

申請日期	91 年 12 月 23 日
案 號	91137044
類 別	C11F 7/02

A4
C4

200301223

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

~~新 型~~

一、發明 名稱	中 文	氧化鋁粒子、氧化鋁粒子之製造方法及含氧化鋁粒子之組成物
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 上村勝彦 (2) 澀澤獎
	國 籍	(1) 日本國川崎市高津區北見方二-二六-一一-四〇七
	住、居所	(2) 日本國橫濱市泉區新橋町六〇四之一〇
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 昭和電工股份有限公司 昭和電工株式会社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都港區芝大門一丁目一三番九號
	代 表 人 姓 名	(1) 大橋光夫

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權

日本 2001年12月27日 2001-396221 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係有關氧化鋁粒子，特別是有關有用於電子零件之基板原料、密封材料、填充劑、加工研磨材料、或耐火物、玻璃、陶瓷及含其之複合材料中骨材等之其粒度分佈佳、粗粒、微粒少、低耗損性、且，流動特性佳之氧化鋁粒子於工業上以廉價製造之方法及藉由其製造方法所取得之氧化鋁粒子及含其之組成物者。

先行技術中，近年，傾向多媒體所代表之高度情報通訊之實現，對於此等裝置所使用之電子零件被期待高速化、高周波化、係數化之對應、降低誘電率等電氣特性之改善等為重要開發之課題。又，伴隨其電子零件之高集成化、高密度化、導電裝置之電力消耗量亦大增，而，有效散放所產生之熱、減少電子零件元素溫度之上昇亦為重要開發之課題。做為半導體絕緣密封材料、實裝部品之基板材料、散熱分佈等之填充劑者其粒度分佈佳，且，導熱性佳之氧化鋁，特別是剛玉(α -氧化鋁)被極為重視，被利用於各種領域中。

做為此粒子者，如特開昭 62-191420 號公報所揭示之於電融氧化鋁、燒結氧化鋁等粉碎品中單獨使用氫氧化鋁、或併用做為結晶促進劑之公知之其他藥劑進行添加後，於煅燒中未具切削刃、形狀為球狀化之平均粒徑 5~35 μm 之剛玉粒子者。

又，其中平均粒徑為 5 μm 以下時，氫氧化鋁中添加結晶成長劑之公知方法下取得圓狀之粒子形狀者。

如：特開平 5-43224 號公報中，煅燒氫氧化鋁時，於

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

700℃以下充份脫水熱分解後進行昇溫，做成 α 化率90%以上之中間煨燒物，於氟硬化劑之存在下，進行煨燒後，取得球狀氧化鋁。

又，使拜耳法之氧化鋁於高溫等離子體、氧氫焰中進行噴射，熔融之同時進行急冷後，結晶粒子進行圓狀化，亦即公知之火焰噴塗法，惟，此時，熱源單位大，不僅不經濟，或取得氧化鋁其 α -氧化鋁為主成份，同時，以 δ -氧化鋁做為副產物存在，且，導熱率變小極不理想。

另外，做為剛玉粒子者有電融氧化鋁，燒結氧化鋁之粉碎品為公知者，惟，均具有尖銳之切削刃之不定形粒子，填於橡膠·塑料時，其混煉機、成型塑模等耗損太大，極不理想。

手機等電子零件等所具之對於高速化、高周波化、係數化之對應被極期待者。其所使用之多層基板，特別是玻璃陶瓷基板其誘電率低、配線之導體損失、受動部品內藏化等為有利者，惟，相較於氧化鋁陶瓷基板，其強度、誘電損失等較差。玻璃陶瓷基板之特性提昇上，含有先行填料所使用之氧化鋁特性所沒有之圓狀、微粒、且，粒度分佈良好之有效化學成份者乃不可或缺者。

惟，粒徑變小、自體凝聚力變強，於填充玻璃、橡膠·塑料時，流動性變差，呈凝聚粒存在於玻璃、橡膠·塑料組成物中，反之，造成降低強度、導熱率。因此，結晶粒之微粒化亦受限之。

特開平 6-191833 號公報所揭示之氧化鋁粒子其形狀

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (3)

適於此用途，惟，以 In-situ CVD 法之特殊製法所製作者，相較於其他氧化鋁，其價格高昂，極不經濟。另外，特性面之粒度分佈廣為其缺點者。

又，該特開昭 62-191420 號公報中，其粒度粗，最大粒徑太大，特開平 5-43224 號中，其凝聚粒硬、粉碎後其粒度分佈廣為其缺點。

本發明者鑑於上述課題，進行精密研討之結果發現，利用以下所示特性之氧化鋁粒子後，可解決上述課題，且，可有效製造此特性之氧化鋁粒子的製造方法，進而完成本發明。

亦即，本發明係如下之相關者。

(1) 體積換算 50% 累積平均徑 (D_{50}) 為 3~6 μm 之範圍者、 D_{90} 與 D_{10} 之比、 D_{90}/D_{10} 為 2.5 以下者、12 μm 以上之粒子比率為 0.5 質量%以下者、20 μm 以上之粒子比率為 0.01 質量%以下者、1.5 μm 以下之粒子比率為 0.2 質量%以下者、 α 相做為主相為其特徵之氧化鋁粒子。

