



---

(21) 申請案號：105111034

(22) 申請日：中華民國 105 (2016) 年 04 月 08 日

(51) Int. Cl. : C01F5/22 (2006.01)

C08K3/22 (2006.01)

(30) 優先權：2015/04/10 日本

2015-080647

(71) 申請人：協和化學工業股份有限公司 (日本) KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

(JP)

日本

(72) 發明人：王興東 WANG, XING DONG (CN)；大堀康平 OOHORI, KOHEI (JP)；武藤純子 MUTO, JUNKO (JP)；根立浩一 NEDACHI, KOICHI (JP)

(74) 代理人：賴經臣；宿希成

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：14 項 圖式數：16 共 57 頁

---

(54) 名稱

氫氧化鎂粒子及其製造方法

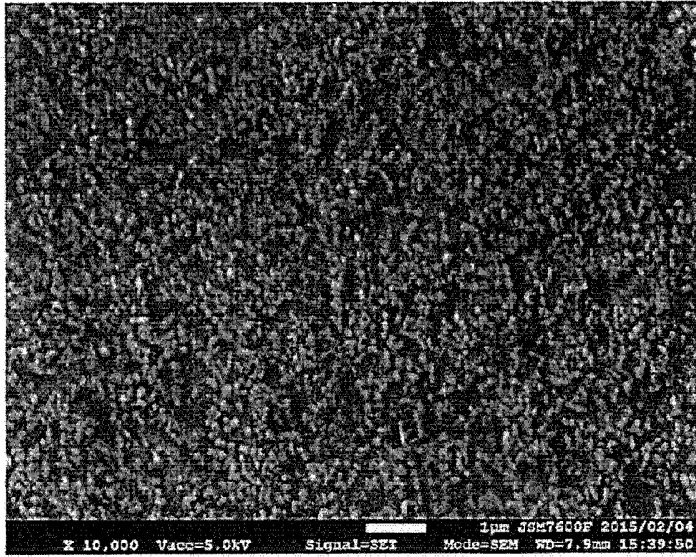
(57) 摘要

本發明目的在於提供：具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子。

本發明的氫氧化鎂粒子之製造方法，係包括有下述各步驟：(i)使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，而製造含有氫氧化鎂粒子的漿料；(ii)將所獲得漿料在大氣壓下，依 0~100°C 施行 5~500 小時熱處理；(iii)從經熱處理的漿料中，分離精製含氫氧化鎂粒子的濾餅；以及(iv)使經分離精製的濾餅乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

指定代表圖：

圖 7



# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

氫氧化鎂粒子及其製造方法

## 【技術領域】

【0001】本發明係關於具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子及其製造方法。

## 【先前技術】

【0002】氫氧化鎂係廣泛被利用於高分子材料的難燃劑、高機能性材料、觸媒等。氧化鎂係利用於纖維的吸酸劑、電磁鋼材料、樹脂的填充劑、觸媒、觸媒的載體等。為了在該等用途中發揮優異性能，氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子係要求微小且均勻粒徑，且純度高、分散性優異。

【0003】作為微小氫氧化鎂粒子的製法，揭示有：利用氣相氧化法製造 5~80nm 的氧化鎂粒子，更進一步使該等氧化鎂粒子接觸水蒸氣，而製造氫氧化鎂的方法(專利文獻 1)。該方法係製造成本高、較難大量工業性生產。又，在由氧化鎂合成氫氧化鎂的製造步驟中，因為使其接觸到水蒸氣，因而較難獲得高分散的粒子。

【0004】近年作為製造氫氧化鎂的方法係採取使用熱壓鍋的方法。專利文獻 2 記載有：使氯化鎂水溶液與鹼水溶液進行反應而製造氫氧化鎂漿料，再依 101~200°C 溫度保持而製造氫氧化鎂粒子的方法。該製造方法因為使結晶成長的時間較短，因而剛合成後所生成的凝集物維持凝集狀態進行結晶成長。結果最終所獲得氫氧化鎂粒子中亦含有較多的凝集物，因而較難獲得分散性優異物。又，

該製法係若鹼原料較多時，則從熱壓鍋溶出雜質而混入雜質，因而必需限制反應率。

**【0005】**

(專利文獻 1)日本專利特開 2007-137694 號公報

(專利文獻 2)日本專利特開 2012-72004 號公報

**【發明內容】**

**【0006】** 本發明目的在於提供：具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子及其製造方法。又，本發明目的在於提供：具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氧化鎂粒子。

**【0007】** 本發明者等發現若使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，並在大氣壓下，於低溫下長時間熱處理，相較於使用熱壓鍋等、於加壓下、依高溫施行熱處理的情況，能獲得具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子，遂完成本發明。

**【0008】** 即，本發明包含有以下發明。

1.一種氫氧化鎂粒子之製造方法，係包括有下述各步驟：

(i)使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，而製造含有氫氧化鎂粒子的漿料；

(ii)將所獲得漿料在大氣壓下，依 0~100°C 施行 5~500 小時熱處理；

(iii)從經熱處理的漿料中，分離精製含氫氧化鎂粒子的濾餅；  
以及

(iv)使經分離精製的濾餅乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

**【0009】**

2.如前項 1 所記載的製造方法，其中，可溶性鎂鹽係氯化鎂或

硫酸鎂。

**【0010】**

3.如前項 1 所記載的製造方法，其中，鹼水溶液係氫氧化鈉的水溶液。

**【0011】**

4.如前項 1 所記載的製造方法，其中，使 0.1~5.7mol/L 的可溶性鎂鹽、與 1.0~18.0N 的鹼水溶液進行反應。

**【0012】**

5.如前項 1 所記載的製造方法，其中，所獲得之氫氧化鎂粒子係

(a)平均二次粒徑(MV)為 50~800nm；

(b) $D_{50}/MV$  為 0.70~0.99；其中， $D_{50}$  係利用雷射繞射散射式粒度分佈測定所獲得之體積基準的累積 50%粒徑；

(c)在空氣環境中依 10°C/分升溫時的熱重量分析中，OH 脫離溫度為 360~388°C。

**【0013】**

6.一種氫氧化鎂粒子，係

(a)平均二次粒徑(MV)為 50~800nm；

(b) $D_{50}/MV$  為 0.70~0.99；其中， $D_{50}$  係利用雷射繞射散射式粒度分佈測定所獲得之體積基準的累積 50%粒徑；

(c)在空氣環境中依 10°C/分升溫時的熱重量分析中，OH 脫離溫度為 360~388°C。

**【0014】**

7.如前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子，其中，Cl 離子含有量係 50~300ppm。

**【0015】**

8.如前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子，其中，SO<sub>4</sub> 離子含有量係 50~300ppm。

**【0016】**

9.如前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子，其中，BET 比表面積係 8.0~280m<sup>2</sup>/g。

**【0017】**

10.如前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子，其中，純度係 99.5 重量 %以上。

**【0018】**

11.如前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子，其中，Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr 的合計含有量係 10~150ppm。

**【0019】**

12.一種氧化鎂粒子，係藉由將前項 6 所記載的氫氧化鎂粒子依 350~1200℃ 施行煅燒而獲得。

**【0020】**

13.一種樹脂組成物，係含有 100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的前項 6 所記載氫氧化鎂粒子。

**【0021】**

14.一種樹脂組成物，係含有 100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的前項 12 所記載氧化鎂粒子。

