202408939

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202408939 A

(43)公開日： 中華民國 113 (2024) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：112123765 (22)申請日： 中華民國 112 (2023) 年 06 月 27 日

(51)Int. Cl.： *C01F5/02 (2006.01)* *C08K3/22 (2006.01)*
C08K9/02 (2006.01)

(30)優先權：2022/06/28 日本 2022-103521

(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：恒吉俊彥 TSUNEYOSHI, TOSHIHIKO (JP) ；深澤元晴 FUKAZAWA, MOTOHARU (JP) ；岡部拓人 OKABE, TAKUTO (JP)

(74)代理人：周良吉

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：1 共 33 頁

(54)名稱

氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物

(57)摘要

提供耐濕性優異、且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切之氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物。

一種氧化鎂粉末(I)，含有含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有 $MgAl_2O_4$ 之被覆層(B)被覆之被覆粒子(X)，$MgAl_2O_4$ 相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例超過 1 質量%且未達 38 質量%，氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)為 25μm 以上 180μm 以下。

202408930
202408959

【發明摘要】

【中文發明名稱】　氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物

【中文】

提供耐濕性優異、且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切之氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物。

一種氧化鎂粉末(I)，含有含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)被覆之被覆粒子(X)，$MgAl_2O_4$相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例超過1質量%且未達38質量%，氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)為25μm以上180μm以下。

【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】　氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物

【技術領域】

【0001】

本發明係關於氧化鎂粉末及使用其之樹脂組成物。

【先前技術】

【0002】

半導體密封材料等領域中，以使熱膨脹率、導熱率、阻燃性等提升作為目的而填充二氧化矽、氧化鋁等無機金屬氧化物粉末作為填料。然而，二氧化矽係導熱率較低，且氧化鋁係導熱率比二氧化矽高，但硬度亦較高，因此有使用設備容易被磨損之問題。因此，正在探討將導熱率比二氧化矽、氧化鋁高，而且硬度比氧化鋁低的氧化鎂的粉末作為上述領域中可應用的填料。

【0003】

已知氧化鎂粉末係耐濕性低，會與大氣中的水分反應而成為氫氧化鎂。若生成氫氧化鎂則導熱率容易降低，因此進行被覆氧化鎂粉末的表面，使耐濕性提升。例如，專利文獻1~2中，記載以含有氧化鋁、或鋁之複氧化物被覆氧化鎂粉末的表面，提升氧化鎂粉末的耐濕性。

【0004】

近年來，伴隨通訊領域中之資訊通訊量的增加，在電子設備、通訊設備等中高頻帶的訊號的活用正在擴大。另一方面，因將高頻帶的訊號應用於前述設備，亦會產生電路訊號的傳輸損失變大之問題。因此，關於高頻帶用的器件使用之填料，要求介電損耗正切低的材料。

〔先前技術文獻〕

〔專利文獻〕

【0005】

專利文獻1：日本特開昭63-248716號公報

專利文獻2：日本專利第4302690號公報

【發明內容】

〔發明所欲解決之課題〕

【0006】

因此，本發明的目的在於提供耐濕性優異、且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切之氧化鎂粉末(I)及使用其之樹脂組成物。

〔解決課題之方式〕

【0007】

本案發明人們仔細探討的結果，發現藉由含有以含有一定量的$MgAl_2O_4$之層被覆了含有氧化鎂之核粒子的表面之被覆粒子之氧化鎂粉末，且將前述氧化鎂粉末的中位直徑(D50)設為25μm以上180μm以下，可得到能夠解決上述全部課題之氧化鎂粉末，而完成本發明。

即，本發明具有以下態樣。

[1]一種氧化鎂粉末(I)，含有被覆粒子(X)，該被覆粒子(X)係含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)被覆而得，

$MgAl_2O_4$相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例超過1質量%且未達38質量%，

氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)為25μm以上180μm以下。

[2]如[1]記載之氧化鎂粉末(I)，其中方鎂石相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例為80質量%以上。

[3]如[1]或[2]記載之氧化鎂粉末(I)，其中氧化鎂粉末(I)的平均圓形度(ARi)為0.75以上。

[4]如[1]至[3]中任一項記載之氧化鎂粉末(I)，其中按下述條件測定之試驗後氫氧化鎂含有率未達50質量%。

<測定條件>

將10g(M1)的氧化鎂粉末(I)，在溫度135℃、濕度85RH%的試驗裝置內靜置168小時。測定靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(M2)，將靜置前後之質量的變化代入以下式(1)，算出氫氧化鎂含有率。

{(M2-M1)/18.0}×(40.3/M1)×100・・・(1)

(式(1)中，M1為靜置前的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，M2為靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，18.0、40.3分別為H_2O及MgO的分子量。)

[5]如[1]至[4]中任一項記載之氧化鎂粉末(I)，其中按下述條件測定之黏度為2,000Pa・s/25℃以下。

<測定條件>

將由60體積%的雙酚A型液狀環氧樹脂(環氧當量：184~194)、與40體積%的氧化鎂粉末(I)所構成之樹脂組成物，使用旋轉式流變計在剪切速度：1.0/s、板形狀：圓形平板(10mmφ)、試樣厚度：1mm、溫度：25±1℃下測定黏度。

[6]如[1]至[5]中任一項記載之氧化鎂粉末(I)，其係樹脂填充用。

[7]一種樹脂組成物，其含有如[1]至[6]中任一項記載之氧化鎂粉末(I)、與選自熱塑性樹脂及熱固性樹脂中之至少一種樹脂。

[8]如[7]記載之樹脂組成物，其係用於高頻帶器件的密封材料用、TIM材料用、或基板用。

〔發明之效果〕

【0008】

根據本發明，能夠提供耐濕性優異、且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切之氧化鎂粉末(I)及含有其之樹脂組成物。

【圖式簡單說明】

【0009】

[圖1]針對本發明的氧化鎂粉末(I)，使用場發射型掃描電子顯微鏡(FE-SEM)及能量色散型X射線光譜法(EDS)，將鋁成分映射至剖面影像而成之影像的一例。

【實施方式】

【0010】

以下，針對本發明的一實施形態詳細地進行說明。本發明並未被限定於以下實施形態，在不妨礙本發明之效果的範圍內能夠加以適當變更來實施。針對一實施形態記載之特定說明亦適用於其他實施形態時，在其他實施形態中有時省略其說明。本說明書中顯示數值範圍之「α~β」的表示方式，意指「α以上β以下」。又，本說明書中所謂「粉末」，意指「多個粒子的集合體」。

【0011】

[氧化鎂粉末(I)]

本實施形態之氧化鎂粉末，係含有含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)被覆之被覆粒子(X)之氧化鎂粉末(I)，特徵為$MgAl_2O_4$相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例超過1質量%且未達38質量%，且氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)為25μm以上180μm以下。本實施形態之氧化鎂粉末(I)(以下，有時亦簡單記載為「粉末(I)」)，耐濕性優異、且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切。又，本實施形態之氧化鎂粉末(I)係導熱率亦良好。以下，針對本實施形態之氧化鎂粉末(I)的詳細內容進行說明。