(2) 氧化鋁粒子之長軸徑 (DL) 與短軸徑 (DS) 之比、DL/DS 為 2 以下者、 D_{50} 與平均 1 次粒徑 (DP) 之比、 D_{50}/DP 為 3 以下為其特徵者之 (1) 所載氧化鋁粒子。

(3) 含 Na_2O 量為 0.1% 以下，含 B 量為 80ppm 以上、含 CaO 量為 500ppm 以上為其特徵之 (1) 或 (2) 所載之氧化鋁粒子。

(4) 添加硼化物及鹵化物及鈣化合物於氫氧化鋁或氧化鋁後，進行煨燒為其特徵之氧化鋁粒子製造方法。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(4)

(5) 鹵化物為至少 1 種選自鹵化鋁、鹵化鉍、鹵化鈣、鹵化鎂、鹵化氫所成群為其特徵之 (4) 所載氧化鋁粒子之製造方法。

(6) 硼化合物為至少 1 種選自硼酸、氧化硼、硼酸鹽者為其特徵之 (4) 或 (5) 所載氧化鋁粒子製造方法。

(7) 鹵化物為至少 1 種選自氟化鋁、氯化鋁、氯化鉍、氟化鉍、氟化鈣、氯化鈣、氯化鎂、氟化鎂、氟化氫、氯化氫所成群者為其特徵之 (4) ~ (6) 中任一項之氧化鋁粒子製造方法。

(8) 鈣化合物為至少 1 種選自氟化鈣、氯化鈣、硝酸鈣、硫酸鈣所成群者為其特徵之 (4) ~ (7) 中任一項之氧化鋁粒子製造方法。

(9) 硼化合物之添加量針對硼酸換算鋁之比率為 0.05~0.50 質量%之範圍者、鈣化合物之添加量針對 Ca 換算鋁之比率為 0.03~0.10 質量%之範圍者、鹵化物之添加量針對鋁之比率為 0.20~0.70 質量%之範圍者為其特徵之 (4) ~ (8) 中任一項所載氧化鋁粒子製造方法。

(10) 煅燒溫度為 1200~1550°C 之範圍者，最高溫度保持時間為 10 分鐘~10 小時之範圍者為其特徵之 (4) ~ (9) 中任一項所載之氧化鋁粒子製造方法。

(11) 於噴嘴噴出壓力為相對壓 $2\sim 6\times 10^5\text{Pa}$ 之範圍下，以氣流式粉碎機進行粉碎，或於氧化鋁球之球磨機、振動研磨機進行後，以氣流式分級機去除微粒者為其特徵之 (4) ~ (10) 中任一項之氧化鋁粒子製造方法。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (5)

(12) 藉由 (4) ~ (11) 中任一項所載氧化鋁粒子之製造方法後，製造氧化鋁粒子。

(13) 含 (1) ~ (3) 或 (12) 中任一項之氧化鋁粒子的陶瓷組成物。

(14) 氧化鋁粒子之含量為 10 質量%以上 90 質量%以下者為其特徵之 (13) 之組成物。

(15) 含有 (1) ~ (3) 或 (12) 中任一項之氧化鋁粒子與高分子化合物之組成物。

(16) 高分子化合物為至少 1 種選自脂肪族系樹脂、不飽和聚酯樹脂、丙烯酸樹脂、甲基丙烯酸樹脂、乙烯酯樹脂、環氧基樹脂、聚矽氧樹脂所成群者為其特徵之 (15) 所載組成物。

(17) 氧化鋁粒子含量為 80 質量%以上者為其特徵之 (15) 或 (16) 所載組成物。

(18) 高分子化合物為油狀物質者為其特徵之 (15) ~ (17) 中任一項之組成物。

(19) 高分子化合物為 40°C ~ 100°C 之溫度範圍下，具有軟化點或熔融溫度者為其特徵之 (15) ~ (18) 中任一項之組成物。

(20) 含 (15) ~ (19) 中任一項組成物之導熱性組成物。

(21) 將 (20) 所載組成物設於發熱體與散熱體之間的電子零件或半導體裝置。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

[發明實施之形態]

本發明氧化鋁子其體積換算 50% 累積平均粒徑 (D_{50}) 為 $3\sim 6\mu\text{m}$ 者、 D_{90} 與 D_{10} 之比、 D_{90}/D_{10} 為 2.5 以下者、 $12\mu\text{m}$ 以上粒子之比率為 0.5 質量%以下、 $20\mu\text{m}$ 以上粒子為 0.01 質量%以下、 $1.5\mu\text{m}$ 以下粒子之比率為 0.2 質量%以下者， α 相做為主相者為其特徵。