**【圖式簡單說明】****【0022】**

圖 1 係依 45℃ 施行 140 小時熱處理後，再依 120℃ 乾燥 20 小

時的氫氧化鎂粒子(實施例 1)之 X 射線繞射光譜(上)與資料庫檢索結果(下)。

圖 2 係依 5 萬倍所拍攝之氫氧化鎂粒子(實施例 3)的 SEM 照片。

圖 3 係依 5 萬倍所拍攝之經表面處理之氫氧化鎂粒子(實施例 7)的 SEM 照片。

圖 4 係依 45°C 施行 140 小時熱處理後，再依 120°C 乾燥 20 小時的氫氧化鎂粒子(實施例 1)之粒度分佈。

圖 5 係氫氧化鎂粒子(實施例 3)的粒度分佈。

圖 6 係經施行表面處理之氫氧化鎂粒子(實施例 7)的粒度分佈。

圖 7 係對相對於 LLDPE 樹脂 100 重量份摻合了氫氧化鎂粒子(實施例 3)130 重量份的樹脂組成物的剖面，依 1 萬倍所拍攝的 SEM 照片。

圖 8 係對相對於 LLDPE 樹脂 100 重量份，摻合了氫氧化鎂粒子(比較例 D)130 重量份的樹脂組成物的剖面，依 1 萬倍所拍攝的 SEM 照片。

圖 9 係依 45°C 施行 140 小時熱處理後，再依 120°C 乾燥 20 小時的氫氧化鎂粒子(實施例 1)之 TG-DTA 曲線與 OH 脫離溫度。OH 的脫離溫度係 382.4°C。

圖 10 係氫氧化鎂粒子(實施例 3)的 TG-DTA 曲線與 OH 脫離溫度。OH 的脫離溫度係 378.5°C。

圖 11 係氫氧化鎂粒子(比較例 A)的 TG-DTA 曲線與 OH 脫離溫度。OH 的脫離溫度係 389.3°C。

圖 12 係氫氧化鎂粒子(比較例 D)的 TG-DTA 曲線與 OH 脫離溫度。OH 的脫離溫度係 402.5°C。

圖 13 係氧化鎂粒子(實施例 11)的 X 射線繞射光譜(上)與資料庫檢索結果(下)。

圖 14 係氧化鎂粒子(實施例 11)依 3.5 萬倍所拍攝到的 SEM 照片。

圖 15 係氧化鎂粒子(實施例 11)的粒度分佈。

圖 16 係氧化鎂粒子(實施例 9)的粒度分佈。

### 【實施方式】

【0023】以下，針對本發明的氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子，根據較佳實施形態進行詳述，惟本發明並不僅侷限於該等記載。

#### 【0024】

〔氫氧化鎂粒子之製造方法〕

本發明氫氧化鎂粒子之製造方法，係包括有：反應步驟(i)、熱處理步驟(ii)、分離精製步驟(iii)及乾燥步驟(iv)等各步驟。

#### 【0025】

<反應步驟(i)>

反應步驟(i)係使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，而製造含氫氧化鎂粒子之漿料的步驟。

#### 【0026】

(可溶性鎂鹽)

鎂原料係可使用可溶性鎂鹽。可溶性鎂鹽可舉例如：氯化鎂、氯化鎂二水合物、氯化鎂六水合物、硝酸鎂、醋酸鎂、硫酸鎂、鹽滷等。可溶性鎂鹽較佳係氯化鎂或硫酸鎂。

【0027】可溶性鎂鹽的濃度較佳係 0.1~5.7mol/L、更佳係 0.5~5.5mol/L、特佳係 1.0~5.0mol/L。使用氯化鎂水溶液時，較佳



係 0.1~5.7mol/L、更佳係 0.5~5.5mol/L、特佳係 1.0~5.0mol/L。又，使用硫酸鎂水溶液時，較佳係 0.1~4.6mol/L、更佳係 0.5~4.4mol/L、特佳係 1.0~4.2mol/L。

### 【0028】

(鹼)

鹼水溶液可舉例如：氫氧化鈉、氫氧化鉀、氨等的水溶液。鹼水溶液較佳係氫氧化鈉的水溶液。鹼水溶液的濃度較佳係 1.0~18.0N、更佳係 2.0~15.0N、特佳係 3.0~12.0N。

### 【0029】

(反應率)

可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液之反應率，依鎂計係 50~400mol%、較佳係 60~350mol%、更佳係 80~300mol%。另外，反應率係  $Mg^{2+}$  離子：OH<sup>-</sup> 離子=1：2 的理論計量時表示為 100mol%。雖即便反應率在 50mol%以下的情況仍可獲得優異分散性的氫氧化鎂微粒子，但所生成之氫氧化鎂的回收率降低。又，即便反應率達 400mol%以上的情況，雖能獲得優異分散性的氫氧化鎂微粒子，但因反應物的黏度提高而水洗不易，進而導致製造成本提升。

### 【0030】

< 熱處理步驟(ii) >

熱處理步驟係將所獲得漿料在大氣壓下，依 0~100℃ 施行 5~500 小時熱處理的步驟。

【0031】熱處理係在大氣壓下實施。熱處理溫度係溫度越高，則奈米尺寸粒子越溶解而促進一次粒子的成長，因而所獲得氫氧化鎂的平均二次粒徑變大。所以，當欲在提高熱處理溫度之下獲得微

粒子時，必需縮短熱處理時間。另一方面，若縮短熱處理時間，則氫氧化鎂合成反應時所生成之氫氧化鎂的一次粒子凝集物不充分分離而殘留。該凝集物即便經由乾燥步驟仍依凝集物形式殘留，該等凝集物因氫鍵及毛細管現象的強烈作用，使乾燥後的粒子更凝集。

【0032】即，高於 100°C 的熱處理溫度時，所獲得氫氧化鎂粒子係若延長熱處理時間，則一次粒徑及二次粒徑均變大；而若縮短熱處理時間，則含有凝集物，導致分散性變差。

【0033】所以，熱處理溫度係 0~100°C、較佳係 0~95°C、更佳係 20~90°C、特佳係 35~85°C。若在該範圍內，則不易促進氫氧化鎂的一次粒子結晶成長，因而可延長熱處理時間。

【0034】熱處理時間係 5~500 小時、較佳係 8~400 小時、更佳係 10~300 小時。若在該範圍內，因反應步驟所生成之氫氧化鎂的凝集物充分分離，經乾燥後的微粒子間之氫鍵與毛細管現象受抑制，因而可獲得具有均勻粒徑且分散性優異的氫氧化鎂粒子。

#### 【0035】

##### <分離精製步驟(iii)>

分離精製步驟係對從經熱處理漿料中分離出含氫氧化鎂粒子的濾餅，並施行精製的步驟。

【0036】氫氧化鎂濾餅的分離係可利用過濾實施。亦可一邊水洗一邊過濾。精製係可利用水洗實施。水洗較佳係一邊攪拌氫氧化鎂濾餅與水，一邊使氫氧化鎂濾餅再懸浮之後，將其過濾則再度獲得氫氧化鎂濾餅。水較佳係分為 1~4 次、更佳係分為 1~3 次施行洗淨。水的量係相對於氫氧化鎂粒子，依重量基準計較佳係使用 5~100

倍的水。

【0037】 水的電導度(純度)較佳係  $100\mu\text{S}/\text{cm}$  以下、較佳係  $10\mu\text{S}/\text{cm}$  以下、特佳係  $0.5\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。

