



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I818368 B

(45) 公告日：中華民國 112 (2023) 年 10 月 11 日

(21) 申請案號：110144913

(22) 申請日：中華民國 110 (2021) 年 12 月 01 日

(51) Int. Cl. : C01F5/08 (2006.01)

C08K3/22 (2006.01)

C09K5/14 (2006.01)

(30) 優先權：2020/12/25 日本

2020-217797

(71) 申請人：日商宇部材料股份有限公司 (日本) UBE MATERIAL INDUSTRIES, LTD. (JP)
日本(72) 發明人：藤川勇 FUJIKAWA, ISAMU (JP)；中川真通 NAKAGAWA, MASAMICHI (JP)；濱
岡崇 HAMAOKA, TAKASHI (JP)；日元武史 HIMOTO, TAKESHI (JP)；山口誠
治 YAMAGUCHI, SEIJI (JP)；渡辺国男 WATANABE, KUNIO (JP)

(74) 代理人：張耀暉；李元戎；莊志強

(56) 參考文獻：

TW 201111282A

CN 105579506A

CN 106029571A

CN 110944943A

審查人員：黃詩涵

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：2 共 21 頁

(54) 名稱

氧化鎂粉末、熱傳導性填料、樹脂組成物以及氧化鎂粉末之製造方法

(57) 摘要

本發明之氧化鎂粉末包含複數個由具有結晶相及晶界相之氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子，並且，藉由雷射繞射散射法所得之中徑為 300 μ m 以下。

指定代表圖：

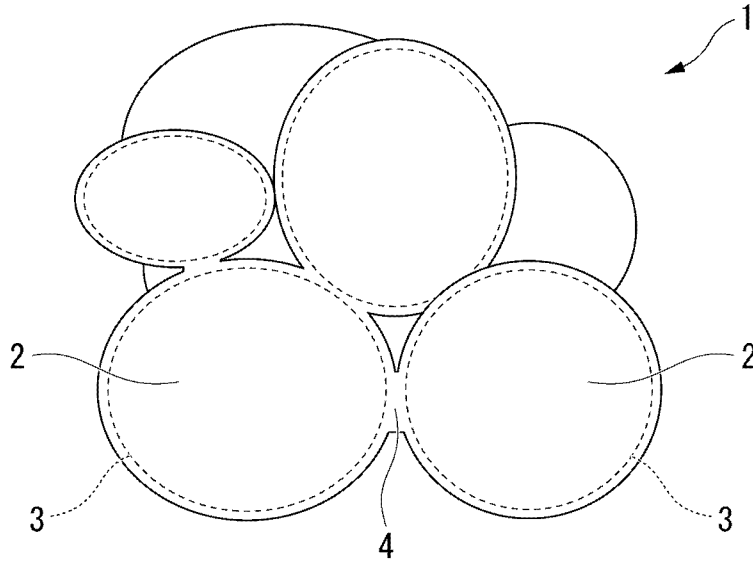
符號簡單說明：

1:二次粒子

2:氧化鎂一次粒子

3:結晶相

4:晶界相



【圖1】



I818368

【發明摘要】

【中文發明名稱】 氧化鎂粉末、熱傳導性填料、樹脂組成物以及氧化鎂粉末之製造方法

【中文】

本發明之氧化鎂粉末包含複數個由具有結晶相及晶界相之氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子，並且，藉由雷射繞射散射法所得之中徑為 $300\mu\text{m}$ 以下。

【指定代表圖】 圖1。

【代表圖之符號簡單說明】

1:二次粒子

2:氧化鎂一次粒子

3:結晶相

4:晶界相

【發明說明書】

【中文發明名稱】 氧化鎂粉末、熱傳導性填料、樹脂組成物以及氧化鎂粉末之製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種氧化鎂粉末、熱傳導性填料、樹脂組成物以及氧化鎂粉末之製造方法。

本申請案基於2020年12月25日於日本提出申請之日本專利特願2020-217797號並主張優先權，將該申請案之內容援用於此。

【先前技術】

【0002】 氧化鎂粉末係熱傳導性或耐熱性優異之無機化合物之粉末，作為熱傳導性填料而被用於各種樹脂。包含樹脂及氧化鎂粉末之樹脂組成物例如被用作電子機器之散熱材料。為了提高氧化鎂粉末對樹脂之填充性，正研究粒子形狀為球狀之氧化鎂粉末。

【0003】 作為球狀氧化鎂粉末之製造方法，已知有下述方法：將鎂氧結塊(magnesia clinker)加以粉碎，將所得之氧化鎂粉末加以研磨而使粒子表面剝離(專利文獻1)。另外，作為球狀氧化鎂粉末之製造方法，亦已知有下述方法：將包含氫氧化鎂粒子及鋰化合物之混合物加以造粒，將所得之造粒物加以燒成(專利文獻2)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】 [專利文獻1]日本專利第6507214號公報。