α 相做為主相之意係指佔氧化鋁粒子之 α 相比率為 95 質量%以上、更佳者為 98 質量%以上者。 α 相比率之求取方法係藉由以下方法。

依以下條件進行氧化鋁粒子之 X 線折射分析。

靶	Cu · kd
孔口	0.3mm
掃描速度	2 度/分鐘
掃描範圍	$2\theta = 10\sim 70$ 度

$2\theta = 68.2$ 度之頂點 (α 氧化鋁頂點) 高度做成 A、 $2\theta = 63.1$ 度之頂點 (K 氧化鋁頂點) 高度做成 B、 $2\theta = 69.5$ 度之掃描行之值做成 C 者，

$$\alpha \text{ 相之比率} = \{ (A - C) / [(A - C) + (B - C)] \} \times 100。$$

本發明體積換算之累積平均粒徑可以公知之粒度分佈測定裝置進行求取之。如：利用激光折射粒度分佈測定裝置者宜。又，做為 $20\mu\text{m}$ 粒徑之評定方者以極微粒粉分級機進行超音波分散之同時進水篩、以篩上所殘留之殘留量進行確定者宜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (7)

藉由使用此氧化鋁粒子後特別可提供適於玻璃陶瓷組成物之填充材的氧化鋁粒子。 D_{50} 務必為 $3\sim 6\mu\text{m}$ 之範圍者，而， D_{50} 為 $3.5\sim 4.5\mu\text{m}$ 之範圍者為更佳。粒徑之大小調整為主材料之玻璃孔之粒徑者宜，惟， D_{50} 超出 $6\mu\text{m}$ 、或、 D_{50} 小於 $3\mu\text{m}$ 時，則降低基板強度，產生特性變差。另外， (D_{90}/D_{10}) 務必為 2.5 以下者，又以 2.2 以下為更佳。當 (D_{90}/D_{10}) 大於 2.5 時，則其粒度分佈變廣，與玻璃之反應不均、降低強度。更且，粒徑 $12\mu\text{m}$ 以上之粒子比率為高於 0.5 質量%，且， $20\mu\text{m}$ 以上之粒子為大於 0.01 質量%時，則基板之耐電壓特性變差。粒徑為 $1.5\mu\text{m}$ 以下之粒子比率為高於 0.2 質量%時，則組成物之流動性變差、誘電損失亦變大。

又，本發明氧化鋁粒子中，提供其長軸徑 (DL) 與短軸徑 (DS) 之比 (DL/DS) 為 2 以下， D_{50} 與平均一次粒子徑 (DP) 之比 (D_{50}/DP) 為 3 以下者為適於玻璃陶瓷組成物填充材料之氧化鋁粒子為理想者。

(DL/DS) 為大於 2 時，則粒子形狀呈扁平、基板強度、組成物之導熱率將降低。又，(D_{50}/DP) 為大於 3 時，則接近凝聚粒子，降低基板強度、組成物之流動性變差。

本發明氧化鋁粒子之長軸徑、短軸徑之測定係藉由使用 SEM (掃描電子顯微鏡) 之二次電子照片解析後進行者。又，平均一次粒徑係由 BET 比表面積藉由下式進行換算之。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (8)

一次粒徑 (μm) = $6 / (\text{氧化鋁之真密度} \times \text{BET 比表面積})$
(單位: m^2/g)

另外，氧化鋁之真密度做成 $3.987\text{g}/\text{cm}^3$ ，且，BET 比表面積係藉由氮吸附法進行測定之。

本發明氧化鋁粒子其 Na_2O 含量為 0.1% 以下者宜，更佳者為 0.05%。 Na_2O 超出 0.1% 時，則燒結特性變差，降低做為絕緣材料之信賴性。又，B 含量為 80ppm 以上者、更佳者為 100ppm 以上、 CaO 含量為 500ppm 以上，更佳者為 800ppm 以上，具有做為玻璃陶瓷燒結時之燒結助劑的效果，特別於玻璃基質與氧化鋁粒子粒界部份之液相燒結中促進其反應，提高基板強度。

本發明氧化鋁粒子係於原料粉末中添加硼化合物及鹵化合物以及鈣化合物後進行煅燒後可製造之、原料粉末可使用氫氧化鋁或氧化鋁，亦可使用含此等混合粉末、氫氧化鋁與氧化鋁之混合粉末者。

以氧化鋁做為原料粉末使用時，其 BET 值為 $10\sim 30\text{m}^2/\text{g}$ 之範圍者宜，與氫氧化鋁之混合比並未特別限定。又，氧化鋁為 $10\text{m}^2/\text{g}$ 以下，特別是 BET 值若低於 $5\text{m}^2/\text{g}$ 時，則煅燒時其 α 結晶粒子之成長不理想，因此，以該範圍內者宜。