【0038】 相關水及攪拌時的水浴溫度、攪拌速度、攪拌時間，係可依照公知方法實施。例如相關水及攪拌時的水浴溫度可例示如  $10\sim 80^\circ\text{C}$ ，相關攪拌速度可例示如  $100\sim 800\text{rpm}$ ，相關攪拌時間可例示如  $0.5\sim 5$  小時。

【0039】 利用水洗雖可除去氫氧化鎂中的雜質，但經乾燥後所獲得之氫氧化鎂粒子凝集導致分散性變差。所以，為了獲得雜質較少、且分散性優異的氫氧化鎂粒子，要求減少經熱處理後的氫氧化鎂中所含雜質，以及減少水洗時所使用的水量。

【0040】 本發明製造方法因為熱處理溫度係  $0\sim 100^\circ\text{C}$ ，因而相較於依更高熱處理溫度製造的氫氧化鎂，具有結晶結構呈熱力學不穩定的特徵。所以，具有利用水洗便可輕易從生成物中除去  $\text{Cl}$  等雜質的特徵。故，利用本發明製造方法所獲得氫氧化鎂粒子中的  $\text{Cl}$  離子，係即便原料使用氯化鎂水溶液時，仍可利用水進行洗淨便輕易除去。又，依照本發明製造方法所獲得氫氧化鎂粒子中的  $\text{SO}_4$  離子，係即便原料使用硫酸鎂水溶液時，仍可利用水進行洗淨便輕易除去。

#### 【0041】

< 乾燥步驟(iv) >

乾燥步驟係使氫氧化鎂濾餅乾燥的步驟。乾燥係可利用公知方法實施。

#### 【0042】

< 氫氧化鎂粒子 >

本發明的氫氧化鎂粒子係具有依  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  表示的化學組成。

**【0043】**

(平均二次粒徑(MV))

本發明的氫氧化鎂粒子經乾燥步驟後，平均二次粒徑(MV)係 50~800nm、較佳係 80~600nm、更佳係 100~500nm。

**【0044】**

( $D_{50}$ )

本發明氫氧化鎂粒子的  $D_{50}$  較佳係 35~792nm、更佳係 57.6~594nm、特佳係 75~495nm。

**【0045】**

( $D_{50}/\text{MV}$ )

本發明氫氧化鎂粒子的  $D_{50}/\text{MV}$  係 0.70~0.99、較佳係 0.72~0.99、更佳係 0.75~0.99。此處， $D_{50}$  係利用雷射繞射散射式粒度分佈測定所獲得體積基準的累積 50%粒徑。

**【0046】**

( $D_{90}/D_{10}$ )

本發明氫氧化鎂粒子的  $D_{90}/D_{10}$  較佳係 4 以下、更佳係 3.8 以下、特佳係 3.5 以下。

**【0047】**

(OH 脫離溫度)

本發明的氫氧化鎂粒子在空氣環境中依 10°C/分升溫時的熱重量分析中，OH 脫離溫度係 360~388°C、較佳係 365~386°C、更佳係 370~385°C。

**【0048】** 本發明的氫氧化鎂粒子因為依 0~100°C 的低溫施行熱

處理，因而相較於依較高溫度施行熱處理的氫氧化鎂，具有結晶結構呈熱力學不穩定的特徵。所以，本發明氫氧化鎂粒子相較於依較高於 100°C 溫度施行熱處理所製造的氫氧化鎂，熱重量分析時的 OH 脫離溫度較低。結果難燃性優異。

#### 【0049】

(BET 比表面積)

本發明氫氧化鎂粒子的 BET 比表面積較佳係 8.0~280m<sup>2</sup>/g、更佳係 10.0~250m<sup>2</sup>/g、特佳係 15.0~200m<sup>2</sup>/g。

#### 【0050】

(Cl 離子含有量)

氫氧化鎂粒子的 Cl 離子含有量較佳係 50~300ppm、更佳係 50~270ppm、特佳係 50~250ppm。本發明氫氧化鎂粒子的結晶結構係熱力學不穩定，利用精製便可輕易除去 Cl 離子，故 Cl 離子含有量較少。

#### 【0051】

(SO<sub>4</sub> 離子含有量)

再者，本發明氫氧化鎂粒子的 SO<sub>4</sub> 離子含有量較佳係 50~300ppm、更佳係 50~270ppm、特佳係 50~250ppm。本發明氫氧化鎂粒子的結晶結構係熱力學不穩定，利用精製便可輕易除去 SO<sub>4</sub> 離子，故 SO<sub>4</sub> 離子含有量較少。

#### 【0052】

(純度)

本發明氫氧化鎂粒子的純度較佳係 99.5%以上、更佳係 99.6%以上、特佳係 99.7%以上。

**【0053】**

(金屬合計含有量)

本發明氫氧化鎂粒子的 Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr 之合計含有量，較佳係 10~150ppm、更佳係 15~100ppm、特佳係 20~80ppm。本發明氫氧化鎂粒子的結晶結構係熱力學不穩定，利用精製便可輕易除去金屬雜質，故金屬雜質含有量較少。

**【0054】**

<氧化鎂>

本發明氧化鎂粒子係具有依 MgO 表示的化學組成。本發明氧化鎂粒子係藉由將本發明氫氧化鎂粒子依較佳 350~1200°C 施行煨燒便可獲得。煨燒溫度更佳係 400~1100°C、特佳係 500~1000°C。

**【0055】**

(平均二次粒徑(MV))

本發明氧化鎂粒子的平均二次粒徑(MV)較佳係 50~800nm、更佳係 80~600nm、特佳係 100~500nm。

**【0056】**

(D<sub>50</sub>)

本發明氧化鎂粒子的 D<sub>50</sub> 較佳係 35~792nm、更佳係 57.6~594nm、特佳係 75~495nm。

**【0057】**

(D<sub>50</sub>/MV)

本發明氧化鎂粒子的 D<sub>50</sub>/MV 較佳係 0.70~0.99、更佳係 0.72~0.99、特佳係 0.75~0.99。此處，D<sub>50</sub> 係利用雷射繞射散射式粒

度分佈測定所獲得體積基準的累積 50%粒徑。

**【0058】**

( $D_{90}/D_{10}$ )

本發明氧化鎂粒子的  $D_{90}/D_{10}$  較佳係 4 以下、更佳係 3.8 以下、特佳係 3.5 以下。

**【0059】**

(BET 比表面積)

本發明氧化鎂粒子的 BET 比表面積較佳係  $1.0\sim 280\text{m}^2/\text{g}$ 、更佳係  $5.0\sim 250\text{m}^2/\text{g}$ 、特佳係  $10.0\sim 200\text{m}^2/\text{g}$ 。

**【0060】**

(純度)

本發明氧化鎂粒子的純度較佳係 99.5%以上、更佳係 99.6%以上、特佳係 99.7%以上。

**【0061】**

(金屬合計含有量)

本發明氧化鎂粒子的 Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr 之合計含有量，較佳係 10~150ppm、更佳係 15~100ppm、再更佳係 20~80ppm。

**【0062】**

<表面處理劑>

本發明的氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子依照用途最好施行表面處理。表面處理劑係可利用公知化合物。表面處理劑較佳係從高級脂肪酸、陰離子系界面活性劑、高級脂肪酸鹼土族金屬鹽、偶合劑、由磷酸與高級醇構成的磷酸酯類、及聚矽氧油所構成群組中選擇至

