



(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 I881174 B

(45) 公告日：中華民國 114 (2025) 年 04 月 21 日

(21) 申請案號：110136135

(22) 申請日：中華民國 110 (2021) 年 09 月 29 日

(51) Int. Cl. : **C01B21/064 (2006.01)**

(30) 優先權：2020/09/30 日本 2020-165644

(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：竹田豪 TAKEDA, GO (JP)；塩月宏幸 SHIOTSUKI, HIROYUKI (JP)；田中孝明
TANAKA, TAKAAKI (JP)

(74) 代理人：周良吉；鄭昕怡

(56) 參考文獻：

TW 201536672A

TW 201711954A

JP H06-076624A

JP 2018-108970A

JP 2019-218254A

WO 2020/032060A1

審查人員：洪敏峰

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 35 頁

(54) 名稱

氮化硼粉末、及氮化硼粉末之製造方法

(57) 摘要

本揭示之一側面係提供一種氮化硼粉末，含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，純度為 98.5 質量%以上，具有可磁化性之粒子的個數為每 10g 氮化硼粉末中係 10 個以下。

One aspect of the invention provides a boron nitride powder containing aggregated particles formed by the aggregation of primary particles of hexagonal boron nitride, wherein the purity is at least 98.5% by mass, and the number of particles having magnetizability does not exceed 10 particles per 10 g of the boron nitride powder.



I881174

【發明摘要】

【中文發明名稱】

氮化硼粉末、及氮化硼粉末之製造方法

【英文發明名稱】

BORON NITRIDE POWDER, AND METHOD FOR PRODUCING BORON NITRIDE POWDER

【中文】

本揭示之一側面係提供一種氮化硼粉末，含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，純度為98.5質量%以上，具有可磁化性之粒子的個數為每10g氮化硼粉末中係10個以下。

【英文】

One aspect of the invention provides a boron nitride powder containing aggregated particles formed by the aggregation of primary particles of hexagonal boron nitride, wherein the purity is at least 98.5% by mass, and the number of particles having magnetizability does not exceed 10 particles per 10 g of the boron nitride powder.

【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】

氮化硼粉末、及氮化硼粉末之製造方法

【英文發明名稱】

BORON NITRIDE POWDER, AND METHOD FOR PRODUCING BORON
NITRIDE POWDER

【技術領域】

【0001】

本揭示關於氮化硼粉末、及氮化硼粉末之製造方法。

【先前技術】

【0002】

六方晶氮化硼的潤滑性、高熱傳導性、及絕緣性等優異。因此，六方晶氮化硼使用在散熱材料用之填充材、固體潤滑材、針對熔融氣體及鋁等之脫模材、化妝料用之原料、以及燒結體用之原料等各種用途。

【0003】

例如，專利文獻1中提出當用作樹脂等絕緣性散熱材之填充材時，可提高上述樹脂等之熱傳導率及耐電壓(絕緣破壞電壓)的六方晶氮化硼粉末及其製造方法。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】

[專利文獻1]日本特開2019-116401號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0005】

隨著功率器件、電晶體、閘流體、及CPU等電子零件的高功能化，對於該等電子零件所使用之構件亦要求進一步高性能化。例如，於在高電壓下長時間使用電子零件的情況下，對於組裝至電子零件的傳熱片亦要求更優異的絕緣性等。氮化硼粉末係作為與樹脂一起構成傳熱片的材料使用，但根據本案發明人等的研究，發現即使使用據認係足夠高純度且性能優異的以往的氮化硼粉末時，在如上述之使用環境中仍會發生傳熱片之絕緣破壞等。

【0006】

本揭示旨在提供相較於以往的氮化硼粉末，作為填充材使用時之絕緣性能更優異的氮化硼粉末、及其製造方法。

[解決課題之手段]

【0007】

本案發明人等針對高純度之以往的氮化硼粉末進行詳細分析，研究對使用於傳熱片時的影響。經研究發現從前視為無問題之微量的具有可磁化性之粒子(可磁化粒子)，在暴露於高電壓等的環境下會對傳熱片等製品之性能造成影響，並基於該發現而完成了本發明。

【0008】

本揭示之一側面係提供一種氮化硼粉末，含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，純度為98.5質量%以上，具有可磁化性之粒子的個數為每10g氮化硼粉末中係10個以下。

【0009】

上述氮化硼粉末的純度高，可磁化粒子之含量減少，故作為填充材使用時的絕緣性能優異。本揭示中之絕緣性能係以比以往更嚴苛的條件進行評價的性能。本揭示中之絕緣性能，具體而言，係將由氮化硼粉末與樹脂製備得到的樹脂組成物，於65°C、90RH%之環境下施加直流電壓1100V，根據直至發生絕緣破壞為止的通電條件進行評價的性能。

【0010】

上述具有可磁化性之粒子的個數可為每10g氮化硼粉末中係0.05~10個。

【0011】

上述氮化硼粉末的雜質鐵量可為50ppm以下。雜質鐵量的上限值為上述範圍內的話，氮化硼粉末之絕緣性能更優異。

【0012】

上述氮化硼粉末之雜質碳量可為170ppm以下。

【0013】

上述氮化硼粉末之石墨化指數可為2.3以下。

【0014】

上述氮化硼粉末之平均粒徑可為7~100 μm ，比表面積可為0.8~8.0 m^2/g 。平均粒徑及比表面積為上述範圍內的話，氮化硼粉末除絕緣性改善外，熱傳導率

亦得到改善。因此，上述氮化硼粉末可更理想地作為用以製備絕緣性能及散熱性能優異之傳熱片的填充材使用。

【0015】

本揭示之一側面係提供一種氮化硼粉末之製造方法，包含下列步驟：製備含有含六方晶氮化硼之原料粉末與水之漿液，該原料粉末含有一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，且純度為98.0質量%以上；將上述漿液中之具有可磁化性之粒子之含量減少後，於鈍性氣體環境下減少上述漿液中之水含量。

【0016】

上述氮化硼粉末之製造方法中，藉由將高純度之氮化硼之原料粉末進一步於含一定量以上之氧之條件下進行加熱處理，可製造如上述之氮化硼粉末。

【0017】

上述原料粉末之配向性指數(orientation index)可為30以下。

【0018】

上述原料粉末之石墨化指數可為2.3以下。

[發明之效果]

【0019】

根據本揭示，可提供相較於以往的氮化硼粉末，作為填充材使用時的絕緣性能更優異的氮化硼粉末、及其製造方法。

【實施方式】

【0020】

以下，針對本揭示之實施形態進行說明。惟，以下之實施形態係用以說明本揭示之例示，並非將本揭示限定於以下之內容。

【0021】

本說明書中例示之材料，除非另有說明，否則可單獨使用1種或將2種以上組合使用。組成物中之各成分之含量，當該當於組成物中之各成分的物質存在多種時，除非另有說明，否則意指組成物中所存在之該多種物質的合計量。本說明書中之「步驟」，可為彼此獨立的步驟，亦可為同時進行的步驟。