[專利文獻2]日本特開2016-88838號公報。

【發明內容】**[發明所欲解決之課題]**

【0005】 由於近年來之電子機器之高輸出化或高密度化，要求提高散熱材料之熱傳導率。被用作散熱材料用樹脂組成物之熱傳導性填料的球狀氧化鎂粉末係對樹脂之填充性高。然而，球狀氧化鎂粉末係粒子彼此之接觸面積少。因此，為了於粒子彼此之間形成熱傳導路徑，需要增多樹脂組成物所含之球狀氧化鎂粉末之填充量。增多球狀氧化鎂粉末之填充量於經濟性方面不利，且所得之樹脂組成物有比重變大之問題點。

【0006】 本發明係鑑於前述情況而成，目的在於提供一種容易形成熱傳導路徑之氧化鎂粉末及其製造方法以及熱傳導性填料。另外，本發明之目的亦在於提供一種熱傳導率高之樹脂組成物。

[用以解決課題之手段]

【0007】 為了解決上述課題，本發明者等人進行潛心研究，結果發現：藉由將以預定之比率包含氫氧化鎂粒子及／或氧化鎂粒子與晶界形成成分之原料混合物加以燒成，而能夠獲得下述氧化鎂粉末，該下述氧化鎂粉末係包含複數個由大致球狀之氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相(*grain boundary phase*)進行相互熔接而成之粒狀物。而且，本發明者等人確認到下述情況而完成了本發明：包含作為前述粒狀物之二次粒子且藉由雷射繞射散射法而得之中徑為300 μm 以下之氧化鎂粉末係容易形成熱傳導路徑，使該氧化鎂粉末分散於樹脂而成之樹脂組成物係具有高的熱傳導率。因此，本發明具有以下之構成。

【0008】 [1]一種氧化鎂粉末，係包含複數個由具有結晶相及晶界相之氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子，並且，藉由雷射繞射散射法所得之中徑為 $300\mu\text{m}$ 以下。

[2]如上述[1]所記載之氧化鎂粉末，其中前述中徑相對於前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑之比(中徑／體積平均圓等效直徑)為1.2以上至6.0以下之範圍內；前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑係藉由利用掃描式電子顯微鏡所測定之圖像之分析所獲得。

[3]如上述[2]所記載之氧化鎂粉末，其中前述中徑相對於前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑之比(中徑／體積平均圓等效直徑)為1.5以上至5.0以下之範圍內。

[4]如上述[1]至[3]所記載之氧化鎂粉末，其中前述中徑為 $10\mu\text{m}$ 以上至 $150\mu\text{m}$ 以下之範圍內。

[5]如上述[1]至[4]所記載之氧化鎂粉末，其中BET(Brunauer-Emmett-Teller；布厄特)比表面積為 $1\text{m}^2/\text{g}$ 以下。

[6]如上述[1]至[5]所記載之氧化鎂粉末，其中氧化鎂之含有率為94質量%以上。

[7]如上述[1]至[6]所記載之氧化鎂粉末，其中以分別經氧化物換算之量合計而含有0.8質量%以上之鈣、矽、硼。

[8]如上述[1]至[7]所記載之氧化鎂粉末，其中於前述二次粒子之表面附著有偶合劑。

【0009】 [9]一種熱傳導性填料，係含有上述[1]至[8]所記載之氧化鎂粉末。

【0010】 [10]一種樹脂組成物，係包含樹脂、及分散於樹脂之熱傳導性填料，前述熱傳導性填料為上述[9]所記載之熱傳導性填料。

【0011】 [11]一種氧化鎂粉末之製造方法，係用以製造如上述[1]至[7]所記載之氧化鎂粉末，並且，包括下述步驟：準備原料混合物之步驟，該原料混合物係包含氫氧化鎂粒子及／或氧化鎂粒子、晶界形成成分以及除此以外之雜質，前述氫氧化鎂粒子及／或前述氧化鎂粒子之含有率以氧化鎂換算計為94質量%以上，並且前述晶界形成成分之含有率以氧化物換算計為0.8質量%以上；藉由將前述原料混合物加以燒成而獲得燒成物之步驟；以及將前述燒成物加以分級之步驟。

[發明功效]