【0012】

<被覆粒子(X)>

本實施形態之粉末(I)，含有含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)被覆之被覆粒子(X)。藉由含有這樣的被覆粒子(X)，粉末(I)的耐濕性會提升。

【0013】

(核粒子(A))

核粒子(A)為含有氧化鎂作為主要成分之粒子。所謂「含有氧化鎂作為主要成分」，意指相對於構成核粒子之全部成分(100質量%)，含有超過50質量%的氧化鎂。

核粒子(A)中，亦可含有氧化鎂以外的成分。就氧化鎂以外的成分而言，可列舉例如：製造氧化鎂粒子時添加之鹼成分、硼、鐵等。將本實施形態之粉末(I)，例如作為半導體密封材料用填料使用時，核粒子(A)中的氧化鎂的比例，相對於構成核粒子之全部成分(100質量%)，較佳為90質量%以上，更佳為95質量%以上。此外，以這樣的比例含有氧化鎂之粒子，例如能夠利用電熔融法、燒製法等方法而得。

【0014】

(被覆層(B))

本實施形態之氧化鎂粉末(I)含有之被覆粒子(X)，具有含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)。$MgAl_2O_4$(以下，有時亦記載為「尖晶石」)，為鎂與鋁的複氧化物。藉由含有核粒子(A)的表面被含有尖晶石之被覆層(B)被覆之被覆粒子(X)，粉末(I)的耐濕性會提升。

【0015】

本實施形態之粉末(I)含有之尖晶石量，相對於粉末(I)的總質量，超過1質量%且未達38質量%。一實施形態中，前述尖晶石量，相對於粉末(I)的總質量，亦可為1.5~37質量%，亦可為1.5~35質量%，亦可為1.5~30質量%，亦可為2.0~30質量%，亦可為2.0~29質量%。摻合在樹脂中時，考量容易得到更低黏度的樹脂組成物之觀點，尖晶石量相對於粉末(I)的總質量，可超過1質量%且未達29質量%，亦可超過1.0質量%且為20質量%。

以往會進行以含有尖晶石之無機金屬氧化物粉末來被覆氧化鎂粒子的表面，使氧化鎂粉末的耐濕性提升(例如，上述專利文獻1~2等)。本案發明人們發現，含有被覆粒子(X)之粉末(I)中，藉由將被覆層含有之尖晶石的量控制在一定範圍、以及亦將粉末(I)的中位直徑(Di50)設為一定範圍，可得到不僅是耐濕性優異，還能夠達成更低的介電損耗正切之氧化鎂粉末。

【0016】

此外，本實施形態之粉末(I)是否含有被覆粒子(X)，能夠藉由利用掃描型電子顯微鏡觀察粉末(I)等來確認。又，粉末(I)中的尖晶石量，能夠藉由使用X射線繞射裝置測定粉末(I)的X射線繞射圖案等來確認。例如，能夠利用以下方法測定。

<尖晶石量的測定方法>

使用試樣水平型多目的X射線繞射裝置(例如，理學(股)製，產品名稱「RINT-UltimaIV」)作為測定裝置，在以下測定條件下測定粉末(I)的X射線繞射圖案。

X射線源：CuKα

管電壓：40kV

管電流：40mA

掃描速度：10.0°/分鐘

2θ掃描範圍：10°~80°

又，藉由得到之X射線繞射圖案的裏特沃爾德分析，進行結晶相的定量分析。具體而言，使用裏特沃爾德法軟體(例如，MDI公司製，產品名稱「綜合粉末X射線軟體Jade+9.6」)。此外，尖晶石結晶相的比例(質量%)的計算，能夠使用ICDD卡(號碼：01-075-1796)。

【0017】

一實施形態中，被覆層(B)中亦可含有尖晶石以外的成分。就尖晶石以外的成分而言，可列舉例如：含有選自鈦、鋁、鎂、矽、及鈣中之至少一種元素之無機金屬氧化物或無機金屬複氧化物(但是，尖晶石除外)。具體而言，可列舉：矽酸鎂石(Mg_2SiO_4)、鐵酸鎂(Fe_2MgO_4)、鈦酸鎂($MgTiO_3$)、氧化鋁(Al_2O_3)、MgO-Al_2O_3複合氧化物、SiO_2、及MgO-SiO_2複合氧化物等。被覆層(B)亦可含有1種以上的此等無機金屬氧化物或無機金屬複氧化物。考量容易得到耐濕性更優異的粉末(I)之觀點，被覆層(B)亦可僅以尖晶石構成。此外，粉末(I)中之尖晶石以外的成分的比例，亦能夠利用與前述尖晶石量的測定相同的方法來算出。

【0018】

被覆粒子(X)，係核粒子(A)的一部分的表面被被覆層(B)被覆之粒子。考量容易達成高耐濕性及低介電損耗正切之觀點，被覆粒子(X)較佳為核粒子(A)的全部表面被被覆層(B)被覆之核殼粒子。此外，所謂「核殼粒子」，指核粒子(A)表面的大部分被被覆之被覆粒子。針對被覆粒子(X)是否為核殼粒子，例如在藉由場發射型掃描電子顯微鏡(例如，卡爾蔡司公司製，產品名稱「MERLIN、FE-SEM」)及能量色散型X射線光譜法(例如，布魯克公司製，產品名稱「QUANTAX系統XFlash6/60SDD、EDS」)得到之被覆粒子(X)的剖面影像中，核粒子(A)的剖面周長ra與前述核粒子(A)的剖面中被被覆層(B)被覆之部分的周長rc的比(rc/ra)為0.6以上時，可判斷為核粒子(A)的大部分被被覆層(B)被覆(即，為核殼粒子)。

【0019】

一實施形態中，粉末(I)中的被覆粒子(X)的比例，較佳為80%以上，更佳為90%以上。在能夠維持本實施形態之粉末(I)的尖晶石量、中位直徑(Di50)的物性之範圍內，粉末(I)能夠含有被覆粒子(X)以外的粒子(其他粒子)。就其他粒子而言，可列舉例如：未被覆的核粒子(A)、無機金屬氧化物或無機金屬複氧化物的粒子(例如，氧化鋁粒子、二氧化矽粒子、尖晶石粒子)等。此等可單獨含有1種，亦可含有2種以上。此外，無機金屬氧化物或無機金屬複氧化物的粒子，亦可為作為核粒子(A)的被覆成分而在製造時添加之粒子。

【0020】

一實施形態中，粉末(I)亦可僅含有被覆粒子(X)，亦可僅含有核殼粒子作為被覆粒子(X)。粉末(I)中的被覆粒子(X)的比例，例如可藉由利用使用了前述場發射型掃描電子顯微鏡(FE-SEM)及能量色散型X射線光譜法(EDS)之方法觀測粉末(I)時，經測定之50個粒子之中存在多少被覆粒子(X)來算出。例如，觀測前述區域內的任意50個粒子時，50個粒子全部為被覆粒子(X)時，粉末(I)中的被覆粒子(X)的比例能夠視為100%。