【0022】

[氮化硼粉末]

氮化硼粉末之一實施形態，含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子。上述氮化硼粉末之純度為98.5質量%以上，具有可磁化性之粒子的個數為每10g氮化硼粉末中係10個以下。

【0023】

六方晶氮化硼可為一次粒子之粒子形狀之變異小者。六方晶氮化硼之一次粒子之形狀，例如可為鱗片狀及圓盤狀等。

【0024】

氮化硼粉末之純度可為更高，例如可為98.7質量%以上、或99.0質量%以上。本說明書中之氮化硼粉末之純度，意指利用滴定算出的值。具體而言，係利用本說明書之實施例記載之方法進行滴定並決定。

【0025】

氮化硼粉末一般除包含六方晶氮化硼之無色粒子外，亦可包含著色粒子。就該著色粒子而言，例如可列舉含有碳之粒子、及具有可磁化性之粒子等。與

此相對，本實施形態之氮化硼粉末係除純度高外，進一步具有可磁化性之粒子(以下，亦稱為可磁化性粒子)之含量減少者。藉由減少可磁化性粒子之含量，可改善絕緣性能。此外，上述著色粒子之色調，係意指與六方晶氮化硼之粒子不同，而未特定色調。含有碳之粒子、及具有可磁化性之粒子一般為褐色、或黑色，但色調會因應碳之含量及可磁化性成分之含量而變化。

【0026】

具有可磁化性之粒子(以下，亦稱為可磁化性粒子)，意指可被磁石磁化之粒子，例如可為含鐵(Fe)之粒子。

【0027】

氮化硼粉末中之可磁化性粒子之個數，為每10g氮化硼粉末中係10個以下，可磁化性粒子之個數的上限值可為每10g氮化硼粉末中例如係9個以下、8個以下、7個以下、5個以下、或3個以下。可磁化性粒子之個數的上限值為上述範圍內的話，可更充分地抑制對於氮化硼粉末之絕緣性能等的影響。氮化硼粉末中之可磁化性粒子之個數的下限值並無特別限制，亦可不含，可為每10g氮化硼粉末中例如係0.05個以上、或0.1個以上。氮化硼粉末中之可磁化性粒子之個數可調整為上述範圍內，例如可為每10g氮化硼粉末中係0.05~10個、或0.05~5個。

【0028】

含有碳之粒子(以下，亦稱為含碳粒子)會具有導電性，故考量進一步改善氮化硼粉末之性能的觀點，宜減少含碳粒子之含量。

【0029】

含碳粒子之個數的上限值，可為每10g氮化硼粉末中例如係10個以下、9個以下、8個以下、7個以下、5個以下、或3個以下。含碳粒子之個數的上限值為

上述範圍內的話，可更充分地抑制對於氮化硼粉末之絕緣性能等的影響。氮化硼粉末中之含碳粒子之個數的下限值並無特別限制，亦可不含，可為每10g氮化硼粉末中例如係0.05個以上、或0.1個以上。氮化硼粉末中之含碳粒子之個數可調整為上述範圍內，例如可為每10g氮化硼粉末中係0.05~10個、或0.05~5個。

【0030】

本說明書中之含碳粒子及可磁化粒子之個數，係如下述般測得之數。首先，量取係測定對象之氮化硼粉末10g、及乙醇100mL至容器中，利用攪拌棒進行攪拌，製備混合溶液。然後將上述混合溶液使用超音波分散器進行分散，製備分散液。將獲得之分散液投入至孔目63 μm 之篩(JIS Z 8801-1：2019「試驗用篩-金屬製網篩」)，之後，投入蒸餾水2L。進一步，持續流入蒸餾水並過篩直到無白濁的水從篩下流出。之後，將殘留於篩上者(篩上物)以乙醇清洗，過篩並回收篩上物。於篩上物中再次投入乙醇，進一步持續流入蒸餾水直到無白濁的水從篩下流出，將篩上物以乙醇清洗。進一步，將篩上物移至容器中，加入乙醇100mL，與上述操作同樣地進行攪拌、分散、篩分之處理。重複進行同樣之操作直到通過篩的乙醇溶液的白濁消失。

【0031】

之後，將以上述方式獲得之篩上物進行乾燥，並將粉末分散於稱量紙上，於稱量紙下設置永久磁石，將未被永久磁石磁化的粉末分散於另外的稱量紙上，利用光學顯微鏡進行觀察，計數觀測到的著色粒子之數目。針對5個以上之樣品進行同樣之操作，算出獲得之著色粒子數的算術平均，將該平均值作為每10g氮化硼粉末中之含碳粒子之個數。此外，可利用能量色散型X射線分析裝置(EDX)進行測定來確認係含有碳者。另一方面，針對分散於稱量紙上，且可被上

述永久磁石磁化之著色粒子，亦利用光學顯微鏡進行觀察，計數觀測到的著色粒子之數目。針對5個以上之樣品進行同樣之操作，算出獲得之著色粒子數的算術平均，將該平均值作為每10g氮化硼粉末中之可磁化性粒子之個數。此外，光學顯微鏡觀察中，藉由移動永久磁石，可更輕易地識別具有可磁化性之粒子。

【0032】

氮化硼粉末可含有碳及鐵作為雜質。即使是微量含有的碳及鐵，視氮化硼粉末使用的狀況，也會對絕緣性能等性狀造成影響。宜減少氮化硼粉末中之碳(雜質碳)及鐵(雜質鐵)之含量。

【0033】

氮化硼粉末中之雜質碳量的上限值，例如可為170ppm以下、165ppm以下、160ppm以下、或150ppm以下。雜質碳量的上限值為上述範圍內的話，氮化硼粉末之絕緣性能更優異。氮化硼粉末中之雜質碳量的下限值並無特別限制，亦可不含，例如可為5ppm以上、10ppm以上、15ppm以上、或25ppm以上。

【0034】

本說明書中之雜質碳量，意指利用碳/硫同時分析裝置測得之值。此外，本說明書中之雜質碳量的測定，係將從測定對象之氮化硼粉末去除上述含碳粒子(粒徑為63 μ m以上者)而得的粉末作為測定對象。碳/硫同時分析裝置，例如可使用LECO公司製的「IR-412型」(產品名)等。

【0035】

氮化硼粉末中之雜質鐵量的上限值，例如可為50ppm以下、45ppm以下、或40ppm以下。雜質鐵量的上限值為上述範圍內的話，氮化硼粉末之絕緣性能更優

異。氮化硼粉末中之雜質鐵量的下限值並無特別限制，亦可不含，例如可為0.5ppm以上、1ppm以上、2.5ppm以上、或4ppm以上。

【0036】

本說明書中之雜質鐵量，意指藉由利用高頻感應耦合電漿發光分光分析法(ICP發光分光分析法)之加壓酸分解法測得之值。此外，本說明書中之雜質鐵量的測定，係將從測定對象之氮化硼粉末去除上述可磁化性粒子(粒徑為63 μm 以上者)而得的粉末作為測定對象。

