



(21) 申請案號：112104337 (22) 申請日：中華民國 112 (2023) 年 02 月 08 日
(51) Int. Cl. : C01F7/02 (2022.01) C01B33/12 (2006.01)
(30) 優先權：2022/02/09 日本 2022-018510
(71) 申請人：日商電化股份有限公司 (日本) DENKA COMPANY LIMITED (JP)
日本
(72) 發明人：相京輝洋 AIKYO, TERUHIRO (JP)；川畑朋浩 KAWABATA, TOMOHIRO (JP)；
山口純 YAMAGUCHI, JUN (JP)；山下敦司 YAMASHITA, ATSUSHI (JP)
(74) 代理人：周良吉
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：7 項 圖式數：1 共 26 頁

(54) 名稱

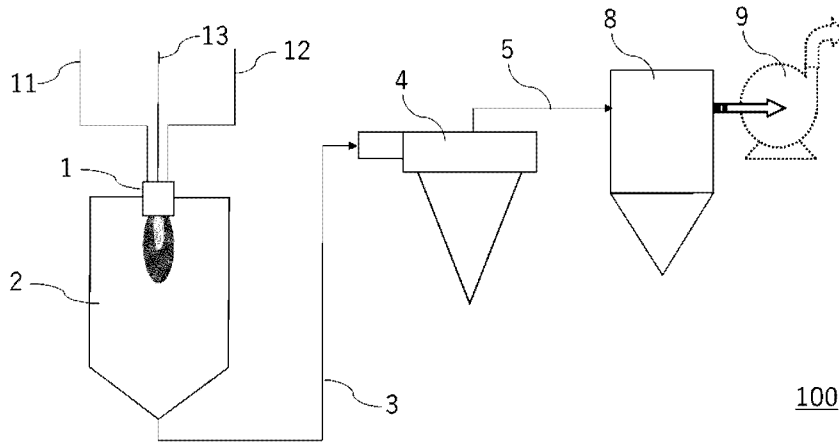
無機質粉末

(57) 摘要

本發明之無機質粉末含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末，且係以含有該無機質粉末之評價用樹脂清漆中的剪切速度 2[1/s]時之黏度/剪切速度 20[1/s]時之黏度來定義之觸變指數成為 10 以上且 120 以下的方式構成。

An inorganic powder of the invention contains a spherical alumina powder and a spherical silica powder, wherein in a resin varnish for evaluation containing this inorganic powder, the thixotropic index, defined as the viscosity at a shear rate of 2 [1/s] divided by the viscosity at a shear rate of 20 [1/s], is at least 10 but not more than 120.

指定代表圖：



符號簡單說明：

- 1:燃燒器
- 2:熔融爐
- 3:配管
- 4:旋風器
- 5:配管
- 8:袋式過濾器
- 9:鼓風機
- 11:可燃氣體供給管
- 12:助燃氣體供給管
- 13:原料供給管
- 100:溶射裝置

圖 1



【發明摘要】

【中文發明名稱】 無機質粉末

【英文發明名稱】 INORGANIC POWDER

【中文】

本發明之無機質粉末含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末，且係以含有該無機質粉末之評價用樹脂清漆中的剪切速度2[1/s]時之黏度/剪切速度20[1/s]時之黏度來定義之觸變指數成為10以上且120以下的方式構成。

【英文】

An inorganic powder of the invention contains a spherical alumina powder and a spherical silica powder, wherein in a resin varnish for evaluation containing this inorganic powder, the thixotropic index, defined as the viscosity at a shear rate of 2 [1/s] divided by the viscosity at a shear rate of 20 [1/s], is at least 10 but not more than 120.

【指定代表圖】 圖1

【代表圖之符號簡單說明】

1:燃燒器

2:熔融爐

3:配管

4:旋風器

5:配管

8:袋式過濾器

9:鼓風機

11:可燃氣體供給管

12:助燃氣體供給管

13:原料供給管

100:溶射裝置

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 無機質粉末

【英文發明名稱】 INORGANIC POWDER

【技術領域】

【0001】

本發明關於無機質粉末。

【先前技術】

【0002】

迄今針對無機質粉末已進行了各種開發。就該種技術而言，已知例如專利文獻1所記載之技術。專利文獻1中，就無機質粉末而言，記載利用火焰溶射法予以球狀化之具有二氧化矽被覆層之球狀氧化鋁粉末。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0003】

[專利文獻1]日本特開2013-014513號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0004】

但是，本案發明人探討後之結果發現，在將上述專利文獻1所記載之無機質粉末摻合於樹脂時，就成形時毛邊的產生、成形性方面尚有改善的餘地。

[解決課題之手段]