【0021】

一實施形態中，被覆粒子(X)中之被覆層(B)的厚度，考量容易維持高導熱率之觀點來看，可為40μm以下，亦可為35μm以下。填充在樹脂中時，考量容易得到更低黏度的樹脂組成物，流動性容易變得良好之觀點，可為30μm以下，亦可為26μm以下。此外，被覆層(B)的厚度，可為在本實施形態之粉末(I)的製造時，從構成核粒子(A)之原料粉末的中位直徑(Da50)與最終得到之粉末(I)的中位直徑(Di50)的差算出之值，亦可為利用掃描型電子顯微鏡測定之值。

【0022】

圖1為利用場發射型掃描電子顯微鏡(FE-SEM)及能量色散型X射線光譜法(EDS)觀察本實施形態之粉末(I)而得之照片的一例。根據圖1，能夠確認粉末(I)中含有被覆粒子(X)。含有這樣的被覆粒子(X)之本實施形態之粉末(I)，耐濕性更優異，且容易達成低介電損耗正切。

【0023】

<氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)>

本實施形態之粉末(I)的中位直徑(Di50)為25μm以上180μm以下。本實施形態之粉末(I)，藉由尖晶石相對於粉末(I)的總質量之比例為前述範圍，且中位直徑(Di50)為25~180μm，能夠兼顧高耐濕性與低介電損耗正切。一實施形態中，粉末(I)的中位直徑(Di50)，亦可為25~170μm，亦可為30~170μm，亦可為30~150μm。此外，本說明書中，所謂「中位直徑(D50)」，指在利用雷射繞射光散射法之體積基準的粒度分布中，累積值相當於50%之平均粒徑(D50)。累積粒度分布，利用將橫軸設為粒徑(μm)，並將縱軸設為累積值(%)之分布曲線來表示。具體而言，能夠在以下條件下測定。

(中位直徑(Di50)的測定方法)

藉由利用雷射繞射式粒度分布測定裝置(例如，貝克曼庫爾特(股)製，產品名稱「LS 13 320」、Microtrac Bell(股)製，產品名稱「MT3300EXII」等)之體積基準的粒度分布測定，求出粉末(I)的中位直徑(Di50)。具體而言，在玻璃燒杯中放入50cm^{3}的純水、與0.1g的粉末(I)，利用超音波均質機(例如，Microtech Nichicon(股)製，產品名稱「Smurt NR-50M(鈦合金製刀頭 φ3(NS-50M-MT3))」)進行分散處理60秒鐘。將進行了分散處理之粉末(I)的分散液，利用滴管一滴一滴添加至前述雷射繞射式粒度分布測定裝置，添加規定量後30秒後進行測定。此外，水的折射率設為1.33，粉末(I)的折射率設為1.74。

【0024】

一實施形態中，考量容易達成高耐濕性與低介電損耗正切之觀點，粉末(I)的BET比表面積(Si)，可未達2.7m^2/g，亦可為2.1m^2/g以下，亦可為1.9m^2/g以下。進一步考量在樹脂中填充時的流動性容易變得更良好之觀點，亦可為0.01~2.1m^2/g，亦可為0.05~1.9m^2/g。此外，BET比表面積能夠利用以下方法測定。

(BET比表面積(Si)的測定方法)

在全自動比表面積測定裝置(例如，貿騰公司製，產品名稱「Macsorb HM model-1201」，BET一點法)的測定用槽中，填充5g的粉末(I)並測定比表面積。測定前的脫氣條件，能夠設為200℃、10分鐘。又，載體氣體、吸附氣體能夠分別使用氦氣、氮氣(混合濃度：30.5%)。

【0025】

一實施形態中，粉末(I)的平均圓形度(ARi)可為0.75以上，亦可為0.80以上，亦可為0.85以上，亦可為0.90以上。若粉末(I)的平均圓形度(ARi)為0.75以上，則容易成為介電損耗正切更低的氧化鎂粉末。此外，粉末(I)的平均圓形度(ARi)，能夠利用以下方法測定。

(平均圓形度(ARi)的測定方法)

利用碳帶固定粉末(I)後，進行鋨塗布。之後，使用掃描型電子顯微鏡(例如，日本電子(股)製，產品名稱「JSM-7001F SHL」)，以倍率500~50,000倍拍攝構成粉末(I)之粒子，使用影像分析裝置(例如，日本儒博(股)製，產品名稱「Image-Pro Premier Ver. 9.3」)，算出粒子的投影面積(A_p)與投影周長(L)後，由下述式(2)算出圓形度。針對任意200個粒子算出圓形度並將其平均值設為平均圓形度(ARi)。

圓形度=$4\pi A_p/L^2$・・・(2)

【0026】

一實施形態中，方鎂石(氧化鎂的結晶)相對於粉末(I)的總質量之比例，較佳為80質量%以上，更佳為85質量%以上，進一步較佳為87質量%以上。一實施形

態中，粉末(I)中的方鎂石與尖晶石的合計量亦可為100質量%。若粉末(I)中的方鎂石的比例為80質量%以上，則粉末(I)中的方鎂石及尖晶石以外的成分的比例會變少，容易成為耐濕性更優異、且具有低介電損耗正切之粉末(I)。

【0027】

一實施形態中，粉末(I)的方鎂石結晶直徑較佳為50×10^{-9}m以上。若為結晶直徑為50×10^{-9}m以上的粉末(I)，則導熱率容易變得良好。此外，所謂「結晶直徑」，指使用X射線繞射法，利用Scherrer式子算出之值。此外，粉末中的粒子為多結晶體時，結晶直徑表示多結晶體中的單結晶的大小的平均值。

【0028】

一實施形態中，粉末(I)的平均粒子密度，較佳為0.1~7.0g/cm^3，更佳為0.5~5.5g/cm^3。若平均粒子密度為0.1~7.0g/cm^3，則在樹脂中容易均勻分散，導熱性、介電特性容易變得良好。此外，粉末(I)的平均粒子密度能夠利用以下方法測定。

(平均粒子密度的測定方法)

將2.0g的粉末(I)放入測定用試樣槽中，使用乾式密度計(例如，島津製作所(股)製，產品名稱「AccuPyc II 1340」)，藉由氣體(氦氣)取代法來測定平均粒子密度。

【0029】

本實施形態之粉末(I)耐濕性優異。一實施形態中，按下述條件測定之氫氧化鎂含有率，較佳為未達50質量%，更佳為30質量%以下，進一步較佳為10質量%以下。本實施形態之粉末(I)因耐濕性優異，不易生成氫氧化鎂。

(試驗後氫氧化鎂含有率的測定條件)

將10g(M1)的氧化鎂粉末(I)，在溫度135℃、濕度85RH%的試驗裝置內(例如，愛斯佩克(股)製，產品名稱：高度加速壽命試驗裝置 EHS-212M。條件為不

飽和模式。)靜置168小時。測定靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(M2)，將靜置前後之質量的變化代入以下式(1)，算出氫氧化鎂含有率。

{(M2-M1)/18.0}×(40.3/M1)×100・・・(1)

(式(1)中，M1為靜置前的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，M2為靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，18.0、40.3分別為H_2O及MgO的分子量。)