【0037】

上述氮化硼粉末中含有的六方晶氮化硼，宜為結晶性高者。本實施形態之氮化硼粉末中，可使用石墨化指數(有時亦稱為Graphitization Index(G.I.))作為上述結晶性之指標。亦即，含有石墨化指數低的六方晶氮化硼的氮化硼粉末，雜質進一步減少，絕緣性能優異，結晶性高，從而散熱性能亦得到改善。上述氮化硼粉末之石墨化指數的上限值，例如可為2.3以下、2.2以下、2.1以下、或2.0以下。藉由上述氮化硼粉末之石墨化指數的上限值為上述範圍內，氮化硼粉末的絕緣性能更優異。上述氮化硼粉末之石墨化指數的下限值並無特別限制，就散熱填料用途而言，一般可為1.2以上、或1.3以上。

【0038】

本說明書中之石墨化指數，係亦作為顯示石墨之結晶性程度之指標值而為人們所知的指標(例如，J.Thomas, et.al, J.Am.Chem.Soc.84, 4619(1962)等)。石墨化指數係根據將六方晶氮化硼之一次粒子利用粉末X射線繞射法測得之光譜算出。首先，在X射線繞射光譜中，算出六方晶氮化硼之一次粒子之(100)面、(101)面及(102)面所對應的各繞射峰部之積分強度(亦即，各繞射峰部)與其基線所圍出

的面積值(單位係任意)，分別定義為S100、S101、及S102。使用算出的面積值，算出 $[(S100 + S101)/S102]$ 之值，並決定石墨化指數。更具體而言，利用本說明書之實施例記載之方法決定。

【0039】

氮化硼粉末之平均粒徑的下限值，例如可為 $7\mu\text{m}$ 以上、 $8\mu\text{m}$ 以上、 $9\mu\text{m}$ 以上、或 $10\mu\text{m}$ 以上。氮化硼粉末之平均粒徑的下限值為上述範圍內的話，可進一步改善氮化硼粉末之散熱性能。氮化硼粉末之平均粒徑的上限值，例如可為 $100\mu\text{m}$ 以下、 $90\mu\text{m}$ 以下、 $80\mu\text{m}$ 以下、 $75\mu\text{m}$ 以下、或 $60\mu\text{m}$ 以下。氮化硼粉末的上限值為上述範圍內的話，可理想地填充於厚度為 $500\mu\text{m}$ 以下的片材。氮化硼粉末之平均粒徑可調整為上述範圍內，例如可為 $7\sim 100\mu\text{m}$ 、 $8\sim 80\mu\text{m}$ 、或 $10\sim 60\mu\text{m}$ 。例如將氮化硼粉末分散於樹脂中，並成形為片材狀而使用時，可配合片材之厚度來選擇氮化硼粉末之平均粒徑。

【0040】

本說明書中之平均粒徑，係不對氮化硼粉末進行均質機處理而測得之值，為包含凝聚粒子的平均粒徑。本說明書中之平均粒徑係累積粒度分布之累積值成為50%的粒徑(中值粒徑、d50)。本說明書中之平均粒徑，係依循ISO 13320：2009之記載，使用雷射繞射散射法粒度分布測定裝置進行測定。具體而言，利用本說明書之實施例記載之方法測定。雷射繞射散射法粒度分布測定裝置，例如可使用貝克曼庫爾特公司製的「LS-13 320」(產品名)等。

【0041】

氮化硼粉末的比表面積的下限值，例如可為 $0.8\text{m}^2/\text{g}$ 以上、 $1.0\text{m}^2/\text{g}$ 以上、 $1.2\text{m}^2/\text{g}$ 以上、 $1.4\text{m}^2/\text{g}$ 以上、 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ 以上、或 $2.5\text{m}^2/\text{g}$ 以上。比表面積的下限值為

上述範圍內的話，可提供填充性與散熱性更優異的填料。氮化硼粉末的比表面積的上限值，例如可為 $8.0\text{m}^2/\text{g}$ 以下、 $7.5\text{m}^2/\text{g}$ 以下、 $7.0\text{m}^2/\text{g}$ 以下、或 $6.5\text{m}^2/\text{g}$ 以下。比表面積的上限值為上述範圍內的話，絕緣性能更優異。氮化硼粉末的比表面積可調整為上述範圍內，例如可為 $0.8\sim 8.0\text{m}^2/\text{g}$ 、或 $1.0\sim 7.0\text{m}^2/\text{g}$ 。

【0042】

本說明書中之比表面積，意指依循JIS Z 8830:2013「利用氣體吸附之粉體(固體)之比表面積測定方法」之記載，並使用比表面積測定裝置測得之值，係利用了氮氣之BET一點法所算出的值。具體而言，利用本說明書之實施例記載之方法測定。

【0043】

上述凝聚粒子係藉由多數六方晶氮化硼之一次粒子凝聚而構成，故具有空隙。故，不只是以平均粒徑之值作為性狀評價指標而是將其與比表面積之值總合作為性狀評價指標較理想。上述氮化硼粉末之平均粒徑及比表面積可調整為上述範圍內，上述氮化硼粉末例如可平均粒徑為 $7\sim 100\mu\text{m}$ ，且比表面積為 $0.8\sim 8.0\text{m}^2/\text{g}$ ，亦可平均粒徑為 $8\sim 80\mu\text{m}$ ，且比表面積為 $1\sim 7\text{m}^2/\text{g}$ ，也可平均粒徑為 $10\sim 60\mu\text{m}$ ，且比表面積為 $2.5\sim 6.5\text{m}^2/\text{g}$ 。

【0044】

上述凝聚粒子宜為壓碎強度優異者。上述凝聚粒子之壓碎強度的下限值，例如可為 6MPa 以上、 8MPa 以上、 10MPa 以上、或 12MPa 以上。上述凝聚粒子之壓碎強度的上限值，例如可為 20MPa 以下、或 15MPa 以下。上述凝聚粒子之壓碎強度可調整為上述範圍內，例如可為 $6\sim 20\text{MPa}$ 、或 $8\sim 15\text{MPa}$ 。

【0045】

本說明書中之壓碎強度，意指依循JIS R 1639-5：2007「精密陶瓷-顆粒特性之測定方法-第5部分：單一顆粒壓碎強度」之記載測得的值。具體而言，利用本說明書之實施例記載之方法測定。

【0046】

上述氮化硼粉末之配向性指數的上限值，例如可為30以下、20以下、18以下、或15以下。上述氮化硼粉末之配向性指數的下限值並無特別限制，例如可為2以上、3以上、或5以上。配向性指數的上限值為上述範圍內的話，可提供散熱性更優異的氮化硼粉末。