【0005】

本案發明人進一步探討後發現，藉由在含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末之無機質粉末中，適當地控制含有無機質粉末之評價用樹脂清漆的觸變指數，可在樹脂中摻合有該無機質粉末之樹脂組成物中抑制成形時毛邊的產生，且可改善成形性，乃至完成本發明。

【0006】

根據本發明之一態樣，係提供如下之無機質粉末。

1. 一種無機質粉末，含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末，

依循下述程序T所測定之含有該無機質粉末之評價用樹脂清漆的觸變指數為10以上且120以下。

(程序T)

首先，將該無機質粉末以含量成為85質量%的方式在25°C和液狀雙酚F型環氧化物(EPIKOTE 807)進行混合，獲得上述評價用樹脂清漆。

然後，於得到的評價用樹脂清漆中，使用流變儀測定在25°C下以剪切速度2[1/s]進行測定時之黏度(η_2)、及以剪切速度20[1/s]進行測定時之黏度(η_{20})。

基於 η_2/η_{20} 求得上述觸變指數。

2. 如1.所記載之無機質粉末，其中，

針對前述評價用樹脂清漆使用流變儀在25°C以剪切速度2[1/s]進行測定時的黏度(η_2)為500Pa·s以上且30000Pa·s以下。

3. 如1.或2.所記載之無機質粉末，其中，

針對上述評價用樹脂清漆使用流變儀在25°C以剪切速度0.1[1/s]進行測定的黏度($\eta_{0.1}$)為2000Pa·s以上且60000Pa·s以下。

4. 如1.~3.中任一項所記載之無機質粉末，其中，

於室溫25°C、濕度55%之條件下，利用下述程序B測定之密堆積密度為1.5g/cm³以上且2.3g/cm³以下。

(程序B)

使該無機質粉末於1分鐘以5~10g之投入量從高度25cm自然掉落，投入100cm³之測定用杯的內部，持續直到從杯溢出為止來準備尖滿杯。

然後，針對尖滿杯，不使其振實而是將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算粗堆積密度(g/cm³)。

另一方面，針對尖滿杯，以於上下方向180次的條件(行程長2cm，1秒/次)振實後，將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算密堆積密度(g/cm³)。

5. 如1.~4.所記載之無機質粉末，其中，

令以前述程序B測定之粗堆積密度為A、密堆積密度為P時，

基於 $((P-A)/P) \times 100$ 所求得的壓縮度為31%以上且44%以下。

6. 如1.~5.中任一項所記載之無機質粉末，其中，

在以濕式所為之雷射繞射散射法測定的體積頻率粒度分布中，令累積值達10%之粒徑為D₁₀、累積值達50%之粒徑為D₅₀、累積值達97%之粒徑為D₉₇時，

$(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 為4以上且30以下。

7. 如1.~6.中任一項所記載之無機質粉末，其中，

在以濕式所為之雷射繞射散射法測定的體積頻率粒度分布中，令累積值達10%之粒徑為 D_{10} 、累積值達50%之粒徑為 D_{50} 時，

$D_{50}-D_{10}$ 為 $0.5\mu\text{m}$ 以上且 $17\mu\text{m}$ 以下。

[發明之效果]

【0007】

根據本發明，係提供摻合於樹脂時可抑制成形時毛邊的產生，且可改善成形性之無機質粉末。

【圖式簡單說明】

【0008】

[圖1]係顯示溶射裝置之構成的示意性剖面圖。

【實施方式】

【0009】

說明本實施形態之無機質粉末的概要。

【0010】

本實施形態之無機質粉末含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末，且係以依循下述程序T所測定之含有無機質粉末之評價用樹脂清漆的觸變指數為10以上且120以下的方式構成。

【0011】

說明測定評價用樹脂清漆中的黏度及觸變指數之程序T。

首先，將無機質粉末以含量成為85質量%的方式在25°C和液狀雙酚F型環氧化物(EPIKOTE 807)進行混合，獲得評價用樹脂清漆。

然後，針對得到的評價用樹脂清漆，使用流變儀測定在25°C下以剪切速度0.1[1/s]、2[1/s]、20[1/s]之各剪切速度進行測定時之各別的黏度($\eta_{0.1}$ 、 η_2 、 η_{20})。

其後，基於 η_2/η_{20} 求得上述觸變指數。

【0012】

上述觸變指數的上限為120以下，宜為100以下，為70以下更佳。藉此可改善樹脂組成物之成形性。

上述觸變指數的下限為10以上，宜為30以上，為50以上更佳。藉此可改善樹脂組成物之毛邊特性。

【0013】

上述評價用樹脂清漆中的剪切速度2[1/s]時之黏度(η_2)的上限例如為30000Pa·s以下，宜為20000Pa·s以下，為15000Pa·s以下更佳。藉此可改善操作性、或抑制成型時之流動壓所導致成型線材(wire)變形。

