



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년03월06일
(11) 등록번호 10-1118658
(24) 등록일자 2012년02월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 9/02 (2006.01) C08K 3/20 (2006.01)
C10M 125/10 (2006.01) C09D 7/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-7011345
(22) 출원일자(국제) 2010년09월27일
심사청구일자 2011년06월30일
(85) 번역문제출일자 2011년05월19일
(65) 공개번호 10-2011-0083676
(43) 공개일자 2011년07월20일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2010/066650
(87) 국제공개번호 WO 2011/043207
국제공개일자 2011년04월14일
(30) 우선권주장
JP-P-2009-233401 2009년10월07일 일본(JP)
(뒷면에 계속)

(56) 선행기술조사문헌
JP2008218749 A

전체 청구항 수 : 총 13 항

(73) 특허권자
사카이가가꾸오교가부시끼가이샤
일본국 오사카후 사카이시 사카이쿠 에비스지마쵸
5쵸 2반치
(72) 발명자
스에다 사토루
일본국 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와
야자 다주쿠 110 사카이가가꾸오교가부시끼가이
샤 내
데라베 아츠키
일본국 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와
야자 다주쿠 110 사카이가가꾸오교가부시끼가이
샤 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
문기상, 문두현

심사관 : 이성렬

(54) 발명의 명칭 산화아연 입자, 그 제조 방법, 방열성 필터, 방열성 수지 조성물, 방열성 그리스 및 방열성
도료 조성물

(57) 요약

입자경이 크고, 또한, 고밀도의 산화아연 입자를 얻고, 그에 따라 우수한 방열 성능을 갖는 방열성 수지 조성물, 방열성 그리스, 방열성 도료 조성물을 얻는다.

밀도 4.0g / cm³ 이상, 메디안경(D50) 17 ~ 10000 μ m인 것을 특징으로 하는 산화아연 입자.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이즈미카와 히로유키

일본국 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와
야자 다주쿠 110 사까이가가꾸교오교가부시끼가이
샤 내

하시모토 미츠오

일본국 후쿠시마켄 이와키시 이즈미마치 시모가와
야자 다주쿠 110 사까이가가꾸교오교가부시끼가이
샤 내

(30) 우선권주장

JP-P-2009-237305 2009년10월14일 일본(JP)

JP-P-2010-101499 2010년04월26일 일본(JP)

특허청구의 범위

청구항 1

밀도 $4.0\text{g}/\text{cm}^3$ 이상, 메디안경(D50) $17\sim 10000\mu\text{m}$, 및 탭 벌크 밀도(tap bulk density) $3.10\text{g}/\text{cm}^3$ 이상인 것을 특징으로 하는 고밀도의 산화아연 입자.

청구항 2

제1항에 있어서,

산화아연이 85.0 중량% 이상의 순도이며, 그 밖의 금속으로서 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하는 산화아연 입자.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

어스펙트비가 $1.00\sim 1.10$ 인 산화아연 입자.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

입자 중의 90% 이상의 입자가 어스펙트비 1.10 이하인 산화아연 입자.

청구항 5

아연원(亞鉛源) 입자에, 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 화합물을 혼합하여 조립(造粒)하는 공정 (1) 및,

상기 공정 (1)에 의해 얻어진 조립 입자를 소성하는 공정 (2)를 갖는 것을 특징으로 하는 제1항 또는 제2항에 기재된 산화 아연 입자의 제조 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염이 카르복시산, 질산 또는 그들의 염인 산화아연 입자의 제조 방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염이 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 금속의 염인 산화아연 입자의 제조 방법.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 기재된 산화아연 입자로 이루어지는 것을 특징으로 하는 방열성 필터.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 기재된 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 수지 조성물.

청구항 10

제1항 또는 제2항에 기재된 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 그리스.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 기재된 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 도료 조성물.

청구항 12

제1항에 있어서,

D90 / D10이 3.0 이하인 것을 특징으로 하는 산화아연 입자.

청구항 13

제7항에 있어서,

유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염이 Mg, Ca, Ni, Co, Li, 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속의 염인 산화아연 입자의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은, 방열성 필러, 고무의 가황 촉진제, 도료·잉크용 안료, 페라이트나 배리스터 등의 전자 부품, 의약품, 파운데이션·썬스크린제 등의 화장품 등의 분야에 있어서 사용할 수 있는 입자경이 큰 산화아연 입자, 그 제조 방법 및 이를 이용한 방열성 필러, 방열성 수지 조성물, 방열성 그리스 및 방열성 도료 조성물에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 산화아연은, 고무의 가황 촉진제, 도료·잉크용 안료, 페라이트나 배리스터 등의 전자 부품, 의약품, 화장품 등, 다양한 산업 분야에 있어서 널리 사용되고 있다. 이와 같은 산화아연의 각종 용도의 하나로써, 방열성 필러가 제안되고 있다(특허문헌 1~4 등). 그러나, 방열성 필러로서는, 통상은 알루미늄이나 질화알루미늄 등이 널리 사용되고 있으며, 산화아연은 이들에 비교하면 실용화되고 있는 예는 매우 적다.

[0003] 그러나, 알루미늄은 모스 경도가 높고, 방열 시트 등의 제조 과정에 있어서, 혼련기의 마모가 심하다는 결점이 있었다. 또한, 질화알루미늄은 충전성이 나빠, 수지 중에서의 고충전이 어렵다는 결점이 있다. 또한, 질화알루미늄은 고가여서, 방열 부재가 고가가 되어 버린다는 결점도 있었다. 따라서, 이들 원료와는 다른 새로운 방열성 필러가 요구되고 있다.

[0004] 산화아연의 열전도율은, 알루미늄과 질화알루미늄의 거의 중간으로, 방열성 필러로서 적합하다. 그러나, 종래부터 널리 공업용으로 사용되고 있는 산화아연은 평균 입경 1 μ m 이하의 미립자이며, 이와 같은 미립자의 산화아연은 입자의 계면(界面)이 많아짐으로써 입자간의 열저항이 커져 방열 성능이 불충분해지기 때문에, 거의 사용되고 있지 않다. 또한, 1 μ m 이하의 미립자는 표면적이 커, 수지 조성물의 점도가 상승하고, 다량으로 혼합하는 것이 곤란하기 때문에 바람직하지 않다. 산화아연의 입자 사이즈는, 큰 쪽이 수지 조성물 중에서의 전열 경로가 증가하고, 다른 필러와 조합시킴으로써 최밀(最密) 충전 효과에 의한 고열전도화를 기대할 수 있는 점에서 바람직하다. 또한, 입자 중에 공공부(空孔部)가 적고 고밀도인 것이 고열전도라는 관점에서 볼 때 바람직하다.

[0005] 메디안경(D50)이 20~120 μ m인 산화아연 입자로서는, 배리스터 용도로서 특허문헌 5에 기재된 것이 공지이다. 방열성 필러로서 사용할 경우에는, 입자경이 크고, 또한, 입자 내부가 고밀도인 산화아연 입자인 것이 필요하게 된다. 그러나, 특허문헌 5에 기재된 산화아연 입자는, (1) 응집체와 같은 형상으로 입자 표면의 요철이나 세공(細孔)도 많아 균일한 입자를 만들 수 없으며, (2) 입자 표면 및 내부의 1차 결정 입계(粒界)수를 증가시키는 것을 목적으로 하여 설계되어 있다. 방열성 필러로서의 사용에 적합한 것으로 하기 위해서는, 입자 표면의 요철이나 세공을 없애고, 입자 표면 및 내부의 입계를 줄여서 보다 치밀화시키는 것이 바람직하다. 따라서, 특허문헌 5에 기재된 산화아연 입자는 방열성 필러로서의 사용에 적합한 입자를 목적으로 하는 것이 아니다. 또한, 알루미늄을 사용하고 있으므로, 절연성이 저하되기 쉬워, 전자 기기용 재료로서 사용하는데 있어서는 바람직하지 못한 것이다. 즉, ZnO의 전하를 운반하는 캐리어는 자유 전자이며, N형 반도체 특성을 나타낸다. ZnO에 Al³⁺를 첨가하면, Zn²⁺에 대하여 Al³⁺가 자유 전자를 제공하는 도너로서 작용하여, ZnO의 자유 전자가 증가함으로써 도전성이 향상한다고 생각된다.

- [0006] 구상(球狀)의 산화아연 입자로서는, 배리스터(특허문헌 5), 셀프 클리닝 분체(粉體)(특허문헌 6), 자외선 흡수 효과, 촉매 효과, 항균 효과, 도전성 효과 등의 기능 재료 용도로서 제안된 것이 공지이다. 그러나, 상기 기술에서는 구상이고 또한 고밀도의 메디안경(D50)이 17~10000 μm 인 산화아연 입자를 얻는 것은 곤란했다.
- [0007] 유기 아연 화합물을 소성함으로써 입자경이 1~50 μm 인 구상의 산화아연 입자를 얻는 방법이 제창되어 있다(특허문헌 7). 그러나, 상기 기술에서는, 구상의 입자를 얻을 수 있지만, 별사탕 형상 입자도 동시에 형성되어, 선택적으로 구상 입자를 얻을 수 없다. 발명자에 의해 추시(追試)를 행한 바, 입도(粒度) 분포를 측정하면 메디안경(D50)이 수 μm 이며, 10 μm 이상의 입자를 얻을 수는 없었다.
- [0008] 산화아연 입자를 1가의 도펀트에 의해 도프(dope)한 산화아연이 특허문헌 8에 기재되어 있다. 그러나, 외주부에 금속을 도프한 산화아연이 기재되어 있을 뿐이며, 특정한 형상이나 밀도를 갖는 산화아연 입자로 하는 것은 기재되어 있지 않다.
- [0009] 특허문헌 9에는 Ca, Mg, Ni 및 Cu로 이루어지는 원소종 군(群)에서 선택되는 적어도 1종을 조성 중에 함유하는 배향성 산화아연계 압전(壓電) 재료가 기재되어 있다. 그러나, 당해 문헌의 산화아연으로서, 특정한 입자경인 것으로 하는 것은 기재되어 있지 않다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0010] (특허문헌 0001) 일본국 특개2008-19426호 공보
(특허문헌 0002) 일본국 특개평11-246885호 공보
(특허문헌 0003) 일본국 특개2007-70492호 공보
(특허문헌 0004) 일본국 특개2002-201483호 공보
(특허문헌 0005) 일본국 특개2008-218749호 공보
(특허문헌 0006) 일본국 특개2009-29690호 공보
(특허문헌 0007) 일본국 특개평11-49516호 공보
(특허문헌 0008) 일본국 특개2007-84704호 공보
(특허문헌 0009) 일본국 특개평8-310813호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 본 발명은 상기를 감안하여, 경도가 낮고, 방열성과 절연성이 우수하며, 입자경이 크고, 또한, 고밀도의 산화아연 입자를 얻는 것에 있으며, 그에 따라 우수한 방열 성능을 갖는 방열성 수지 조성물, 방열성 그리스, 방열성 도료 조성물을 얻는 것을 목적으로 하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0012] 본 발명은, 밀도 4.0g/cm³ 이상, 메디안경(D50) 17~10000 μm 인 것을 특징으로 하는 고밀도의 산화아연 입자이다.
- [0013] 상기 산화아연 입자는, 산화아연이 85.0 중량% 이상의 순도이며, 그 밖의 금속으로서 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하는 것이 바람직하다.
- [0014] 상기 산화아연 입자는, 어스펙트비가 1.00~1.10인 것이 바람직하다.
- [0015] 상기 산화아연 입자는, 입자 중의 90% 이상의 입자가 어스펙트비 1.10 이하인 것이 바람직하다.
- [0016] 본 발명은, 아연원(亞鉛源) 입자에 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의

염으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 화합물을 혼합하여 조립(造粒)하는 공정 (1) 및, 상기 공정 (1)에 의해 얻어진 조립 입자를 소성하는 공정 (2)를 갖는 것을 특징으로 하는 상기 산화아연 입자의 제조 방법 이기도 하다.

- [0017] 상기 산화아연 입자의 제조 방법에 있어서는, 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염은, 카르복시산, 질산 또는 그들의 염인 것이 바람직하다.
- [0018] 본 발명은, 상술한 산화아연 입자로 이루어지는 것을 특징으로 하는 방열성 필러이기도 하다.
- [0019] 본 발명은, 상술한 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 수지 조성물이기도 하다.
- [0020] 본 발명은, 상술한 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 그리스이기도 하다.
- [0021] 본 발명은, 상술한 산화아연 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는 방열성 도료 조성물이기도 하다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명의 산화아연 입자는 대(大)입자이고 고밀도이므로, 높은 방열 성능을 가져, 방열성 필러로서 특히 호적(好適)하게 사용할 수 있다. 이에 따라, 방열 성능이 우수한 방열성 수지 조성물, 방열성 그리스, 방열성 도료 조성물 등을 얻는 것이 가능해진다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 실시예 1에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형(走査型) 전자 현미경 사진.
- 도 2는 실시예 1에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 도 1과는 다른 배율에 의한 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 3은 실시예 2에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 4는 실시예 3에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 5는 실시예 4에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 6은 실시예 5에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 7은 실시예 6에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 8은 실시예 7에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 9는 실시예 8에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 10은 실시예 9에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 11은 실시예 10에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 12는 실시예 10에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 도 11과는 다른 배율에 의한 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 13은 실시예 11에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 14는 실시예 12에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 15는 실시예 12에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 도 14와는 다른 배율에 의한 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 16은 실시예 13에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 17은 실시예 14에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 18은 실시예 15에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 19는 실시예 16에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 20은 실시예 17에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 21은 실시예 18에 의해 얻어진 본 발명의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 22는 비교예 2의 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 23은 비교예 3에 의해 얻어진 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 24는 비교예 4에 의해 얻어진 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 25는 비교예 5에 의해 얻어진 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 26은 비교예 6에 의해 얻어진 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 27은 비교예 7의 알루미늄의 주사형 전자 현미경 사진.

도 28은 비교예 8의 알루미늄의 주사형 전자 현미경 사진.

도 29는 비교예 9에 의해 얻어진 산화아연 입자의 주사형 전자 현미경 사진.