【0047】

本說明書中之配向性指數，意指利用X射線繞射裝置測得的氮化硼之(002)面之峰部強度與(100)面之峰部強度之比，可由 $[I(002)/I(100)]$ 算出。具體而言，利用本說明書之實施例記載之方法測定。

【0048】

本實施形態之氮化硼粉末之純度足夠高，相較於習知物，含碳粒子之含量亦被抑制為低值，故即使暴露於嚴酷的環境(例如，長時間施加高電壓等)時，亦可發揮高性能(例如，絕緣性能等)。上述氮化硼粉末例如可理想地用作分散於樹脂、橡膠等而使用的填充材。上述氮化硼粉末例如可理想地使用於傳熱片等之構成材料。

【0049】**[氮化硼粉末之製造方法]**

上述氮化硼粉末例如可利用如下方法製備。氮化硼粉末之製造方法之一實施形態包含：將含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，且純度

為98.0質量%以上的原料粉末，於含氧環境下進行加熱處理的步驟(以下，亦稱為氧化處理步驟)；及製備含有上述原料粉末與水之漿液，並減少上述漿液中之可磁化性粒子之含量後，於鈍性氣體環境下減少上述漿液中之水含量的步驟(以下，亦稱為除可磁化性粒子步驟)。此外，氧化處理步驟係任意步驟，也可省略。亦即，氮化硼粉末之製造方法亦可為包含如下步驟之製法：製備包含含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子且純度為98.0質量%以上之原料粉末與水的漿液，將上述漿液中之可磁化性粒子之含量減少後，於鈍性氣體環境下減少上述漿液中之水含量。

【0050】

上述原料粉末只要是含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，且純度為98.0質量%以上之粉末即可，可使用市售的氮化硼粉末，亦可使用另外製備者。製備原料粉末時，例如可利用將碳化硼於含氮環境下進行煅燒的方法(以下，亦稱為 B_4C 法)、及將含硼化合物與含碳化合物於含氮環境下進行煅燒的方法(以下，亦稱為碳還原法)等進行製備。

【0051】

作為使用了 B_4C 法的原料粉末之製備方法之一例，具有：將碳化硼粉末(B_4C 粉末)於氮加壓環境下進行煅燒，而獲得含有碳氮化硼(B_4CN_4)之煅燒物的步驟(以下，亦稱為氮化步驟)；及將含有該煅燒物與包含硼酸之含硼化合物的混合粉末進行加熱，生成鱗片狀六方晶氮化硼(hBN)之一次粒子，獲得含有一次粒子凝聚所構成之凝聚粒子的粉末的步驟(以下，亦稱為結晶化步驟)。

【0052】

碳化硼粉末例如亦可使用利用下列程序製備而得者。將硼酸與乙炔黑混合後，在鈍性氣體環境中，於1800~2400°C加熱1~10小時，獲得碳化硼塊。將碳化硼塊粉碎後，適當進行篩分、清洗、雜質去除、乾燥等，可製備碳化硼粉末。

【0053】

氮化步驟中之煅燒溫度，例如可為1800~2400°C、1900~2400°C、1800~2200°C、或1900~2200°C。藉由使煅燒溫度成為上述範圍內，可提高碳氮化硼的結晶性，並提高六方晶碳氮化硼的比例。氮化步驟中之壓力，可為0.6~1.0MPa、0.7~1.0MPa、0.6~0.9MPa、或0.7~0.9MPa。藉由使該壓力成為上述範圍內，可更充分地進行碳化硼的氮化。另一方面，該壓力過高的話，會有製造成本上升的傾向。

【0054】

氮化步驟中之氮加壓環境的氮濃度，例如可為95體積%以上、或99體積%以上。氮化步驟中之煅燒時間，只要是充分進行氮化的範圍，則無特別限定，例如可為6~30小時、或8~20小時。此外，本說明書中煅燒時間，意指加熱對象物之周圍環境之溫度達到預定溫度後維持在該溫度的時間(保持時間)。

【0055】

結晶化步驟中，使氮化步驟中獲得之碳氮化硼脫碳化，同時生成預定大小的鱗片狀之一次粒子，使該等凝聚而獲得含有塊狀粒子的氮化硼粉末。

【0056】

就含硼化合物而言，除硼酸外，還可列舉氧化硼等。在結晶化步驟中加熱的混合粉末，亦可含有習知的添加物。與含硼化合物之摻合比例可因應莫耳比

而適當設定。混合粉末中之含硼化合物之含量，藉由將含硼化合物設定為相對於碳氮化硼係過剩量，可改善原料粉末的純度。

【0057】

結晶化步驟中將混合粉末進行加熱的加熱溫度，例如可為1800~2200°C、2000~2200°C、或2000~2100°C。藉由使加熱溫度成為上述範圍內，可更充分地進行晶粒成長。結晶化步驟可於常壓(大氣壓)之環境下進行加熱，亦可加壓而於超過大氣壓的壓力進行加熱。加壓時，例如可為0.5MPa以下、或0.3MPa以下。

【0058】

結晶化步驟中之加熱時間，例如可為0.5~40小時、0.5~35小時、或1~30小時。加熱時間過短的話，會有晶粒成長未充分進行的傾向。另一方面，加熱時間過長的話，會有在工業上係不利的傾向。

【0059】

利用上述步驟，可獲得六方晶氮化硼粉末。結晶化步驟之後，亦可進行粉碎步驟。粉碎步驟中，可使用一般的粉碎機或解碎機。例如可使用球磨機、振動研磨機、及噴射研磨機等。此外，本揭示中，「粉碎」亦包括「解碎」。

【0060】

作為使用了碳還原法的原料粉末之製備方法之一例，具有：將含有包含硼酸之含硼化合物與含碳化合物的混合粉末，於氮加壓環境下進行煅燒，而獲得含有氮化硼之煅燒物的步驟(以下，亦稱為低溫煅燒步驟)；及於比上述步驟更高且未達2050°C之溫度，將上述煅燒物進行加熱處理，生成六方晶氮化硼(hBN)之一次粒子，獲得含有上述一次粒子凝聚所構成之凝聚粒子的粉末的步驟(以下，亦稱為煅燒步驟)。

【0061】

含硼化合物係具有硼作為構成元素的化合物。含硼化合物可使用純度高且相對較低廉的原料。作為如此之含硼化合物，除硼酸外，例如還可列舉氧化硼等。含硼化合物包含硼酸，但硼酸會因加熱而脫水並變成氧化硼，可在原料粉末之加熱處理中形成液相，同時亦作為促進晶粒成長之助劑而發揮作用。