上述黏度(η_2)的下限例如為500Pa·s以上，宜為5000Pa·s以上，為8000Pa·s以上更佳。藉此可改善操作性、或抑制成型時之毛邊不良。

【0014】

上述評價用樹脂清漆之以剪切速度0.1[1/s]進行測定之黏度($\eta_{0.1}$)的上限例如為60000Pa·s以下，宜為50000Pa·s以下，為45000Pa·s以下更佳。藉此可抑制成型時之空氣捲入所導致空隙產生。

上述以剪切速度0.1[1/s]進行測定之黏度的下限例如為2000Pa·s以上，宜為10000Pa·s以上，為20000Pa·s以上更佳。藉此可防止成型時之樹脂中的填料分離。

【0015】

使用無機質粉末中藉由下述程序B求得的粗堆積密度(A)及密堆積密度(P)，並基於 $((P-A)/P) \times 100$ 計算壓縮度。

【0016】

無機質粉末中的壓縮度的上限例如為44%以下，宜為43%以下，為42%以下更佳。藉此可期待改善無機質粉末和樹脂之混合性。

無機質粉末中的壓縮度的下限例如為31%以上，宜為32%以上，為33%以上更佳。藉此可期待改善粉體的操作性。

【0017】

無機質粉末中的密堆積密度(P)的上限例如為 2.3g/cm^3 以下，宜為 2.2g/cm^3 以下，為 2.1g/cm^3 以下更佳。藉此可提高緻密性且可改善樹脂組成物之強度。

無機質粉末中的密堆積密度(P)的下限例如為 1.5g/cm^3 以上，宜為 1.6g/cm^3 以上，為 1.7g/cm^3 以上更佳。藉此可改善粉體之操作性。

【0018】

(密堆積密度、粗堆積密度之測定程序B)

使該無機質粉末於1分鐘以5~10g之投入量從高度25cm自然掉落，投入 100cm^3 之測定用杯的內部，持續直到從杯溢出為止來準備尖滿杯。

然後，針對尖滿杯，不使其振實而是將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算粗堆積密度(g/cm^3)。

另一方面，針對尖滿杯，以於上下方向180次的條件(行程長2cm，1秒/次)振實後，將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算密堆積密度(g/cm^3)。

【0019】

利用濕式所為之雷射繞射散射法測定無機質粉末中的體積頻率粒度分布，並於該體積頻率粒度分布中，令累積值達10%之粒徑為 D_{10} 、累積值達50%之粒徑為 D_{50} 、累積值達97%之粒徑為 D_{97} 。

【0020】

$(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 的下限例如為4以上，宜為5以上，為6以上更佳。粒度分布太狹窄、或 D_{50} 過大的話，有時會有粉體本身的流動性、填充性惡化的情況。

$(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 的上限例如為30以下，宜為25以下，為20以下更佳。藉由使粒度分布不會太寬、或 D_{50} 不會過小，並落在適當範圍內，可改善粉體本身的流動性、填充性。

【0021】

$D_{50}-D_{10}$ 的上限例如為 $17\mu\text{m}$ 以下，宜為 $16\mu\text{m}$ 以下，為 $15\mu\text{m}$ 以下更佳。藉此可確保適當的流動性、熱傳導率等。

$D_{50}-D_{10}$ 的下限例如為 $0.5\mu\text{m}$ 以上，宜為 $1\mu\text{m}$ 以上，為 $2\mu\text{m}$ 以上更佳。藉此可確保填充性。

【0022】

無機質粉末的粒度分布係基於利用雷射繞射光散射法所為之粒度測定的值，就粒度分布測定儀而言，例如可利用「型號LS-13-230」(Beckman Coulter公司製)進行測定。測定時溶劑使用水，前處理為使用均質機1分鐘施加200W之輸出進行分散處理。又，以PIDS(Polarization Intensity Differential Scattering)濃度成為45~55%的方式進行製備。另外，水的折射率使用1.33，粉末的折射率則考量粉末之材質的折射率。

例如，針對非晶質二氧化矽以折射率為1.50進行測定，針對氧化鋁以折射率為1.68進行測定。

【0023】

本實施形態中，藉由適當地選擇例如無機質粉末中所含的各成分之種類、摻含量、無機質粉末之製備方法等，可控制上述評價用樹脂清漆之觸變指數、堆積密度、及壓縮度。它們之中，可列舉例如：針對剛收集時的氧化鋁粉末及/或二氧化矽粉末施以適當的保存處理、適當地調整這些粉末在分級處理時的開度、合併使用不同的粒徑之球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末等，以作為用來將上述評價用樹脂清漆之觸變指數、堆積密度、及壓縮度設定在期望的數值範圍內之要件。