少一種。

【0063】高級脂肪酸可舉例如：硬脂酸、芥子酸、棕櫚酸、月桂酸、箭樹酸等。

【0064】陰離子系界面活性劑可舉例如：聚乙二醇醚的硫酸酯鹽、醯胺鍵結硫酸酯鹽、酯鍵結硫酸酯鹽、酯鍵結磺酸酯、醯胺鍵結磺酸鹽、醚鍵結磺酸鹽、醚鍵結烷芳基磺酸鹽、酯鍵結烷芳基磺酸鹽、醯胺鍵結烷芳基磺酸鹽等。

【0065】高級脂肪酸鹼土族金屬鹽可舉例如：鎂、鋁、鈣、鋇等鹼土族金屬鹽。

【0066】偶合劑例可舉例如：r-(2-胺基乙基)胺基丙基三甲氧基矽烷、r-(2-胺基乙基)胺基丙基甲基二甲氧基矽烷、r-甲基丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷、N-β-(N-乙烯基苄胺基乙基)-r-胺基丙基三甲氧基矽烷·鹽酸鹽、r-環氧丙氧基丙基三甲氧基矽烷、r-巰丙基三甲氧基矽烷、甲基三甲氧基矽烷、甲基三乙氧基矽烷、乙烯基三乙醯氧基矽烷、r-氯丙基三甲氧基矽烷、六甲基二矽氮烷、r-苯胺基丙基三甲氧基矽烷、乙烯基三甲氧基矽烷、十八烷基二甲基〔3-(三甲氧基矽烷基)丙基〕氯化銨、r-氯丙基甲基二甲氧基矽烷、r-巰丙基甲基二甲氧基矽烷、甲基三氯矽烷、二甲基二氯矽烷、三甲基氯矽烷、乙烯基三氯矽烷、乙烯基三乙氧基矽烷、乙烯基參(β-甲氧基乙氧基)矽烷、β-(3,4-環氧環己基)乙基三甲氧基矽烷、r-環氧丙氧基丙基甲基乙氧基矽烷、r-環氧丙氧基丙基三乙氧基矽烷、r-甲基丙烯醯氧基丙基甲基二甲氧基矽烷、r-甲基丙烯醯氧基丙基甲基二乙氧基矽烷、r-甲基丙烯醯氧基丙基三乙氧基矽烷、N-β(胺基乙基)r-胺基丙基甲基二甲氧基矽烷、N-β(胺基乙基)r-胺基丙基三甲



氧基矽烷、N-β(胺基乙基)r-胺基丙基三乙氧基矽烷、r-胺基丙基三甲氧基矽烷、r-胺基丙基三乙氧基矽烷、N-苯基-r-胺基丙基三甲氧基矽烷、γ-環氧丙氧基丙基三甲氧基矽烷、γ-甲基丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷等矽烷偶合劑、異丙基三異硬脂醯基鈦酸酯、異丙基參(二辛基焦磷酸酯)鈦酸酯、異丙基三(N-胺基乙基-胺基乙基)鈦酸酯、異丙基十三烷基苯磺醯基鈦酸酯、四辛基雙[二(十三烷基)亞磷酸酯]鈦酸酯、雙(二辛基焦磷酸酯)氧基醋酸酯鈦酸鹽、異丙基三(十二烷基)苯磺醯基鈦酸酯、四異丙基雙(二辛基磷酸酯)鈦酸酯、四(2,2-二烯丙氧基甲基-1-丁基)雙-[二(十三烷基)]亞磷酸酯鈦酸酯、雙(二辛基焦磷酸酯)鈦酸乙二酯、異丙基三辛醯基鈦酸酯、異丙基二甲基丙烯基異硬脂醯基鈦酸酯、異丙基異硬脂醯基二丙烯鈦酸酯、異丙基三(二辛基磷酸酯)鈦酸酯、異丙基三異丙苯基苯基鈦酸酯、二異丙苯基苯氧基醋酸酯鈦酸鹽、二異硬脂醯基鈦酸乙二酯等鈦酸酯系偶合劑；乙醯烷氧基二異丙酸鋁等鋁系偶合劑。

【0067】由磷酸與高級醇構成的磷酸酯類可舉例如由正磷酸、與油醇、月桂醇、肉荳蔻醇、棕櫚醇或硬脂醇構成的磷酸酯等。

【0068】聚矽氧油例可舉例如：二甲基聚矽氧油、甲基氫聚矽氧油、甲基苯基聚矽氧油、環狀二甲基聚矽氧油等。

【0069】表面處理係可依公知濕式法及乾式法實施。濕式法時的表面處理劑添加量，係相對於氫氧化鎂粒及氧化鎂粒子 100 重量份，較佳為 0.5~15 重量份、更佳 1.0~12 重量份、特佳 2.0~10 重量份。表面處理溫度較佳係 0~100℃、更佳係 20~90℃、特佳係 40~80℃。

【0070】

<含氫氧化鎂粒子之樹脂組成物>

本發明樹脂組成物係含有：100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的上述氫氧化鎂粒子。

【0071】合成樹脂可舉例如：聚乙烯、聚丙烯、乙烯/丙烯共聚合體、聚丁烯、聚 4-甲基戊烯-1 等 C2~C8 烯烴( $\alpha$ -烯烴)的聚合體或共聚合體、該等烯烴與二烯的共聚合體類。又，尚可例示如：乙烯-丙烯酸酯共聚合體、聚苯乙烯、ABS 樹脂、AAS 樹脂、AS 樹脂、MBS 樹脂、乙烯/氯乙烯共聚合樹脂、乙烯-醋酸乙烯酯共聚合樹脂、乙烯-氯乙烯-氯乙烯接枝聚合樹脂、偏二氯乙烯、聚氯乙烯、氯化聚乙烯、氯化聚丙烯、氯乙烯-丙烯共聚合體、醋酸乙烯酯樹脂、苯氧基樹脂、聚縮醛、聚醯胺、聚醯亞胺、聚碳酸酯、聚砵、聚伸苯醚、聚苯硫醚、聚對苯二甲酸乙二酯、聚對苯二甲酸丁二酯、甲基丙烯酸樹脂等熱可塑性樹脂。

【0072】更可例示如：環氧樹脂、酚樹脂、三聚氰胺樹脂、不飽和聚酯樹脂、醇酸樹脂、脲樹脂等熱硬化性樹脂。又，尚可例示如：EPDM、丁基橡膠、異戊二烯橡膠、SBR、NBR、氯磺化聚乙烯、NIR、胺酯橡膠、丁二烯橡膠、丙烯酸橡膠、聚矽氧橡膠、氟橡膠等合成橡膠。

【0073】氫氧化鎂粒子的摻含量係相對於合成樹脂 100 重量份為 0.01~350 重量份、較佳 0.1~320 重量份、更佳 0.5~300 重量份。

【0074】

<含氧化鎂之樹脂組成物>

本發明的樹脂組成物係含有：100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的上述氧化鎂粒子。

【0075】合成樹脂較佳係從熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂及橡膠所構成群組中選擇至少一種。熱可塑性樹脂可舉例如：聚乙烯、乙烯與  $\alpha$ -烯烴的共聚合體、乙烯與醋酸乙烯酯、乙烯與丙烯酸乙酯的共聚合體、乙烯與丙烯酸甲酯的共聚合體、聚丙烯、丙烯與其他  $\alpha$ -烯烴的共聚合體、聚丁烯-1、聚 4-甲基戊烯-1、聚苯乙烯、苯乙烯與丙烯腈的共聚合體、乙烯與丙烯-二烯橡膠或丁二烯的共聚合體、聚醋酸乙烯酯、聚乙烯醇、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚胺基甲酸酯、聚酯、聚醚、聚醯胺、ABS、聚碳酸酯、聚苯硫醚等。