【0062】

含碳化合物係具有碳原子作為構成元素的化合物。含碳化合物可使用純度高且相對較低廉的原料。作為如此之含碳化合物，例如可列舉碳黑及乙炔黑等。

【0063】

混合粉末中，能以使含硼化合物相對於含碳化合物係過剩量的方式進行摻合。混合粉末除含有含碳化合物及含硼化合物外，亦可含有其他化合物。就其他化合物而言，例如可列舉作為成核劑之氮化硼等。藉由混合粉末含有作為成核劑之氮化硼，可更輕易地控制所合成的六方晶氮化硼粉末之平均粒徑。混合粉末宜含有成核劑。混合粉末含有成核劑時，比表面積小之六方晶氮化硼粉末(例如，比表面積未達 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ 之六方晶氮化硼粉末)的製備變得更容易。

【0064】

低溫煅燒步驟係於加壓下進行。低溫煅燒步驟中之壓力，例如可為 0.25MPa 以上且未達 5.0MPa 、 $0.25\sim 3.0\text{MPa}$ 、 $0.25\sim 2.0\text{MPa}$ 、 $0.25\sim 1.0\text{MPa}$ 、 0.25MPa 以上且未達 1.0MPa 、 $0.30\sim 2.0\text{MPa}$ 、或 $0.50\sim 2.0\text{MPa}$ 。藉由提高低溫煅燒步驟中之壓力，可進一步抑制含硼化合物等原料的揮發，並抑制係副產物之碳化硼的生成。又，藉由提高低溫煅燒步驟中之壓力，可抑制氮化硼粉末之比表面積的增

加。藉由使低溫煅燒步驟之壓力的上限值成為上述範圍內，可進一步促進氮化硼之一次粒子之成長。

【0065】

低溫煅燒步驟中之加熱溫度，例如可為1650°C以上且未達1800°C、1650~1750°C、或1650~1700°C。藉由使低溫煅燒步驟中之加熱溫度的下限值成為上述範圍內，可促進反應，並改善獲得之氮化硼的產量。藉由使低溫煅燒步驟中之加熱溫度的上限值成為上述範圍內，可充分抑制副產物的生成。

【0066】

低溫煅燒步驟中之加熱時間，例如可為1~10小時、1~5小時、或2~4小時。藉由在係合成氮化硼之反應之初始階段的步驟中，於相對較低溫維持預定時間，可使反應系更加均質化，進而可使形成的氮化硼更加均質化。此外，本說明書中加熱時間，意指加熱對象物之周圍環境之溫度達到預定溫度後維持在該溫度的時間(保持時間)。

【0067】

煅燒步驟係如下之步驟：將低溫煅燒步驟中獲得之煅燒物，於比低溫煅燒步驟更高之溫度進行加熱處理而生成六方晶氮化硼(hBN)之一次粒子，獲得含有上述一次粒子凝聚所構成之凝聚粒子的粉末。

【0068】

煅燒步驟中之加熱溫度，為比低溫煅燒步驟更高且未達2050°C之溫度。煅燒步驟之加熱溫度，例如可為2000°C以下。煅燒步驟中之加熱時間，例如可為3~15小時、5~10小時、或6~9小時。

【0069】

煅燒步驟之壓力，例如可為0.25MPa以上且未達5.0MPa、0.25～3.0MPa、0.25～2.0MPa、0.25～1.0MPa、0.25MPa以上且未達1.0MPa、0.30～2.0MPa、或0.50～2.0MPa。藉由提高煅燒步驟中之壓力，可進一步改善獲得之原料粉末之純度。藉由使煅燒步驟中之壓力的上限值成為上述範圍內，可進一步降低原料粉末之製備成本，在工業上有優勢。

【0070】

利用上述步驟，可獲得六方晶氮化硼粉末。低溫煅燒步驟或煅燒步驟之後，亦可進行粉碎步驟。粉碎步驟中，可使用一般的粉碎機或解碎機。

【0071】

氮化硼粉末之製造方法亦可具有如下之步驟：藉由於氧存在下將原料粉末進行加熱處理，使原料粉末中之碳分轉換為二氧化碳並去除至系外，從而減少原料粉末中之碳分之殘存量(氧化處理步驟)。藉由該步驟，可進一步減少含碳粒子及雜質碳之含量。

【0072】

氧化處理步驟中之加熱溫度的下限值，例如可為500°C以上、600°C以上、或700°C以上。藉由使加熱溫度的下限值成為上述範圍內，可進一步減少原料粉末中之碳分。氧化處理步驟中之加熱溫度的上限值，例如可為未達1000°C、900°C以下、或800°C以下。藉由使加熱溫度的上限值成為上述範圍內，可進行脫碳處理，同時防止氮化硼的過度氧化。

【0073】

氧化處理步驟中之壓力，例如，可調整成大氣壓、或減壓。氧化處理步驟中之壓力的上限值，例如可為150kPa以下、130kPa以下、或120kPa以下。氧化

處理步驟中之壓力的下限值並無特別限制，例如可為15kPa以上、20kPa以上、或30kPa以上。

【0074】

氧化處理步驟之環境中氧所佔的比例的下限值，例如可為15體積%以上、18體積%以上、或20體積%以上。藉由使氧的比例的下限值成為上述範圍，可進一步減少原料粉末中之碳分。氧化處理步驟之環境中氧所佔的比例的上限值，例如可為80體積%以下、70體積%以下、或60體積%以下。此外，上述氧的比例意指標準狀態下以體積規定之值。

【0075】

氮化硼粉末之製造方法具有除可磁化性粒子步驟。就該步驟而言，當原料粉末中、或經由氧化處理步驟之原料粉末中含有可磁化性粒子時，藉由本步驟可進一步減少可磁化性粒子。

【0076】

上述含有原料粉末與水之漿液中之原料粉末的濃度可適當調整。上述漿液之濃度(固體成分濃度)，例如可為10~45質量%、或20~40質量%。

【0077】

從上述漿液去除可磁化性粒子的手段，例如，可使用電磁式金屬去除裝置(例如，電磁式除鐵裝置等)、及磁鐵式金屬去除裝置(例如，磁鐵式除鐵裝置等)等。施加於漿液之磁場之磁通密度的下限值，例如可為0.5T以上、0.6T以上、1.0T以上、或1.3T以上。施加於漿液之磁場之磁通密度的上限值，例如可為1.8T以下、1.7T以下、或1.6T以下。施加於漿液之磁場之磁通密度可調整為上述範圍內，例如可為0.5~1.8T。

【0078】

將可磁化性粒子之含量減少之漿液進行加熱處理而減少水含量，製備氮化硼粉末。該加熱處理亦於鈍性氣體環境下進行。藉由於鈍性氣體環境下進行加熱處理，可充分抑制因氮化硼粉末之氧化等所致之分解造成新產生溶出性雜質。作為鈍性氣體，例如可列舉氬氣等。加熱溫度的上限值，例如可為300°C以下、250°C以下、或150°C以下。藉由使加熱溫度的上限值成為上述範圍內，可更確實地抑制新的溶出性雜質等產生等。加熱溫度的下限值，例如可為80°C以上、或90°C以上。該加熱處理可於減壓下進行。

