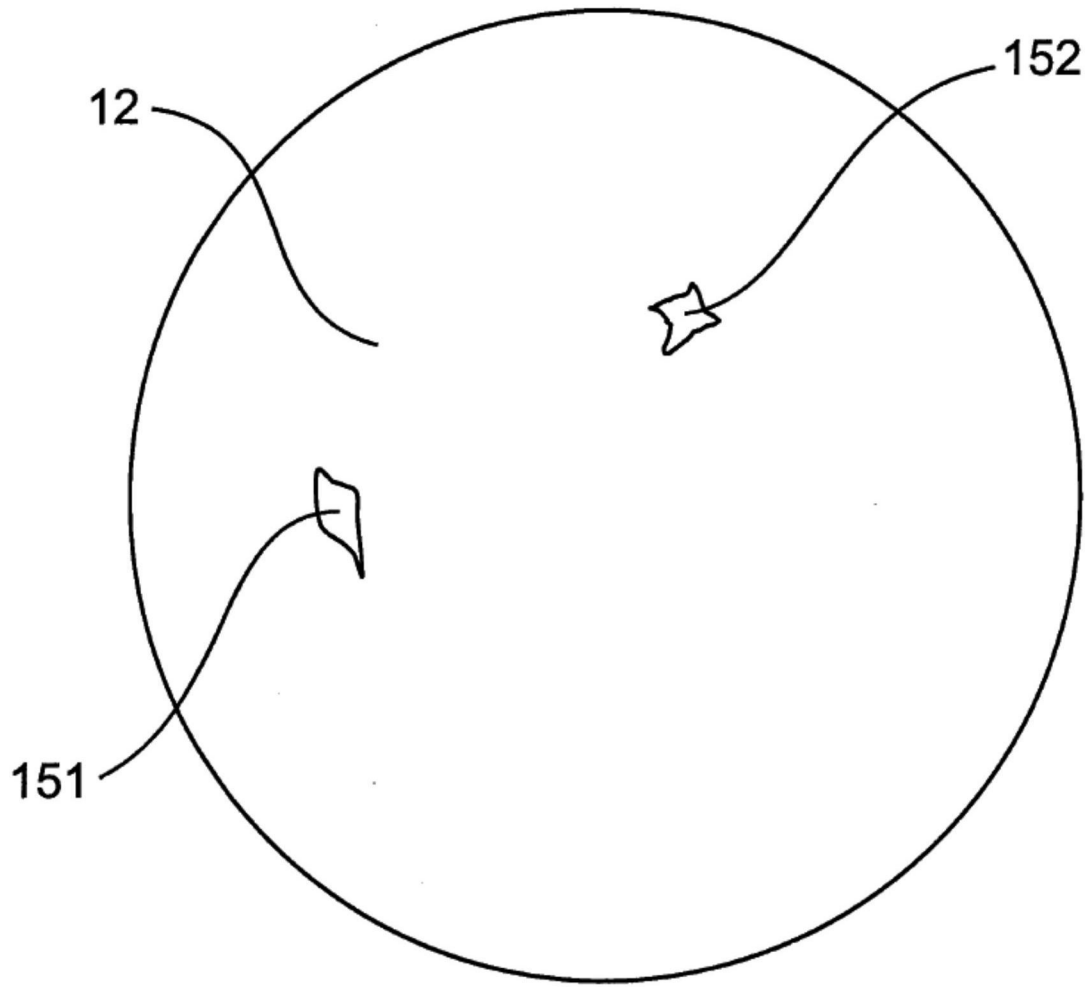


图4

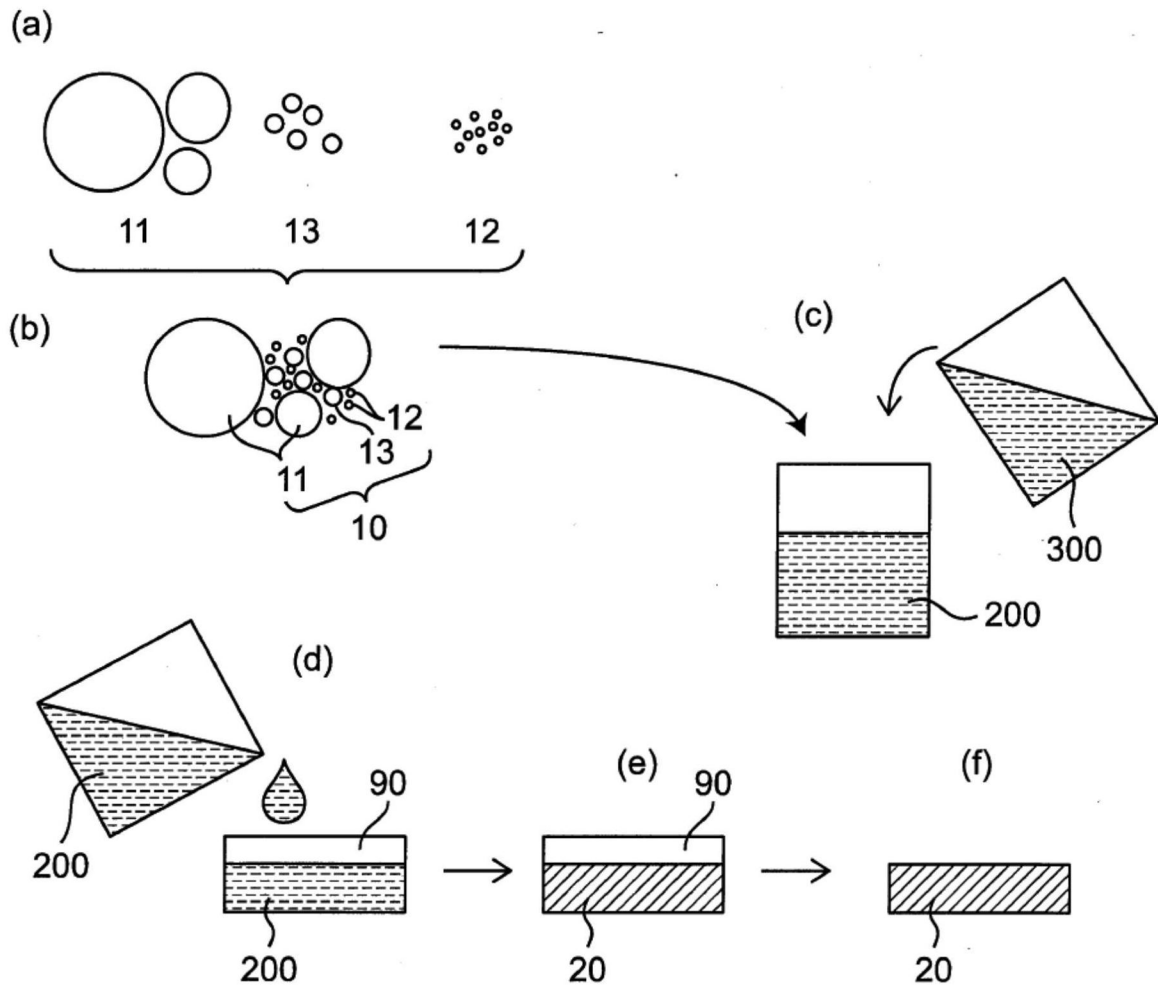


图5