【0024】

針對本實施形態之無機質粉末進行詳細地說明。

【0025】

無機質粉末所含的球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末也可分別稱為熔融球狀粒子，係於利用可燃氣體與助燃氣體之燃燒反應所形成的高溫火焰中，供給原料粉末，並在其熔點以上進行熔融球狀化而製造。必要的話，也可將以此方式得到的熔融球狀粒子進行分級-篩分處理。

例如可藉由分別製造球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末並將它們混合來獲得無機質粉末。

【0026】

為了製造熔融球狀粒子而使用的溶射裝置之概略圖之一例如圖1所示。

圖1之溶射裝置100係由如下所構成：設置有燃燒器1之熔融爐2、用以將在火焰之高溫排氣生成的熔融球狀粒子利用鼓風機9之抽吸而進行分級之旋風器4、回收無法利用旋風器4收集的微粉之袋式過濾器8。

熔融爐2係以縱型爐體構成，但不限於此，也可設為橫型而將火焰沿水平方向噴出即所謂橫型爐或傾斜爐。

高溫排氣係利用具備水冷夾套之配管3、5來進行冷卻。

鼓風機9也可連接未圖示之抽吸氣量控制閥門、及氣體排氣口。

熔融爐2、旋風器4、及袋式過濾器8的下部也可連接未圖示之收集粉抽出裝置。

分級可使用具有重力沉降室、旋風器、旋轉葉片之分級機等公知的設備來實施。該分級操作可整併入熔融球狀化品之輸送步驟來實施，也可進行一次性收集後於另外的管路實施。

【0027】

可燃氣體例如使用乙炔、丙烷、丁烷等之1種或2種以上，宜為放熱量較小的丙烷、丁烷或其混合氣體。

助燃氣體例如使用含氧之氣體。一般而言，使用99質量%以上之純氧係為低價而最理想。為了減少氣體的放熱量，也可將空氣、或氬等鈍性氣體混合進助燃氣體中。

【0028】

作為原料粉末之氧化鋁原料粉末例如也可使用平均粒徑為3~70 μm 之氧化鋁粉末。氫氧化鋁粉末朝高溫火焰中之供給可為乾式或以水等予以漿料化之濕式。

【0029】

作為原料粉末之二氧化矽原料粉末例如也可使用將水晶、天然矽石等二氧化矽質原料調整為 $1\mu\text{m}$ 以下之粒子比例係15~50%、 $5\mu\text{m}$ 以上之粒子比例係50~80%的粒度構成者。

【0030】

無機質粉末中的球狀二氧化矽粉末的含量，在球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末之合計值100質量%中，例如為3~30質量%，宜為3~20質量%，為3~10質量%更佳。

【0031】

球狀二氧化矽粉末為非晶質及/或結晶質中任一皆可。

【0032】

球狀二氧化矽粉末，例如利用下述方法測定之非晶質率宜為95%以上，為97%以上更佳。非晶質率係使用粉末X射線繞射裝置(例如RIGAKU公司製商品名「型號MiniFlex」)，於CuK α 射線之 2θ 落在 $26^\circ\sim 27.5^\circ$ 之範圍內實施X射線繞射分析，並由特定繞射峰部之強度比進行測定。為二氧化矽質粉末時，結晶質二氧化矽會在 26.7° 存在主峰部，而非晶質二氧化矽則不存在峰部。非晶質二氧化矽與結晶質二氧化矽混合的話，可獲得對應結晶質二氧化矽的比例之 26.7° 的峰部高度，故由樣本之X射線強度相對於結晶質二氧化矽標準樣本之X射線強度的比，可計算結晶質二氧化矽混合比(樣本之X射線繞射強度/結晶質二氧化矽之X射線繞射強度)，並由式：非晶質率(%)=(1-結晶質二氧化矽混合比) $\times 100$ 求出非晶質率。

【0033】

就球狀氧化鋁粉末及/或球狀二氧化矽粉末中的「球狀」之程度而言，例如，具有未達累積粒度分布75%(d75)之粒徑的粒子之平均球形度宜為0.90以上，具有d75以

上之粒徑的粒子之平均球形度宜為0.85以上。通常若提高球狀二氧化矽粉末之平均球形度，則會有流動性改善的傾向，尤其藉由將具有d75以上之粒徑的粗粒子之平均球形度設為0.85以上，可更為提高本實施形態之效果。