【0012】 根據本發明，可提供一種容易形成熱傳導路徑之氧化鎂粉末及其製造方法以及熱傳導性填料。另外，根據本發明，亦可提供一種熱傳導率高之樹脂組成物。

【圖式簡單說明】

【0013】 [圖1]係本發明之一實施形態之氧化鎂粉末所含的二次粒子之示意圖。

[圖2]係由實施例1所得之氧化鎂粉末之SEM(Scanning Electron Microscope；掃描式電子顯微鏡)照片。

【實施方式】

【0014】 以下，對本發明之氧化鎂粉末、熱傳導性填料、樹脂組成物及氧化鎂粉末之製造方法之實施形態加以說明。

【0015】本實施形態之氧化鎂粉末係包含複數個由氧化鎂一次粒子熔接而成之二次粒子。氧化鎂粉末中之二次粒子之含有率以個數基準計，較佳為30%以上，更佳為50%以上，進而佳為70%以上。氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子能夠於SEM(掃描式電子顯微鏡)圖像上容易地判別。因此，氧化鎂粉末之二次粒子之含有率可藉由使用SEM測量複數個一次粒子熔接而成之二次粒子之個數而測定。

【0016】圖1係本發明之一實施形態之氧化鎂粉末所含之二次粒子之示意圖。

如圖1所示，氧化鎂一次粒子2之至少一部分藉由晶界相4進行相互熔接而成之二次粒子1係具有複數個氧化鎂一次粒子2。關於二次粒子1，推測晶界相4之成分作為熔劑發揮作用，至少一部分亦包含一次粒子2之結晶相3而熔接。

【0017】氧化鎂一次粒子2之至少一部分藉由晶界相4進行相互熔接而成之二次粒子1亦可為複數個氧化鎂一次粒子2不規則地熔接之不定形。另外，二次粒子1亦可為於表面具有複數個凹凸之形狀或變形之球狀。藉由二次粒子1之形狀為不定形或具有複數個凹凸之形狀，而能夠增大二次粒子1彼此之接觸面積，故而包含二次粒子1之氧化鎂粉末容易形成在二次粒子彼此之間的熱傳導路徑。

【0018】氧化鎂一次粒子2具有結晶相3及晶界相4。氧化鎂一次粒子2可為單晶體，亦可為多晶體。作為氧化鎂一次粒子2之形狀，並無特別限制，例如可為球狀、橢圓球狀、圓柱狀、稜柱狀。另外，氧化鎂一次粒子2亦可為不定形之粒狀。

【0019】 結晶相3主要包括氧化鎂。晶界相4包括熔點較氧化鎂更低之低熔點化合物。低熔點化合物例如亦可為包括鈣、矽、硼之化合物。低熔點化合物亦可為包括鈣、矽、硼之氧化物。複數個氧化鎂一次粒子2係至少一部分藉由晶界相4進行相互熔接。因此，二次粒子1中之氧化鎂一次粒子2容易形成粒子彼此之間的熱傳導路徑。另外，低熔點化合物作為熔劑發揮作用，故而亦有時於晶界相4中結晶相3成長並相互熔接。結晶相3主要由熱傳導性高之氧化鎂所構成，故而熔接至結晶相3為止之情形就形成熱傳導路徑形成之觀點而言較佳。

【0020】 氧化鎂粉末係藉由雷射繞射散射法所測定之中徑設為 $300\mu\text{m}$ 以下。藉由雷射繞射散射法所測定之粒徑相當於上述氧化鎂一次粒子2之至少一部分藉由晶界相4進行相互熔接而成之二次粒子1之粒徑。藉由中徑成為 $300\mu\text{m}$ 以下，而氧化鎂粉末之分散性或填充性提高。另外，中徑亦可為 $10\mu\text{m}$ 以上。藉由中徑大至 $10\mu\text{m}$ 以上，而氧化鎂粉末於樹脂中，氧化鎂粉末容易形成熱傳導路徑。進而，中徑大至 $10\mu\text{m}$ 以上之氧化鎂粉末係耐水合性提高，不易因水分而發生變質。因此，分散有中徑為 $10\mu\text{m}$ 以上至 $300\mu\text{m}$ 以下之範圍內的氧化鎂粉末之樹脂組成物係熱傳導率歷經長期間提高。中徑較佳為為 $10\mu\text{m}$ 以上至 $150\mu\text{m}$ 以下之範圍內，更佳為為 $30\mu\text{m}$ 以上至 $150\mu\text{m}$ 以下之範圍內，尤佳為為 $30\mu\text{m}$ 以上至 $140\mu\text{m}$ 以下之範圍內。

【0021】 氧化鎂粉末亦可設為下述構成：上述中徑(二次粒子1之中徑)與氧化鎂一次粒子2之體積平均圓等效直徑之比為1.2以上至6.0以下之範圍內；上述氧化鎂一次粒子2之體積平均圓等效直徑係藉由利用SEM所拍攝之圖像之分析所獲得。該中徑／體積平均圓等效直徑為二次粒子1中熔接之氧化鎂一次粒子2之個數(熔接度)的指標。亦即，中徑／體積平均圓等效直徑大，表示二次粒子1