硼化合物以硼酸、氧化硼、硼酸鹽使用者宜，鹵化物以至少 1 種選自鹵化氧、鹵化鉍、鹵化鈣、鹵化鎂、鹵化氫所成群者使用為宜，更佳者可使用氟化鋁、氯化鋁、氯化鉍、氟化鉍、氟化鈣、氯化鈣、氯化鎂、氟化鎂、氟化

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

氫、氯化氫者，鈣化合物以氟化鈣、氯化鈣、硝酸鈣、硫酸鈣使用者宜。

又，硼化合物、鹵化物、鈣化合物可個別添加，亦可互為併用物質進行添加，如：鈣添加鹵化物時，相當於本發明中添加鹵化物及鈣化合物者。又，添加含有硼與鈣之鹵化物時，相當於本發明中添加硼化合物、鹵化物、鈣化合物者。

本發明製造方法中，其添加硼化合物之量針對硼換算氧化鋁比率以 0.05~0.5 質量%者宜，更佳者為 0.1~0.4 質量%者。添加鹵化物之量針對氧化鋁之比率以 0.2~0.7 質量%者宜、更佳者為 0.3~0.6 質量%者。又，鈣化合物之添加量針對 Ca 換算氧化鋁之比率為 0.03~0.1 質量%者宜，更佳者為 0.04~0.07 質量%者。當添加量低於該範圍時，則不易形成圓狀氧化鋁粒子而不理想。反之，大於該範圍則無法取得提昇本發明效果提供之適於玻璃陶瓷組成物填充材料，且，經濟面不理想者。

又，個別添加硼化合物、鹵化物、鈣化合物時，以上記範圍進行添加者宜，而以合併物質添加時依下列方法進行添加之。如：鈣添加鹵化物時，鈣化合物之添加量以針對 Ca 換算氧化鋁之比率進行算取之，鹵化物之添加量以鈣添加鹵化物之量進行算出。另外，含硼與鈣之鹵化物的添加時，硼化合物之添加量針對硼換算氧化鋁之比率進行算出，鈣化合物之添加量針對 Ca 換算氧化鋁之比率被算出、鹵化物之添加量以含有硼與鈣之鹵化物的添加量進行

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

算出。

本發明之煨燒溫度為 1200°C ~1550°C 者、最高溫度保持時間以 10 分鐘~10 小時者宜。又，較佳之煨燒溫度為 1350°C ~1500°C、最高溫度保持時間為 30 分鐘~8 小時為更佳者。

當煨燒溫度低於 1200°C 時，則氧化鋁粒子無法呈 α 相化而不理想，當最高溫度保持時間少於 10 分鐘則氧化鋁粒子無法形成而不佳。反之，煨燒溫度超出 1550°C 時，或即使保持時間超過 10 小時，則均無法提昇效果，且經濟面不理想。煨燒時所使用加熱爐之種類可以公知之單窯、洞窯、旋轉窯爐之方法者。

本發明製造方法係於氫氧化鋁或氧化鋁或氫氧化鋁與氧化鋁之混合粉末中加入硼化合物與鹵化物及鈣化合物後，進行煨燒之後，將取得氧化鋁粒子利用氣流式粉碎機，其噴嘴噴出壓力為相對壓、 $2\sim 6 \times 10^5 \text{ Pa}$ ($2\sim 6 \text{ kgf/cm}^2$) 之範圍下進行粉碎，或利用氧化鋁球之球磨機、振盪研磨器進行粉碎後以氣流式分級機去除微粒者宜。氣流式粉碎機之噴嘴噴出壓力於相對壓、更佳為 $3\sim 5 \times 10^5 \text{ Pa}$ ，使其粉碎後氧化鋁粒子呈所定最大粒徑，適當調整氣流式粉碎機之風量、原料置入量，內藏於氣流式粉碎機之分級機的旋轉數。當噴嘴噴出壓力為 $2 \times 10^5 \text{ Pa}$ 以下則降低粉碎力，效率變差。反之，呈 $6 \times 10^5 \text{ Pa}$ 以上則粉碎強度變強，阻礙適於本發明玻璃陶瓷組成物填充材之氧化鋁粒子。使其氧化鋁球之球磨機、振動研磨器之氧化鋁球大小以 10~25

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

mm ϕ 者宜，粉碎時間依其粉碎機大小、能力而異，一般球磨機為 180 分鐘~420 分鐘者。因此，取得粉末中多數含過度粉碎之微粒粉末，以氣流式分級機去除微粒部份者宜。