【0034】

平均球形度可將利用實體顯微鏡(例如Nikon公司製型號「SMZ-10型」)、掃描型電子顯微鏡等拍攝之粒子像導入圖像分析裝置(例如Nippon Avionics公司製等)，並以下述方式進行測定。亦即，從照片測定粒子的投影面積(A)及周長(PM)。令周長(PM)所對應的真圓之面積為(B)，則該粒子之真圓度能以A/B形式表示。於是，假定有具有和樣本粒子之周長(PM)相同的周長之真圓的話，由 $PM=2\pi r$ 、 $B=\pi r^2$ ，可得 $B=\pi \times (PM/2\pi)^2$ ，各個粒子的球形度能以球形度=A/B=A×4π/(PM)²的形式求得。求出以此方式得到的任意粒子200個的真圓度並令其平均值為平均球形度。

【0035】

另外，就上述以外的真圓度之測定法而言，也可由利用粒子像分析裝置(例如Sysmex公司製型號「FPIA-1000」)定量地自動量測之各個粒子的圓形度，並利用式：真圓度=(圓形度)²進行換算而求得。

【0036】

可理想地使用將本發明之無機質粉末摻合於樹脂組成物而成者作為樹脂成形材料。

【0037】

然後，針對本實施形態之樹脂組成物進行說明。

【0038】

樹脂組成物除了含有本發明之無機質粉末之外，還含有樹脂、或公知的樹脂添加劑等。

樹脂組成物中，無機質粉末可單獨使用，也可和其它填料混合使用。樹脂組成物中，無機質粉末可含10~99質量%，或含有無機質粉末及其它填料之混合無機質粉末也可含10~99質量%。又，混合無機質粉末中，其它填料的含量相對於無機質粉末100質量%，例如為1~20質量%，也可為3~15質量%。

另外，本說明書中，「~」只要沒有特別明示，則表示包含上限值及下限值。

其它填料可列舉例如：氧化鈦、氮化矽、氮化鋁、碳化矽、滑石(talc)、碳酸鈣等。使用其它填料之平均粒徑為約5~100 μm 者，其粒度構成及形狀並無特別限制。

【0039】

上述樹脂可列舉例如：環氧樹脂、聚矽氧樹脂、酚醛樹脂、三聚氰胺樹脂、脲樹脂、不飽和聚酯、氟樹脂、聚醯亞胺、聚醯胺醯亞胺、聚醚醯亞胺等聚醯胺、聚對苯二甲酸丁二酯、聚對苯二甲酸乙二酯等聚酯、聚苯硫醚、全芳香族聚酯、聚砜、液晶聚合物、聚醚砜、聚碳酸酯、馬來醯亞胺改性樹脂、ABS樹脂、AAS(丙烯腈-丙烯酸橡膠/苯乙烯)樹脂、AES(丙烯腈/乙烯/丙烯/二烯橡膠-苯乙烯)樹脂等。它們可單獨使用也可組合使用2種以上。

【0040】

樹脂組成物例如可藉由將預定量比之原料成分利用摻混機、亨舍爾混合機(Henschel mixer)等予以摻混後，將利用加熱輥、捏合機、單軸或雙軸擠壓機等予以混練而成者進行冷卻後予以粉碎來製造。

【0041】

以上，已針對本發明之實施形態進行記述，惟該等係本發明之例示，可採用上述以外之各種構成。又，本發明不限於上述實施形態，在可達成本發明之目的範圍內的變化、改良等皆含於本發明中。

[實施例]

【0042】

以下，針對本發明參照實施例進行詳細地說明，惟本發明不受這些實施例之記載任何限制。

【0043】

<無機質粉末之製造>

使用圖1所示之溶射裝置100製造各種球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末。

圖1所示之溶射裝置100具備：熔融爐2、設置於熔融爐2之上部的燃燒器1、及直接連結設置於熔融爐2之下部之由旋風器4及袋式過濾器8構成的收集系管路。

燃燒器1具有可形成內焰及外焰之雙層管結構，並設置於熔融爐2之頂上部，分別連接可燃氣體供給管11、助燃氣體供給管12、及原料供給管13。

在熔融爐2內，從原料供給管13將原料粉末供給於高溫火焰中並使其熔融，可形成球狀化之熔融球狀粒子。通過熔融爐2之熔融球狀粒子和燃燒排氣一起被鼓風機9抽吸，於配管3、5內隨空氣而移動，並利用旋風器4或袋式過濾器8予以分級、收集。

【0044】

(實施例1)

·球狀氧化鋁粉末之製造

使用上述溶射裝置100，將作為可燃性氣體之LPG從可燃氣體供給管11進行供給，並將作為助燃氣體之大氣中的空氣從助燃氣體供給管12進行供給，在燃燒器1中，利用LPG與氧的燃燒而形成高溫火焰。