中熔接之氧化鎂一次粒子₂之個數多(熔接度大)。若中徑／體積平均圓等效直徑為上述範圍內，則容易形成粒子彼此之熱傳導路徑，另外氧化鎂粉末之分散性或填充性提高。就熱傳導路徑之形成容易度之觀點而言，中徑／體積平均圓等效直徑較佳為為1.5以上至5.0以下之範圍內，更佳為為2.0以上至5.0以下之範圍內，尤佳為2.8以上。

【0022】所謂氧化鎂一次粒子₂之體積平均圓等效直徑，係指將藉由SEM圖像之圖像分析所得的氧化鎂一次粒子₂之投影面積換算成圓，將藉此算出之圓等效直徑以體積基準累計頻率而得之中徑。體積平均圓等效直徑亦可為2.0 μm 以上至250 μm 以下之範圍內。體積平均圓等效直徑較佳為為5.0 μm 以上至150 μm 以下之範圍內，尤佳為為5.0 μm 以上至100 μm 以下之範圍內。

【0023】氧化鎂粉末之BET比表面積亦可為1 m^2/g 以下。BET比表面積為該範圍意指氧化鎂粉末為氣孔少而緻密之燒結體。BET比表面積較佳為0.8 m^2/g 以下，尤佳為0.5 m^2/g 以下。BET比表面積通常亦可為0.01 m^2/g 以上。

【0024】氧化鎂粉末之微晶徑較佳為1000 \AA 以上，更佳為1200 \AA 以上，進而佳為1500 \AA 以上，尤佳為2000 \AA 以上。微晶徑越大，意指為結晶性越高之氧化鎂，結晶性越高，則熱傳導率越高且耐水性越高。

【0025】氧化鎂粉末中，氧化鎂之含有率亦可為94質量%以上。藉由氧化鎂之含有率高至94質量%以上，而氧化鎂粉末之熱傳導性提高。氧化鎂之含有率較佳為95質量%以上，尤佳為97質量%以上。

【0026】氧化鎂粉末亦可以氧化物換算之含有率計，於0.8質量%以上至6質量%以下之範圍內包含氧化鎂以外之物質。氧化鎂以外之物質之氧化物換算之含有率較佳為為0.8質量%以上至5質量%以下之範圍內，尤佳為為0.8質量%以上

至3質量%以下之範圍內。氧化鎂以外之物質包含形成晶界相之低熔點化合物或雜質。氧化鎂以外之物質中，主要形成低熔點化合物之鈣、矽、硼之含有率較佳為以分別經氧化物換算之量合計而為0.8質量%以上，尤佳為1.0質量%以上。藉由低熔點化合物之含有率為上述範圍內，而能夠將氧化鎂一次粒子牢固地熔接。進而，低熔點化合物作為熔劑發揮作用，熔接到達氧化鎂之結晶相為止，能夠更確實地形成粒子彼此之間的熱傳導路徑。

【0027】 氧化鎂粉末亦可設為附著有偶合劑之構成。偶合劑之種類並無特別限制，例如可使用矽烷偶合劑、鋁酸酯系偶合劑、鋅系偶合劑、鈦酸酯系偶合劑。偶合劑可根據填充氧化鎂之樹脂之種類而適當選擇。偶合劑較佳為矽烷偶合劑，尤佳為具有乙烯基、苯基、胺基之矽烷偶合劑。

【0028】 氧化鎂粉末亦可設為進而經表面改質劑處理之構成。作為表面改質劑，可使用硬脂酸鎂等金屬皂、硬脂酸鈉等界面活性劑等。

【0029】 被設為如以上般之構成的氧化鎂粉末可用作熱傳導性填料，尤其可用作樹脂或橡膠用之熱傳導性填料。樹脂之種類並無特別限制，例如可使用熱塑性樹脂、熱硬化性樹脂、滑脂、蠟等。

【0030】 包含樹脂及分散於樹脂之氧化鎂粉末之樹脂組成物較佳為於30體積%以上至80體積%以下之範圍內含有氧化鎂粉末。樹脂組成物例如可於汽車領域中，用作燈座或各種電力零件之散熱材料。另外，於電子機器領域中，可用作散熱片、晶片墊、印刷配線基板、半導體封裝用零件、冷卻風扇用零件、拾取零件、連接器、開關、軸承、外殼之散熱材料。

【0031】 氧化鎂粉末例如可藉由包括(a)原料步驟、(b)燒成步驟及(c)分級步驟之方法製造。

【0032】 (a)原料步驟

原料步驟中，準備原料混合物，該原料混合物包含藉由燒成而生成氧化鎂之氧化鎂源、及形成晶界相之晶界形成成分。作為氧化鎂源，可使用氫氧化鎂粒子及／或氧化鎂粒子。原料混合物包含氧化鎂源、構成品界形成成分之添加物以及除此以外之雜質，氧化鎂源之含有率換算成氧化鎂之含有率而為94質量%以上，晶界形成成分之含有率換算成氧化物之含有率而為0.8質量%以上。