本發明製造方法所製造之氧化鋁粒子被填充於硼矽酸系玻璃、 $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ 系玻璃、 $CaO-Al_2O_3-SiO_2$ 系玻璃等之玻璃材料後，適於做為玻璃陶瓷組成物使用之。特別是氧化鋁粒子含量為 10 質量%以上 90 質量%以下者宜。另外，當氧化鋁粒子混合比例太多時，則務必提高玻璃陶瓷之煨燒溫度，而降低誘電率。反之，氧化鋁粒子之混合比例太少則降低基板強度，因此，理想範圍為 20 質量%~60 質量%者。該混合比例影響玻璃陶瓷之煨燒溫度、材料強度，因此，依可取得該目的、特性之條件下進使用者宜。

本發明製造方法所製造之氧化鋁粒子理想者被填入油、橡膠、塑料等高分子化合物中，可適於做為高導熱性潤滑脂組成物、高導熱性橡膠組成物、高導熱性塑料組成物之使用。特別是氧化鋁粒子含量為 80 質量%以上者宜。

構成本發明樹脂組成物之高分子化合物可適用於公知之高分子化合物，而做為理想例者如：脂肪族系樹脂、不飽和聚酯樹脂、丙烯酸樹脂、甲基丙烯酸樹脂、乙烯酯樹脂、環氧樹脂、聚矽氧樹脂例者。

此等樹脂可為低分子量體亦可為高分子量體。亦可為油狀橡膠狀、硬化物者。使用用途可依環境任意選取之。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

樹脂例如，烴系樹脂（如：聚乙烯、乙烯-醋酸乙烯酯共聚物、乙烯-丙烯酸酯共聚物、乙烯-丙烯共聚物、聚（乙烯-丙烯）、聚丙烯、聚異戊二烯、聚（異戊二烯-丁烯）、聚丁二烯、聚（苯乙烯-丁二烯）、聚（丁二烯-丙烯腈）、聚氯丁烯、氯化聚丙烯、聚丁烯、聚異丁烯、烯烴樹脂、石油樹脂、苯乙烯樹脂、ABS樹脂、香豆酮、茛樹脂、萘烯樹脂、松脂樹脂、二烯樹脂等）、（甲基）丙烯酸樹脂（如：甲基（甲基）丙烯酸酯、乙基（甲基）丙烯酸酯、2-乙基己基（甲基）丙烯酸酯、正-壬基（甲基）丙烯酸酯、（甲基）丙烯酸、縮水甘油基（甲基）丙烯酸酯等之單體以單獨聚合之樹脂，或，共聚複數單體之樹脂、聚丙烯腈及共聚物、聚氰基丙烯酸酯、聚丙烯醯胺、聚（甲基）丙烯酸鹽等）、醋酸乙烯酯及乙烯醇系樹脂（如：醋酸乙烯樹脂、聚乙烯醇、聚乙烯甲醛系樹脂、聚乙烯醚等）、含鹵系樹脂（如：氯化乙烯樹脂、氯化亞乙烯樹脂、氟系樹脂等）、含氮乙烯樹脂（如：聚乙烯咪唑、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯吡啶、聚乙烯咪唑等）、二烯系聚合物（如：丁二烯系合成橡膠、氯丁二烯系合成橡膠、異戊二烯系合成橡膠等）、聚醚類（如：聚乙二醇、聚丙二醇、茛滿橡膠、聚氰醚樹脂等）、聚乙烯亞胺類樹脂、苯酚系樹脂（如：苯酚、甲醛水樹脂、甲酚、甲醛水樹脂、變性苯酚樹脂、苯酚、糠醛樹脂、間苯二酚樹脂等）、胺基樹脂（如：脲醛樹脂及變性脲醛樹脂、蜜胺樹脂、鳥糞胺樹脂、苯胺樹脂、磺醯胺樹脂等）、芳香族烴系樹脂（如：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

二甲苯甲醛樹脂、甲苯·甲醛水樹脂等)、酮樹脂(如:環己酮樹脂、丁酮樹脂等)、飽和醇酸樹脂、不飽和聚酯樹脂(如:無水馬來酸-乙二醇縮聚物、無水馬來酸-無水酞酸-乙二醇縮聚物等)、烯丙基酞酸酯樹脂(如:不飽和聚酯樹脂於二烯丙基酞酸酯進行交聯之樹脂等)、乙烯酯樹脂(如:末端具高反應性丙烯雙鍵、主鏈為具有雙酚 A 系醚鍵之一次聚合物以苯乙烯、丙烯酸等進行交聯之樹脂)、烯丙酯樹脂、聚碳酸酯、聚磷酸酯樹脂、聚醯胺樹脂、聚亞胺樹脂、聚矽氧樹脂(如:聚二甲基矽氧烷等之聚矽氧油、聚矽氧橡膠、聚矽氧樹脂、分子內具有氫矽氧烷、經基矽氧烷、烷氧基矽氧烷、乙烯矽氧烷結構,藉由觸媒、熱進行硬化之反應性聚矽氧樹脂等)、呋喃樹脂、聚胺酯樹脂、聚胺酯橡膠、環氧樹脂(如:雙酚 A 與環氧氯丙烷之縮合物、添用酚醛型苯酚樹脂與環氧氯丙烷之縮合物、聚二醇類與環氧氯丙烷之縮合物之使用者等)、苯氧基型樹脂或此等變性體等例,。此等可單獨、或以複數使用之。