【0030】

一實施形態中，粉末(I)按下述條件測定之黏度，較佳為2,000Pa・s/25℃以下，更佳為1,000Pa・s/25℃以下，進一步較佳為500Pa・s/25℃以下。本實施形態之粉末(I)為含有表面平滑性較良好的粒子之粉末，因此在樹脂中填充時的流動性亦容易變得良好。

(黏度的測定條件)

將由60體積%的雙酚A型液狀環氧樹脂(環氧當量：184~194。例如，三菱化學(股)製，產品名稱「JER828」)、與40體積%的粉末(I)所構成之樹脂組成物，使用旋轉式流變計在剪切速度：1.0/s、板形狀：圓形平板(10mmφ)、試樣厚度：1mm、溫度：25±1℃下測定黏度。

【0031】

一實施形態中，考量使對樹脂的填充性、流動性成為更良好之觀點，粉末(I)亦可利用表面處理劑進行表面處理。又，構成粉末之粒子表面的極性官能基等變得容易減少，容易達成更低的介電損耗正切。就表面處理劑而言，可列舉例如：矽烷偶聯劑、鋁酸酯偶聯劑等。此等可單獨使用1種，亦可併用2種以上。此等之中，考量容易減少粒子表面的極性官能基等之觀點，較佳為利用矽烷偶聯劑進行處理，更佳為六甲基二矽氮烷(HMDS)等矽氮烷、乙烯基三甲氧基矽烷等具有乙烯基之矽烷偶聯劑。此外，針對粉末(I)有無表面處理，例如能夠藉由利用IR、TG-DTA、質量分析法等分析粉末來確認。

【0032】

一實施形態中，在以下條件下進行測定之粉末(I)的導熱率，可為4.0~8.0W/mK，亦可為5.0~7.0W/mK。本實施形態之粉末(I)，耐濕性優異，且能夠達成低介電損耗正切，但亦容易維持高導熱率。

(導熱率的測定條件)

以51：49的體積比混合粉末(I)與球狀氧化鋁粉末(例如，電化(股)公司製，產品名稱「DAW-07」、產品名稱「ASFP-40」等)並作成混合粉末。以前述混合粉末的比例成為77.5體積%的方式將前述混合粉末填充在矽氧樹脂(例如，信越化學工業(股)製，產品名稱「SE1885：A」、產品名稱「SE1885：B」等)中並作成評價用片材。利用熱阻測定機(例如，日立技術服務(股)製，產品名稱「TRM-046RHHT」)測定前述評價用片材，求出導熱率。

【0033】

一實施形態中，在後述條件下進行測定之含有粉末(I)之樹脂片(由聚乙烯樹脂與粉末(I)所構成之片材。樹脂片中的粉末(I)的比例為20體積%)在36GHz的介電損耗正切，較佳為4.0×10^{-4}以下，更佳為3.5×10^{-4}以下，進一步較佳為3.0×10^{-4}以下。此外，「介電損耗正切」，指由以下式(3)算出之填料換算介電損耗正切($\tan\delta_f$)。

【0034】

$$\tan\delta_c=V_f\cdot\tan\delta_f+(1-V_f)\cdot\tan\delta_r \quad \cdots(3)$$

式(3)中，V_f表示填料含量(質量%)，$\tan\delta_c$表示樹脂片的介電損耗正切，$\tan\delta_r$表示聚乙烯樹脂(PE)的介電損耗正切。

【0035】

如上述，本實施形態之粉末(I)，耐濕性優異，且能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切。認為本實施形態之粉末(I)能夠達成低介電損耗

正切之理由，是因為藉由粒子表面積減少而能夠減少極性官能基的總量、及藉由尖晶石層的導入而能夠減少表面的OH基、表面吸附水。

【0036】

[氧化鎂粉末(I)之製造方法]

本實施形態之氧化鎂粉末(I)，例如能夠藉由包含以含有鋁之被覆成分被覆含有氧化鎂之原料粉末後，進行燒製(步驟(1))之方法來製造。以下，針對包含步驟(1)之粉末(I)之製造方法的一實施形態進行說明。

【0037】

<步驟(1)>

本實施形態之製造方法中，步驟(1)係以含有鋁之被覆成分被覆含有氧化鎂之原料粉末後，進行燒製。此處，「原料粉末」，為含有前述氧化鎂作為主要成分之核粒子(A)。

【0038】

(原料粉末)

一實施形態中，原料粉末的中位直徑(Da50)，考量容易將得到之粉末(I)的中位直徑(Di50)控制在25~180μm的範圍之觀點，較佳為10~150μm。前述中位直徑(Da50)，亦可為15~150μm，亦可為20~140μm，亦可為40~130μm。若原料粉末的中位直徑(Da50)為前述範圍內，則變得容易得到具有低介電損耗正切之氧化鎂粉末(I)。

【0039】

一實施形態中，原料粉末的平均圓形度(ARa)，考量對樹脂的填充性容易提升之觀點，可為0.70以上，亦可為0.80以上，亦可為0.90以上。此外，原料粉末的平均圓形度(ARa)，能夠利用與前述粉末(I)的平均圓形度(ARi)相同的方法測定。一實施形態中，粉末(I)的平均圓形度(ARi)相對於原料粉末的平均圓形度

(ARa)((ARi)/(ARa))，可為1.0以上，亦可為1.05以上。若(ARi)/(ARa)為1.0以上，則變得容易均勻地形成被覆層，構成粉末(I)之粒子的表面凹凸容易變小。

【0040】

一實施形態中，原料粉末的BET比表面積(Sa)，可為0.01~20m^2/g，亦可為0.01~10m^2/g，亦可為0.01~1m^2/g。原料粉末的BET比表面積(Sa)，亦能夠利用與粉末(I)相同的方法測定。一實施形態中，粉末(I)的BET比表面積(Si)相對於原料粉末的BET比表面積(Sa)((Si)/(Sa))，可為5.0以下。若(Si)/(Sa)為5.0以下，則將得到之粉末(I)填充在樹脂中時，流動性及填充性容易變得更良好。

【0041】

原料粉末之製備方法並未特別限定。例如，亦可利用氫氧化鎂粉末的燒製等方法進行製備。

【0042】

原料粉末中，考量介電損耗正切的減少及電子材料的可靠性的觀點，較佳為Li、Na及K等鹼金屬元素、Fe等金屬元素的雜質、Cl^-、Br^-等陰離子的含量少。具體而言，較佳為原料粉末中的此等雜質及陰離子的合計量為0.01質量%以下。

【0043】

(被覆方法)

本實施形態之製造方法中，就被覆原料粉末之方法而言，並未特別限定，例如能夠採用振動式混合器、火焰熔融法、轉動流動層塗布等。其中，考量容易控制得到之粉末(I)中的尖晶石量，且BET比表面積(Si)、平均圓形度(ARi)的控制更容易等觀點，較佳為利用轉動流動層塗布來被覆原料粉末。

【0044】

(轉動流動層塗布)