도 30은 비교예 9에 의해 얻어진 산화아연 입자의 도 29와는 다른 배율에 의한 주사형 전자 현미경 사진.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024]

이하에, 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0025]

본 발명은, 다양한 방열 부재에 사용할 수 있는 메디안경(D50)이 $17 \sim 10000 \mu\text{m}$ 인 산화아연 입자 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 종래의 방열성 필러 용도에 있어서, 메디안경(D50)이 $17 \sim 10000 \mu\text{m}$ 이고, 밀도가 4.0 g/cm^3 이상인 산화아연 입자를 사용한 예는 없고, 또한 그러한 산화아연 입자를 조제하는 방법도 검토되고 있지 않았다. 본 발명은, 방열성 필러의 용도에 있어서, 상술한 특정한 메디안경(D50) 및 밀도를 갖는 산화아연 입자는 종래의 산화아연 입자보다도 호적한 성질을 갖는 것을 발견함으로써 완성된 것이다.

[0026]

본 발명의 산화아연 입자는 밀도 4.0 g/cm^3 이상, 메디안경(D50)이 $17 \sim 10000 \mu\text{m}$ 이다. 즉, 종래의 산화아연 입자에 비교하여 입자경이 크고, 또한 고밀도인 것을 특징으로 하는 것이다. 이와 같은 산화아연 입자는 공지가 아니라, 본 발명자들에 의해 처음으로 제조된 것이다. 또한, 본 명세서에 있어서 메디안경(D50)은, 분체를 어느 입자경으로부터 2개로 나누었을 때, 큰측과 작은측이 등량(等量)이 되는 지름을 말하고, 레이저 회절/산란식 입도 분포 측정 장치 LA-750(호리바세이사쿠쇼사제)에 의해 측정된 값, 혹은 목시(目視) 관찰에 의한 통계적 수법에 의해 구해진 값이다. 목시 관찰은 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)에 의해 행할 수 있다. 상기 메디안경(D50)이 상기 범위 내임으로써, 상술한 작용에 의해 방열성 필러로서 우수한 성능을 갖는다.

[0027]

상기 메디안경의 하한은 $17 \mu\text{m}$ 인 것이 바람직하고, $20 \mu\text{m}$ 인 것이 보다 바람직하다. 상기 메디안경(D50)의 상한은 $10000 \mu\text{m}$ 인 것이 바람직하고, $1000 \mu\text{m}$ 인 것이 보다 바람직하며, $100 \mu\text{m}$ 인 것이 더욱 바람직하다.

[0028]

본 발명의 산화아연 입자의 밀도는 게이뤼삭(Gay-Lussac)형 비중병을 사용하여 측정할 수 있다. 상기 밀도의 하한은 4.0 g/cm^3 인 것이 보다 바람직하고, 4.5 g/cm^3 이상인 것이 더욱 바람직하다. 상기 범위로 나타나는 바와 같은 고밀도의 산화아연 입자는, 입자 중에 중공부가 적은 치밀한 입자이므로, 열전도가 발생하기 쉬워, 방열성 필러로서 특히 우수한 성능을 갖는다. 밀도가 4.0 g/cm^3 미만이면, 본 발명에서 필요되어지는 충분한 방열 성능을 얻을 수 없다.

[0029]

본 발명의 산화아연 입자는, JIS K 5101-12-1 안료 시험 방법-겉보기 밀도 또는 겉보기 비용(比容)(정치법(靜置法))에 따라 행한 겉보기 밀도가 2.50 g/ml 이상인 것이 바람직하다. 이와 같은 겉보기 밀도는, 입자가 치밀화되어 있어, 고밀도이며, 또한 형상이 고르게 되어 균일한 것의 지표가 되는 값이다. 이와 같은 겉보기 밀도가 높은 산화아연 입자는, 입자 자체가 고밀도이므로 방열 성능이 우수하며, 또한 구상이고 균일성이 높은 형상의 입자이므로, 수지에의 충전율을 높게 할 수 있다는 이점을 갖는다.

[0030]

본 발명의 산화아연 입자는, JIS R 1639-2에 따라 측정을 행한 탭 벌크 밀도(tap bulk density)가 3.10 g/cm^3 이상인 것이 바람직하다. 이와 같은 탭 벌크 밀도가 높은 산화아연 입자는, 입자 자체가 고밀도이므로 방열 성능이 우수하며, 또한 구상이고 균일성이 높은 형상의 입자이므로, 수지에의 충전율을 높게 할 수 있다는 이점을 갖는다.

[0031]

본 발명의 산화아연 입자는, 구상 입자인 것이 바람직하다. 구상 입자이면 최밀 충전할 수 있기 때문에, 방열성 필러의 비율을 높게 할 수 있다. 이에 따라, 보다 높은 방열 성능을 부여할 수 있는 점에서 바람직하다. 입자의 형상은 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)에 의해 관찰할 수 있다. 상기 산화아연 입자는 어스펙트비가 $1.0 \sim 1.5$ 인 것이 바람직하다. 방열성 필러에 사용할 경우, 어스펙트비는 1.0에 가까울수록 필러의

배향성이 없어져 어느 방향으로부터 가압 성형해도 필러가 균일하게 충전된 수지 성형체를 얻을 수 있다. 상기 어스펙트비는 1.10 이하인 것이 보다 바람직하다.

- [0032] 본 발명의 산화아연 입자는, 입자 중의 90% 이상의 입자가 어스펙트비 1.10 이하인 것이 바람직하다. 즉, 어스펙트비가 높고, 구형도가 낮은 입자가 혼재해 있으면, 필러로서 사용했을 때의 충전을 낮아지기 쉽다. 따라서, 진구(眞球) 형상의 입자가 높은 비율로 존재하고 있는 것이 바람직하다. 또한, 입자 중의 90% 이상의 입자가 어스펙트비 1.10 이하인 것은, 전자 현미경 사진에 있어서 시야 중에 존재하고 있는 모든 입자의 어스펙트비를 측정하고, 이와 같은 조작에 의해 함께 250개의 입자에 대해서 어스펙트비를 측정했을 경우에, 90% 이상의 입자가 어스펙트비 1.10 이하가 되는 것을 말한다.
- [0033] 본 발명의 산화아연 입자는, 산화아연의 함유량이 산화물 환산으로 85.0 중량% 이상인 것이 바람직하다. 즉, 아연 이외의 금속 원소 등을 함유하는 것이어도 되지만, 그 경우에는 아연 이외의 원소는 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만인 것이 바람직하다. 산화아연의 함유량이 높은 산화아연 입자는 열전도가 발생하기 쉬워, 방열성 필러로서 우수한 성능을 갖는다는 점에서 바람직하다.
- [0034] 본 발명의 산화아연 입자는, 산화아연의 함유량이 85.0 중량% 이상이고, 그 밖의 금속으로서 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하는 것이어도 된다.
- [0035] 상기 금속 원소를 산화아연 입자의 중량에 대하여 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하는 산화아연 입자는, 절연성을 높일 수 있는 점에서 바람직한 것이다. 산화아연은 도전성이 높은 소재다. 이 때문에, 전자 기기 용도에 있어서의 방열성 필러로서 본 발명의 산화아연 입자를 사용했을 경우에는, 높은 도전성이 바람직하지 못한 경우가 있다.
- [0036] 상기 금속 원소는, 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만인 것이 보다 바람직하고, 2.0~5.0 중량%인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 그 함유량의 하한은 특별히 한정되는 것이 아니지만, 절연 성능을 충분히 높은 것으로 하기 위해서는 0.1 중량% 이상인 것이 바람직하다.
- [0037] 방열성 필러는 그리스나 수지 시트 중에 충전되어, 그 방열 특성을 높이는 역할을 갖는다. 그러나, 이들 그리스나 시트는 전자 기기에 많이 사용되기 때문에, 고절연성인 것이 요망된다. 이와 같은 용도로 사용되는 수지의 절연성은 일반적으로 높지만, 내부에 충전하는 재료의 절연성이 낮으면 전체의 절연성을 떨어뜨려버리기 때문에, 사용하는 방열 재료도 고절연성인 것이 바람직하다.
- [0038] 예를 들면 시트로 했을 때의 절연성, 즉 체적 고유 저항값이 $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 인 수지에, 산화아연을 방열 재료로서 62.9 체적% 충전하면, 그 시트의 체적 고유 저항값은 $10^9 \sim 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ 가 되어 크게 저하된다. 고절연성의 재료로서는 알루미늄이 있지만, 알루미늄을 마찬가지로 수지에 충전했을 경우, 시트의 체적 고유 저항값은 $10^{14} \sim 10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 가 되어, 체적 고유 저항값의 큰 저하는 보이지 않지만, 앞서 서술한 바와 같이 알루미늄은 경도가 높다는 결점이 있다. 전자 기기 용도로 사용하는 방열 재료로서는, 방열성과 절연성이 높고, 또한 경도가 낮은 재료가 바람직하다.
- [0039] 상술한 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 함유하는 산화아연 입자는, 고순도의 산화아연과 비교한 경우에 현저하게 절연성이 높다. 이 때문에, 높은 절연성이 요구되는 용도에 있어서는, 상기 금속 원소를 함유하는 산화아연 입자를 사용하는 것이 바람직하다. 시트로 했을 때의 체적 고유 저항값이 $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 인 수지에, 상기 금속 원소를 함유하는 산화아연 입자를 방열 재료로서 62.9 체적% 충전하면, 그 시트의 체적 고유 저항값은 $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ 이상을 유지할 수 있는 것이 바람직하다.
- [0040] 상기 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소는, 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 이상 함유했을 경우에는, 방열성이 저하된다는 점에서 바람직한 것이 아니다.
- [0041] 또한, 상술한 금속 원소를 함유했을 경우에는, 높은 절연성을 얻을 수 있지만, 그 밖의 금속 원소를 함유했을 경우에는 절연성의 향상 효과를 얻을 수 없는 경우가 있다. 따라서, 본 발명에 있어서는 상술한 특정한 금속 원소를 함유시키는 것이 바람직하다. 따라서, 절연성이라는 관점에서는 오히려 바람직하지 못한 금속 원소인 알루미늄 등은 적극적으로 첨가하지 않아, 실질적으로 알루미늄을 함유하지 않은 것으로 하는 것이 바람직하고,

보다 구체적으로는 그 함유량은, 산화아연 입자의 중량에 대하여 Al^{3+} 로서 0.0001 중량% 이하인 것이 바람직하다.

- [0042] 통상, 방열 재료는 방열 성능을 높이기 위해 대, 중, 소의 입자를 조합시키는 것이 행해진다. 본 발명의 산화아연 입자는 D90 / D10이 3.0 이하인 것이 바람직하다. 즉, D90과 D10의 비(比)가 작은(즉, 입자경이 극단적으로 큰 조대(粗大) 입자의 수가 적은) 것이 바람직하다. 이와 같이 조대 입자의 수를 줄이는 것에 의해 입도 분포를 샤프한 것으로 함으로써, 입자의 사이즈의 입자를 임의로 혼합할 수 있어, 보다 최밀 충전할 수 있는 방열성 필러를 생산할 수 있는 점에서 바람직하다.
- [0043] 또한 D10, D90은 각각, 입자경의 분포를 측정함으로써 얻을 수 있는 값이다. D10이란 체적 기준에서의 10% 적산 입경, D90이란 체적 기준에서의 90% 적산 입경인 것을 의미한다. 이들 값은, 상기 메디안경(D50)과 같은 방법에 의해 측정된 값이다.
- [0044] 상술한 바와 같은 본 발명의 산화아연 입자는, 그 제조 방법을 특별히 한정하는 것이 아니지만, 예를 들면 이하와 같은 방법으로 제조할 수 있다. 이하에 상술하는 산화아연 입자의 제조 방법도 본 발명의 하나이다.
- [0045] 상술한 본 발명의 산화아연 입자는, 아연원 입자에 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염을 혼합하여 조립하는 공정 (1) 및, 상기 공정 (1)에 의해 얻어진 조립 입자를 소성하는 공정 (2)를 갖는 산화아연 입자의 제조 방법에 의해 얻을 수 있다. 상기 산화아연 입자의 제조 방법에 의해, 입자끼리의 융착이 거의 없어, 입자 내부까지 치밀하게 소결한 메디안경(D50)이 17 ~ 10000 μm 인 산화아연 입자를 대량으로 제조할 수 있다. 또한, 상술한 산화아연 입자의 제조 방법은, 구상 입자인 산화아연 입자의 제조에도 적합한 방법이다.
- [0046] 본 발명의 산화아연 입자의 제조 방법은, 아연원 입자에 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염을 혼합하여 조립하는 공정 (1)을 갖는다. 상기 공정 (1)은 아연원 입자를 물에 리필프하고 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염을 혼합하여 조립하는 공정이다.
- [0047] 본 발명의 산화아연 입자의 제조 방법에 있어서는, 아연원 입자를 원료로서 사용하는 것이다. 아연원 입자로서는 산화아연, 질산아연, 황산아연, 탄산아연, 수산화아연, 아세트산아연 등, 소성에 의해 산화아연이 되는 것이면 특별히 한정되지 않는다. 상기 아연원 입자는 산화아연이 특히 바람직하다. 상기 아연원 입자는 메디안경(D50)이 0.01 ~ 1.0 μm 인 것이 바람직하다. 상기 아연원 입자의 메디안경(D50)은, 레이저 회절 / 산란식 입도 분포 측정 장치 LA-750(호리바세이사쿠쇼사제) 또는 동적 광산란형 입도 분포 측정 장치 ELS-Z2(오오즈카덴시사제)에 의해 측정된 값이다.
- [0048] 원료로서 사용할 수 있는 산화아연으로서는 특별히 한정되지 않고, 프랑스법, 아메리카법 등의 공지의 방법에 의해 제조된 산화아연을 사용할 수 있지만, 특히, 프랑스법에 의해 제조된 산화아연을 사용하는 것이 불순물이 적은 점에서 바람직하다.
- [0049] 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기로서는, 예를 들면 아세트산, 시트르산, 프로피온산, 부티르산, 젖산, 옥살산, 스테아르산, 질산, 황산, 과산화수소, 수산화물 이온, 암모니아, 피리딘, 피페라진, 이미다졸 등을 들 수 있다. 상기 염으로서, 예를 들면 암모늄염, 아연염, 마그네슘염, 구리염, 칼슘염, 니켈염, 코발트염, 나트륨염, 칼륨염, 리튬염, 아민염, 세슘염 등을 들 수 있다. 보다 구체적으로는, 폴리카르복시산암모늄, 아세트산아연, 아세트산마그네슘, 아세트산구리, 아세트산나트륨, 아세트산칼륨, 아세트산리튬, 스테아르산리튬, 질산아연, 질산리튬, 질산마그네슘, 질산구리, 아세트산칼슘, 아세트산니켈, 아세트산코발트, 황산아연, 수산화리튬, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화세슘 등을 사용할 수 있다.
- [0050] 특히 나트륨염, 칼륨염, 리튬염은 소결한 입자의 표면을 평활하게 하여, 입자의 형상을 깨끗하게 정돈할 수 있는 점에서 바람직하다.
- [0051] 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염의 혼합량은, 혼합하는 성분에도 의하지만, 금속염의 경우, 아연원 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 0.1 중량% 이상, 15.0 중량% 미만인 것이, 소성 공정에서 산화아연이 치밀하게 소결하고, 또한 절연성이 높아지는 점에서 바람직하다.
- [0052] 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염으로서 아세트산을 사용할 경우, 아세트산의 혼합량은, 아연원 입자의 중량에 대하여 0.1 ~ 10.0 중량%인 것이, 소성 공정에서 산화아연이 치밀하게 소결하는 점에서 바람직하다.
- [0053] 단, 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염에 있어서, 브롬화암모늄이나 염산과 같은 할로겐

성분을 함유하는 것이어서는 안 된다. 할로젠 성분을 함유하는 화합물을 혼합했을 경우, 구상이고 또한 메디안 경(D50)이 17~10000 μ m인 산화아연 입자를 얻는 것은 곤란하다.