利用設置於配管3之未圖示之迴轉式閥門對於旋風器4供給二次空氣。二次空氣使用大氣中的空氣。又，將旋風器4中的下部閥的開閉程度(下部開度)設為100%。

原料粉末使用平均粒徑(D_{50})在2~45 μm 之範圍具有極大值之氧化鋁粉末。將袋式過濾器8所收集的熔融球狀粒子回收作為球狀氧化鋁粉末。

·球狀二氧化矽粉末之製造

原料粉末使用平均粒徑(D_{50})為5 μm 之天然矽石粉末，並將原料之載氣設定為10 Nm^3/hr ，燃燒器之可燃性氣體的供給量設定為10 Nm^3/hr ，助燃氣體之供給量設定為25 Nm^3/hr ，除此之外，和上述球狀氧化鋁粉末之製造同樣地進行。

將袋式過濾器8所收集的熔融球狀粒子回收作為平均粒徑(D_{50})為0.3 μm 之球狀二氧化矽粉末。

【0045】

·無機質粉末之製造

球狀二氧化矽粉末係於剛收集時、28日以內以濕度60~80%、溫度20~30 $^{\circ}\text{C}$ 保存於鋁袋中(生產日本公司製，LAMIZIP AL)(保存處理)。將剛將鋁袋開封取出時的球狀二氧化矽粉末和上述剛製造時的球狀氧化鋁粉末，以質量比為90:10進行混合，獲得無機質粉末。

【0046】

(實施例2~4)

在球狀氧化鋁粉末之製造中進行分級處理時，將下部開度分別變更為20%、25%、35%，除此之外，和上述實施例1同樣地進行，使用得到的球狀氧化鋁粉末並獲得無機質粉末。

【0047】

(比較例1)

不混合球狀二氧化矽粉末，而是使用上述球狀氧化鋁粉末作為無機質粉末。

【0048】

(比較例2)

將未施以上述保存處理而是在大氣中保存28天之上述球狀二氧化矽粉末和在球狀氧化鋁粉末之製造中進行分級處理時將下部開度設為100%而得的上述球狀氧化鋁粉末，以質量比為98：2進行混合，獲得無機質粉末。

(比較例3)

將未施以上述保存處理而是在大氣中保存28天之上述球狀二氧化矽粉末和在球狀氧化鋁粉末之製造中進行分級處理時將下部開度設為100%而得的上述球狀氧化鋁粉末，以質量比為85：15進行混合，獲得無機質粉末。

【0049】

[表1]

無機質粉末		單位	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	比較例1	比較例2	比較例3
黏度	剪切速度 $0.1S^{-1}$ $\eta_{0.1}$	Pa·s	30800	21320	23220	40630	1889	1692	56244
	剪切速度 $2S^{-1}$ η_2	Pa·s	9306	9300	9680	13430	351	320	23427
	剪切速度 $20S^{-1}$ η_{20}	Pa·s	137	154	164	146	128	78	174
	觸變指數 η_2/η_{20}		68	60	59	92	3	4	135
粉末測試儀	粗堆積密度	g/cm ³	1.4	1.3	1.4	1.3	1.3	1.6	1.1
	密堆積密度	g/cm ³	2.1	2.1	2.1	2.0	2.4	2.3	1.9
	壓縮度	%	35	37	35	35	45	30	42
粒度分布	D ₁₀	μm	30	22	22	1.9	37	3.2	2.5
	D ₅₀	μm	16	7	7	5	22	9	7
	D ₉₇	μm	99	72	63	68	79	66	73
	D ₅₀ -D ₁₀	μm	5	5	4	3	18	6	5
	(D ₉₇ -D ₁₀)/D ₅₀		6	10	9	14	3	7	10
成形性			良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良
毛邊特性			良好	良好	良好	良好	不良	不良	良好

【0050】

〈黏度〉

將得到的無機質粉末以含量成為85質量%的方式在25°C和液狀雙酚F型環氧化物(EPIKOTE 807)混合，獲得上述評價用樹脂清漆。

針對得到的評價用樹脂清漆使用流變儀(AntonPaar公司製)測定在25°C以剪切速度0.1[1/s]進行測定的黏度($\eta_{0.1}$)、以剪切速度2[1/s]進行測定時的黏度(η_2)、及以剪切速度20[1/s]進行測定時的黏度(η_{20})。使用得到的 η_2 、 η_{20} 並利用式 η_2/η_{20} 求出觸變指數。