此等高分子體可為低分子量,亦可為高分子量者。或亦可為油狀、橡膠狀、硬化物者。所使用用途依環境可任意選擇。

其中特別以使用不飽和聚酯樹脂、丙烯酸樹脂、甲基丙烯酸樹脂、乙烯酯樹脂、環氧樹脂、聚矽氧樹脂為最佳者。

高分子體更以油狀物質者宜。氧化鋁粒子與油混合之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

潤滑脂隨著發熱體與散熱體之凹凸同時可縮小其間隔，更可提昇散熱效果。

可使用之油並未特別限定，可使用一般公知者，如：聚矽氧油、石油系油、合成系油、氟系油等例。

又，為易於導熱性組成物之使用，以室溫下呈薄片狀者、溫度上昇到軟化，或熔融後呈潤滑脂狀之高分子者宜。此例未特別限定，一般可使用公知者，如：熱塑性樹脂、其低分子量體、熱塑性樹脂中加入油後，調整軟化點，或熔融點等例，軟化點或熔融點溫度依其發熱體溫度而異，通常為 40℃ ~100℃ 之範圍者宜。

此等導熱性樹脂係藉由挾住電子零件、半導體裝置之發熱部份與散熱部品、散熱板等相互之間，有效釋放所產生之熱，降低電子零件、半導體裝置之熱劣化等，減少故障、延長壽命者。具體之電子零件或半導體裝置並未特別限定，一般如：電腦 CUP (中央推算元素)、PDP (等離子體顯示)、二次電池或其周邊機器 (混種電動汽車等之二次電池與散熱體間設置所載導熱性組成物控制溫度使電池性安定化之裝置)、同電動機之散熱器、電熱元件、殷鋼、(高) 功率晶體管、等例。

以下，藉由實施例、比較例進行本發明具體之說明，惟，本發明未限定於此等實施例者。

【實施例】

(實施例 1)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (15)

於 BET 值為 $20\text{m}^2/\text{g}$ 之氧化鋁中添加 0.2 質量%之硼酸、0.03 質量%氟化鋁、0.1 質量%氟化鈣、0.4 質量%氯化銨後，於 1450°C 下進行煨燒 4 小時。

煨燒後，取出煨燒物後，藉由氣流式粉碎機於噴嘴噴出計壓計 $5 \times 10^5\text{Pa}$ 之條件下，進行粉碎。粉碎取得之粒子藉由 X 線折射進行檢測後， α 相為 95% 之氧化鋁者。此氧化鋁藉由氮吸附法測定 BET 比表面積。又，以六偏磷酸蘇打做為分散劑使用後，以日機裝 (股份) 製之激光折射粒度分佈測定裝置微追蹤器 HRA 測定體積換算之累積平均徑與粒度分佈。另外， $20\mu\text{m}$ 粒子計之量於極微粒粉分級機 (shodex-Ps) 超音波洗淨機 (島田理化 CH-308-3A) 進行超音波分散之同時，以 $20\mu\text{m}$ 網篩進行水篩、將篩上殘留之殘渣移至濾紙，以乾燥裝置將水份蒸發後，以上四天秤進行測定之。更藉由 SEM 照片求取氧化鋁粒子之長軸徑、短軸徑。一次粒徑係以該換算式由 BET 比表面積進行求取之。

(實施例 2~6、比較例 1~4)

以表 1 所載之條件製造氧化鋁粒子。實施例 2 及比較例 1, 2, 4 係以球磨機進行粉碎，且，實施例 2 於粉碎後以氣流式分級機去除微粒子。又，未載於表 1 之條件係與實施例 1 相同者。取得氧化鋁粒子之評定結果如表 1、2 所示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (16)

(實施例 7)

以實施例 1 之氧化鋁粒子粉末為 40 質量份與硼矽酸玻璃粉末為 60 質量份之比例下，添加溶劑（乙醇/甲苯）與丙烯酸系粘合劑後取得漿料，藉由塗膠法使生薄片成型。取得生薄片以 1000℃ 進行燒結，以 JISR 1601 為基法測定磁器之抗折強度。評定結果示於表 3。

(實施例 8)

使用實施例 2 之氧化鋁粒子，其他條件與實施例 6 相同測定抗折強度。評定結果如表 3 所示。

(比較例 5)

使用比較例 1 之氧化鋁粒子，其他條件與實施例 6 相同測定其抗折強度。評定結果示於表 3。

(比較例 6)

使用比較例 2 之氧化鋁粒子，其他條件與實施例 6 相同測定具抗折強度。評定結果示於表 3。

(實施例 9)