一實施形態中，步驟(I)能夠包含將含有含鋁之被覆成分之漿料噴霧到原料粉末上以進行轉動流動層塗布之步驟。此外，轉動流動層塗布，亦被稱為轉動流動塗布、轉動流動造粒塗布等，為使用了在一般的流動層裝置下部裝載了葉片轉子之塗布裝置之塗布方法。就含鋁之被覆成分而言，較佳為含有含氧化鋁粉末之無機金屬氧化物粉末(B1)。無機金屬氧化物粉末(B1)中，亦可含有氧化鋁粉末以外的其他粉末，例如亦可含有二氧化矽粉末等。較佳的實施形態中，無機金屬氧化物粉末(B1)的中位直徑(Db_150)相對於原料粉末的中位直徑(Da50)((Db_150)/(Da50))，可為8.0×10^{-6}~1.0×10^{-1}，亦可為5.0×10^{-5}~5.0×10^{-2}。若(Db_150)/(Da50)為前述範圍內，則容易更有效率地被覆原料粉末的表面。

【0045】

一實施形態中，漿料中含鋁之被覆成分的比例，考量容易將得到之粉末(I)含有之尖晶石的量調整為超過1質量%且未達38質量%之觀點，相對於漿料的總質量，可為0.1~80質量%，亦可為1~50質量%。

【0046】

一實施形態中，就漿料含有之分散介質而言，較佳為含有水、或乙醇，更佳為含有水。又，漿料中亦可含有被覆成分與分散介質以外的成分。就其他成分而言，可列舉例如：分散劑、黏結劑等。此等其他成分可單獨含有1種，亦可併用2種以上。

【0047】

一實施形態中，含鋁之被覆成分相對於原料粉末之噴霧量，考量容易將得到之粉末(I)含有之尖晶石的量調整為超過1質量%且未達38質量%之觀點，相對於原料粉末與含鋁之被覆成分的合計量(100質量%)，較佳為1~25質量%。即，利用轉動流動層塗布來被覆原料粉末時，可在含鋁之被覆成分相對於原料粉末與含鋁之被覆成分的合計量(100質量%)之比例成為1~25質量%之範圍內進行將漿

料噴霧到原料粉末上。其他實施形態中，被覆成分的噴霧量，相對於前述合計量，亦可為1質量%以上且未達25質量%，亦可為1~20質量%，亦可為1質量%以上且未達20質量%，亦可為1~18質量%。

【0048】

一實施形態中，轉動流動層塗布，可在20~150℃的條件下進行，亦可在30~100℃的條件下進行，亦可在50~90℃的條件下進行。又，塗布時間只要為原料粉末的表面被充分地被覆之時間則並未特別限定。考量容易形成均勻的被覆層(B)之觀點，可為0.01~24小時，亦可為0.05~24小時，亦可為0.1~12小時。

【0049】

轉動流動層塗布，能夠使用以往周知的轉動流動層裝置來進行。例如可使用寶譽斯(股)製，產品名稱「轉動流動造粒塗布裝置MP(Multiplex)」等。

【0050】

<燒製>

本實施形態之製造方法中，步驟(1)包含被覆原料粉末後，進行燒製之步驟。就燒製溫度而言，考量容易形成均勻的被覆層(B)之觀點，較佳為500~1600℃，更佳為700~1600℃，進一步較佳為1000~1600℃，特佳為1000~1400℃。一實施形態中，亦可超過1000℃且為1600℃以下。又，就燒製時間而言，考量容易形成均勻的被覆層(B)之觀點，較佳為0.5~10小時，更佳為1~8小時。

【0051】

<其他步驟>

步驟(1)後，有時得到之粉末(I)會成為凝聚體。因此，因應需要亦可進行粉碎處理。就粉碎方法而言，較佳為在粉末(I)的BET比表面積(Si)不易變化之條件下進行，例如能夠採用研缽、珠磨機、球磨機等。

【0052】

又，亦可包含利用表面處理劑將得到之粉末(I)進行表面處理之步驟、用以減少粉末(I)中的雜質(例如，前述陰離子等)的清洗步驟等。

【0053】

一實施形態中，將原料粉末燒製後，亦可利用過篩法、風力分級法等將得到之粉末(I)予以分級。藉由將粉末(I)分級，變得容易將粉末(I)的中位直徑(Di50)、BET比表面積(Si)等控制在適合的範圍。

【0054】

[用途]

本實施形態之粉末(I)，耐濕性優異，而且填充在樹脂中時，能夠達成在高頻帶用器件中亦可應用的低介電損耗正切。因此，本實施形態之粉末(I)，能夠適合作為樹脂用填充材料利用，尤其是能夠適合作為高頻帶器件用密封材料中應用之樹脂組成物用的填充材料利用。粉末(I)的其他實施形態，為作為用於高頻帶器件用密封材料的無機填料的使用、或其使用方法。此處，「高頻帶器件」，亦可為利用高頻帶電波之行動電話、汽車裝載構件。

【0055】

[樹脂組成物]

本實施形態之樹脂組成物，含有前述氧化鎂粉末(I)、與選自熱塑性樹脂及熱固性樹脂中之至少一種樹脂。

樹脂組成物中的粉末(I)的含量並未特別限定，能夠依應目的適當調整。此外，本實施形態之粉末(I)，在樹脂中填充時的流動性亦良好，因此為了得到期望的介電特性，能夠任意調整樹脂組成物中的粉末的摻合量。例如，使用於高頻帶用基板材料、絕緣材料用途時，相對於樹脂組成物的總質量，可在1~99質量%的範圍內摻合，更佳為10~90質量%的範圍。

【0056】

<樹脂>

本實施形態之樹脂組成物，含有選自熱塑性樹脂及熱固性樹脂中之至少一種樹脂。更具體而言，可列舉例如：聚乙烯樹脂；聚丙烯樹脂；環氧樹脂；矽氧樹脂；酚醛樹脂；三聚氰胺樹脂；脲樹脂；不飽和聚酯樹脂；氟樹脂；聚醯亞胺樹脂；聚醯胺醯亞胺樹脂、聚醚醯亞胺樹脂等聚醯胺系樹脂；聚對苯二甲酸丁二酯樹脂、聚對苯二甲酸乙二酯樹脂等聚酯系樹脂；聚苯硫醚樹脂；全芳香族聚酯樹脂；聚碸樹脂；液晶聚合物樹脂；聚醚碸樹脂；聚碳酸酯樹脂；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；烴系彈性體樹脂；聚伸苯基醚樹脂；芳香族多烯系樹脂等。此等可單獨使用1種，亦可併用2種以上。

【0057】

本實施形態之樹脂組成物中，在不阻礙本發明之效果的範圍內，亦可摻合硬化劑、硬化促進劑、脫模劑、偶聯劑、著色劑、阻燃劑、離子捕捉劑等。

【0058】

<樹脂組成物之製造方法>

樹脂組成物之製造方法，並未特別限定，能夠藉由將規定量的各材料予以攪拌、溶解、混合、分散來製造。此等混合物的混合、攪拌、分散等的裝置並未特別限定，能夠使用具備攪拌、加熱裝置之研磨機、三輥磨機、球磨機、行星式混合器等。又，亦可適當組合此等裝置使用。

【0059】

如上述，本實施形態之含有氧化鎂粉末之樹脂組成物，耐濕性優異、且能夠達成低介電損耗正切。又，本實施形態之含有氧化鎂粉末之樹脂組成物，因為低黏度而加工性、作業性亦優異。