- [0054] 산화아연의 함유량이 85.0 중량% 이상이고, 그 밖의 금속으로서 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하는 산화아연 입자는, 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염의 일부 또는 전부를 상기 금속 원소를 함유하는 화합물로 함으로써 얻을 수 있다.
- [0055] 이와 같은 목적으로 사용할 수 있는 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염으로서, 아세트산마그네슘, 질산마그네슘, 수산화마그네슘, 아세트산칼슘, 아세트산니켈, 아세트산코발트, 아세트산구리, 질산구리, 아세트산나트륨, 아세트산칼륨, 아세트산리튬, 수산화리튬 등을 들 수 있다.
- [0056] 그 밖의 제조 방법으로서, 상기 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염과 조합시키고, Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 갖는 금속 화합물을 사용함으로써 얻을 수도 있다. 이와 같은 제조 방법에 있어서 사용할 수 있는 금속 화합물로서는, 예를 들면 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu의 산화물 등을 들 수 있다.
- [0057] 상기 그 밖의 제조 방법에 있어서는, 최종적으로 얻을 수 있는 산화아연 입자가 산화아연 입자의 중량에 대하여 산화물 환산으로 상기 금속 원소를 15.0 중량% 미만의 비율로 함유하도록, 상기 금속 원소를 함유하는 화합물을 혼합하는 것이 바람직하다. 또한, 상기 금속 원소를 0.1 중량% 이상의 비율로 함유하도록, 상기 금속 원소를 함유하는 화합물을 혼합하는 것이 보다 바람직하다. 상기 범위 내로 함으로써, 방열 성능과 고열연성의 양쪽의 성능을 얻을 수 있다.
- [0058] 상기 공정 (1)에 있어서의 조립은, 그 방법을 특별히 한정하는 것이 아니지만, 예를 들면 상기 아연원 입자와 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염을 물에 분산시켜 슬러리로 하여, 분무 건조를 행하는 방법 등을 들 수 있다. 또한, 상기 아연원 입자에 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염의 수용액을 첨가하고, 스파르탄 류저, 스파르탄 믹서, 헨셀 믹서, 마르베 라이저 등을 사용하여 혼합해 조립하는 방법 등을 들 수 있다.
- [0059] 상기 공정 (1)에 있어서, 슬러리로 할 경우에는, 분산제를 사용해도 된다. 또한, 유기산염으로서 지방산염을 사용했을 경우에는, 유기산염 자체가 분산제로서의 기능을 가지므로, 용이하게 슬러리를 얻을 수 있는 점에서 바람직하다. 분산제로서 호적하게 사용할 수 있는 것으로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면 폴리카르복시산암모늄염(카오사제 포이즈 532A) 등을 들 수 있다.
- [0060] 슬러리의 조제 방법은 특별히 한정되지 않고, 예를 들면 상기 성분을 물에 첨가하여, 18~30℃로 10~30분간 분산시킴으로써 아연원 입자의 농도 100~1500g/ℓ의 균일한 슬러리로 할 수 있다.
- [0061] 상기 분무 건조의 방법으로서 특별히 한정되지 않고, 예를 들면 상기 슬러리를 바람직하게는 150~300℃ 정도의 기류 중에, 2유체 노즐 또는 회전 디스크 등에 의해 분무하여, 20~100 μ m 정도의 조립 입자를 만드는 방법을 들 수 있다. 이때, 슬러리의 점도가 50~3500cps가 되도록 슬러리의 농도를 제어 하는 것이 바람직하다. 슬러리의 점도는 B형 점도계(도쿄케이키사제)로 60rpm인 시어(shear)로 측정한 값이다. 이 기류 중에서 건조된 조립 입자를 서브 마이크론 오더의 필터(버그 필터)로 포집한다. 슬러리의 점도, 건조 온도, 기류 속도가 바람직한 범위에 없으면, 조립 입자는 중공 혹은 움푹 팬 형상이 되어 버린다.
- [0062] 이와 같이 하여 얻어진 입자를 소성함으로써, 상기 산화아연 입자를 얻을 수 있다. 소성 조건은 특별히 한정되는 것이 아니지만, 소성 온도가 700~1500℃, 소성 시간 1~3시간 행하고, 소성은 정치 소성에 의해 행하는 것이 바람직하다. 상기 정치 소성은, 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발(匣鉢) 중에서 행할 수 있다. 상기 소성은 1000~1200℃로 행하는 것이 보다 바람직하다. 상술한 방법에 의해 소성을 행하면, 입자끼리의 용착이 거의 없어, 입자 내부까지 치밀하게 소결한 산화아연 입자를 얻을 수 있다.
- [0063] 700℃ 미만에서의 소성이면, 입자 내부까지 충분히 소결하지 않을 우려가 있는 점에서 바람직하지 않다. 1500℃를 초과하면, 입자끼리의 용착이 진행되는 점에서 바람직하지 않다.
- [0064] 상기 방법에 의해 제조된 산화아연 입자는, 그 입도 분포에 있어서 샤프한 것이 되지만, 더욱 샤프한 것을 얻을 필요가 있을 경우나, 낮은 비율로 함유되어 있는 조대 입자를 제거하기 위해, 체에 의한 분급(分級)을 행하는 것이어도 된다. 체에 의한 분급 방법으로서, 습식 분급, 건식 분급을 들 수 있다.
- [0065] 상기 방법에서는, 원료인 아연원 입자의 입자 사이즈를 변경해도, 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기,

무기산, 무기염기 또는 그들의 염의 양, 분산제의 양, 슬러리의 농도, 소성 온도를 적절히 제어함으로써, 상기와 같은 산화아연 입자를 얻을 수 있다. 또한, 분무 건조의 경우, 2유체 노즐에 대해서는 슬러리의 공급량을, 회전 디스크에 대해서는 디스크의 회전수를 바꿈으로써, 입자 사이즈를 제어할 수도 있다. 또한, 소성 온도를 올림으로써, 소성 후의 산화아연 입자의 밀도를 올릴 수 있다.

[0066] 상기 제조 방법에 의해 얻어진 산화아연 입자는, 종래의 산화아연 입자에 대하여,

[0067] 1. 입자 사이즈를 크게 할 수 있고, 구상화할 수도 있다.

[0068] 2. 제조 방법에 있어서 로(爐)를 상치내는 플럭스(flux)를 사용할 필요가 없다.

[0069] 3. 수지에의 대량의 충전이 가능.

[0070] 4. 수지에 고충전하면 매우 우수한 방열 성능을 나타낸다.

[0071] 등의 이점을 갖는다. 이는 입자경이 종래의 산화아연 입자에 대하여 매우 커, 입자 형상이 구상으로 형태 제어되고, 또한 결정성과 밀도가 높은 점에 유래하는 것이다.

[0072] 본 발명의 산화아연 입자는 그 용도를 특별히 한정하는 것이 아니지만, 예를 들면 방열성 필러의 용도에 있어서 효과적으로 사용할 수 있다. 이와 같은 방열성 필러도 본 발명의 일부이다.

[0073] 상기 산화아연 입자를 방열성 필러로서 사용할 경우, 수지와 혼합한 방열성 수지 조성물로서 사용할 수 있다. 이 경우, 사용하는 수지는 열가소성 수지여도 열경화성 수지여도 되고, 에폭시 수지, 페놀 수지, 폴리페닐렌설파이드(PPS) 수지, 폴리에스테르계 수지, 폴리아미드, 폴리이미드, 폴리스티렌, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리염화비닐, 폴리염화비닐리덴, 불소 수지, 폴리메타크릴산메틸, 에틸렌?아크릴산에틸 공중합체(EEA) 수지, 폴리카보네이트, 폴리우레탄, 폴리아세탈, 폴리페닐렌에테르, 폴리에테르이미드, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(ABS) 수지, 에폭시, 페놀, 액정 수지(LCP), 실리콘 수지, 아크릴 수지 등의 수지를 들 수 있다.

[0074] 본 발명의 방열성 수지 조성물은, (1) 열가소성 수지와 상기 산화아연 입자를 용융 상태로 혼련함으로써 얻어진 열성형용의 수지 조성물, (2) 열경화성 수지와 상기 산화아연 입자를 혼련 후, 가열 경화시킴으로써 얻어진 수지 조성물, (3) 수지 용액 또는 분산액 중에 상기 산화아연 입자를 분산시킨 도료용의 수지 조성물이어도 된다.

[0075] 본 발명의 방열성 수지 조성물 중의 상기 산화아연 입자의 배합량은, 목적으로 하는 방열 성능이나 수지 조성물의 경도 등, 수지 조성물의 성능에 맞게 임의로 결정할 수 있다. 상기 산화아연 입자의 방열 성능을 충분히 발현시키기 위해서는, 수지 조성물 중의 고형분 전량에 대하여 60 체적% 이상, 보다 바람직하게는 68 체적% 이상의 산화아연 입자를 함유하는 것이 바람직하다.

[0076] 본 발명의 방열성 수지 조성물이 열성형용의 수지 조성물인 경우, 용도에 따라 수지 성분을 자유롭게 선택할 수 있다. 예를 들면 열원과 방열판에 접촉해 밀착시킬 경우에는, 실리콘 수지나 아크릴 수지와 같은 접착성이 높고 경도가 낮은 수지를 선택하면 된다.

[0077] 본 발명의 방열성 수지 조성물이 도료용의 수지 조성물인 경우, 수지는 경화성을 갖는 것이어도, 경화성을 갖지 않는 것이어도 된다. 도료는 유기 용매를 함유하는 용제계의 것이어도, 수중에 수지가 용해 또는 분산된 수계(水系)의 것이어도 된다.

[0078] 상기 산화아연 입자를 방열성 필러로서 사용할 경우, 광유(鑛油) 또는 합성유를 함유하는 기유(基油)와 혼합한 방열성 그리스로서 사용할 수도 있다. 이와 같은 방열성 그리스로서 사용할 경우에는, 합성유로서 α -올레핀, 디에스테르, 폴리올에스테르, 트리멜리트산에스테르, 폴리페닐에테르, 알킬페닐에테르 등을 사용할 수 있다. 또한, 실리콘 오일과 혼합한 방열성 그리스로서 사용할 수도 있다.

[0079] 본 발명의 산화아연 입자는, 방열성 필러로서 사용할 경우, 그 밖의 성분을 병용하여 사용할 수도 있다. 병용하여 사용할 수 있는 그 밖의 성분으로서, 산화마그네슘, 산화티탄, 산화알루미늄 등의 금속 산화물, 질화알루미늄, 질화붕소, 탄화규소, 질화규소, 질화티탄, 금속 실리콘, 다이아몬드 등의 산화아연 이외의 방열성 필러, 수지, 계면 활성제 등을 들 수 있다.

[0080] 본 발명의 산화아연 입자는, 메디안경(D50)이 보다 작은 산화아연 입자 및 다른 방열성 필러와 조합시켜 사용함으로써, 보다 우수한 방열 성능을 얻을 수 있다. 조합시켜 사용하는 메디안경(D50)이 작은 산화아연 입자는, 구상, 침상(針狀), 봉상(棒狀), 판상(板狀) 등의 형상을 갖는 것이 바람직하다.

[0081] 본 발명의 산화아연 입자는, 상술한 방열성 필러 외에, 고무의 가황 촉진제, 도료?잉크용 안료, 페라이트나 배

리스터 등의 전자 부품, 의약품, 화장품 등의 분야에 있어서도 사용할 수 있다.