80 質量份之實施例 1 氧化鋁粒子中加入 20 質量份之聚矽氧油 KF96-100（信越化學工業公司製）後，以行星式攪拌、脫泡裝置（倉敷紡紗公司製 KK-100）進行攪拌之。取得潤滑脂使用參考 ASTM（American Society for

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (17)

Testing and Materials) D5470 之製作裝置後，測其熱抵抗。評定結果如表 4 所示。

(實施例 10)

80 質量份之實施例 2 之氧化鋁粒子中加入 20 質量份之聚矽氧油 KF96-100 (信越化學工業公司製)，其他條件之實施例 8 相同測其熱抵抗。評定結果如表 4 所示。

(比較例 7)

80 質量份比較例 1 之氧化鋁粒子中加入 20 質量份之聚矽氧油 KF96-100 (信越化學工業公司製)，其他條件與實施例 8 相同測定熱抵抗。評定結果示於表 4。

(比較例 8)

80 質量份比較例 2 之氧化鋁粒子中加入 20 質量份之聚矽氧油 KF96-100 (信越化學工業公司製)，其他條件與實施例 8 相同，測其熱抵抗。評定結果示於表 4。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

表 1

	原料特性		煨燒				粉碎		
		BET 值 (m ² /g)	添加量 (質量%) 對氧化鋁比				粉碎	氣流式 分級機	
			硼化合物		鹵化物				鈣化合物
			硼酸	氟化鋁	氯化鋁	氟化鈣			
實施例 1	氧化鋁	20	0.2	0.03	0.4	0.1	氣流式 粉碎機	-	
實施例 2	氧化鋁	20	0.2	0.03	0.4	0.1	球磨機	實施	
實施例 3	氧化鋁	20	0.2	0.03	0.4	0.1	氣流式 粉碎機	-	
實施例 4	氧化鋁	20	0.3	0.03	0.4	0.1	氣流式 粉碎機	-	
實施例 5	氫氧化鋁	-	0.2	0.03	0.4	0.1	氣流式 粉碎機	-	
實施例 6	混合	-	0.2	0.03	0.4	0.1	氣流式 粉碎機	-	
比較例 1	氧化鋁	20	0.3	0.05	0	0	球磨機	未實施	
比較例 2	氧化鋁	20	0	0.04	0.6	0	球磨機	未實施	
比較例 3	氧化鋁	20	0.3	0.05	0	0	氣流式 粉碎機	-	
比較例 4	氧化鋁	20	0.2	0.03	0.4	0.1	球磨機	未實施	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

表 2

	製品物性											
	BET 值	DP	D50	D50/DP	D90/D10	20 μ m 以上比	12 μ m 以上比	1.5 μ m 以上	DL/DS	Na ₂ O	B	CaO
	(m ² /g)	(μ m)	(μ m)			率(質量%)	率(質量%)	比率(質量%)		(%)	ppm	ppm
實施例 1	0.7	2.06	4.5	2.2	2	0.003	0	0	1.6	0.02	150	850
實施例 2	0.7	2.18	4.7	2.15	1.9	0.002	0.1	0	1.5	0.02	150	850
實施例 3	0.7	2.06	4.1	2	2	0.004	0	0	1.7	0.02	150	980
實施例 4	0.6	2.35	5.2	2.19	2.3	0.006	0.2	0	1.8	0.02	180	850
實施例 5	0.8	1.98	3.8	1.93	2.1	0.002	0	0.2	1.6	0.02	150	850
實施例 6	0.7	2.12	4.1	1.91	1.8	0.002	0	0	1.6	0.02	150	850
比較例 1	1.8	0.84	1.5	1.8	0.8	0.03	0	49.4	2.3	0.05	180	150
比較例 2	1.1	1.33	4.2	3.15	3.9	0.1	2.1	4	2.5	0.03	2	150
比較例 3	1.1	1.39	2.9	2.08	2.1	0.003	0	3.8	2.2	0.05	180	150
比較例 4	1.3	1.18	3.4	2.87	3.1	0.04	0	8.4	1.7	0.02	150	650

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

表 3

	實施例 7	實施例 8	比較例 5	比較例 6
抗折強度 (MPa)	370	360	250	251

表 4

	實施例 9	實施例 10	比較例 7	比較例 8
熱抵抗 ($K \cdot cm^2/W$)	0.1	0.11	0.15	0.16

氣溫 35°C (恒溫) 、壓力 0.7MPa 之測定值

〔發明效果〕

使用本發明氧化鋁粒子後，可提昇與玻璃材料之磨合度者，提供一種高強度玻璃陶瓷組成物者。又，於橡膠、塑料、聚矽氧油系之樹脂組成物中可取得高導熱性。本發明組成物藉由設置於發熱體與散熱體間的電子零件或半導體裝置之製造後，可構成相較於先行技術更耐於高速動作、高負荷之高性能電子零件、半導體裝置者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 氧化鋁粒子、氧化鋁粒子之製造方法
及含氧化鋁粒子之組成物)