【0033】 原料混合物可藉由將氧化鎂源與構成品界形成成分(低熔點化合物)之添加物加以混合而製備。另外，包含氫氧化鎂粒子及晶界形成成分之原料混合物例如可藉由下述方式製備：將生石灰水化(slaking)後去掉殘渣進行純化而成之石灰乳(氫氧化鈣漿料)與海水混合，使氫氧化鈣與海水中之鎂鹽反應，於藉此所生成之氫氧化鎂適當添加二氧化矽源、硼源、鈣源、各添加物。使用該海水及石灰乳所製備之氫氧化鎂主要包含源自石灰乳之鈣及矽、以及源自海水之硼。

【0034】 (b)燒成步驟

燒成步驟中，藉由將由(a)原料步驟所得之原料混合物加以燒成而獲得燒成物。燒成物包含氧化鎂粉末，該氧化鎂粉末包含複數個由氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子。原料混合物之燒成溫度係生成氧化鎂且晶界形成成分熔融之溫度。燒成溫度例如為1000°C以上至2000°C以下之範圍內，較佳為1500°C以上至2000°C以下之範圍內，尤佳為1600°C以上至2000°C以下之範圍內。燒成裝置係使用能以適度生成二次粒子之方式一邊攪拌原料混合物一邊燒成之裝置。作為燒成裝置，例如可使用旋轉爐。若燒成步驟中之燒成溫度變高，則有所得之氧化鎂粉末之微晶徑變大之傾向。

【0035】 (c)分級步驟

分級步驟中，將由(b)燒成步驟所得之燒成物加以分級，去掉燒成物之粗大粒子，調整燒成物之粒度分佈。分級方法並無特別限制，可利用使用振動篩選機、風力分級機、旋風式分級機等分級裝置之分級方法。分級裝置可單獨利用一種分級裝置，或亦可組合利用兩種以上之分級裝置。分級步驟中，亦可藉由振動篩選機將粗大之粒子加以分級去除而獲得預定之中徑之二次粒子。進而，亦可藉由風力分級機將過小之粒子去掉而調整二次粒子之粒度分佈。

【0036】 根據經設為如以上般之構成的氧化鎂粉末之製造方法，以預定之比率包含氧化鎂源與晶界形成成分(低熔點化合物)，故而可藉由燒成步驟高效率地獲得複數個氧化鎂一次粒子熔接而成之二次粒子。

[實施例]**【0037】 [實施例1]****(a)原料步驟**

將使生石灰水化後去掉殘渣進行純化而得之石灰乳(氫氧化鈣漿料)與經脫碳酸之海水混合，使氫氧化鈣與海水中之鎂鹽反應而製備氫氧化鎂漿料。使用旋盤濾機將所得之氫氧化鎂漿料加以脫水，獲得含水率為40%之氫氧化鎂泥餅。所得之氫氧化鎂泥餅含有CaO、SiO₂、B₂O₃、Fe₂O₃、Al₂O₃。將所得之氫氧化鎂泥餅與硼酸以於1800°C燒成後之B₂O₃含量成為0.8質量%之比率加以混合後，使用旋轉式乾燥器乾燥至含水率成為10質量%為止，製備原料混合物。

【0038】 (b)燒成步驟

使用壓塊機(briquetting machine)將由上述(a)原料步驟所得之原料混合物成形為約30mm之杏仁狀。使用旋轉爐將所得之杏仁狀成形物於1800°C燒成8小時

，獲得氧化鎂(燒成物)。所得之氧化鎂包含粒狀成形物之燒成物及自粒狀成形物之燒成物脫離的粉末狀之氧化鎂粒子(二次粒子)。

【0039】 (c)分級步驟

對由上述(b)燒成步驟所得之氧化鎂使用網眼300 μm 之振動篩選機，去掉粒徑為300 μm 以上之粗大粒子(包含粒狀成形物之燒成物)。繼而，使用風力分級機將粒徑未達300 μm 之氧化鎂粉末加以分級，去掉粒徑為75 μm 以下之微粒子。如此而回收粒徑超過75 μm 至未達300 μm 之氧化鎂粉末，將該氧化鎂粉末作為實施例1之氧化鎂粉末。

【0040】 [實施例2]

於實施例1之(c)分級步驟中，使用網眼1mm之振動篩選機去掉粗大粒子後，進而使用風力分級機進行分級，回收粒徑為75 μm 以下之氧化鎂粉末，除此以外，與實施例1同樣地製成實施例2之氧化鎂粉末。

【0041】 [比較例1]