【0079】

以上針對幾種實施形態進行了說明，但本揭示並不限定於上述實施形態。又，關於上述實施形態之說明內容可相互適用。

[實施例]

【0080】

以下，參照實施例及比較例更詳細地說明本揭示之內容。惟，本揭示不限定於下列實施例。

【0081】

(實施例1)

[碳化硼粉末之製備]

將新日本電工(股)公司製的正硼酸100質量份、與Denka(股)公司製的乙炔黑(商品名：HS100L)35質量份，利用亨舍爾混合機進行混合。將獲得之混合物填充至石墨製的坩堝中，利用電弧爐於氬氣環境下，以2200°C、6小時之條件進行加熱，得到塊狀碳化硼(B4C)。將獲得之塊狀物利用顎式軋碎機(jaw crusher)進行

粗粉碎，得到粗粉。將獲得之粗粉利用具有碳化矽製之球(直徑：10mm)的球磨機進一步粉碎，得到粉碎粉。利用球磨機之粉碎係以轉速20rpm進行40分鐘。之後，使用孔目90 μm 之振動篩，將粉碎粉進行分級，得到碳化硼粉末。獲得之碳化硼粉末之碳量為19.8質量%。碳量係利用碳/硫同時分析計進行測定。

【0082】

[碳氮化硼粉末之製備]

將製備得到之碳化硼粉末，於碳式電阻加熱爐內以氮氣環境下、煅燒溫度2050 $^{\circ}\text{C}$ 、且壓力0.90MPa之條件加熱12小時。以此種方式得到含有碳氮化硼(B_4CN_4)的煅燒物。又，利用XRD進行分析的結果，確認到六方晶碳氮化硼的生成。之後，將上述煅燒物填充至氧化鋁製的坩堝，於馬弗爐(muffle furnace)內，以大氣環境、且煅燒溫度700 $^{\circ}\text{C}$ 之條件加熱5小時。

【0083】

[原料粉末(氮化硼粉末)之製備]

將煅燒物與硼酸，以相對於碳氮化硼100質量份硼酸成為50質量份的比例進行摻合，使用亨舍爾混合機予以混合。將獲得之混合物填充至氮化硼製的坩堝中，在電阻加熱爐內，於氮氣環境下、大氣壓之壓力條件以升溫速度10 $^{\circ}\text{C}$ /分鐘從室溫升溫至1000 $^{\circ}\text{C}$ 。然後，以升溫速度2 $^{\circ}\text{C}$ /分鐘從1000 $^{\circ}\text{C}$ 升溫至1880 $^{\circ}\text{C}$ 。於1880 $^{\circ}\text{C}$ 保持5小時並加熱，藉此，得到含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子的粉末。將獲得之粉末利用亨舍爾混合機解碎20分鐘後，通過95 μm 的篩子，藉此得到原料粉末。以此種方式獲得之原料粉末之純度為99.2質量%，配向性指數為7，石墨化指數為2.5。

【0084】

[氧化處理步驟]

然後，對獲得之原料粉末實施下列氧化處理。首先，對於原料粉末500g，於大氣壓環境下(氧的比例21體積%)使用迴轉窯爐，以700°C、1rpm之條件邊將粉末進行爐內攪拌，邊進行2小時氧化處理，得到將原料粉末中之碳分(雜質碳等)去除後的粉末。

【0085】**[除可磁化性粒子步驟]**

針對藉由氧化處理步驟獲得之上述粉末，進行下列可磁化性粒子之去除處理。將上述粉末、與25°C之離子交換水混合，製作固體成分濃度為30質量%之水漿液10L。於20L樹脂容器中投入上述水漿液10L。將樹脂容器中之水漿液，使用Yamato Scientific(股)公司製的攪拌機(商品名：Laboratory Stirrer LR500B(裝設有全PTFE被覆之附長度100mm葉片之攪拌棒))以100rpm之轉速進行攪拌。

【0086】

然後，於可進行濕式處理之電磁除鐵機，沿垂直方向分別重疊10片具有孔目為0.5mm之網目結構的篩網，設定電磁除鐵機之勵磁電流，以使篩網之磁力成為14000G(1.4T)。另外，在裝有攪拌後之上述水漿液的樹脂容器與電磁除鐵機之間，設置Watson-Marlow公司製的軟管泵浦(商品名：704U IP55 Washdown)，使上述水漿液從電磁除鐵機之磁選區之下方，以0.2cm/秒之流速朝上方循環通過20分鐘。此外，連接樹脂容器與電磁除鐵機之流路係使用內徑為12mmφ之樹脂軟管，流路之長度設為5m。循環通過後，將獲得之漿液利用抽吸過濾進行固液分離，藉此獲得去除可磁化性粒子後的固體成分。

【0087】

[乾燥步驟]

在氮化硼板上設置去除可磁化性粒子後的固體成分後，於氮氣環境使用高溫乾燥機，以400°C、30分鐘之條件加熱，得到乾燥粉末。將該乾燥粉末作為實施例1之氮化硼粉末。

【0088】**(實施例2)**

將除可磁化性粒子步驟之磁通密度變更為6000G，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0089】**(實施例3)**

將氧化處理步驟之加熱溫度變更為550°C，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0090】**(實施例4)**

將氧化處理步驟之加熱溫度變更為550°C，及將除可磁化性粒子步驟之磁通密度變更為6000G，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0091】**(實施例5)**

將原料粉末之製備中之硼酸變更為60質量份，並將煅燒溫度變更為1950°C，藉此使原料粉末的比表面積成為4.5m²/g，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0092】

(實施例6)

將碳氮化硼粉末之製備中之利用球磨機之粉碎的處理時間變更為60分鐘，藉此使原料粉末之平均粒徑成為45 μm ，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0093】

(實施例7)

將碳化硼粉末之製備中之球磨機粉碎條件變更為以轉速50rpm進行3小時，藉此使原料粉末之平均粒徑成為10 μm ，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0094】

(實施例8)

將原料粉末之製備中之煅燒溫度變更為1910 $^{\circ}\text{C}$ ，藉此將原料粉末之G.I.值變更為2.2，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0095】

(實施例9)

將原料粉末之製備中之電阻加熱爐煅燒的溫度變更為2100 $^{\circ}\text{C}$ ，藉此將原料粉末之G.I.值變更為1.4，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0096】

(實施例10)

將碳化硼粉末之製備中之利用球磨機之粉碎條件設為以轉速25rpm進行60分鐘，之後，變更為使用孔目63 μm 之振動篩將粉碎粉進行分級，並將原料粉末之製備中之硼酸量變更為100質量份，又，將電阻加熱爐煅燒之溫度變更為2000 $^{\circ}\text{C}$ ，藉此將原料粉末的比表面積變更為2.7、平均粒徑變更為30 μm 、且G.I.值變更為1.7，除此以外，與實施例1同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0097】