- [0082] 또한 Mg, Ca, Ni, Co, Li, Na, K 및 Cu로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 하나의 금속 원소를 함유하는 산화아연 입자는, 절연 성능에 있어서 우수하므로, 전자 기기 분야에 있어서 사용되는 방열성 필터에 특히 효과적으로 사용할 수 있다.
- [0083] [실시예]
- [0084] 이하에, 실시예를 들어 본 발명을 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 의해 한정되는 것이 아니다.
- [0085] (실시예 1)
- [0086] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m) 600g을 물에 리필프하고, 미세 산화아연의 중량에 대하여 분산제(카오사제 포이즈 532A) 3.50 중량%를 혼합하고, 아세트산 0.61 중량%를 혼합하여 농도가 600g / ℓ가 되는 슬러리를 조제한다. 다음으로, 이 슬러리를 라보스프레이 드라이어 DCR형(사카모토기겐사제)으로 분무 건조함으로써 조립 입자를 얻는다. 이를 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어 1200℃로 3시간 정치 소성했다. 이를 냉각 후, 1.0리터의 물에 분산 후, 200메시(mesh)(오프닝(opening) 75 μ m)의 체를 통과시키고, 통과한 슬러리를 여과, 건조함으로써, 입자끼리의 융착이 거의 없고, 입자 내부까지 치밀하게 소결한 구상이고 또한 메디안경(D50)이 28.5 μ m인 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰했다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 1에 나타낸다. 또한 저배율에서의 전자 현미경 사진을 도 2에 나타낸다.
- [0087] (실시예 2~6)
- [0088] 첨가하는 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염, 첨가량, 처리 조건을 표 1에 나타낸 것으로 변경한 것 이외에는 실시예 1과 같은 방법으로 산화아연 입자를 제조했다.
- [0089] (실시예 7)
- [0090] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m) 10kg을 스파르탄 류저 RMOJ-15HN(다루톤사제)의 원통 용기 내부에 충전하고, 미세 산화아연의 중량에 대하여 0.61 중량%의 아세트산을 물 1.8리터에 혼합한 수용액을 첨가하면서, 초파(chopper) 및 믹싱 아암의 회전수를 1320rpm으로 설정하여 240초간 혼합하고, 수용액 첨가 후에 2410rpm으로 340초간 더 혼합함으로써 조립 입자를 얻는다. 이를 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어 1000℃로 3시간 정치 소성했다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰한 바, 입자 내부까지 치밀하게 소결한 메디안경(D50)이 223.7 μ m인 입자가 얻어지고 있었다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 8에 나타낸다.
- [0091] (실시예 8~18)
- [0092] 첨가하는 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염, 첨가량, 처리 조건을 표 1, 2에 나타낸 것으로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 같은 방법으로 산화아연 입자를 제조했다. 또한, 표 중에는 첨가한 금속의 산화물 환산으로의 첨가량의 계산값도 나타냈다.
- [0093] 또한, 표 1~4에서의 측정은 이하에 나타내는 방법에 따라 행했다.
- [0094] (메디안경(D50), D10, D90)
- [0095] 산화아연 입자 1.0g을 칭량(秤量)하고, 0.025 중량% 헥사메타인산나트륨 수용액 100ml에 분산시켜, 그 분산액을 레이저 회절 / 산란식 입도 분포 측정 장치 LA-750(호리바세이사쿠쇼사제)의 0.025 중량% 헥사메타인산나트륨 수용액으로 채운 시료 버스에 투입하여, 순환 속도 : 15, 초음파 강도 : 7, 초음파 시간 : 3분의 설정 조건 하에서 측정을 행했다. 실온 하에서 있어서의 산화아연의 굴절률이 1.9~2.0, 물의 굴절률이 1.3이므로, 상대 굴절률은 1.5로 설정하여 메디안경(D50), D10, D90을 구했다.
- [0096] (어스펙트비)
- [0097] 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 촬영한 전자 현미경 사진의 100개의 입자에 대해서, 입자의 중심을 통과하는 장경과 단경의 길이를 자로 측정하여, 장경 / 단경의 비를 구하고, 그 평균값을 어스펙트비로 했다. 또한, 250개의 입자에 대해서 어스펙트비를 측정하여, 어스펙트비가 1.10 이하인 것의 개수의 비율(%)을 산출했다.

- [0098] (밀도)
- [0099] 세정하고, 건조한 용량 : 100ml의 게이워삭 비중병의 중량 a(g)를 0.1mg의 자릿수까지 재고, 증류수를 표선까지 첨가하여 그 중량 b(g)를 0.1mg의 자릿수까지 잰다. 다음으로, 그 게이워삭 비중병을 건조한 후, 시료 5g을 넣어 중량을 재고, 시료의 중량 c(g)를 산출한다. 증류수를 시료가 덮힐 때까지 첨가하고, 진공 데시케이터(desiccator) 중에서 증류수 중의 공기를 제거한다. 표선까지 증류수를 첨가하여, 그 중량 d(g)를 0.1mg의 자릿수까지 재고, 다음 식에 의해 밀도를 산출했다.
- [0100] $\text{밀도}(\text{g} / \text{cm}^3) = c / ((b-a)+c-(d-a))$
- [0101] (겉보기 밀도)
- [0102] JIS K 5101-12-1 안료 시험 방법-겉보기 밀도 또는 겉보기 비용(정치법)에 따라 겉보기 밀도를 측정했다.
- [0103] (탭 벌크 밀도)
- [0104] JIS R 1639-2에 따라 탭 벌크 밀도의 측정을 행했다.
- [0105] (필러의 충전율)
- [0106] (i) EEA 수지(닛폰폴리에틸렌사제 렉스퍼 A1150) 및 실시예 1, 7, 10, 12의 산화아연 입자, (ii) 비교예 1의 필러를 혼합하지 않은 EEA수지, (iii) EEA 수지 및 비교예 2, 4의 산화아연 입자, (iv) EEA 수지 및 비교예 7, 8의 알루미늄(쇼와덴코사제)를 표 4에 따라 배합했다. 그 밖의 실시예, 비교예에 대해서도, 상기와 같은 방법에 준하여 배합했다. 필러의 충전율(체적%)은, EEA 수지의 비중을 0.945, 산화아연 입자의 비중을 5.55, 알루미늄 입자의 비중을 3.80이라고 가정하여 구한 것이다. 필러의 중량을 a(g), 필러의 비중을 A, EEA 수지의 중량을 b(g), EEA 수지의 비중을 B라고 했을 때, 다음 식에 의해 필러의 충전율(체적%)을 산출했다.
- [0107] $\text{필러의 충전율(체적\%)} = (a/A) / (a/A + b/B) \times 100$
- [0108] (수지 조성물의 시트의 작성)
- [0109] 표 1~4에 나타내는 필러의 충전율(체적%)의 비율로 (i) EEA 수지 및 실시예 1~4, 6, 7, 10~18의 산화아연 입자, (ii) 비교예 1의 필러를 혼합하지 않은 EEA 수지, (iii) EEA 수지 및 비교예 2, 4, 5, 6의 산화아연 입자, (iv) EEA 수지 및 비교예 7, 8의 알루미늄을 LABO PLASTMILL(도요세이키세이사쿠쇼사제)로 믹서의 회전수 40rpm, 150℃로 10분간 가열 혼련했다.
- [0110] 필러와 수지의 혼련물을 취출하여, 두께 2mm의 스테인리스제 주형판(150mm×200mm)의 중앙에 놓고, 상하로부터 스테인리스제 판(200mm×300mm)에 끼워, 미니테스트 프레스-10(도요세이키세이사쿠쇼사제)의 시료대에 설치하고, 150℃로 가열하면서 0.5MPa로 5분간 가압하고, 압(壓)을 25MPa로 더 올려 150℃로 가열하면서 3분간 가압했다.
- [0111] 다음으로, 증기 프레스(곤노유아츠키세이사쿠쇼사제)의 시료대에 설치하고, 증기를 통기하여 가열한 상태로 압을 25MPa까지 올린 후, 냉각수를 통수하여 25MPa로 5분간 냉각함으로써 수지 조성물의 시트를 얻었다.
- [0112] (체적 고유 저항값)
- [0113] 얻어진 시트를 30℃로 조정된 항온조 내에 넣어 30분간 이상 방치 후, 고온조 내에서 시트를 70mmφ의 황동제의 음전극판과, 100mmφ의 황동제의 양전극판에 끼워, 직류 500V의 전압을 인가하고, 1분간 충전 후의 체적 저항을 측정했다. 측정은 디지털 초고(超高)저항 / 미소 전류계(가부시키가이샤 에이디씨사제)로 행했다.
- [0114] 체적 고유 저항값 $\sigma(\Omega \cdot \text{cm})$ 은, 다음 식에 의해 구했다.
- [0115] $\sigma = \pi d^2 / 4t \times Ru$
- [0116] t : 시험편(시트)의 두께(cm)
- [0117] d : 가장 내측의 전극의 직경
- [0118] Ru : 체적 저항(Ω)
- [0119] (열전도율)
- [0120] 다음으로, 시트를 펀치로 55mmφ의 형상으로 도려내어 55mmφ, 두께 2.0mm의 성형체로 하고, AUTOΛ HC-110(에

이코세이키사제 열류계법)의 시료대에 설치하여 열전도율의 측정을 행했다. AUTOA HC-110은, 측정 전에 두께 6.45mm의 Pyrex 표준판으로 교정한다. 고온 히터의 온도를 35℃, 저온 히터의 온도를 15℃로 설정하여 측정함으로써, 25℃로 열평형 상태에 달했을 때의 열전도율(W/m²K)을 구했다. 결과를 표 1~4에 나타낸다.

[0121] (비교예 1)

[0122] 필러를 첨가하지 않은 EEA 수지의 같은 성형체에 대해서, 상기 실시예와 같은 열전도율을 측정했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다.

[0123] (비교예 2)

[0124] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m)에 대해서, 상기 실시예와 같은 열전도율을 측정했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다.

[0125] (비교예 3)

[0126] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m) 600g을 물에 리필프하여 농도가 1200g/ℓ가 되는 슬러리를 조제한다. 다음으로, 이 슬러리를 라보스프레이 드라이어 DCR형(사카모토기겐사제)으로 분무 건조함으로써 조립 입자를 얻는다. 이를 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어 1000℃로 3시간 정치 소성했다. 이를 냉각 후, 1.0리터의 물에 분산 후, 200메시(오프닝 75 μ m)의 체를 통과시키고, 통과한 슬러리를 여과, 건조함으로써, 메디안경(D50)이 13.3 μ m인 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰했다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 23에 나타낸다.

[0127] (비교예 4)

[0128] 산화아연 1종(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.6 μ m) 1200g과 브롬화암모늄 12g(산화아연 1종의 중량에 대하여 1.00 중량%)을 30초간 건식 혼합하고, 혼합분을 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어, 1150℃로 3시간 소성했다.

[0129] 이를 냉각 후, 3.5리터의 물에 분산 후, 200메시(오프닝 75 μ m)의 체를 통과시키고, 통과한 슬러리를 여과, 건조함으로써, 메디안경(D50)이 10.2 μ m인 의구상(擬球狀)의 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰했다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 24에 나타낸다. 상기 실시예와 같은 열전도율을 측정했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다.

[0130] (비교예 5)

[0131] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m) 600g을 물에 리필프하고, 미세 산화아연의 중량에 대하여 분산제(카오사제 포이즈 532A) 3.50 중량%를 혼합하고, 브롬화암모늄 1.00 중량%를 혼합하여 농도가 840g/ℓ가 되는 슬러리를 조제한다. 다음으로, 이 슬러리를 라보스프레이 드라이어 DCR형(사카모토기겐사제)으로 분무 건조함으로써 조립 입자를 얻는다. 이를 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어 1000℃로 3시간 정치 소성했다. 이를 냉각 후, 1.0리터의 물에 분산 후, 200메시(오프닝 75 μ m)의 체를 통과시키고, 통과한 슬러리를 여과, 건조함으로써, 메디안경(D50)이 14.4 μ m인 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰했다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 25에 나타낸다. 상기 실시예와 같은 열전도율을 측정했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다.

[0132] (비교예 6)

[0133] 미세 산화아연(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.2 μ m) 600g을 물에 리필프하고, 미세 산화아연의 중량에 대하여 분산제(카오사제 포이즈 532A) 3.50 중량%를 혼합하고, 염산 0.37 중량%를 혼합하여 농도가 580g/ℓ가 되는 슬러리를 조제한다. 다음으로, 이 슬러리를 라보스프레이 드라이어 DCR형(사카모토기겐사제)으로 분무 건조함으로써 조립 입자를 얻는다. 이를 멀라이트제, 멀라이트?코디어라이트제 등의 갑발에 넣어 1000℃로 3시간 정치 소성했다. 이를 냉각 후, 1.0리터의 물에 분산 후, 200메시(오프닝 75 μ m)의 체를 통과시키고, 통과한 슬러리를 여과, 건조함으로써, 메디안경(D50)이 13.2 μ m인 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 산화아연 입자의 사이즈?형태를 주사형 전자 현미경 JSM-5400(닛폰덴시사제)으로 관찰했다. 얻어진 전자 현미경 사진을 도 26에 나타낸다. 상기 실시예와 같은 열전도율을 측정했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다.

[0134] (비교예 7, 8)

[0135] 표 3에 기재한 물성을 갖는 방열성 재료용의 알루미늄 입자에 대해서, 상기 실시예와 같은 물성 평가를 행했다. 결과를 표 3, 4에 나타낸다. 또한, 전자 현미경 사진을 도 27, 28에 나타낸다.

[0136] (비교예 9)

[0137] 산화아연 1종(사카이가가쿠고교사제 메디안경(D50) 0.6 μ m)의 산화아연 입자의 슬러리에 ZnO 93.9mol%, Bi₂O₃ 0.10mol%, Co₂O₃ 1.00mol%, MnO 1.00mol%, Sb₂O₃ 2.00mol%, NiO 2.00mol%, Al³⁺ 0.005mol%가 되는 비율로, 이들 산화물을 첨가했다. 이 슬러리를 라보스포레이 드라이어 DCR형(사카모토기겐사제)으로 분무 건조함으로써, 조립 입자를 얻는다. 얻어진 조립 입자를 1200℃로 소성함으로써, 비교예 9의 산화아연 입자를 얻었다. 얻어진 입자의 전자 현미경 사진을 도 29, 도 30에 나타냈다. 비교예 9의 입자에 대해서, 겉보기 밀도를 측정한 바 1.94g/ml이며, 탭 벌크 밀도는 2.74g/cm³였다. 이 결과로부터, 고밀도의 입자를 얻지 못하고 있음이 명확했다. 또한, 도 29, 30에서도 공극(空隙)이 많고, 형상에 있어서도 진구도(眞球度)가 낮아, 구상이 아닌 입자가 다수 함유되는 입자임은 명확하다. 또한, 비교예 9의 산화아연 입자의 어스펙트비는 1.40이며, 어스펙트비 1.10 이하의 입자의 비율은 6%이다. 이들 평가 결과를 표 3에 기재했다.