於實施例1之(c)分級步驟中，使用網眼1mm之振動篩選機去掉粗大粒子後，進而使用噴射磨機(迴旋流式噴射磨機STJ-200型，Seishin企業股份有限公司製造)進行粉碎。使用風力分級機將所得之粉碎物加以分級，回收粒徑為45 μm 以下之氧化鎂粉末，將該氧化鎂粉末作為比較例1之氧化鎂粉末。

【0042】 [評價]

使用FE-SEM(場發射式掃描電子顯微鏡：S-4800，日立高新技術股份有限公司製造)，對實施例1、實施例2及比較例1中所得之氧化鎂粉末進行觀察。將實施例1之結果示於圖2。

【0043】圖2為實施例1中所得之氧化鎂粉末之SEM照片。如圖2所示，確認到實施例1之氧化鎂粉末包含複數個由氧化鎂一次粒子之至少一部分相互熔接而成之二次粒子。另外，對氧化鎂一次粒子之粒子彼此熔接之熔接部進行元素分析，結果熔接部以高濃度含有鈣、矽、硼。由該結果確認到：氧化鎂一次粒子主要具有包含氧化鎂之結晶相以及包含鈣、矽及硼之晶界相(低熔點化合物)；而且複數個氧化鎂一次粒子經由晶界相而熔接。同樣地，關於實施例2之氧化鎂粉末，亦確認到包含複數個由氧化鎂一次粒子熔接而成之二次粒子。另一方面，關於比較例1之氧化鎂粉末，幾乎未見二次粒子。

【0044】針對實施例1、實施例2及比較例1中所得之氧化鎂粉末，藉由下述方法來測定組成、中徑、體積平均圓等效直徑、二次粒子之含有率、BET比表面積、熱傳導率。將測定結果、及中徑與體積平均圓等效直徑之比(中徑／體積平均圓等效直徑)示於表1。

【0045】 [組成]

依據JIS(Japanese Industrial Standards；日本工業標準)R2212-4：2006(耐火物製品之化學分析方法-第4部：氧化鎂(magnesia)及白雲石(dolomite)質耐火物)，測定CaO、SiO₂、B₂O₃、Fe₂O₃、Al₂O₃之含有率。MgO之含有率係設為自100質量%減去CaO、SiO₂、B₂O₃、Fe₂O₃及Al₂O₃之含有率之合計而得的值。

【0046】 [中徑]

於燒杯添加氧化鎂粉末1.5g及純水30mL，以使氧化鎂粉末均勻分散於水之方式混合。將所得之氧化鎂分散液投入至粒徑分佈測定裝置(MT3300EX，Microtrac BEL股份有限公司製造)，藉由雷射繞射散射法以下述條件測定氧化鎂粉末之中徑。

【0047】 [條件]

光源：半導體雷射 780nm 3mW 第一級(Class 1)雷射

折射率：1.74(MgO)-1.333(水)

測定次數：Avg/3

測定時間：30秒

【0048】 [體積平均圓等效直徑]

使用FE-SEM(場發射式掃描電子顯微鏡：S-4800，日立高新技術股份有限公司製造)來拍攝未進行蒸鍍作為前處理之氧化鎂粉末，獲得SEM圖像。使用圖像分析軟體(Mac-view，Mountech股份有限公司製造)來分析所得之SEM圖像，算出氧化鎂一次粒子之圓等效直徑(Heywood徑)。對200個氧化鎂一次粒子算出圓等效直徑，將以體積基準累計頻率而得之中徑作為體積平均圓等效直徑。

【0049】 [二次粒子之含有率]

根據與上述同樣地獲得之SEM圖像，對200個粒子進行氧化鎂一次粒子之至少一部分相互熔接而成之二次粒子之個數、及未形成前述二次粒子之一次粒子之個數的計數，將氧化鎂一次粒子之至少一部分相互熔接而成之二次粒子於200個中所佔之比率作為二次粒子之含有率。

【0050】 [BET比表面積]

BET比表面積係藉由BET一點法測定。測定裝置係使用Quantachrome Instruments Japan公司製造之Monosorb，作為前處理，將填充於測定用之池的氧化鎂粉末於180°C進行10分鐘乾燥脫氣。

【0051】 [微晶徑]

測定氧化鎂粉末之(200)面(a軸方向)之微晶徑。使用粉末X射線繞射裝置

(D8ADVANCE，Bruker公司製造)以下述條件測定X射線繞射圖案。再者，以氧化鋁燒結板作為標準試樣，進行由裝置所得之繞射波峰之擴展修正。根據所得之X射線繞射圖案之(200)面之X射線繞射波峰的半值寬，使用謝樂(Scherrer)公式算出(200)面(a軸方向)之微晶徑。謝樂常數K係使用0.9。

[條件]

