

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成 29 年 8 月 31 日 (2017.8.31)

【公開番号】特開 2016-60682 (P2016-60682A)

【公開日】平成 28 年 4 月 25 日 (2016.4.25)

【年通号数】公開・登録公報 2016-025

【出願番号】特願 2014-191984 (P2014-191984)

【国際特許分類】

C 0 1 G 49/00 (2006.01)

C 0 8 L 101/00 (2006.01)

C 0 8 K 3/22 (2006.01)

C 0 8 K 9/04 (2006.01)

H 0 1 F 1/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 1 G 49/00 C

C 0 8 L 101/00

C 0 8 K 3/22

C 0 8 K 9/04

H 0 1 F 1/00 C

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 7 月 18 日 (2017.7.18)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 0 9 】

特許文献 2 (特開 2 0 0 5 - 1 3 9 0 5 0 号公報) には、1 2 0 における体積固有抵抗が $5 \times 10^7 \text{ } \underline{\text{m}} (5 \times 10^9 \text{ } \text{c m})$ 以上及び 2 5 における体積固有抵抗が $3 \times 10^9 \text{ } \underline{\text{m}} (3 \times 10^{11} \text{ } \text{c m})$ 以上であり、球状のフェライト磁性粉体が記載されている。また、この特許文献 2 には、このフェライト磁性粉体を含む半導体封止用樹脂組成物が開示され、シリカ粒子と併用して用いることが示されている。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 1 3 】

一方、特許文献 4 (再公表 2 0 0 7 / 1 0 8 4 3 7 号公報) には、レーザー回折・散乱法による体積基準頻度粒度分布において、少なくとも、1 ~ 4 μm の粒度域に極大ピーク 1 の最大頻度値と、1 5 ~ 5 5 μm の粒度域に極大ピーク 2 の最大頻度値とを有するシリカ粉末であって、前記極大ピーク 2 の最大頻度値が、前記極大ピーク 1 の最大頻度値よりも大きく、前記極大ピーク 2 にショルダーがあり、1 5 ~ 5 5 μm の粒度域の粒子の含有率が、1 ~ 4 μm の粒度域の粒子の含有率よりも多いシリカ粉末が記載されている。また、このシリカ粉末をゴム及び樹脂の少なくとも一方に含有させてなる組成物を半導体封止材料として用いることが記載されている。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 2 6

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 2 6 】

形状係数 $S F - 1$: $11 \mu m$ 未満のフェライト粒子の形状係数 $S F - 1$ は、 $F E - S E M$ にて倍率50000倍にて総計100粒子以上カウント出来るように視野を変えて撮影する。 $11 \mu m$ 以上のフェライト粒子の形状係数 $S F - 1$ は、 $F E - S E M$ にて倍率800倍にて総計100粒子以上カウント出来るように視野を変えて撮影する。それらの画像情報を、インターフェースを介してメディアサイバネティクス社製画像解析ソフト (Image-Pro PLUS) に導入して解析を行い、円相当径と投影面積を求め、下記式により算出し得られた数値である。フェライト粒子の形状が球形に近いほど100に近い値となる。 $11 \mu m$ 未満のフェライト粒子と $11 \mu m$ 以上のフェライト粒子の形状係数 $S F - 1$ は、それぞれ1粒子毎に算出し、100粒子の平均値をそのフェライト粒子の形状係数 $S F - 1$ とした。

【手続補正4】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 4 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 5 】

大粒径側フェライト粒子のBET比表面積の値が $2 m^2 / g$ を超えると、 $11 \mu m$ 未満のフェライト粒子の含有量が多く、流動性が下がり成型がうまくできない可能性がある。BET比表面積の値が $0.1 m^2 / g$ 未満では、樹脂組成物の流動性が上がりすぎ成型がうまくできない可能性がある。

【手続補正5】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 4 7

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 7 】

小粒径側フェライト粒子のBET比表面積の値が $2 m^2 / g$ 未満であると、 $11 \mu m$ 未満のフェライト粒子の含有量が少なく、流動性が上がり成型がうまくできない可能性がある。BET比表面積の値が $50 m^2 / g$ を超えると、流動性が下がり成型がうまくできない可能性がある。

【手続補正6】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 5 0

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 5 0 】

フェライト粉の常温常湿下の体積抵抗が $1 \times 10^6 \cdot cm$ 未満であると、樹脂と混合・分散を行って成型物を成型しても、十分な絶縁性が得られないため好ましくない。体積抵抗が $5 \times 10^9 \cdot cm$ を超えることは、粒径 $11 \mu m$ 未満の粒子が15重量%よりも少ない量含有していることを意味しており、樹脂と混合した際に樹脂組成物の流動性の調整ができない可能性が高い。

【手続補正7】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 6 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 6 3 】

球状フェライト粉末を調製した後、粒径 $11\mu\text{m}$ 未満のフェライト粒子については、A1 化合物により表面を被覆することが望ましい。フェライト粒子を水に分散し、分散したスラリーに A1 化合物水溶液を滴下することにより表面被覆を行う。A1 化合物は各種樹脂と混合分散する際に凝集せずに分散しやすくなるので好ましい。特に理由ははっきりとはわかっていないが水酸基を含有する樹脂への分散性が向上しやすい。

【 手続補正 8 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 6 9

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 6 9 】

小粒径側： 造粒物の平均粒径を変えた以外は上記と同様にして真球化処理を行い、捕集用フィルターを用いて小粒径側のフェライト粉を得た。得られた各フェライト粒子を固形分 10 重量%となるように水に分散し、分散したスラリーにアルミン酸ナトリウム水溶液を滴下することで表面処理を行った。このとき、分散したスラリーの pH は $8.5 \sim 9$ を維持するように酢酸水溶液を添加した。処理量はアルミニウム換算でフェライト粒子（粉体）に対して 0.85 重量%であり、アルミン酸ナトリウム水溶液中のアルミニウム濃度が 10 重量%となるように調製した。表面処理したフェライト粒子を含有したスラリーをろ過し、 120°C で 8 時間乾燥させて水分を除去したのち、サンプルミルで粉砕して A1 化合物で表面処理されたフェライト粒子を作製した。

【 手続補正 9 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 7 9

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 7 9 】

〔 比較例 2 〕

大粒径側フェライト粒子 $60\text{wt}\%$ と小粒径側フェライト粒子 $40\text{wt}\%$ を 30 分間混合した以外は、実施例 1 と同様の方法でフェライト粉を作製した。

【 手続補正 10 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 8 4

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 8 4 】

粉末樹脂成型性： 実施例 1 ～ 6 及び比較例 1 ～ 3 で得られたフェライト粉にフッ素系粉末樹脂を表 6 に示す混合条件で 50cc のガラス瓶に入れて、ボールミルにて 30 分間混合した。得られた混合物を 0.8g 秤量したのち、直径 13mm 、内径 5mm のドーナツ状のプレス金型に充填し、 30MPa にて加圧して成型した。得られた成型体を取り出す時に型崩れするかどうか確認し、型崩れしないものを○、型崩れしたものを×として評価した。