【0051】

<粗堆積密度、密堆積密度>

在得到的無機質粉末中，於室溫25°C、濕度55%之條件下，使用粉末測試儀(Hosokawa Micron公司製，PT-E型)，測定粗堆積密度及密堆積密度。

具體的程序如下所述。

使作為測定樣本之無機質粉末於1分鐘以5~10g之投入量從高度25cm自然掉落，投入100cm³之測定用杯的內部，持續直到從杯溢出為止來準備尖滿杯。

然後，針對尖滿杯，不使其振實而是將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算粗堆積密度(g/cm³)。

另一方面，針對尖滿杯，以於上下方向180次的條件(行程長2cm，1秒/次)振實後，將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算密堆積密度(g/cm³)。

令上述程序求得的粗堆積密度為A、密堆積密度為P時，基於式： $((P-A)/P) \times 100$ 求出壓縮度(%)。

【0052】

<粒度分布>

針對得到的無機質粉末，使用粒度分布測定裝置(Beckman Coulter公司製，LS-13-230)，利用濕式所為之雷射繞射散射法求出體積頻率粒度分布。溶劑使用水，前處理為使用均質機1分鐘施加200W之輸出進行分散處理。又，以PIDS(Polarization Intensity Differential Scattering)濃度成為45~55%的方式進行製備並測定。

基於得到的體積頻率粒度分布，求出累積值達X%之粒徑 D_x 。

【0053】

<成形性>

將得到的無機質粉末90質量份、聯苯型環氧樹脂(Japan Epoxy Resin股份有限公司製YX-4000HK)5.5質量份、酚醛樹脂(苯酚芳烷基樹脂，明和化成股份有限公司製MEHC-7800S)4.8質量份、三苯基磷(北興化學工業股份有限公司製：TPP)0.15質量份、及N-苯基-3-胺基丙基三甲氧基矽烷(信越化學工業股份有限公司製：KBM-573)0.35質量份，使用亨舍爾混合機(Nippon Coke & Engineering公司製「FM-20C/I」)，於常溫以轉速2000rpm之條件下進行混合，並將得到的混合物以同方向咬合雙軸擠壓混練機(螺桿徑 $D=25\text{mm}$ ， $L/D=10.2$ ，攪拌轉速50~120rpm，噴吐量3.0kg/Hr，混練物溫度98~100°C)進行加熱混練，獲得樹脂組成物。

【0054】

使用得到的樹脂組成物，並使用螺旋流動模具，依據EMMI-1-66(Epoxy Molding Material Institute ; Society of Plastic Industry)來實施。模具溫度設為175°C，成型壓力設為4.5MPa，保壓時間設為90秒。

螺旋流動為200cm以上時評為成形性良好，未達200cm時評為成形性不良。

【0055】

<毛邊特性>

又，針對得到的樹脂組成物使用具有 $2\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 、 $10\mu\text{m}$ 、 $30\mu\text{m}$ 之狹縫的毛邊測定用模具，並利用游標卡尺測定以成形溫度 175°C 、成形壓力 7.4MPa 予以成型時從狹縫流出的樹脂，將各別狹縫所測得的值進行平均，求出毛邊長度(μm)。

毛邊長度為 1mm 以下時評為可抑制成形時毛邊的產生(良好)，超過 1mm 時評為於成形時存在產生毛邊的疑慮(不良)。

【0056】

實施例1~4之無機質粉末比起比較例3，展現可改善樹脂組成物之成形性的結果，比起比較例1、2，展現可抑制成形時的毛邊產生之結果。

【0057】

本申請案係主張以2022年2月9日提申之日本專利申請案日本特願2022-018510號為基礎之優先權，並將其全部揭示內容援引於此。

【符號說明】

【0058】

1:燃燒器

2:熔融爐

3:配管

4:旋風器

5:配管

8:袋式過濾器

9:鼓風機

11:可燃氣體供給管

12:助燃氣體供給管

13:原料供給管

100:溶射裝置

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種無機質粉末，含有球狀氧化鋁粉末及球狀二氧化矽粉末，
依循下述程序T所測定之含有該無機質粉末之評價用樹脂清漆的觸變指數為10
以上且120以下；

(程序T)

首先，將該無機質粉末以含量成為85質量%的方式在25°C和液狀雙酚F型環氧化
物(EPIKOTE 807)進行混合，獲得該評價用樹脂清漆；

然後，於得到的評價用樹脂清漆中，使用流變儀測定在25°C下以剪切速度2[1/s]
進行測定時之黏度(η_2)、及以剪切速度20[1/s]進行測定時之黏度(η_{20})；