X射線源：CuK α 射線

管電壓—管電流：40kV-40mA

步進幅度：0.02deg

測定速度：0.5sec/step

發散狹縫：10.5mm

【0052】 [熱傳導率]

(1)試片(熱傳導性樹脂組成物)之製作

將氧化鎂粉末與二甲基聚矽氧樹脂(KE-106，信越化學工業股份有限公司製造)以氧化鎂：二甲基聚矽氧樹脂=40體積%：60體積%之調配比率混練。將所得之混練物流入至60mm×80mm×10mm之聚丙烯製模具，於真空腔室以0.08MPa進行30分鐘減壓脫泡。然後，利用烘箱於100°C加熱60分鐘，使混練物硬化而獲得熱傳導性樹脂組成物。將所得之熱傳導性樹脂組成物切分為20mm×20mm×2mm之大小，製作熱傳導率測定用試片。再者，製作4片試片。

【0053】 (2)熱傳導率之測定

熱傳導率之測定係使用京都電子工業股份有限公司製造之熱物性測定裝置TPS 2500 S，測定探針係使用C7577型(直徑：4mm)。

將上述(1)所得之4片試片分成各2片來夾持設置於熱物性測定裝置之測定探

針之上下，以下述條件藉由Hot Disk法(瞬態平面熱源法)測定試片之熱傳導率。

[條件]

測定時間：5秒

加熱量：200mW

測定環境溫度：20°C

【0054】

[表1]

	組成(質量%)						中徑 (μm)	體積平 均圓等 效直徑 (μm)	中徑/ 體積平 均圓等 效直徑	二次粒 子之含 有率 (個數%)	BET 比 表面積 (m^2/g)	微晶徑 (\AA)	熱傳導 率 ($\text{W}\cdot\text{mk}$)
	MgO	CaO	SiO ₂	B ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃							
實施 例 1	97.43	0.80	0.80	0.80	0.08	0.09	88.66	29.81	2.97	83	0.04	3725	1.12
實施 例 2	97.43	0.80	0.80	0.80	0.08	0.09	61.27	28.48	2.15	51	0.1	1873	1.00
比較 例 1	97.43	0.80	0.80	0.80	0.08	0.09	21.94	23.17	0.95	-	0.094	673	0.81

【0055】由表1之結果確認到，使用包含複數個由氧化鎂一次粒子藉由晶界相進行相互熔接二次之二次粒子的實施例1、實施例2之氧化鎂粉末的樹脂組成物相較於使用比較例1之氧化鎂粉末的樹脂組成物，熱傳導率提高20%以上。尤其確認到，使用中徑／體積平均圓等效直徑為2.8以上之實施例1之氧化鎂粉末的樹脂組成物相較於使用比較例1之氧化鎂粉末的樹脂組成物，熱傳導率亦提高40%。

【0056】 [實施例3]

將與實施例1同樣地製作之氧化鎂粉末100kg投入至亨舍爾混合機(FM300，日本焦炭工業股份有限公司製造，容量：300L)。將亨舍爾混合機之周速設為15m/sec，一邊攪拌氧化鎂粉末，一邊利用自動添加機於氧化鎂粉末添加己基三甲氧基矽烷(信越化學工業股份有限公司製造之KBM-3063)500g，進行混合。於藉由氧化鎂粉末與己基三甲氧基矽烷之混合而亨舍爾混合機之槽內溫度達到

100°C之時間起，進一步攪拌15分鐘。如此般利用己基三甲氧基矽烷來處理氧化鎂粉末之表面。使用處理後之氧化鎂粉末製作熱傳導性樹脂組成物，藉由上述方法測定熱傳導率。將測定結果示於下述表2。

【0057】 [實施例4]

除了使用與實施例2同樣地製作之氧化鎂粉末以外，與實施例3同樣地利用己基三甲氧基矽烷來處理氧化鎂粉末之表面。對於處理後之氧化鎂粉末，與實施例3同樣地製作熱傳導性樹脂組成物，測定熱傳導率。測定結果示於下述表2。

【0058】 [比較例2]

除了使用與比較例1同樣地製作之氧化鎂粉末以外，與實施例3同樣地利用己基三甲氧基矽烷來處理氧化鎂粉末之表面。對於處理後之氧化鎂粉末，與實施例3同樣地製作熱傳導性樹脂組成物，測定熱傳導率。測定結果示於下述表2。

【0059】

[表2]

	氧化鎂之種類	熱傳導率 (W·mk)
實施例 3	實施例 1	1.09
實施例 4	實施例 2	1.00
比較例 2	比較例 1	0.86

【0060】 由實施例3、實施例4、比較例2之結果確認到，本發明之氧化鎂一次粒子之至少一部分相互熔接而成之二次粒子即便利用己基三甲氧基矽烷進行處理，亦與未處理同樣地熱傳導率提高。