[0138] [표 1]

실시예	1	2	3	4	5	6	7	8	9
평가 시약(성분 ①/성분 ②)	아세트산/-	질산아연(수화물)/-	황산/-	시트르산/-	과산화수소/-	질산/-	아세트산/-	질산비그리놀 64수화물/-	수산화리튬(수화물)/-
성분 ①의 첨가량	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 3.04 중량%	산화아연에 대하여 0.97 중량%	산화아연에 대하여 1.96 중량%	산화아연에 대하여 0.35 중량%	산화아연에 대하여 0.04 중량%	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 2.70 중량% (산화아연에 대하여 MgO로서 0.42 중량%)	산화아연에 대하여 0.43 중량% (산화아연에 대하여 Li ₂ O로서 0.31 중량%)
성분 ②의 첨가량									
본시제(또는 532A)의 첨가량	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.00 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%
슬러리의 농도(g/l)	600	480	1330	790	1000	180	1000℃/3시간	500	1360
소성 온도/소성 시간	1200℃/3시간	1200℃/3시간	1000℃/3시간	1000℃/3시간	1000℃/3시간	1000℃/3시간	1000℃/3시간	1200℃/3시간	1000℃/3시간
메디안경 D50 (μ m)	28.5	35.2	34.3	32.4	31.1	22.6	223.7	31.3	23.0
D10 (μ m)	17.7	21.9	21.2	20.7	18.6	14.6		18.9	13.7
D90 (μ m)	47.4	57.1	56.0	51.5	51.0	86.7		49.8	38.3
D90/D10	2.7	2.6	2.6	2.5	2.7	2.5		2.6	2.8
어스펙트비	1.02	1.05	1.08	1.08	1.07	1.05	1.35	1.06	1.10
입자 250개 중의 어스펙트비 1.10 이하의 입자의 비율(%)	96	93	94	93	92	95	12	94	92
밀도 (g/cm^3)	4.78	4.75	4.64	4.58	4.61	4.65	4.65	5.18	4.80
겉보기 밀도 (g/ml)	2.81	2.74	2.77	2.76	2.73	2.59	2.10	2.76	2.83
탭 벌크 밀도 (g/cm^3)	3.50	3.30	3.38	3.39	3.26	3.19	2.93	3.39	3.44
필러 충전율 ① (체적%)	62.9	62.9	62.9	62.9		62.9	62.9		
밀집도율 ① (W/m ³)	3.3	3.1	3.2	3.2		3.0	4.6		
체적 고무 저항률 ① ($\Omega \cdot cm$)	1.1×10^6	5.5×10^6	2.7×10^6	9.4×10^6		8.3×10^6	2.9×10^{11}		
필러 충전율 ② (체적%)	68.8								
밀집도율 ② (W/m ³)	9.5								
체적 고무 저항률 ② ($\Omega \cdot cm$)	3.3×10^6								

[0139]

[0140] [표 2]

일시	10	11	12	13	14	15	16	17	18
평가 지역 (성분 ①/성분 ②)	아세토산/아세트산리톨	아세트산/아세트산구(1)	아세트산/아세트산구(2)	아세트산/아세트산구(3)	아세트산/아세트산구(4)	아세트산/아세트산구(5)	아세트산/아세트산구(6)	아세트산/아세트산구(7)	아세트산/아세트산구(8)
성분 ①의 평가량	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 26.9 중량% (산화아연에 대하여 MgO로서 5.00 중량%)	산화아연에 대하여 53.7 중량% (산화아연에 대하여 MgO로서 10.0 중량%)	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 0.61 중량%	산화아연에 대하여 0.84 중량% (산화아연에 대하여 Na ₂ O로서 0.64 중량%)	산화아연에 대하여 1.00 중량% (산화아연에 대하여 K ₂ O로서 0.96 중량%)
성분 ②의 평가량	산화아연에 대하여 0.50 중량% (산화아연에 대하여 NiO로서 0.23 중량%)	산화아연에 대하여 0.50 중량% (산화아연에 대하여 Cu ₂ O로서 0.58 중량%)	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 17.0 중량% (산화아연에 대하여 NiO로서 5.00 중량%)	산화아연에 대하여 16.0 중량% (산화아연에 대하여 CaO로서 5.00 중량%)	산화아연에 대하여 10.3 중량% (산화아연에 대하여 CaO로서 3.00 중량%)		
본산제(포이브 S32A)의 평가량	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%	산화아연에 대하여 3.50 중량%
물리학적 특성									
소성 온도/소성 시간	1000°C/3시간	1150°C/3시간	1200°C/3시간	1200°C/3시간	1200°C/3시간	1200°C/3시간	1200°C/3시간	1000°C/3시간	1000°C/3시간
메타인장 D50 (μm)	31.9	32.5	29.0	27.3	33.3	28.7	31.7	35.4	34.4
D10 (μm)	20.5	19.8	19.0	17.7	21.9	18.3	21.1	19.9	20.2
D90 (μm)	50.6	53.0	45.3	42.5	52.2	46.0	49.2	57.7	56.6
D50/D10	2.5	2.7	2.4	2.4	2.4	2.5	2.3	2.9	2.8
아스펙트비	1.01	1.03	1.04	1.05	1.05	1.03	1.04	1.05	1.08
입자 250μm 이하의 아스펙트비 1.10 이하의 입자의 비율(%)	95	91	95	94	95	95	95	98	98
밀도 (g/cm ³)	4.85	4.28	5.05	5.06	4.81		5.01	4.88	4.84
겉표기 밀도 (g/ml)	2.88	2.53	2.55	2.54	2.59	2.24	2.81	2.85	2.84
겉표기 밀도 (g/cm ³)	3.32	3.24	3.43	3.20	3.41	2.81	3.56	3.43	3.51
필터 충전율 ① (체적 %)	62.9	62.9	62.3	62.9	62.9	62.9	62.9	62.9	62.9
필터 충전율 ② (체적 %)	3.0	3.6	2.3	2.0	2.0	2.3	3.2	2.5	3.0
체적 고우 저항률 ① (Ω·cm)	1.1×10 ¹³	5.2×10 ¹²	3.7×10 ¹³	4.3×10 ¹⁴	3.2×10 ¹²	3.7×10 ¹¹	2.1×10 ¹⁴	1.2×10 ¹²	5.1×10 ¹²
필터 충전율 ② (체적 %)	68.8	68.8	69.2	68.8	68.8	68.8			
필터도율 ② (W/m ² ·K)	5.3	3.9	4.0	2.3	2.2	2.7			
체적 고우 저항률 ② (Ω·cm)	3.4×10 ¹²	1.2×10 ¹³	2.6×10 ¹³	1.2×10 ¹³	2.9×10 ¹¹	4.5×10 ¹¹			

[0141]

[0142]

[표 3]

비교예	1	2	3	4	5	6	7	8	9
평가 시약 (성분 ①/성분 ②)						영신/-			
성분 ①의 첨가량				신화이면에 대하여 1.00 중량%	신화이면에 대하여 1.00 중량%	신화이면에 대하여 0.37 중량%			
성분 ②의 첨가량									
본 실험예(도이즈 532A)의 첨가량					신화이면에 대하여 3.50 중량%	신화이면에 대하여 3.50 중량%			
슬러리의 농도(g/l)			1200		840	580			
소성 온도/소성 시간			1000°C/3시간	1150°C/3시간	1000°C/3시간	1000°C/3시간			
메디안径 D50 (μm)		0.2	13.3	10.2	14.4	13.2	28.4	33.5	
D10 (μm)		0.1	5.1	6.1	6.6	7.0	20.2	18.1	
D80 (μm)		0.5	47.4	16.8	27.6	23.1	42.0	57.0	
D90/D10		4.3	9.3	2.8	4.2	3.3	2.1	3.1	
아스펙트비			1.33	1.37	1.45	1.39	1.07	1.05	1.40
입자 250개 중의 아스펙트비 1.10 이하의 입자의 비율(%)			6	3	4	8	94	92	6
밀도 (g/cm ³)		4.12	4.80	4.83	4.81	4.80			
겉보기 밀도 (g/ml)		0.29	1.07	1.01	1.03	0.83	2.10	2.16	1.94
타입 밀크 밀도 (g/cm ³)		0.82	2.69	2.64	2.64	2.50	2.51	2.67	2.74
필러 충전율 ① (체적%)	0	62.9		62.9	62.9	62.9	62.9	62.9	
열전도율 ① (W/m·K)	0.3	1.4		2.2	2.4	2.5	1.7	2.3	
체적 고유 저항률 ① (Ω·cm)	6.5×10^{-5}			3.5×10^{-6}	1.1×10^{-11}	5.8×10^{-10}	1.6×10^{-6}	3.6×10^{-4}	
필러 충전율 ② (체적%)				66.7			68.8	68.8	
열전도율 ② (W/m·K)				2.7			1.1	2.4	
체적 고유 저항률 ② (Ω·cm)				1.3×10^{-10}			4.2×10^{-6}	1.8×10^{-5}	

[0143]

[0144] [표 4]

	비교예 1	실시예 1	실시예 1	실시예 1	실시예 7	실시예 10	실시예 10	실시예 12	실시예 12	비교예 2	비교예 4	비교예 4	비교예 7	비교예 7	비교예 8	비교예 8
	비교예 1	실시예 1	실시예 1	실시예 1	실시예 7	실시예 10	실시예 10	실시예 12	실시예 12	비교예 2	비교예 4	비교예 4	비교예 7	비교예 7	비교예 8	비교예 8
EEA수지	42.3	16.9	16.9	218.4	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9	16.9
실시예 1의 산화아연 입자		168.0														
실시예 7의 산화아연 입자				168.0												
실시예 10의 산화아연 입자					168.0	218.4										
실시예 12의 산화아연 입자								168.0	218.4							
비교예 2의 산화아연 입자										168.0						
비교예 4의 산화아연 입자											168.0	198.8				
비교예 7의 알루미나													115.0	149.6		
비교예 8의 알루미나															115.0	149.6
필러의 충전율(체적 %)	0.0	62.9	68.8	62.9	62.9	62.9	68.8	63.3	69.2	62.9	62.9	66.7	62.9	68.8	62.9	68.8
열전도율(W/m·K)	0.3	3.3	9.5	4.6	3.0	5.3	2.8	4.0	1.4	2.2	2.7	1.7	1.1	2.3	2.4	2.4
체적 고무 저항값(Ω·cm)	6.5×10^{15}	1.1×10^{10}	3.8×10^9	2.9×10^{11}	1.1×10^{13}	3.4×10^{12}	3.7×10^{13}	2.6×10^{13}		3.5×10^{10}	1.3×10^{10}	1.6×10^{14}	4.2×10^{14}	3.6×10^{14}	1.8×10^{15}	

[0145]

[0146] 표 4의 실시예와 같이, 실시예 1의 산화아연 입자를 높은 체적%(68.8 체적%)로 충전함으로써 열전도율 : $9.5(W/m^2K)$ 로 비약적으로 향상했다. 이는 실시예 1의 산화아연 입자가 구상이고 고밀도이며, 또한 메디안경(D50)이 $28.5\mu m$ 인 대입자인 것에 유래하는 것이다. 따라서, 예를 들면 비교예 4와 같은 메디안경(D50)이 $10.2\mu m$ 인 산화아연 입자에서는, 실시예 1의 산화아연 입자와 비교하면 입자 사이즈가 작고 구상도 아니기 때문에 충전 효율이 나빠져, 68.8 체적%까지 충전할 수 없어 실시예 1 정도의 열전도율을 얻을 수 없다.

[0147] 표 4에서 본 발명의 방열성 필러는, 범용되고 있는 방열성 필러보다도 우수한 성능을 갖는 것임이 명확하다. 또한, 저충전, 고충전 중 어느 쪽에서도 방열 성능의 부여가 가능한 것이 명확하다.

[0148] 표 2 및, 표 4에서 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염으로서 리튬, 나트륨, 칼륨, 구리, 마그네슘, 칼슘, 니켈, 코발트의 염을 사용하면, 입자경이나 방열성에 있어서 호적한 물성을 유지한 채로 절연성을 대폭 개선할 수 있는 것이 명확하다.

산업상 이용가능성

[0149] 본 발명의 산화아연 입자는, 방열성 필러로서 호적하게 사용할 수 있고, 그 밖에는 고무의 가황 촉진제, 도료?

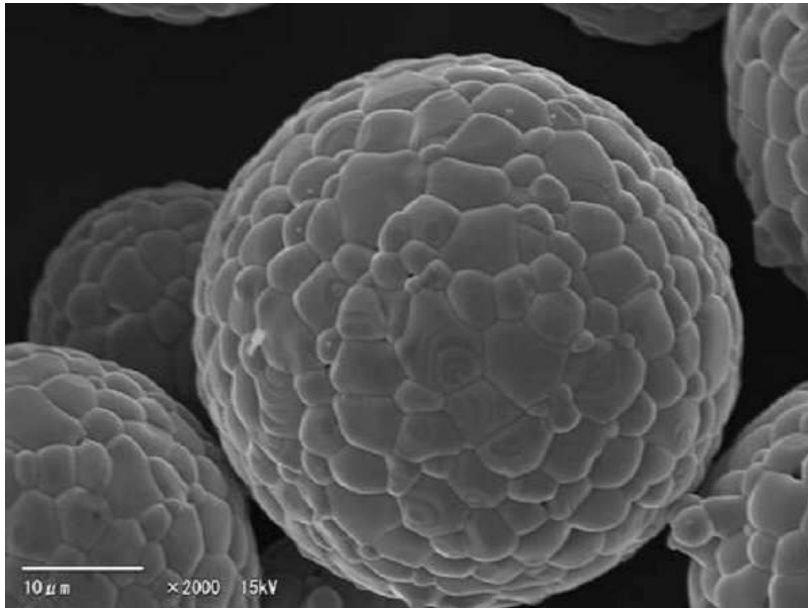
잉크용 안료, 페라이트나 배리스터 등의 전자 부품, 의약품, 화장품 등의 용도에 있어서도 사용할 수 있다.