【0076】熱硬化性樹脂可舉例如：酚樹脂、三聚氰胺樹脂、環氧樹脂、不飽和聚酯樹脂、醇酸樹脂等。橡膠可例示如：EPDM、SBR、NBR、乙烯與其他  $\alpha$ -烯烴、例如丙烯、辛烯等的共聚合橡膠、丁基橡膠、氯丁二烯橡膠、異戊二烯橡膠、氯磺化橡膠、聚矽氧橡膠、氟橡膠、氯化丁基橡膠、溴化丁基橡膠、表氯醇橡膠、氯化聚乙烯橡膠等。

【0077】氧化鎂粒子的含有量係相對於合成樹脂 100 重量份，為 0.01~350 重量份、較佳 0.1~320 重量份、更佳 0.5~300 重量份。

[實施例]

【0078】以下，針對本發明使用實施例更進一步詳細說明，惟本發明在不逾越主旨前提下，並不僅侷限於該等實施例。實施例中的各特性係依照以下方法測定。

【0079】

(1)SEM 照片

使用 Field Emission Scanning Electron Microscope(場發射掃描電子顯微鏡，JSM-7600F、日本電子股份有限公司製)，拍攝乾燥後粒子、煅燒處理後粒子、及混練至樹脂後的照片。

#### 【0080】

(2)利用 X 射線繞射法進行的分析

使用 X-RAY DIFFRACTOMETER(X 射線繞射儀，RINT2000、Rigaku 公司製)，施行所獲得氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子的定性分析。

#### 【0081】

(3)粒度分佈及粒徑

在 100ml 玻璃燒杯中採取 0.2 重量%六偏磷酸鈉水溶液 80ml，於其中添加乾燥後的試料粉末 0.8g，施行 3 分鐘超音波處理。針對該水溶液使用雷射繞射散射式粒度分佈裝置(MT3000、日機裝公司製)，測定平均二次粒徑(MV)、體積基準的累積 50%粒徑(D<sub>50</sub>)、體積基準的累積 90%粒徑(D<sub>90</sub>)、及體積基準的累積 10%粒徑(D<sub>10</sub>)。

#### 【0082】

(4)BET 比表面積

使用比表面積的測定裝置(NOVA2000、Yuasa-Ionics 公司製)，依照氣體吸附法測定比表面積。

#### 【0083】

(5)化學組成

乾燥後氫氧化鎂粒子中所含 Cl、SO<sub>4</sub>、Fe、Zn 及 Al 的含有量，係使用 X 射線螢光(XRF)分析裝置(RIX2000、Rigaku 公司製)施行定量分析。

【0084】為了測定乾燥後氫氧化鎂粒子中所含 Cr、Ti、Mn、Mo、Ni、Cd、Co、Pb 及 Zr 的含有量，製作溶解於酸中的試料，並使用 ICP 發光光譜分析裝置(SPS3500D、HITACHI 公司製)施行定量分析。

【0085】

(6)熱重量分析

使用熱分析裝置(TG-DTA 2000SA、Bruker AXS 公司製)，施行所獲得氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子的熱重量分析。試料重量係依 10mg、空氣流量 100ml/分、升溫速度 10°C/分的條件施行測定。

【0086】

(7)樹脂組成物的難燃性評價及外觀評價

試驗體試料係將 LLDPE 樹脂(直鏈狀低密度聚乙烯、NOVATEC LLUF-240、日本聚乙烯股份有限公司)100 重量份、及難燃劑之氫氧化鎂粒子 130 重量份予以混合，利用小型批次式混練機(Brabender 公司製)依 160°C、30rpm 施行 5 分鐘混練。混練物利用 130mm×70mm×3mm 模具，依 150°C、100kg/cm<sup>2</sup> 施行 5 分鐘成形。成形品切斷為 130mm×15mm 大小，根據 UL94V 規格(1/8inch)施行難燃性評價。

【0087】

(8)樹脂成形品的氫氧化鎂粒子之分散狀態評價

針對依上述(7)方法所製造成形品的表面，目視評價 5×5cm 範圍內的氫氧化鎂粒子分散狀態。沒有觀察到由氫氧化鎂的一次粒子凝集所形成塊的部分時評為「○」，有觀察到 1~4 個時評為「△」，有觀察到 5 個以上時評為「×」。

**【0088】****(9)橡膠組成物之焦化特性評價**

相對於氯丁二烯橡膠(CR)(M-40、電氣化學工業製)100 重量份，將吸酸劑之氧化鎂：4 重量份、抗老化劑 PA：1 重量份、交聯劑之 2 種 ZnO：5 重量份、補強性填充劑之碳黑 SRF·CB(Shiest S、Tokai Carbon 公司製)：50 重量份、及硫化促進劑 22：0.5 重量份予以混合，利用開放式滾筒依 40℃施行 10 分鐘混練後，再依 153℃施行 30 分鐘平板硫化處理而形成試料。針對壓縮永久變形測定用成形品，施行 40 分鐘平板硫化處理。針對成形品，根據 JIS K6251 及 JIS K6253，測定硫化橡膠的 200%模數(M200)、400%模數(M400)、600%模數(M600)、破裂點強度(TB)、破裂點延伸(EB)及硬度(蕭氏 A 硬度)。針對耐熱老化特性，根據 JIS K6257，使硫化橡膠在 100℃空氣環境下進行 168 小時老化後，測定蕭氏 A 硬度變化。

**【0089】****(10)橡膠成形品的氧化鎂粒子之分散狀態評價**

針對依上述(9)方法所製造橡膠成形品的表面，目視評價 5×5cm 範圍內的氧化鎂粒子分散狀態。沒有觀察到由氧化鎂的一次粒子凝集所形成塊的部分時評為「○」，有觀察到 1~4 個時評為「△」，有觀察到 5 個以上時評為「×」。

**【0090】****(11)難燃性樹脂組成物的顆粒流動性評價**

經摻合本發明氫氧化鎂粒子的難燃性樹脂組成物之顆粒流動性，係使用熔融指數測定儀(TAKARA THERMISTOR 股份有限公司製)，依 190℃ 21.6kg 條件測定 MFR。

**【0091】****(12)難燃性樹脂組成物之著色性評價**

經摻合本發明氫氧化鎂粒子的難燃性樹脂組成物之著色性，係針對成形為厚 1mm 的薄片，利用測色色差計(日本電色工業股份有限公司製)測定同一薄片內 3 處，求取平均值。

**【0092】****(13)難燃性樹脂組成物之拉伸特性評價**

經摻合本發明氫氧化鎂粒子的難燃性樹脂組成物之拉伸特性，係製作厚 1mm 的啞鈴試驗片，利用萬能試驗機(INSTRON 公司製)評價拉伸特性。

**【0093】**

[實施例 1~10 及比較例 A~D(氫氧化鎂)]

[實施例 1]