基於 η_2/η_{20} 求得該觸變指數。

【請求項2】

如請求項1之無機質粉末，其中，

針對該評價用樹脂清漆使用流變儀在25°C以剪切速度2[1/s]進行測定時的黏度(η_2)
為500Pa·s以上且30000Pa·s以下。

【請求項3】

如請求項1或2之無機質粉末，其中，

針對該評價用樹脂清漆使用流變儀在25°C以剪切速度0.1[1/s]進行測定的黏度($\eta_{0.1}$)
為2000Pa·s以上且60000Pa·s以下。

【請求項4】

如請求項1或2之無機質粉末，其中，

於室溫25°C、濕度55%之條件下，利用下述程序B測定之密堆積密度為1.5g/cm³以上且2.3g/cm³以下；

(程序B)

使該無機質粉末於1分鐘以5~10g之投入量從高度25cm自然掉落，投入100cm³之測定用杯的內部，持續直到從杯溢出為止來準備尖滿杯；

然後，針對尖滿杯，不使其振實而是將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算粗堆積密度(g/cm³)；

另一方面，針對尖滿杯，以於上下方向180次的條件(行程長2cm，1秒/次)振實後，將溢出杯頂面的部分刮去後，測定填充在杯中之無機質粉末的質量(g)，並計算密堆積密度(g/cm³)。

【請求項5】

如請求項4之無機質粉末，其中，

令以該程序B測定之粗堆積密度為A、密堆積密度為P時，

基於 $((P-A)/P) \times 100$ 所求得的壓縮度為31%以上且44%以下。

【請求項6】

如請求項1或2之無機質粉末，其中，

在以濕式所為之雷射繞射散射法測定的體積頻率粒度分布中，令累積值達10%之粒徑為D₁₀、累積值達50%之粒徑為D₅₀、累積值達97%之粒徑為D₉₇時，

$(D_{97}-D_{10})/D_{50}$ 為4以上且30以下。

【請求項7】

如請求項1或2之無機質粉末，其中，

在以濕式所為之雷射繞射散射法測定的體積頻率粒度分布中，令累積值達10%之粒徑為 D_{10} 、累積值達50%之粒徑為 D_{50} 時， $D_{50}-D_{10}$ 為 $0.5\mu\text{m}$ 以上且 $17\mu\text{m}$ 以下。

【發明圖式】

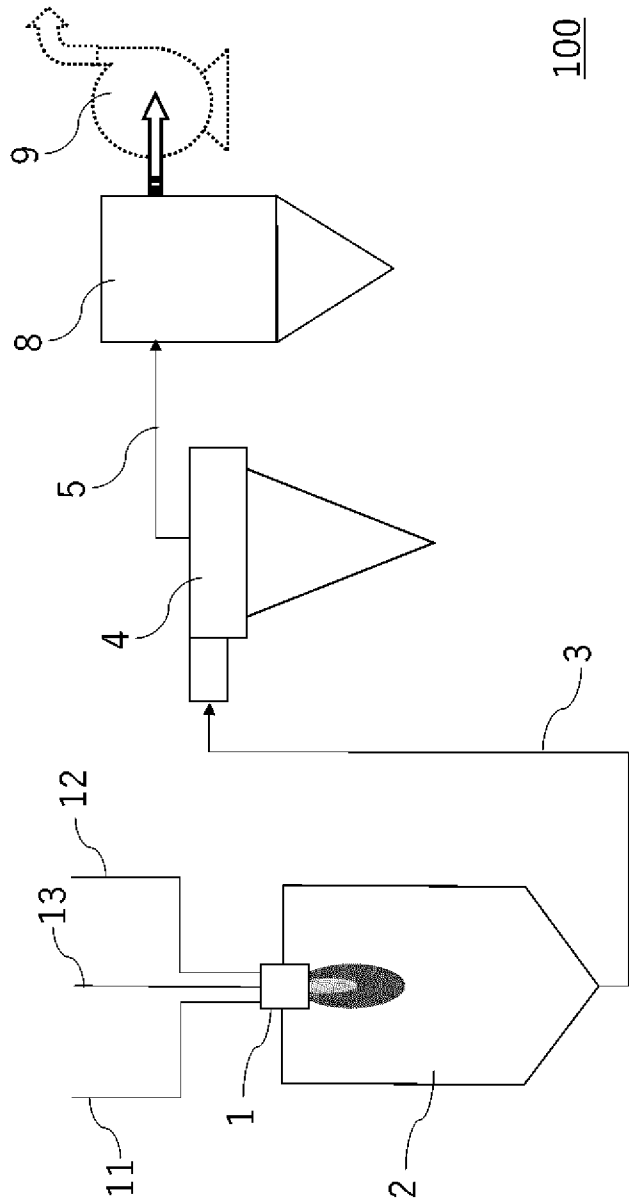


圖 1