[0150]

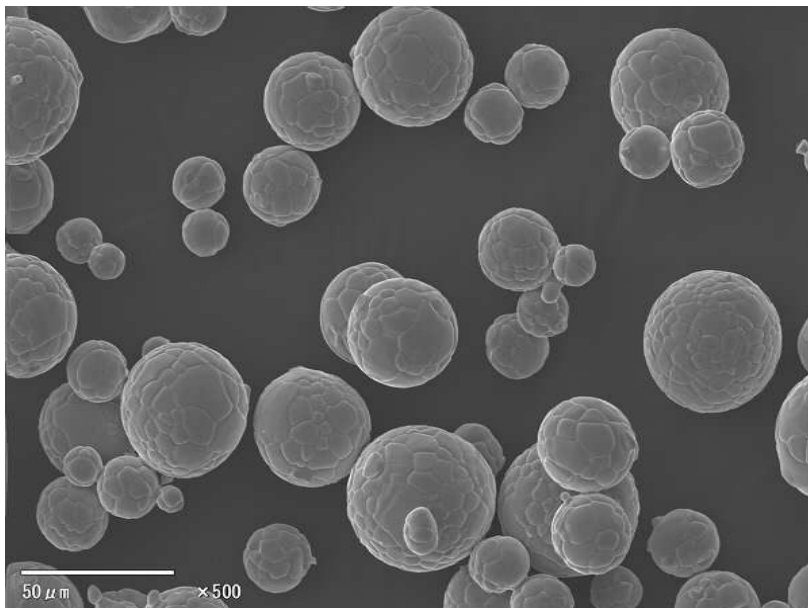
또한, 할로젠을 함유하지 않은 유기산, 유기염기, 무기산, 무기염기 또는 그들의 염으로서 리튬, 나트륨, 칼륨, 구리, 마그네슘, 칼슘, 니켈, 코발트의 염을 사용한 것은, 절연성에 있어서도 우수한 성능을 가지므로, 전자 기기 용도에 있어서 특히 효과적으로 사용할 수 있다. 특히, 전자 기기용의 방열성 필러로서 효과적으로 사용할 수 있다.