**【0094】** 在常壓且 20°C 下，於 20L 不銹鋼容器中裝入 4.2mol/L 氯化鎂水溶液 6.5L，於攪拌下徐緩添加 8.4N 氫氧化鈉水溶液 6.5L 而進行反應，利用去離子水將溶液總體積調整為 16L，漿料濃度設為 100g/L。

**【0095】** 其次，將水浴溫度設定為 45°C，於 350rpm 攪拌條件下施行熱處理。熱處理開始後，經 1、5、24、43、48、52、69、91、115、120、123 及 140 小時後的漿料粒子分佈狀態，如表 3 所示。

**【0096】** 再者，經施行 140 小時熱處理後的漿料，一邊相對於氫氧化鎂粒子依重量基準計添加 20 倍純水(去離子水、0.5 $\mu$ S/cm)一邊過濾，再相對於氫氧化鎂粒子依重量基準計使用 25 倍純水施行 2 次水洗，然後依 120°C 施行 20 小時乾燥。所獲得粒子利用 X

射線繞射法施行分析，結果係氫氧化鎂( $Mg(OH)_2$ )粒子(圖 1)。

[實施例 2]

【0097】在常壓且  $20^\circ C$  下，於 20L 不銹鋼容器中裝入  $4.2\text{mol/L}$  氯化鎂水溶液 6.5L，於攪拌下徐緩添加  $12.0N$  氫氧化鈉水溶液 9.1L 而進行反應，利用去離子水將溶液總體積調整為 16L，漿料濃度設為  $100\text{g/L}$ 。然後，將水浴溫度設定為  $60^\circ C$ ，於  $350\text{rpm}$  攪拌條件下施行 15 小時熱處理。然後，依照與實施例 1 同樣地施行過濾、水洗及乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 3]

【0098】除了將熱處理溫度變更為  $70^\circ C$ 、熱處理時間變更為 15 小時之外，其餘均依照與實施例 1 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

[比較例 A]

【0099】採取與實施例 3 中施行熱處理前的漿料為同樣之漿料 800ml，裝入 0.98L 熱壓鍋(日東高壓公司製)中進行反應。然後，將溫度設定為  $150^\circ C$ ，於  $500\text{rpm}$  攪拌條件下施行 1 小時熱處理。然後，依照與實施例 1 同樣地施行過濾、水洗及乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 4]

【0100】除了將熱處理溫度變更為  $90^\circ C$  之外，其餘均依照與實施例 3 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

[比較例 B]

【0101】除了將熱處理時間變更為 3 小時之外，其餘均依照與比較例 A 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 5]



【0102】在常壓且 20°C 下，於 20L 不銹鋼容器中裝入 4.2mol/L 氯化鎂水溶液 6.5L，於攪拌下徐緩添加 8.4N 氫氧化鈉水溶液 3.9L 而進行反應，利用去離子水將溶液總體積調整為 10.6L，漿料濃度設為 90g/L。

【0103】然後，將水浴溫度設定為 70°C，於 350rpm 攪拌條件下施行 15 小時熱處理。然後，依照與實施例 1 同樣地施行過濾、水洗及乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

【0104】

[比較例 C]

【0105】採取與實施例 5 中施行熱處理前的漿料為同樣之漿料 800ml，裝入 0.98L 熱壓鍋(日東高壓公司製)中進行反應。然後，將溫度設定為 150°C，於 500rpm 攪拌條件下施行 1 小時熱處理。然後，依照與實施例 1 同樣地施行過濾、水洗及乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

[比較例 D]

【0106】市售氫氧化鎂粒子(KISUMA 5A、協和化學工業股份有限公司製)。

[實施例 6]

【0107】在常壓且 20°C 下，於 20L 不銹鋼容器中裝入 5.5mol/L 氯化鎂水溶液 4.0L，於攪拌下徐緩添加 16.0N 氫氧化鈉水溶液 8.25L 而進行反應，利用去離子水將溶液總體積調整為 12.83L，漿料濃度設為 100g/L。

【0108】然後，將水浴溫度設定為 70°C，於 350rpm 攪拌條件下施行 15 小時熱處理。然後，依照與實施例 1 同樣地施行過濾、

水洗及乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 7]

【0109】依照與實施例 3 同樣地施行處理後，相對於固形份利用 3.0 重量%硬脂酸施行表面處理，獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 8]

【0110】除了將鎂原料變更為 4.2mol/L 的  $MgSO_4$  之外，其餘均依照與實施例 3 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 9]

【0111】除了將熱處理溫度變更為 20°C、熱處理時間變更為 165 小時之外，其餘均依照與實施例 1 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

[實施例 10]

【0112】除了將熱處理溫度變更為 99°C、熱處理時間變更為 10 小時之外，其餘均依照與實施例 1 同樣地獲得氫氧化鎂粒子。

【0113】

(熱處理條件與粒度分佈之關係)

本發明氫氧化鎂粒子之製造方法中，由熱處理開始後的漿料粒子分佈狀態[表 3(實施例 1)]中得知，在反應時生成的凝集物係熱處理時間越長則越分離，可確認到成為微小且均勻的粒子。

【0114】

(相關粒度分佈)

本發明的氫氧化鎂粒子係不論有無施行表面處理，均具有微小且均勻的粒徑。由未施行表面處理的氫氧化鎂粒子之 SEM 照片[圖 2(實施例 3)]、與經表面處理後的 SEM 照片[圖 3(實施例 7)]得知，均沒有明顯的凝集物，可確認到屬於均勻的粒子。又，未施行表面

處理的氫氧化鎂粒子之粒度分佈[圖 4(實施例 1)、圖 5(實施例 3)]、與經表面處理後的粒子之粒度分佈[圖 6(實施例 7)]，可確認到均具有微小且均勻的粒徑。

#### 【0115】

(相關分散性)

本發明的氫氧化鎂粒子係儘管屬於微小粒子仍具有優異的分散性。由將本發明氫氧化鎂粒子混練至 LLDPE 樹脂中的樹脂組成物之剖面 SEM 照片[圖 7(實施例 3)]、與將市售氫氧化鎂粒子混練至 LLDPE 樹脂中的樹脂組成物之剖面 SEM 照片[圖 8(比較例 D)]進行比較得知，可確認到本發明氫氧化鎂粒子即便混練至樹脂中仍不凝集，呈均勻分散。

#### 【0116】

(OH 的脫離溫度)

本發明氫氧化鎂粒子相較於依高於 100°C 溫度施行熱處理的氫氧化鎂，在熱重量分析時的 OH 脫離溫度較低。本發明氫氧化鎂粒子在熱重量分析時的 OH 脫離溫度係 382.4°C [圖 9(實施例 1)]、及 378.5°C [圖 10(實施例 3)]。

【0117】該等 OH 脫離溫度相較於依較高熱處理溫度的方法所製造氫氧化鎂的 OH 的脫離溫度 389.3°C [圖 11(比較例 A)]、及 402.5°C [圖 12(比較例 D)]之下，具有較低溫度的特徵。此項理由可認為因為本發明氫氧化鎂粒子具有熱力學較弱結晶結構的緣故。所以，具有被取入於氫氧化鎂粒子中的 Cl 等利用雜質水洗便可輕易除去的特徵。