〔實施例〕

【0060】

以下，顯示實施例詳細地說明本發明，但本發明並未被以下記載限定。

【0061】

[實施例1]

使用氧化鎂粉末(電化(股)製，商品名稱「DMG-50」，中位直徑(Da50)：50μm，BET比表面積(Sa)：0.2m^2/g，平均圓形度(ARa)：0.93)作為原料粉末，將含有氧化鋁粉末(卡博特特種化學品公司製，產品名稱「CAB-O-SPERSE PG008」，中位直徑(Db_i50)：100nm)作為被覆成分之漿料，噴霧到前述原料粉末上並進行轉動流動層塗布。漿料以前述被覆成分相對於氧化鎂粉末與前述被覆成分的合計量(100質量%)之比例成為5質量%(氧化鎂粉末95質量%、被覆成分5質量%(氧化鋁粉末換算))之量噴霧到氧化鎂粉末上。之後，在1000℃燒製1小時，得到氧化鎂粉末(I)。在以下條件下測定得到之氧化鎂粉末(I)的尖晶石量、方鎂石量、BET比表面積(Si)、有無被覆粒子(X)、中位直徑(Di50)及平均圓形度(ARi)。此外，原料粉末及氧化鋁粉末的各物性值，亦為在以下條件下進行測定之值。將結果示於表1。

【0062】

<粉末(I)的尖晶石量的測定方法>

使用試樣水平型多目的X射線繞射裝置(理學(股)製，產品名稱「RINT-UltimaIV」)作為測定裝置，在以下測定條件下測定粉末(I)的X射線繞射圖案。

X射線源：CuKα

管電壓：40kV

管電流：40mA

掃描速度：10.0°/分鐘

2θ掃描範圍：10°~80°

又，藉由得到之X射線繞射圖案的裏特沃爾德分析，進行結晶相的定量分析。具體而言，使用裏特沃爾德法軟體(MDI公司製，產品名稱「綜合粉末X射線軟體Jade+9.6」)進行分析。此外，尖晶石結晶相的比例(質量%)的計算中，使用ICDD卡(號碼：01-075-1796)。

【0063】

<粉末(I)的方鎂石量的測定方法>

使用試樣水平型多目的X射線繞射裝置(理學(股)製，產品名稱「RINT-UltimaIV」)作為測定裝置，在以下測定條件下測定粉末(I)的X射線繞射圖案。

X射線源：CuKα

管電壓：40kV

管電流：40mA

掃描速度：10.0°/分鐘

2θ掃描範圍：10°~80°

又，藉由得到之X射線繞射圖案的裏特沃爾德分析，進行結晶相的定量分析。具體而言，使用裏特沃爾德法軟體(MDI公司製，產品名稱「綜合粉末X射線軟體Jade+9.6」)進行分析。此外，方鎂石結晶相的比例(質量%)的計算中，使用ICDD卡(號碼：00-045-0946)。

【0064】

<粉末(I)的中位直徑(Di50)的測定方法>

藉由利用雷射繞射式粒度分布測定裝置(貝克曼庫爾特(股)製，產品名稱「LS 13 320」)之體積基準的粒度分布測定，求出各材料的中位直徑(D50)。具體而言，在玻璃燒杯中放入50cm^{3}的純水、與0.1g的原料粉末(或粉末(I))，使用超音波均

質機(Microtech Nichicon(股)製，產品名稱「Smurt NR-50M(鈦合金製刀頭φ3(NS-50M-MT3))」)以25W的輸出進行分散處理60秒鐘。將進行了分散處理之前述原料粉末(或粉末(I))的分散液，利用滴管一滴一滴添加至前述雷射繞射式粒度分布測定裝置，添加規定量後30秒後進行測定。此外，水的折射率設為1.33，粉末(I)的折射率設為1.74。中位直徑(D50)，在測定之粒徑的體積基準的累積粒度分布中，從累積值相當於50%之粒徑算出。

【0065】

<粉末(I)的BET比表面積(Si)的測定方法>

在全自動比表面積測定裝置(BET一點法)(貿騰公司製 Macsorb HM model-1201全自動比表面積測定裝置)的測定用槽中填充5g的粉末(I)並測定比表面積。測定前的脫氣條件，設為200℃、10分鐘。又，載體氣體、吸附氣體分別使用氦氣、氮氣(混合濃度：30.5%)。

【0066】

<有無被覆粒子(X)及核殼粒子>

利用掃描型電子顯微鏡(日本電子(股)製，產品名稱「JSM-7001F」)觀察粉末(I)並確認有無被覆粒子(X)。又，針對粉末(I)，算出藉由場發射型掃描電子顯微鏡(卡爾蔡司公司製，產品名稱「MERLIN、FE-SEM」)及能量色散型X射線光譜法(布魯克公司製，產品名稱「QUANTAX系統XFlash6/60SDD、EDS」)得到之剖面影像的被覆粒子的剖面周長ra與在前述被覆粒子的剖面中被被覆層(B)被覆之部分的周長rc的比(rc/ra)的值，確認有無核殼粒子。此時，測定在影像獲取倍率1000倍、加壓電壓10kV、電流量500nA、測定時間30秒下實施，針對鋁及鎂進行元素映射。又，影像分析使用ImageJ來實施，針對一個粒子影像，將成為核部之鎂成分映射部的周長設為ra，將鎂成分的周圍部分之中與成為殼部之鋁成

分連接之部分(鎂的周圍部分僅1個像素外側為鋁成分的映射部時判斷為「連接」)的周長設為rc，算出rc/ra，將rc/ra為0.6以上者判斷為核殼粒子。將結果示於表1。

【0067】

<平均圓形度(ARi)的測定方法>

利用碳帶固定氧化鎂粉末(I)後，進行鋨塗布。之後，使用掃描型電子顯微鏡(日本電子(股)製，產品名稱「JSM-7001F SHL」)，以倍率500~50,000倍拍攝構成粉末(I)之粒子，使用影像分析裝置(日本儒博(股)製，產品名稱「Image-Pro Premier Ver. 9.3」)，算出粒子的投影面積(A_p)與投影周長(L)後，由下述式(2)算出圓形度。針對任意200個粒子算出圓形度並將其平均值設為平均圓形度(ARi)。

圓形度$=4\pi A_p/L^2$・・・(2)

【0068】

接著，在以下條件下評價得到之粉末(I)的耐濕性及介電損耗正切。又，針對導熱率、流動性亦進行評價。將結果示於表1。

【0069】

<耐濕性評價>

在下述條件下實施粉末(I)的耐濕試驗，測定試驗後的氫氧化鎂含有率。又，依照下述評價基準進行評價。

將10g(M1)的氧化鎂粉末(I)，在溫度135℃、濕度85RH%的試驗裝置內(愛斯佩克(股)製，產品名稱「高度加速壽命試驗裝置 EHS-212M」。條件為不飽和模式。)靜置168小時。測定靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(M2)，將靜置前後之質量的變化代入以下式(1)，算出氫氧化鎂含有率。

{(M2-M1)/18.0}×(40.3/M1)×100・・・(1)