도면

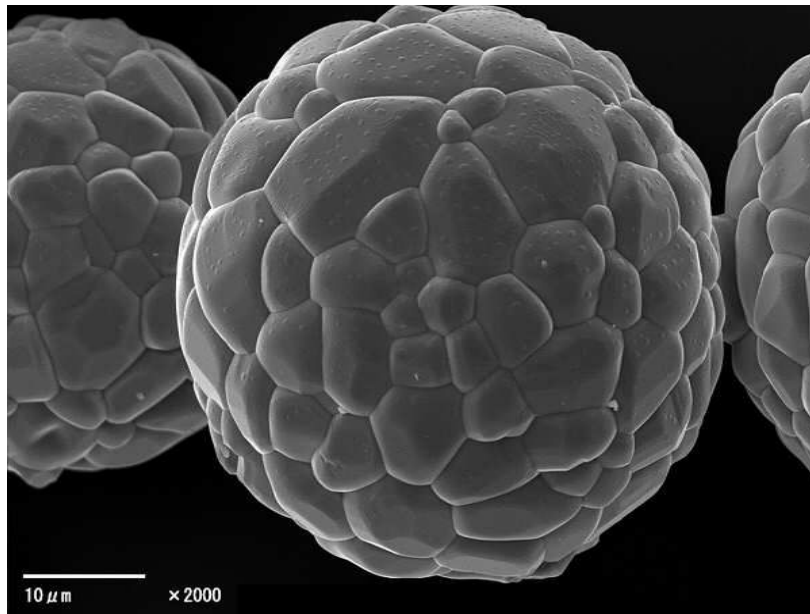
도면1



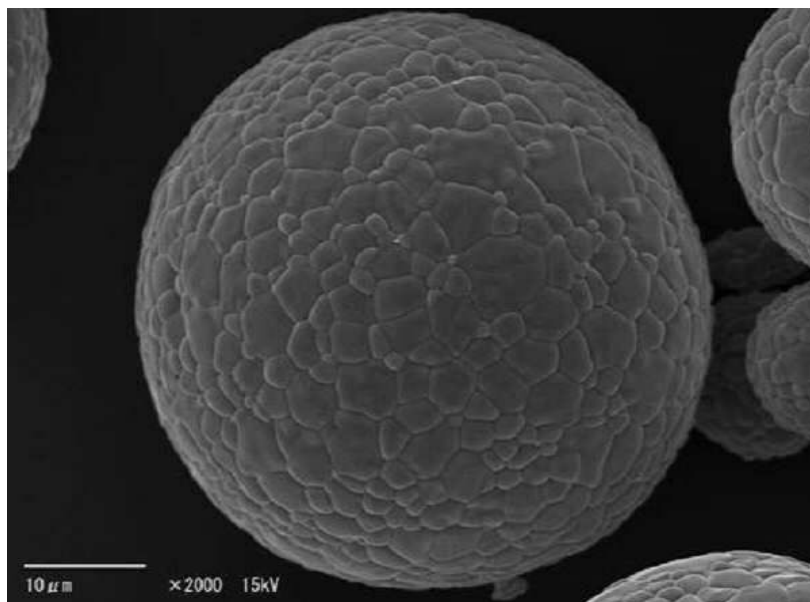
도면2



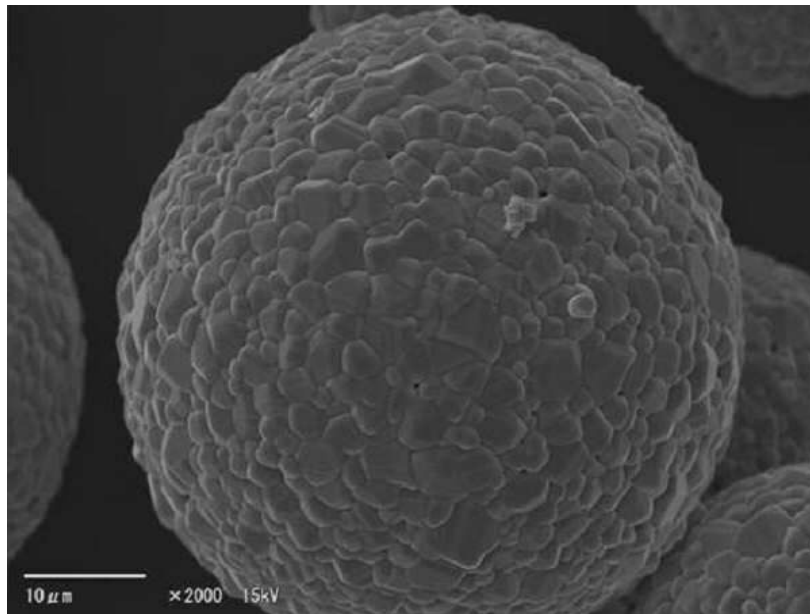
도면3



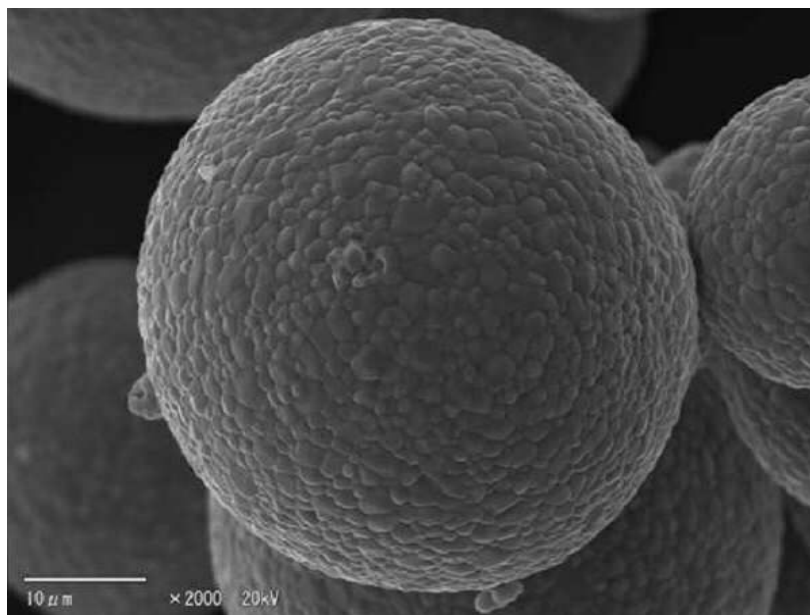
도면4



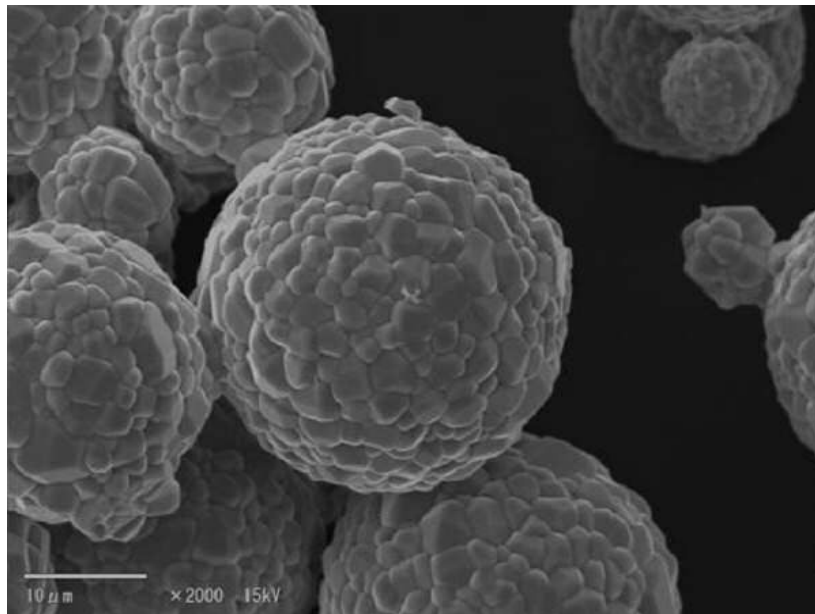
도면5



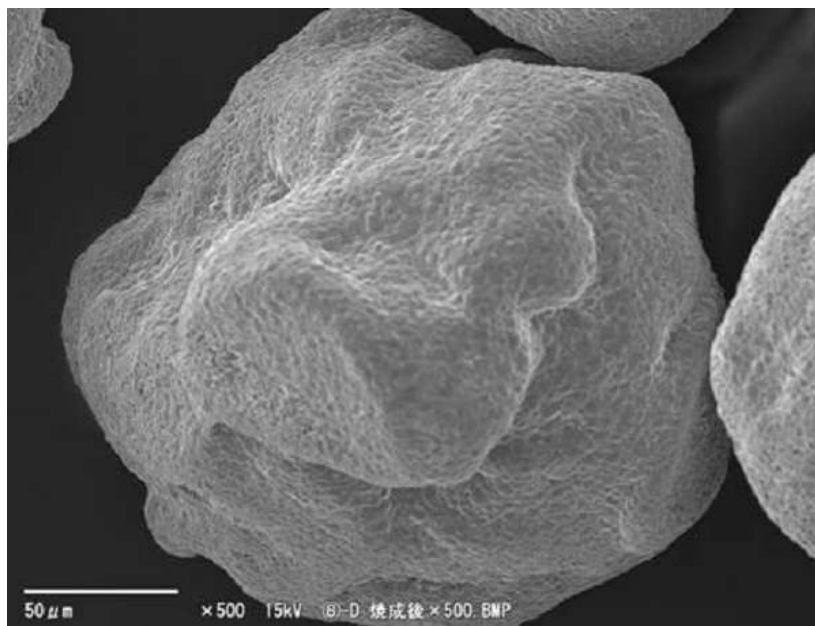
도면6



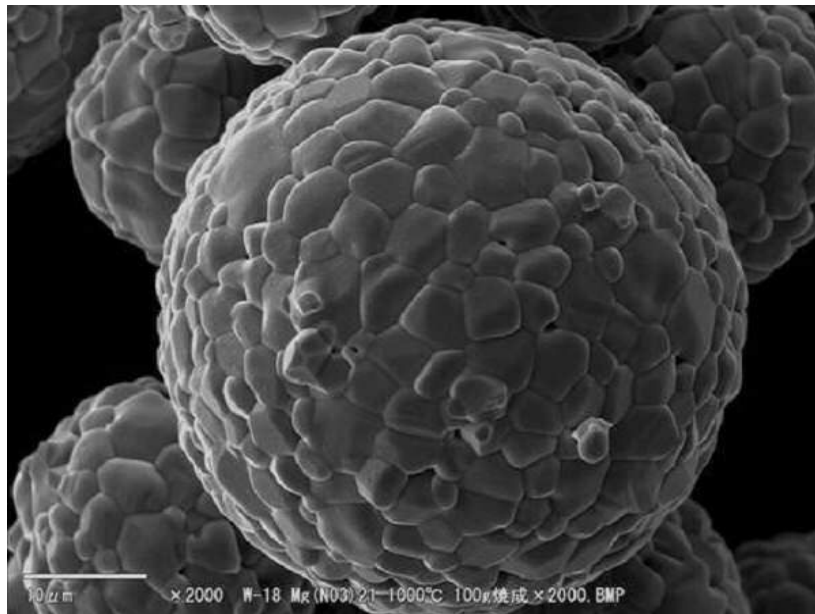
도면7



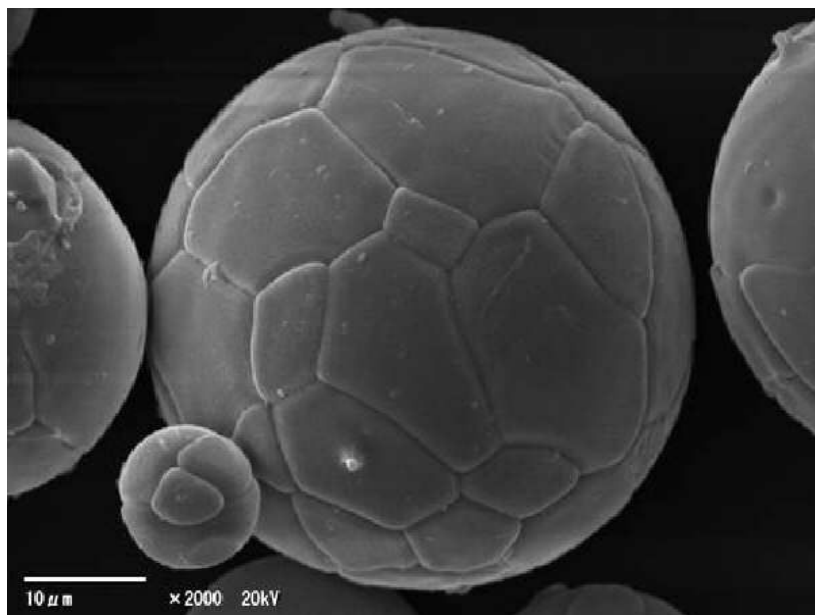
도면8



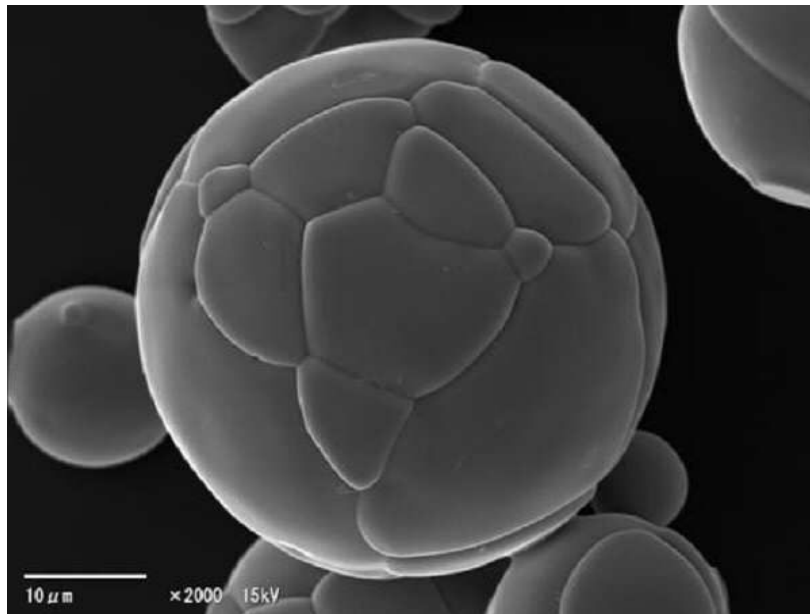
도면9



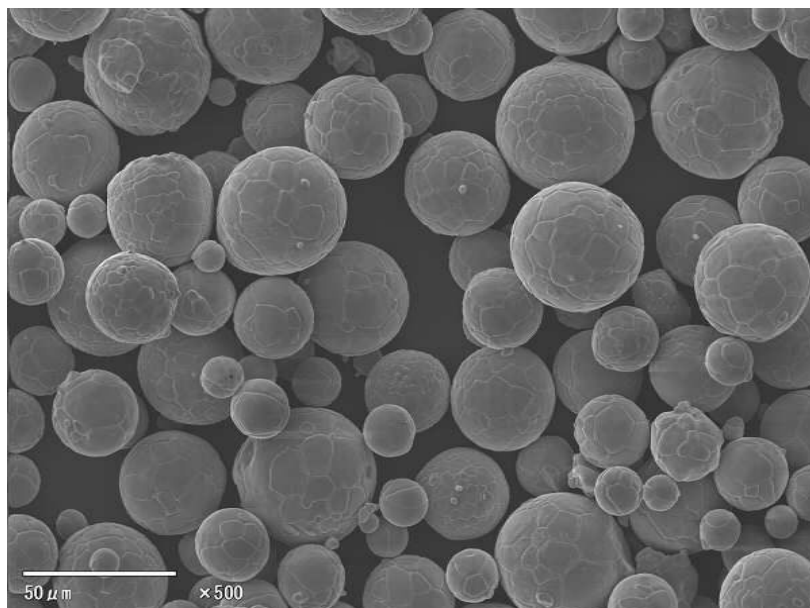
도면10



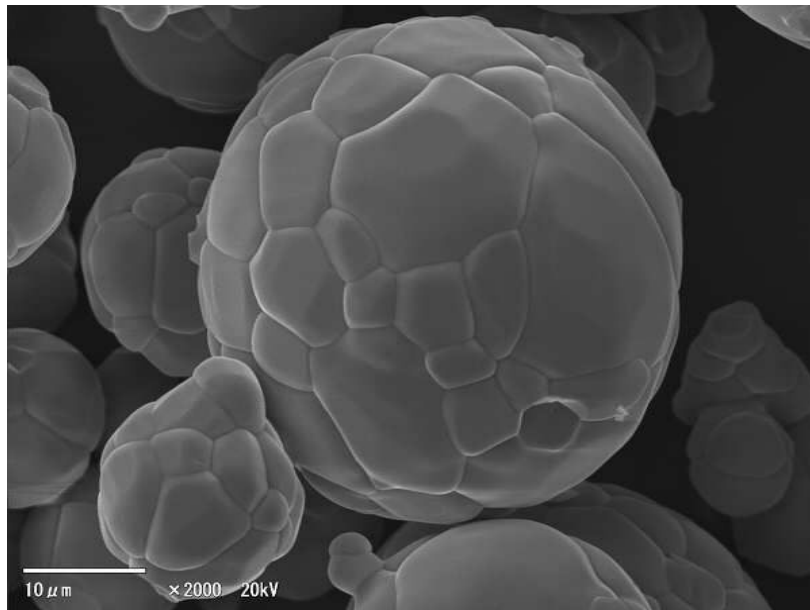
도면11



도면12



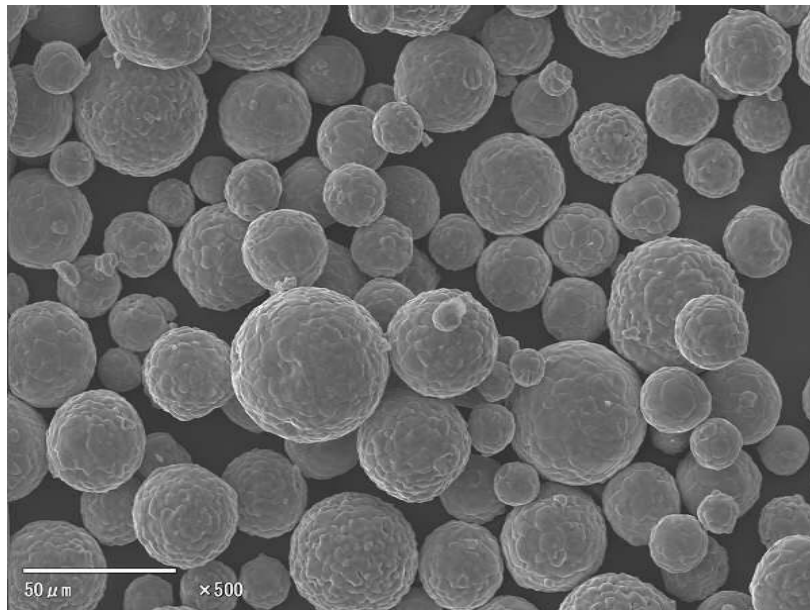
도면13



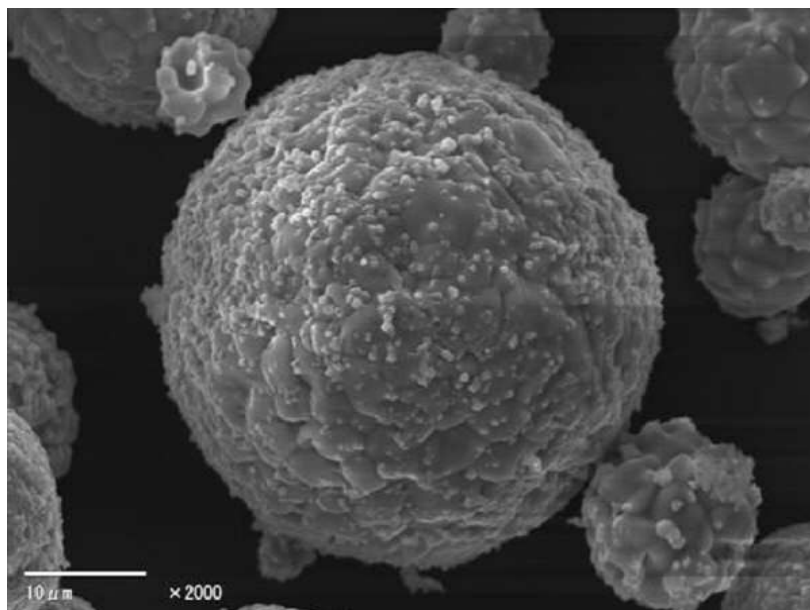
도면14