【0118】針對實施例 1~10 及比較例 A~D，相關合成條件(原料

濃度、原料使用量、反應率、熱處理條件)、及所獲得氫氧化鎂粒子的特性(MV、 $D_{90}/D_{10}$ 、 $D_{50}$ 、 $D_{50}/MV$ 、BET 比表面積), 係如表 1(1) 及表 1(2)所示。針對實施例 1~8 及比較例 A~D, 相關氫氧化鎂粒子的化學組成[氫氧化鎂純度、雜質(Cl、 $SO_4$ 、Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr)含有量]、有無表面處理、樹脂組成物的燃燒性評價及成形品的分散狀態評價, 係如表 2 所示。

## 【0119】

表 1(1)

原料-條件等		實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6	實施例7	實施例8	比較例A	比較例B	比較例C	比較例D
原料濃度 (mol/L)	MgCl <sub>2</sub> 濃度	4.2	4.2	4.2	4.2	4.2	5.5	4.2	4.2※1	4.2	4.2	4.2	市售品 KISUMA 5A (協和化學工業股份 有限公司製)
	使用量	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	4.0	6.5	6.5※2	6.5	6.5	6.5	
	NaOH濃度	8.4	12.0	8.4	8.4	8.4	16.0	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	
	NaOH反應率	6.5	9.1	6.5	6.5	3.9	8.25	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	
熱處理條件	NaOH反應率 (mol%)	100	200	100	100	60	300	100	100	100	100	100	KISUMA 5A (協和化學工業股份 有限公司製)
	溫度(°C)	45	60	70	90	70	70	70	70	150	150	150	
	時間(hr)	140	15	15	15	15	15	15	15	1	3	1	
	壓力(atm)	1.0	←	←	←	←	←	←	←	3.45	←	←	
物性	漿料濃度 (g/L)	100	100	100	100	90	100	100	100	100	100	90	KISUMA 5A (協和化學工業股份 有限公司製)
	利用X射線繞射法進行的分析	Mg(OH) <sub>2</sub>	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	MV(μm)	0.21	0.15	0.16	0.27	0.20	0.14	0.21	0.15	3.54	1.40	0.90	
	D <sub>90</sub> /D <sub>10</sub>	2.46	2.88	3.38	3.06	2.33	2.75	2.54	2.94	103.00	4.15	2.50	
物性	D <sub>50</sub>	0.19	0.13	0.14	0.23	0.18	0.13	0.19	0.13	0.36	1.28	0.75	0.86
	D <sub>50</sub> /MV	0.91	0.87	0.88	0.85	0.90	0.93	0.91	0.87	0.10	0.91	0.83	0.84
	BET(m <sup>2</sup> /g)	25	22	24	21	23	25	27	24	24	5	6	6

※1 係表示 MgSO<sub>4</sub> 濃度；※2 係表示 MgSO<sub>4</sub> 使用量。

## 【0120】

表 1(2)

原料・條件等		實施例等	實施例9	實施例10
原料濃度(mol/L)	MgCl <sub>2</sub> 濃度		4.2	4.2
	使用量		6.5	6.5
使用量(L)	NaOH濃度		8.4	8.4
	NaOH反應率(mol%)		6.5	6.5
	NaOH反應率		100	100
熱處理條件	溫度(°C)		20	99
	時間(hr)		165	10
	壓力(atm)		1.0	1.0
	漿料濃度(g/L)		100	100
利用X射線繞射法進行的分析			Mg(OH) <sub>2</sub>	Mg(OH) <sub>2</sub>
物性	MV(μm)		0.16	0.17
	D <sub>90</sub> /D <sub>10</sub>		3.25	2.90
	D <sub>50</sub>		0.14	0.15
	D <sub>50</sub> /MV		0.88	0.88
	BET(m <sup>2</sup> /g)		27	20

## 【0121】


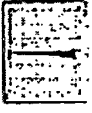









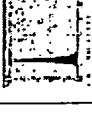
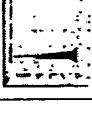
表 2

原料・條件等	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6	實施例7	實施例8	比較例A	比較例B	比較例C	比較例D
實施例等												
氮氧化鎂純度 (重量%)	99.9<	99.9<	99.9<	99.9<	99.9<	99.9<	-	99.9<	99.9<	99.9<	99.9<	-
Cl	190	200	180	200	210	200	200	10	450	450	430	280
SO <sub>4</sub>	8	8	9	8	9	9	9	150	10	9	9	9
Cr	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
Ni	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	150	230	150	13
Ti	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
Mn	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
Mo	2>	2>	2>	2>	2>	2>	2>	2>	5	5	5	3.5
Fe	3	3	5	5	5	3	5	3	7	7	7	11
Zn	1	2	1	2	2	1	2	1	5	6	8	6
Al	40	40	40	40	40	40	40	40	60	60	60	60
Cd	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>	0.2>
Co	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>	0.8>
Pb	4>	4>	4>	4>	4>	4>	4>	4>	5	5	5	4>
Zr	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
合計※3	47.9	51.0	51.6	53.7	49.8	48.7	54.2	51.0	235.2	315.0	237.6	100.6
3Wt%硬脂酸表面處理	無	無	無	無	無	無	有	無	無	無	無	有
燃燒性評價：UL94V	V-1	V-1	V-1	V-1	V-1	V-1	V-1	V-1	規格外	規格外	規格外	規格外
分散狀態評價	○	○	○	○	○	○	○	○	×	△	△	△

※3 係表示 Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr 的合計含有量。

【0122】

表 3

熱處理時間	1hr	5hr	24hr	43hr	48hr	52hr	69hr	91hr	115hr	120hr	123hr	140hr	140hr
樣品性狀	處理中的漿料	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
粒度分佈特徵	 一尖峰	 一尖峰	 二尖峰	 二尖峰	 二尖峰	 二尖峰	 二尖峰	 二尖峰	 略一尖峰	 略一尖峰	 一尖峰	 一尖峰	 一尖峰
MV( $\mu\text{m}$ )	22.6	6.82	2.96	2.63	2.11	1.61	1.31	0.84	0.34	0.30	0.29	0.22	0.21
$D_{90}/D_{10}$	39.46/7.74 =5.10	9.54/4.25 =2.25	6.31/0.6 =10.52	6.45/0.34 =18.97	5.52/0.28 =19.71	4.63/0.18 =25.72	4.3/0.15 =28.67	0.93/0.11 =8.46	0.56/0.11 =5.09	0.55/0.11 =5.10	0.53/0.11 =4.82	0.33/0.13 =2.54	0.32/0.13 =2.46
$D_{50}$	20.25	6.70	2.35	1.75	0.79	0.45	0.36	0.26	0.24	0.24	0.24	0.18	0.19
$D_{50}/MV$	0.90	0.98	0.79	0.67	0.33	0.28	0.28	0.31	0.71	0.80	0.83	0.82	0.91



**【0123】**

[實施例 11~17 及比較例 E~H(氧化鎂粒子)]

[實施例 11]

**【0124】** 將實施例 3 所獲得乾燥氫氧化鎂粒子 100g 投入 300ml 氧化鋁製坩堝中，使用電爐，依 500°C 施行 2 小時煅燒而獲得粒子。所獲得粒子利用 X 射線繞射法進行分析，結果係氧化鎂(MgO)(圖 13)。

[實施例 12]

**【0125】** 除了將煅燒溫度變更為 650°C 之外，其餘均依照與實施例 11 同樣地獲得氧化鎂粒子。

[實施例 13]