(式(1)中，M1為靜置前的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，M2為靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，18.0、40.3分別為H_2O及MgO的分子量。)

(評價基準)

優：氫氧化鎂的變化率未達10質量%。

良：氫氧化鎂的變化率為10質量%以上且未達30質量%。

合格：氫氧化鎂的變化率為30質量%以上且未達50質量%。

不合格：氫氧化鎂的變化率為50質量%以上。

【0070】

<介電損耗正切的評價>

以粉末(I)的填充量成為20體積%的方式，計量粉末(I)與聚乙烯樹脂粉末(住友精化(股)製，商品名稱「FLO-THENE(註冊商標)UF-20S」)，使用振動式混合器(Resodyn公司製)，以加速度60G、處理時間2分鐘進行混合以得到樹脂組成物。將得到之樹脂組成物，以厚度成為約0.3mm之量投入直徑3cm的金屬框內，利用奈米壓印裝置(SCIVAX公司製，商品名稱「X-300」)，在140℃、5分鐘、30,000N的條件下進行片材化。將得到之片材切出1.5cm×1.5cm尺寸以得到評價樣品。

接著，將36GHz的空腔共振器(深特(股)製)連接至向量網路分析器(是德科技公司製，產品名稱「85107」)，以塞住空腔共振器中設置之直徑10mm的孔的方式配置評價樣品，測定共振頻率(f0)、無負荷Q值(Qu)。每進行1次測定使評價樣品旋轉60度，重複5次相同的測定。將得到之f0、Qu的值的平均值設為測定值，使用分析軟體(深特(股)製軟體)，由下述式(3)算出介電損耗正切($\tan\delta_f$)。此外，在測定溫度20℃、濕度60%RH的條件下進行測定。利用以下評價基準評價得到之介電損耗正切的值。

$$\tan\delta_c=V_f\cdot\tan\delta_f+(1-V_f)\cdot\tan\delta_r \cdots (3)$$

(式(3)中，V_f表示填料含量(質量%)，$\tan\delta_c$表示樹脂片的介電損耗正切，$\tan\delta_r$表示聚乙烯樹脂(PE)的介電損耗正切。)

(評價基準)

優：介電損耗正切為3.0×10^{-4}以下。

良：介電損耗正切超過3.0×10^{-4}且為3.5×10^{-4}以下。

合格：介電損耗正切超過3.5×10^{-4}且為4.0×10^{-4}以下。

不合格：介電損耗正切超過4.0×10^{-4}。

【0071】

<導熱率評價>

以51：49的體積比混合氧化鎂粉末與球狀氧化鋁粉末(電化(股)製，產品名稱「DAW-07」及產品名稱「ASFP-40」的混合物。(DAW-07)/(ASFP-40)=70/30(體積比))並作成混合粉末。以前述混合粉末的比例成為77.5體積%的方式將前述混合粉末填充在矽氧樹脂(信越化學工業(股)製，產品名稱「SE1885：A」及產品名稱「SE1885：B」的混合物。(SE1885：A)/(SE1885：B)=50/50(體積比))中，利用附攪拌葉片的混合器進行混合以得到樹脂組成物。使用片材塗布機將前述樹脂組成物予以成形，得到厚度3mm的評價用片材。利用熱阻測定機(日立技術服務(股)製，產品名稱「TRM-046RHHT」)測定前述評價用片材，求出導熱率。此外，測定在荷重固定模式、設定荷重2N的條件下進行。又，依照以下評價基準進行評價，將B評價以上評為合格。

(評價基準)

優：導熱率超過6.0W/mK。

良：導熱率超過4.0W/mK且為6.0W/mK以下。

不合格：導熱率為4.0W/mK以下。

【0072】

<流動性評價>

混合60體積%的雙酚A型液狀環氧樹脂(環氧當量：184~194。三菱化學(股)製，產品名稱「JER828」)、與40體積%的粉末(I)，利用行星式攪拌機(日新基(股)

製，產品名稱「Awatori Rentaro(註冊商標)AR-250」，轉速2000rpm)進行混練，製備樹脂組成物。接著，使用旋轉式流變計(安東帕公司製，產品名稱「MCR-302」)，在以下條件下測定得到之樹脂組成物在25℃的剪切黏度。

板形狀：圓形平板10mmφ

試樣厚度：1mm

溫度：25±1℃

速度：1.0/s

依照以下評價基準評價得到之黏度，將C評價以上評為合格。

優：樹脂組成物的黏度為500Pa・s/25℃以下。

良：樹脂組成物的黏度超過500Pa・s/25℃且為1,000Pa・s/25℃以下。

合格：樹脂組成物的黏度超過1,000Pa・s/25℃且為2,000Pa・s/25℃以下。

不合格：樹脂組成物的黏度超過2,000Pa・s/25℃。

【0073】

[實施例2~8及比較例1~6]

將原料粉末及製造條件設為如表1所示，除此之外，與實施例1相同地製備粉末(I)。針對各例的粉末(I)，在與實施例1相同的條件下測定尖晶石量、方鎂石量、BET比表面積、有無被覆粒子(X)、中位直徑(Di50)及平均圓形度(ARi)。又，在與實施例1相同的條件下評價耐濕性、介電損耗正切、流動性及導熱率。將結果示於表1。

【0074】

此外，各例使用之原料係如下述。

<原料粉末(核粒子(A))>

DMG50：氧化鎂粉末(電化(股)製，中位直徑(Da50)：50μm，BET比表面積(Sa)：0.2m^2/g，平均圓形度(ARa)：0.93)。

DMG120：氧化鎂粉末(電化(股)製，中位直徑(Da50)：120μm，BET比表面積(Sa)：0.1m^2/g，平均圓形度(ARa)：0.94)。

COOLMAG：氧化鎂粉末(達泰豪化學(股)製，中位直徑(Da50)：10.4μm，BET比表面積(Sa)：0.3m^2/g，平均圓形度(ARa)：0.84)。

<被覆成分>

Al_2O_3粉末：卡博特特種化學品公司製，產品名稱「PG008」，中位直徑(Db_i50)：100nm。

【0075】

[表1]