(比較例1)

將氧化處理步驟中之加熱溫度變更為550 $^{\circ}\text{C}$ ，並將磁通密度變更為6000G，除此以外，與實施例4同樣進行，製備氮化硼粉末並進行評價。

【0098】

<氮化硼粉末的評價>

針對實施例1~10、及比較例1中獲得之氮化硼粉末，分別利用後述測定方法評價純度、石墨化指數、平均粒徑、比表面積、壓碎強度、配向性指數、雜質碳量、含碳粒子數、雜質鐵量、及可磁化性粒子數。結果示於表1。

【0099】

[氮化硼粉末之純度]

將氮化硼粉末利用氫氧化鈉進行鹼分解，藉由水蒸氣蒸餾法從分解液蒸餾出氮並收集在硼酸水溶液中。將該收集液作為對象，以硫酸規定液進行滴定。由滴定的結果算出氮化硼粉末中之氮原子(N)之含量。由獲得之氮原子之含量，根據式(1)決定氮化硼粉末中之六方晶氮化硼(hBN)之含量，算出六方晶氮化硼粉末之純度。此外，六方晶氮化硼之式量使用24.818g/mol，氮原子之原子量使用14.006g/mol。

試樣中之六方晶氮化硼(hBN)之含量[質量%] = 氮原子(N)之含量[質量%]×1.772···式(1)

【0100】

[氮化硼粉末之石墨化指數]

氮化硼粉末之石墨化指數係由利用粉末X射線繞射法獲得之測定結果算出。獲得之X射線繞射光譜中，算出六方晶氮化硼之一次粒子之(100)面、(101)面及(102)面所對應的各繞射峰部之積分強度(亦即，各繞射峰部)與其基線所圍出的面積值(單位係任意)，分別定義為S100、S101、及S102。使用以此種方式算出的面積值，根據下列式(2)決定石墨化指數。

$$GI = (S100 + S101) / S102 \cdots \text{式(2)}$$

【0101】

[氮化硼粉末之平均粒徑]

氮化硼粉末之平均粒徑，係依循ISO 13320：2009之記載，使用貝克曼庫爾特公司製的雷射繞射散射法粒度分布測定裝置(裝置名：LS-13 320)進行測定。此外，未對氮化硼粉末進行均質機處理而實施測定。進行粒度分布的測定時，使氮化硼粉末分散之溶劑使用水，分散劑使用六偏磷酸。此時，使用1.33的數值作為水的折射率，並使用1.80的數值作為氮化硼粉末的折射率。

【0102】

[氮化硼粉末的比表面積]

氮化硼粉末的比表面積，係依循JIS Z 8830：2013「利用氣體吸附之粉體(固體)之比表面積測定方法」之記載，利用使用了氮氣之BET一點法算出。比表面

積測定裝置係使用YUASA IONICS(股)公司製的比表面積測定裝置(裝置名：Cantersorb)。此外，將氮化硼粉末於300°C進行15分鐘乾燥脫氣後再實施測定。

【0103】

[凝聚粒子之壓碎強度]

凝聚粒子之壓碎強度，係依循JIS R 1639-5：2007「精密陶瓷-顆粒特性之測定方法-第5部分：單一顆粒壓碎強度」之記載進行測定。壓碎強度 σ (單位[MPa])，由因粒子內之位置而變化的無量綱數 α ($\alpha=2.48$)、壓碎試驗力 P (單位[N])、作為測定對象之凝聚粒子之粒徑 d (單位[μm])，利用 $\sigma = \alpha \times P / (\pi \times d^2)$ 之計算式算出20個粒子之累積破壞率63.2%之強度作為壓碎強度。

【0104】

[氮化硼粉末之配向性指數]

氮化硼粉末之配向性指數係由利用粉末X射線繞射法獲得之測定結果決定。首先，將氮化硼粉末填充至X射線繞射裝置(Rigaku(股)公司製、商品名：ULTIMA-IV)所附的具有深度0.2mm之凹部之玻璃槽的凹部，使用粉末試樣成型機(AmenaTec(股)公司製、商品名：PX700)，以設定壓力 M 使其固型，藉此製備測定樣品。經利用上述成型機固型之填充物的表面不平滑時，以手動使其平滑後再進行測定。對測定樣品照射X射線，進行基線校正後，算出氮化硼之(002)面與(100)面之峰部強度比，根據該數值決定配向性指數 $[I(002)/I(100)]$ 。

【0105】

[氮化硼粉末之雜質碳量]

氮化硼粉末之雜質碳量利用碳/硫同時分析裝置(LECO公司製、商品名：IR-412型)進行測定。

【0106】

[氮化硼粉末之雜質鐵量]

氮化硼粉末之雜質鐵量，係藉由利用高頻感應耦合電漿發光分光分析法(ICP發光分光分析法)之加壓酸分解法進行測定。

【0107】

[氮化硼粉末之含碳粒子數、及可磁化性粒子之數]

含碳粒子及可磁化粒子之個數係如下述般測定。首先，量取係測定對象之氮化硼粉末10g、及乙醇100mL至容器中，利用攪拌棒進行攪拌，製備混合溶液。然後，將上述混合溶液使用超音波分散器進行分散，製備分散液。將獲得之分散液投入至孔目63 μ m之篩(JIS Z 8801-1：2019「試驗用篩-金屬製網篩」)，之後，投入蒸餾水2L，進一步持續流入蒸餾水並過篩直到無白濁的水從篩下流出。之後，將殘留於篩上者(篩上物)以乙醇清洗，過篩並回收。於篩上物中再次投入乙醇，進一步持續流入蒸餾水直到無白濁的水從篩下流出，將篩上物利用乙醇進行清洗。進一步，將篩上物移至容器中，加入乙醇100mL，與上述操作同樣進行攪拌、分散、篩分之處理。重複同樣之操作直到通過篩的乙醇溶液之白濁消失。

【0108】

之後，使篩上物乾燥並將粉末分散於稱量紙上，於稱量紙下設置永久磁石，將未被永久磁石磁化的粉末分散於另外的稱量紙上，利用光學顯微鏡進行觀察，計數觀測到的著色粒子數。針對5個以上之樣品進行同樣之操作，算出獲得之著色粒子數的算術平均，將該平均值作為每10g氮化硼粉末中之含碳粒子之個數。此外，利用XRF進行測定來確認係含有碳者。另一方面，針對分散於稱量紙上，且被上述永久磁石磁化之著色粒子，亦利用光學顯微鏡進行觀察，計數