本發明係提供一種可製造與玻璃材料之磨合度高之高強度玻璃陶瓷組成物、高度導熱性所取得由樹脂組成物之氧化鋁填料。

氧化鋁粒子之體積換算 50%累積平均徑 (D_{50}) 為 $3\sim 6\mu\text{m}$ 之範圍內、 D_{90} 與 D_{10} 之比、 D_{90}/D_{10} 為 2.5 以下、 $12\mu\text{m}$ 以上之粒子比率為 0.5 質量%以下、 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子比率為 0.01 質量%以下、 $1.5\mu\text{m}$ 以下之粒子比率為 0.2 質量%以下，以 α 相做為主相。又，氧化鋁粒子長軸徑 (DL) 與短軸徑 (DS) 之比、 DL/DS 為 2 以下、 D_{50} 與平均一次粒徑 (DP) 之比、 D_{50}/DP 為 3 以下、 Na_2O 含量為 0.1% 以下、B 含量為 80ppm 以上、CaO 含量為 500ppm 以上者。無選擇圖

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

六、申請專利範圍 1

1. 一種氧化鋁粒子，其特徵係體積換算 50% 累積平均粒徑 (D50) 為 3~6 μm 之範圍、D90 與 D10 相互之比、:D90/D10 為 2.5 以下、12 μm 以上粒子之比率為 0.5 質量% 以下、20 μm 以上粒子之比率為 0.01 質量% 以下、1.5 μm 粒子之比率為 0.2 質量% 以下、以 α 相為主相者。

2. 如申請專利範圍第 1 項之氧化鋁粒子，其中該氧化鋁粒子之長軸徑 (DL) 與短軸徑 (DS) 相互之比：DL/DS 為 2 以下者、D50 與平均一次粒徑 (DP) 相互之比：D50/DP 為 3 以下者。

3. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之氧化鋁粒子，其中該 Na_2O 含量為 0.1% 以下者、B 含量為 80ppm 以上、CaO 含量為 500ppm 以上者。

4. 一種氧化鋁粒子之製造方法，其特徵係將硼化合物及鹵化物以及鈣化合物加入氫氧化鋁或氧化鋁中，進行煅燒者。

5. 如申請專利範圍第 4 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該鹵化物為至少 1 種選自鹵化鋁、鹵化鉍、鹵化鈣、鹵化鎂、鹵化氫所成群者。

6. 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該硼化合物為至少 1 種選自硼酸、氧化硼、硼酸鹽所成群者。

7. 如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該鹵化物係至少 1 種選自氟化鋁、氯化鋁、氯化鉍、氟化鉍、氟化鈣、氯化鈣、氯化鎂、氟化鎂、氟

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍 2

化氫、氯化氫所成群者。

8.如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該鈣化合物係至少 1 種選自氟化鈣、氯化鈣、硝酸鈣、硫酸鈣所成群者。

9.如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該硼化合物之添加量為對於硼酸換算氧化鋁之比率為 0.05~0.50 質量%範圍者、鈣化合物之添加量為對於 Ca 換算氧化鋁之比率為 0.03~0.10 質量%之範圍、鹵化物之添加量為對於氧化鋁之比率為 0.20~0.70 質量%之範圍者。

10.如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該煅燒溫度為 1200~1550°C 之範圍者，該最高溫度保持時間為 10 分鐘~10 小時之範圍者。

11.如申請專利範圍第 4 項或第 5 項之氧化鋁粒子之製造方法，其中該方法係以噴嘴噴出壓力為相對壓 $2\sim 6\times 10^5$ Pa 之範圍下，以氣流式粉碎機進行粉碎，或利用氧化鋁球之球磨機、振盪研磨機進行後，以氣流式分級機去除微粒子者。

12.一種組成物，其特徵係含有 10 質量%以上 90 質量%以下如申請專利範圍第 1 項之氧化鋁粒子之外，另外含高分子化合物者。

13.如申請專利範圍第 12 項之組成物，其中該高分子化合物為至少 1 種選自脂肪族系樹脂、不飽和聚酯樹脂、丙烯酸樹脂、甲基丙烯酸樹脂、乙烯酯樹脂、環氧樹脂、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍 3

聚矽氧樹脂所成群者。

14.如申請專利範圍第 12 項之組成物，其中該高分子化合物為油狀物質者。

15.如申請專利範圍第 12 項之組成物，其中該高分子化合物於 40°C ~100°C 溫度下，係具有軟化點或熔融溫度。

16.一種電子零件或半導體裝置，其特徵係將如申請專利範圍第 12 項之組成物設於發熱體與散熱體之間者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

- (一)、本案指定代表圖為：無
- (二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：
無