表1			實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6	實施例7	實施例8	比較例1	比較例2	三重疊3	比較例4	比較例5	比較例6
製造條件	原料粉末	材料	(-)	DMG50	DMG50	DMG50	DMG50	DMG120	DMG120	DMG120	DMG120	COOLMAG	DMG50	DMG50	DMG120	DMG120	DMG120
		中位直徑(Da50)	(μm)	50	50	50	50	120	120	120	120	10.4	50	50	120	120	120
		平均圓形度(ARa)	(-)	0.93	0.93	0.93	0.93	0.94	0.94	0.94	0.94	0.84	0.93	0.93	0.94	0.94	0.94
		BET比表面積(Sa)	(m^2/g)	0.20	0.20	0.20	0.20	0.10	0.10	0.10	0.10	0.30	0.20	0.20	0.10	0.10	0.10
	被覆成分(無機金屬氧化物粉末(B1))		(-)	Al_2O_3粉末													
	燒製溫度		(°C)	1000	1000	1300	1500	1000	1300	1500	1500	1400	700	1500	1300	700	1600
	燒製時間		(hr)	1	1	1	1	2	2	4	4	2	8	1	2	8	1
粉末(D)的物性評價	$MgAl_2O_4$的比例		(質量%)	2	7	8	9	10	8	8	29	7	0	38	1	1	9
	中位直徑(D50)		(μm)	52.3	53.3	54.1	54.8	130.4	132.1	146.1	140.1	14.4	53.7	73.7	124.5	125.1	181.1
	BET比表面積(Si)		(m^2/g)	1.83	2.09	0.14	0.13	1.93	0.08	0.08	0.15	0.27	4.23	2.71	0.07	2.34	0.07
	平均圓形度(ARi)		(-)	0.91	0.92	0.92	0.94	0.91	0.92	0.93	0.89	0.90	0.89	0.92	0.91	0.92	0.93
	方鎂石的比例		(質量%)	98	93	92	91	90	92	92	71	93	94	62	92	95	91
	被覆粒子(X)的比例		(-)	有核殼	有	有核殼	有核殼	有	有核殼	有	有	有	有	有核殼	有	有	有
評價結果	氫氧化鎂含有率		(質量%)	32.1	1.4	1.0	2.3	3.4	0.6	2.3	0.9	91.2	74.5	2.1	86.1	62.4	91.8
	耐濕性評價		(-)	合格	優	優	優	優	優	優	優	不合格	不合格	優	不合格	不合格	不合格
	樹脂組成物的介電損耗正切		($\times 10^{-3}$)	2.8	2.7	2.2	2.5	2.7	2.6	2.0	2.4	3.8	6.7	4.2	3.8	5.6	3.7
	介電損耗正切評價		(-)	優	優	優	優	優	優	優	優	合格	不合格	不合格	合格	不合格	合格
	樹脂組成物的黏度		Pa·s, 25°C	832	832	626	578	729	425	442	1530	960	992	2430	620	823	2321
	流動性評價		(-)	良	良	良	良	良	優	優	合格	良	良	不合格	良	良	不合格
	樹脂組成物的導熱率		(W/mK)	6.5	6.2	6.2	6.4	6.4	6.6	6.6	5.2	5.6	6.1	5.1	6.5	6.4	6.4
	熱特性評價		(-)	優	優	優	優	優	優	優	良	良	優	良	優	優	優

【0076】

如表1所示，滿足本實施形態的構成之實施例1~8的粉末(I)，耐濕性優異、且能夠達成低介電損耗正切。再者，流動性、導熱率亦良好。另一方面，粉末(I)的中位直徑(Di50)未達25μm之比較例1、粉末(I)的尖晶石的比例為0質量%之比較例2、粉末(I)的尖晶石的比例為1質量%之比較例4~5、中位直徑(Di50)超過180μm之比較例6，耐濕性差，且介電損耗正切的值亦高。粉末(I)的尖晶石的比例為38質量%之比較例3，耐濕性良好，但介電損耗正切高。此外，利用上述方法測定不含被覆粒子(X)之未被覆的氧化鎂粉末時的介電損耗正切的值為6.7×10^{-4}。實施例1~8的粉末(I)，與未被覆的氧化鎂粉末相比，能夠達成低介電損耗正切。由以上的結果，能夠確認本實施形態之粉末(I)，耐濕性優異、且能夠達成低介電損耗正切。本實施形態之粉末(I)的介電損耗正切，為可作為用於高頻帶用器件的填料充分應用的值。

〔產業上的可利用性〕

【0077】

本實施形態之粉末(I)，耐濕性優異、且在樹脂中填充時能夠達成低介電損耗正切。因此，本實施形態之粉末(I)及使用其之樹脂組成物，可作為用於高頻帶用器件的陶瓷填料應用。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種氧化鎂粉末(I)，含有被覆粒子(X)，該被覆粒子(X)係含氧化鎂之核粒子(A)的表面被含有$MgAl_2O_4$之被覆層(B)被覆而得，

$MgAl_2O_4$相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例超過1質量%且未達38質量%，

氧化鎂粉末(I)的中位直徑(Di50)為25μm以上180μm以下。

【請求項2】

如請求項1之氧化鎂粉末(I)，其中方鎂石相對於氧化鎂粉末(I)的總質量之比例為80質量%以上。

【請求項3】

如請求項1或2之氧化鎂粉末(I)，其中氧化鎂粉末(I)的平均圓形度(ARi)為0.75以上。

【請求項4】

如請求項1或2之氧化鎂粉末(I)，其中按下述條件測定之試驗後氫氧化鎂含有率未達50質量%；

<測定條件>

將10g(M1)的氧化鎂粉末(I)，在溫度135℃、濕度85RH%的試驗裝置內靜置168小時；測定靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(M2)，將靜置前後之質量的變化代入以下式(1)，算出氫氧化鎂含有率；

$\{(M2-M1)/18.0\}\times(40.3/M1)\times100$ ・・・(1)

式(1)中，M1為靜置前的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，M2為靜置後的氧化鎂粉末(I)的質量(g)，18.0、40.3分別為H_2O及MgO的分子量。

【請求項5】

如請求項1或2之氧化鎂粉末(I)，其中按下述條件測定之黏度為2,000Pa・s/25℃以下；

<測定條件>

將由60體積%的雙酚A型液狀環氧樹脂(環氧當量：184~194)、與40體積%的氧化鎂粉末(I)所構成之樹脂組成物，使用旋轉式流變計在剪切速度：1.0/s、板形狀：圓形平板(10mmφ)、試樣厚度：1mm、溫度：25±1℃下測定黏度。

【請求項6】

如請求項1或2之氧化鎂粉末(I)，其係樹脂填充用。

【請求項7】

一種樹脂組成物，其含有如請求項1或2之氧化鎂粉末(I)、與選自熱塑性樹脂及熱固性樹脂中之至少一種樹脂。

【請求項8】

如請求項7之樹脂組成物，其係用於高頻帶器件的密封材料用、TIM材料用、或基板用。

【發明圖式】

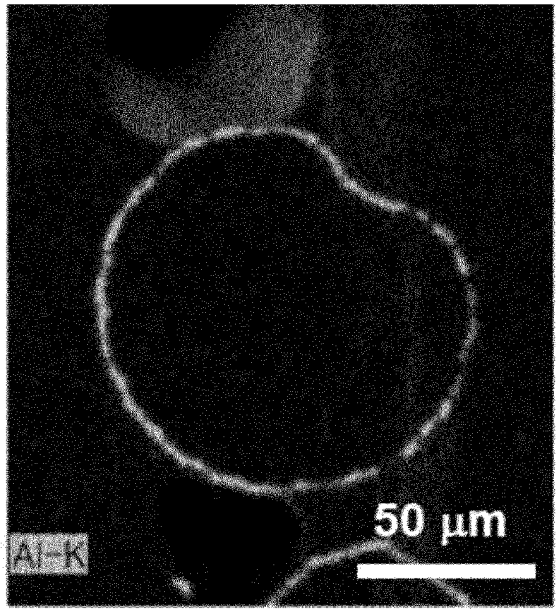

圖 1