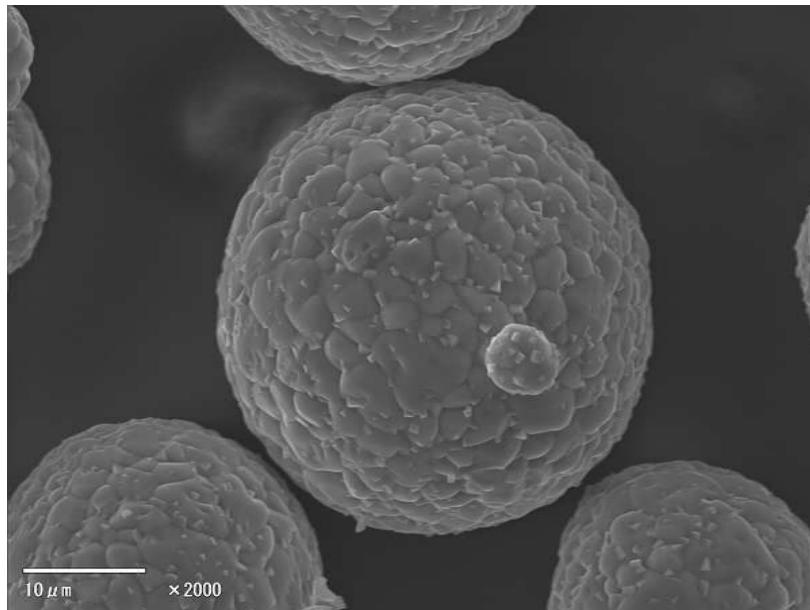
도면15



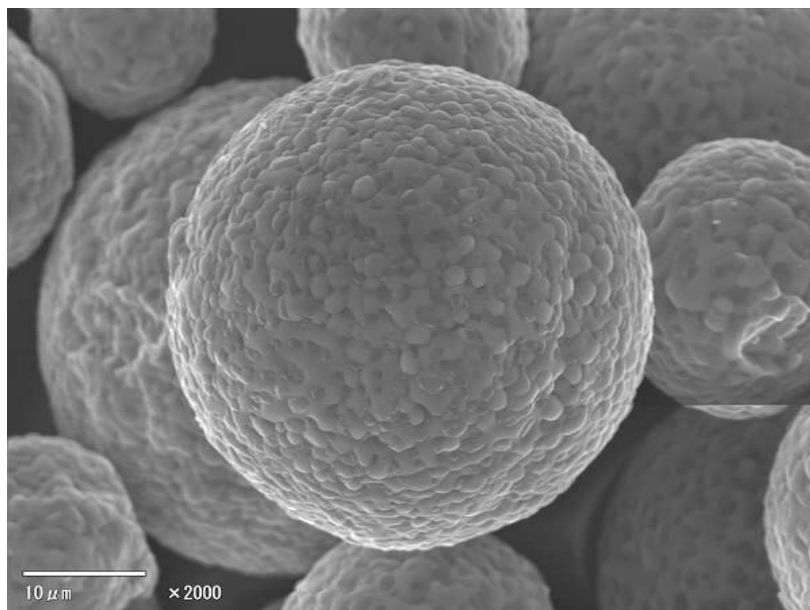
도면16



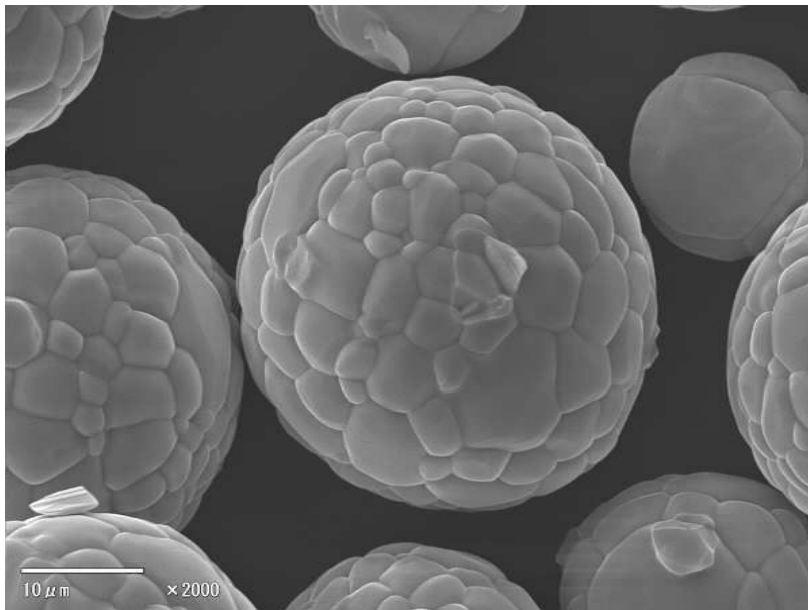
도면17



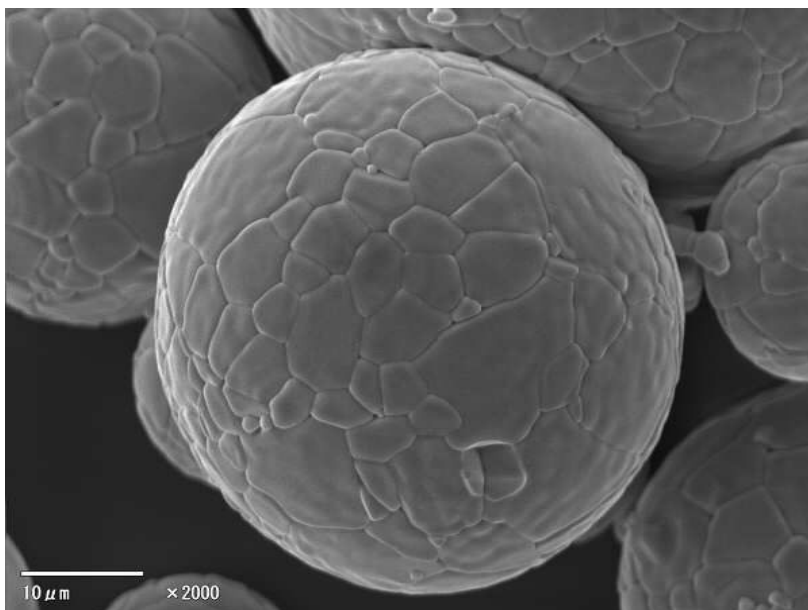
도면18



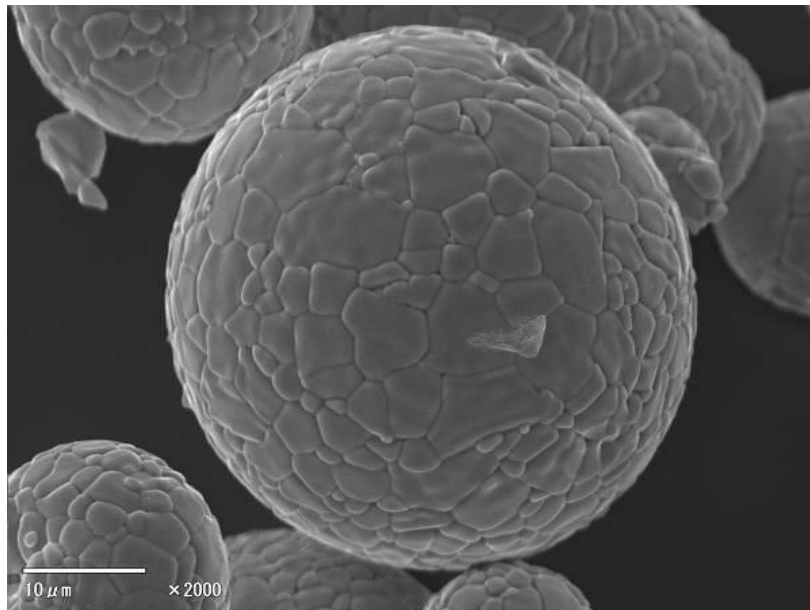
도면19



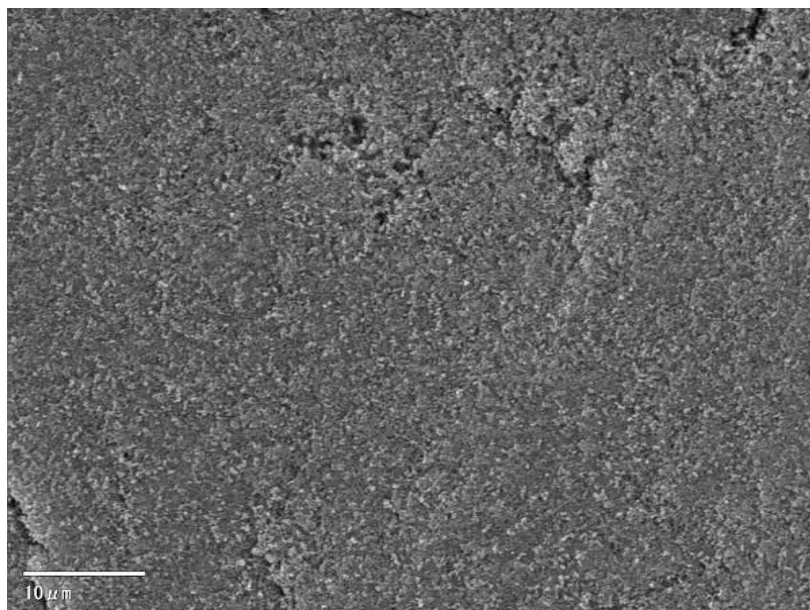
도면20



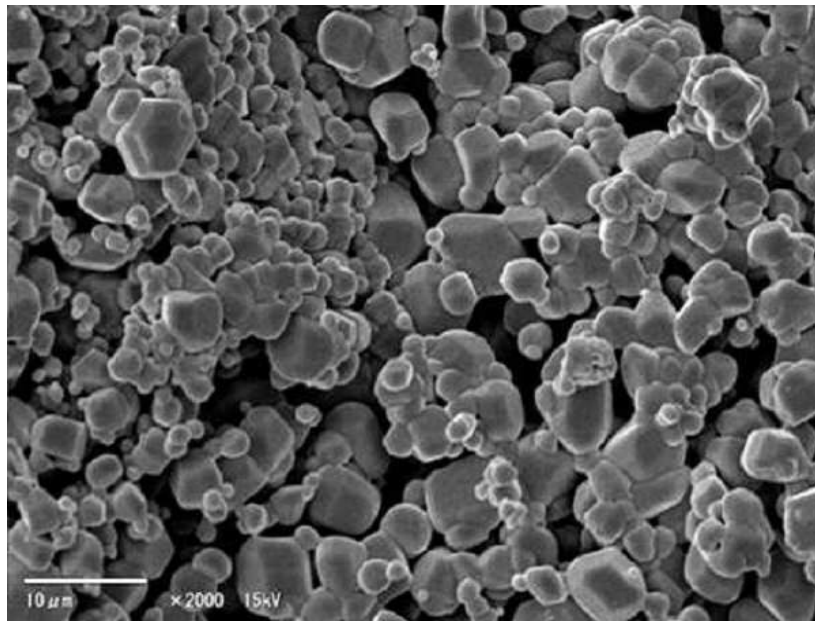
도면21



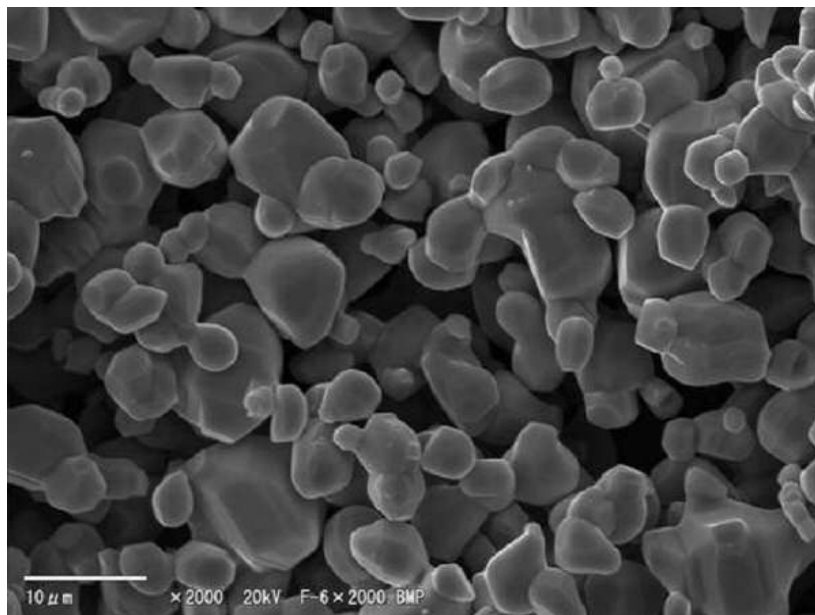
도면22



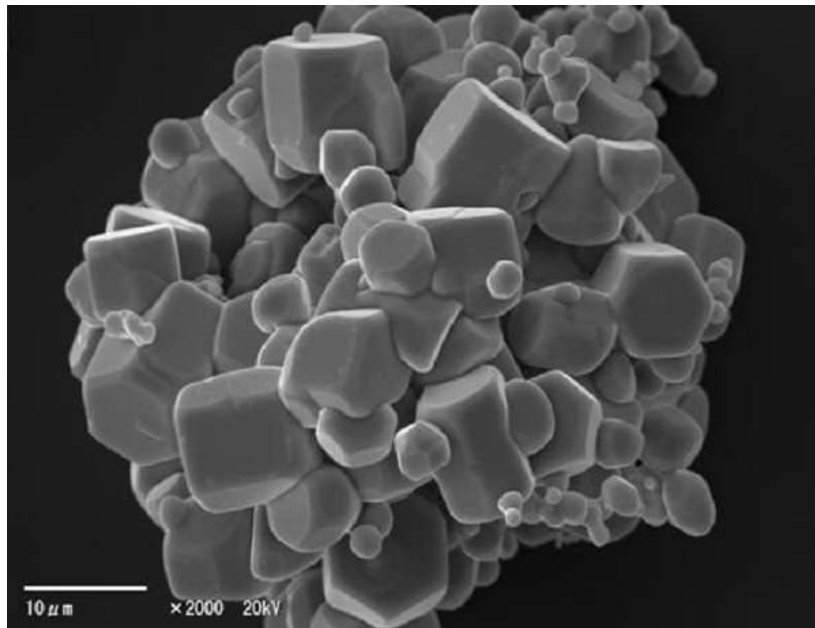
도면23



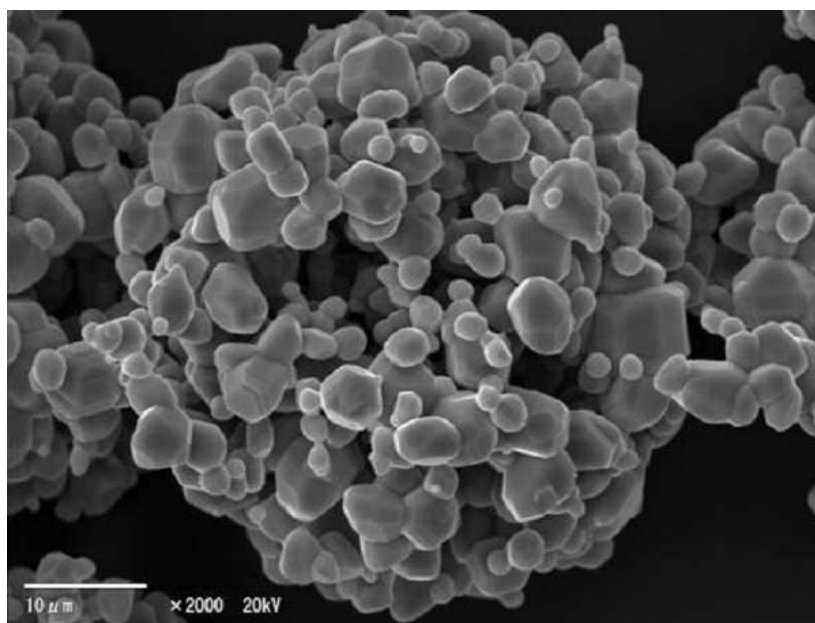
도면24



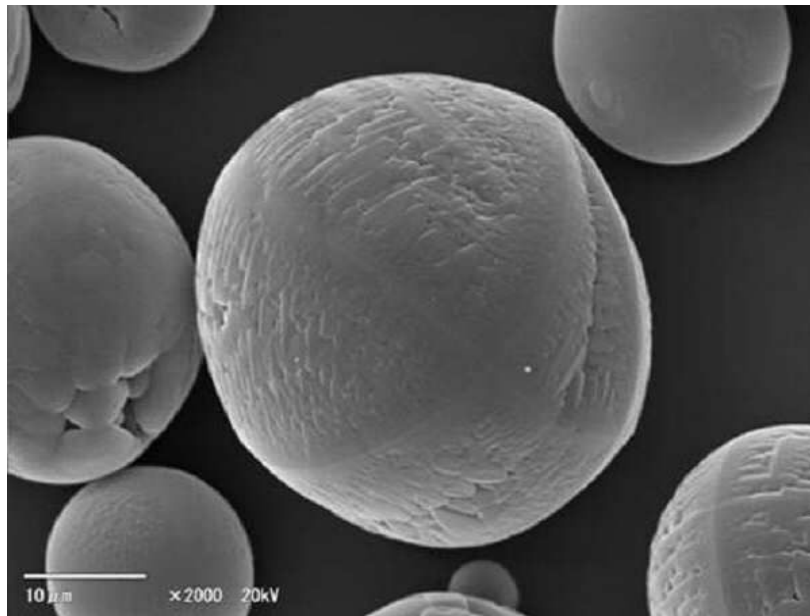
도면25



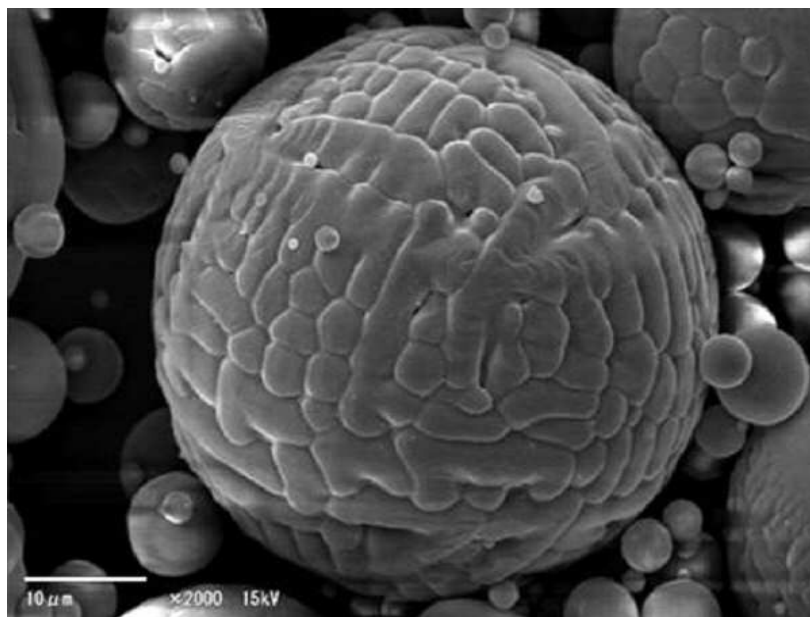
도면26



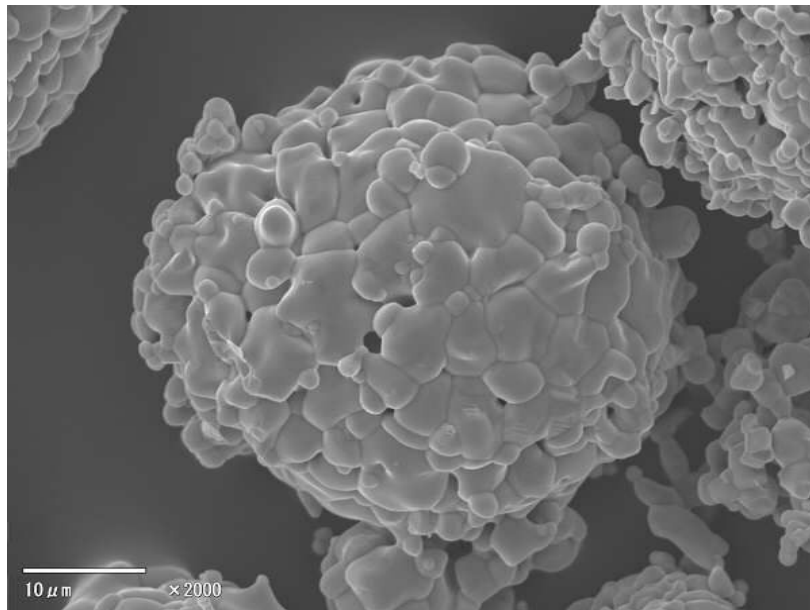
도면27



도면28



도면29



도면30