【符號說明】

【0061】

1:二次粒子

2:氧化鎂一次粒子

3:結晶相

4:晶界相

【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種氧化鎂粉末，係包含複數個由具有結晶相及晶界相之氧化鎂一次粒子之至少一部分藉由晶界相進行相互熔接而成之二次粒子以個數基準計為50%以上，並且藉由雷射繞射散射法所得之中徑為30 μm 以上至300 μm 以下；前述中徑相對於前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑之比為1.5以上至5.0以下之範圍內；前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑係藉由利用掃描式電子顯微鏡所拍攝之圖像之分析所獲得。

【請求項2】 如請求項1所記載之氧化鎂粉末，其中前述中徑相對於前述氧化鎂一次粒子之體積平均圓等效直徑之比為2.0以上至5.0以下之範圍內。

【請求項3】 如請求項1或2所記載之氧化鎂粉末，其中前述中徑為30 μm 以上至150 μm 以下之範圍內。

【請求項4】 如請求項1或2所記載之氧化鎂粉末，其中布厄特比表面積為1 m^2/g 以下。

【請求項5】 如請求項1或2所記載之氧化鎂粉末，其中氧化鎂之含有率為94質量%以上。

【請求項6】 如請求項1或2所記載之氧化鎂粉末，其中以分別經氧化物換算之量合計而含有0.8質量%以上之鈣、矽、硼。

【請求項7】 如請求項1或2所記載之氧化鎂粉末，其中於前述二次粒子之表面附著有偶合劑。

【請求項8】 一種熱傳導性填料，係含有如請求項1至7中任一項所記載之氧化鎂粉末。

【請求項9】 一種樹脂組成物，係包含樹脂、及分散於樹脂之熱傳導性填料；

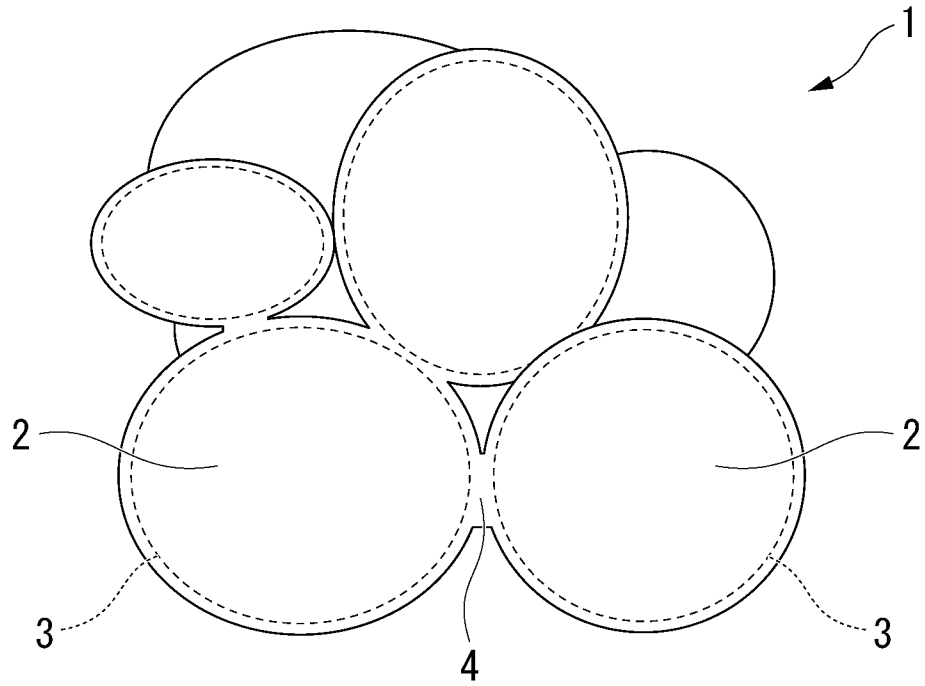
前述熱傳導性填料為如請求項8所記載之熱傳導性填料。

【請求項10】 一種氧化鎂粉末之製造方法，係用以製造如請求項1至6中任一項所記載之氧化鎂粉末，並且包括下述步驟：

製備原料混合物之步驟，係將氫氧化鎂粒子及／或氧化鎂粒子與晶界形成成分在水的存在下進行混合之後並乾燥，前述原料混合物包含氫氧化鎂粒子及／或氧化鎂粒子、晶界形成成分以及除此以外之雜質，前述氫氧化鎂粒子及／或前述氧化鎂粒子之含有率以氧化鎂換算計為94質量%以上，並且前述晶界形成成分之含有率以氧化物換算計為0.8質量%以上；

藉由將前述原料混合物加以燒成而獲得燒成物之步驟；以及
將前述燒成物加以分級之步驟。

【發明圖式】



【圖1】

50 μ m

【圖2】