觀測到的著色粒子數。針對5個以上之樣品進行同樣之操作，算出獲得之著色粒子數的算術平均，將該平均值作為每10g氮化硼粉末中之可磁化性粒子之個數。此外，光學顯微鏡觀察中，藉由移動永久磁石，確認並計數具有可磁化性之粒子。

【0109】

<氮化硼粉末之性能評價>

針對實施例1~10、及比較例1中獲得之氮化硼粉末，分別進行性能評價。具體而言，進行作為散熱片之填充材的評價。結果示於表1。

【0110】

[絕緣性能的評價(絕緣破壞電壓的測定)]

首先，製備含有氮化硼粉末之樹脂片。準備萘型環氧樹脂(DIC(股)公司製、商品名HP4032)100質量份與作為硬化劑之咪唑類(四國化成工業(股)公司製、商品名MAVT)10質量份之混合物。相對於該混合物100體積份，將氮化硼粉末以55體積份之比例利用行星式混合機攪拌混合15分鐘。將獲得之混合物塗布於PET製片材之上後，以500Pa之減壓條件進行10分鐘脫泡。將環氧樹脂組成物塗布於厚度0.05mm之聚對苯二甲酸乙二醇酯(PET)製的薄膜上，使硬化後之厚度成為0.10mm，於100°C加熱15分鐘使其乾燥，邊利用壓製機施加面壓160kgf/cm²，邊於180°C加熱硬化180分鐘，得到厚度0.1mm之散熱片。

【0111】

將獲得之散熱片作為評價對象。散熱片之絕緣強度的測定係依循JIS C 2110記載之方法進行。具體而言，將片材狀散熱構件(散熱片)加工成5cm×5cm之大小，於經加工之散熱構件之其中一面形成直徑25mm之圓形銅層，於另一面之面

整體形成銅層，製作試驗樣品。以夾持試驗樣品的方式配置電極，於65°C、90RH%之狀態施加直流電壓1100V。測定從施加開始直至絕緣破壞為止的通電時間(稱為破壞時間)，並依下列基準進行評價。對各評價樣品實施10次相同的評價，將其平均值作為各評價樣品的絕緣性能。

A：破壞時間為500小時以上。

B：破壞時間為400小時以上且未達500小時。

C：破壞時間為300小時以上且未達400小時。

D：破壞時間為200小時以上且未達300小時。

E：破壞時間為100小時以上且未達200小時。

F：破壞時間為且未達100小時。

【0112】

[散熱性能的評價(熱傳導率的測定)]

製備與上述用於絕緣性評價之樹脂片相同的樹脂片(散熱片)，使環氧樹脂組成物流到聚矽氧片上，製作縱向10mm、橫向10mm、厚度0.5mm之硬化體，將其作為評價樣品。獲得之樹脂片之單軸壓製方向之熱傳導率H(單位[W/(m·K)])，係使用熱擴散率T(單位[m²/秒])、密度D(單位[kg/m³])、及比熱容量C(單位[J/(kg·K)])的測定值，由 $H = T \times D \times C$ 之計算式算出。熱擴散率T，係使用對於將樹脂片加工成縱向×橫向×厚度 = 10mm×10mm×0.3mm之大小的樣品，利用雷射閃光法測得之值。測定裝置使用氬氣閃光分析儀(NETZSCH公司製、商品名：LFA447NanoFlash)。密度D係使用利用阿基米德法測得之值。比熱容量C，係使用利用差示掃描熱量計(Rigaku(股)公司製、商品名：ThermoPlusEvo DSC8230)測得之值。根據獲得之熱傳導率H，以下列基準評價氮化硼粉末之散熱性能。

A：熱傳導率H為12W/mK以上。

B：熱傳導率H為9W/mK以上且未達12W/mK。

C：熱傳導率H為6W/mK以上且未達9W/mK。

D：熱傳導率H為未達6W/mK。

【0113】

[表1]

	氮化硼粉末								評價	
	BN純度 [質量%]	比表面積 [m ² /g]	平均 粒徑 [μm]	G.I. 值	雜質 碳量 [ppm]	含碳 粒子數 [個數]	雜質 鐵量 [ppm]	可磁化性 粒子數 [個數]	絕緣特性	散熱特性
									DC絕緣 [kV/mm]	熱傳導率 [W/mK]
實施 例1	99.5	6.0	60	2.5	30	0.2	4	0.2	C	A
實施 例2	99.5	6.0	60	2.5	30	0.2	40	1.2	D	A
實施 例3	99.5	6.0	60	2.5	150	1.2	4	0.2	D	A
實施 例4	99.5	6.0	60	2.5	150	1.2	40	1.2	E	A
實施 例5	99.5	4.5	60	2.5	30	0.2	4	0.2	B	A
實施 例6	99.5	6.0	45	2.5	30	0.2	4	0.2	B	A
實施 例7	99.5	6.0	10	2.5	30	0.2	4	0.2	B	C
實施 例8	99.5	6.0	60	2.2	30	0.2	4	0.2	B	A
實施 例9	99.5	6.0	60	1.4	30	0.2	4	0.2	B	B
實施 例10	99.5	2.7	30	1.7	30	0.2	4	0.2	A	A
比較 例1	99.4	6.0	60	2.5	150	1.4	70	10.2	F	A

[產業上利用性]

【0114】

根據本揭示，可提供相較於以往的氮化硼粉末，作為填充材使用時的絕緣性能更優異的氮化硼粉末。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種氮化硼粉末，含有六方晶氮化硼之一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，
純度為98.5質量%以上，
比表面積為 $2.0\text{m}^2/\text{g}$ 以上，
具有可磁化性之粒子的個數為每10g氮化硼粉末中係10個以下。

【請求項2】

如請求項1之氮化硼粉末，其中，該具有可磁化性之粒子的個數為每10g氮化硼
粉末中係0.05~10個。

【請求項3】

如請求項1或2之氮化硼粉末，其雜質鐵量為50ppm以下。

【請求項4】

如請求項1或2之氮化硼粉末，其雜質碳量為170ppm以下。

【請求項5】

如請求項1或2之氮化硼粉末，其石墨化指數為2.3以下。

【請求項6】

如請求項1或2之氮化硼粉末，其平均粒徑為 $7\sim 100\mu\text{m}$ ，比表面積為 $2.0\sim 8.0\text{m}^2/\text{g}$ 。

【請求項7】

一種氮化硼粉末之製造方法，包含下列步驟：

製備含有含六方晶氮化硼之原料粉末與水之漿液，該原料粉末含有一次粒子凝聚所構成的凝聚粒子，且純度為98.0質量%以上；將該漿液中之具有可磁化性之粒子之含量減少後，於鈍性氣體環境下減少該漿液中之水含量。

【請求項8】

如請求項7之氮化硼粉末之製造方法，其中，該原料粉末之配向性指數(orientation index)為30以下。

【請求項9】

如請求項7或8之氮化硼粉末之製造方法，其中，該原料粉末之石墨化指數為2.3以下。