**【0126】** 除了將煅燒溫度變更為 700°C 之外，其餘均依照與實施例 11 同樣地獲得氧化鎂粒子。

[實施例 14]

**【0127】** 將實施例 4 所獲得乾燥氫氧化鎂粒子 100g 投入 300ml 氧化鋁製坩堝中，使用電爐，依 500°C 施行 2 小時煅燒而獲得氧化鎂粒子。

[實施例 15]

**【0128】** 除了將煅燒溫度變更為 650°C 之外，其餘均依照與實施例 14 同樣地獲得氧化鎂粒子之後，利用 3.0 重量%硬脂酸施行表面處理。

[實施例 16]

**【0129】** 除了將煅燒溫度變更為 700°C 之外，其餘均依照與實施例 14 同樣地獲得氧化鎂粒子。

## [實施例 17]

【0130】將實施例 8 所獲得乾燥氫氧化鎂粒子 100g 投入 300ml 氧化鋁製坩堝中，使用電爐，依 650°C 施行 2 小時煅燒而獲得氧化鎂粒子。

## [比較例 E]

【0131】將比較例 A 所獲得乾燥氫氧化鎂粒子 100g 投入 300ml 氧化鋁製坩堝中，使用電爐，依 650°C 施行 2 小時煅燒而獲得氧化鎂粒子。

## [比較例 F]

【0132】除了將所使用乾燥氫氧化鎂粒子變更為比較例 B 所獲得者之外，其餘均依照與比較例 E 同樣地獲得氧化鎂粒子。

## [比較例 G]

【0133】除了將所使用乾燥氫氧化鎂粒子變更為比較例 C 所獲得者之外，其餘均依照與比較例 E 同樣地獲得氧化鎂粒子。

## [比較例 H]

【0134】除了將所使用乾燥氫氧化鎂粒子變更為比較例 D 所獲得者之外，其餘均依照與比較例 E 同樣地獲得氧化鎂粒子後，利用 3.0 重量%硬脂酸施行表面處理。

## 【0135】

(氧化鎂)

本發明氧化鎂粒子係具有微小且均勻的粒徑。由本發明氧化鎂粒子(實施例 11)的 SEM 照片(圖 14)、及粒度分佈(圖 15)得知，並沒有明顯的凝集物，可確認到具有微小且均勻的粒徑。

【0136】針對實施例 11~17 及比較例 E~H，相關處理條件(原

料濃度、原料使用量、反應率、熱處理溫度、熱處理時間、漿料濃度、煅燒溫度、煅燒時間)、所獲得氧化鎂粒子的特性(BET 比表面積、粒度、有無表面處理)、硫化物性(M200、M400、M600、TB、EB、蕭氏 A、壓縮永久變形、焦化時間)、耐熱老化性及成形品分散狀態的評價，係如表 4 所示。

## 【0137】

表 4

處理條件・物性		實施例等	實施例11	實施例12	實施例13	實施例14	實施例15	實施例16	實施例17	比較例E	比較例F	比較例G	比較例H
成為前驅物的氫氧化鎂粒子之調整條件		同實施例3	←	←	←	←	←	←	同實施例8	同比較例A	同比較例B	同比較例C	同比較例D
煅燒條件	煅燒溫度(°C)	500	700	650	500	650	700	650	650	650	650	650	650
	煅燒時間(hr)	2	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
物性	MV(μm)	0.17	0.16	0.16	0.26	0.27	0.24	0.16	0.16	3.50	2.30	1.05	1.20
	D <sub>50</sub>	0.14	0.15	0.14	0.24	0.25	0.23	0.14	0.14	0.64	1.31	0.77	0.88
	D <sub>50</sub> /MV	0.82	0.94	0.86	0.92	0.93	0.95	0.90	0.90	0.18	0.57	0.73	0.73
	BET(m <sup>2</sup> /g)	65	61	57	66	62	59	61	61	35.3	42	31	35
3重量%硬脂酸表面處理		無	無	無	無	有	無	無	無	無	無	無	有
硫化物性	M200(MPa)	1.3	1.2	1.3	1.2	1.3	1.2	1.2	1.2	1.0	0.9	0.9	0.9
	M400(MPa)	2.4	2.2	2.3	2.2	2.4	2.2	2.2	2.2	1.8	2.0	2.0	2.0
	M600(MPa)	5.9	5.9	5.8	5.9	4.8	4.7	5.9	5.9	3.8	3.9	4.0	4.0
	TB(MPa)	20.0	20.0	20.0	19.0	19.0	20.0	20.0	20.1	16.5	16.0	17.0	17.5
	EB(%)	800	800	800	790	790	800	800	800	700	730	730	750
	硬度(蕭氏A)	45	45	45	42	42	45	45	45	38	39	40	40
壓縮永久變形(%)		19	18	19	18	19	20	18	18	22	20	21	21
焦化時間 (分)		26	27	25	27	25	23	26	26	18	20	20	20
耐熱老化試驗：ΔH(硬度)		1	1	2	2	1	2	1	1	3	8	3	3
分散狀態評價		○	○	○	○	○	○	○	○	×	△	△	△

**【0138】**

[實施例 18~22 及比較例 I~M(樹脂組成物)]

(非交聯之樹脂組成物)

[實施例 18]

**【0139】** 實施例 4 的氫氧化鎂粒子利用 2 重量%硬脂酸施行表面處理，依 105°C 施行 16 小時乾燥，再依 120°C 施行 2 小時乾燥，相對於 EVA(EVAFLEX V421 三井-杜邦聚合化學股份有限公司)90 重量份，將經上述處理過的氫氧化鎂粒子 150 重量份、改質劑  $\alpha$ -烯烴共聚合體(TAFMER MH7020)10 重量份、酚系抗氧化劑(IRGANOX1010)0.5 重量份、及硫系抗氧化劑(DLTDP)0.5 重量份，利用連續混練擠出機(KCS Engineering 股份有限公司 KCK80×2-35VEX)，依 160~200°C 進行熔融混合，所擠出的樹脂組成物股條利用造粒機切斷後，利用真空乾燥機(TABAIESPEC 股份有限公司製 LCV-242)依 60°C 施行乾燥而製作顆粒。

**【0140】** 所獲得顆粒利用小型批次式混練機(Brabender 公司製)，依 130~160°C 施行 15 分鐘混練，再將呈橢圓狀取出物利用熱壓機(神藤金屬工業股份有限公司 ANSF-50HH/C)，依 160°C 製作厚 1mm 薄片。

[比較例 I]

**【0141】** 除了將所使用氫氧化鎂粒子變更為比較例 A 的氫氧化鎂粒子之外，其餘均依照與實施例 18 同樣地獲得樹脂組成物的顆粒及薄片。

[比較例 J]

**【0142】** 除了事先準備 MV：4.31 $\mu$ m、D<sub>50</sub>/MV：0.86、BET 比

表面積：30m<sup>2</sup>/g 的氫氧化鎂粒子，並將所使用的氫氧化鎂粒子變更為上述氫氧化鎂粒子之外，其餘均依照與實施例 18 同樣地獲得樹脂組成物的顆粒及薄片。

**【0143】**

(過氧化物交聯之樹脂組成物)

[實施例 19]

**【0144】** 將實施例 4 的氫氧化鎂粒子利用 2 重量%硬脂酸施行表面處理，再依 105°C 施行 16 小時乾燥，並依 120°C 施行 2 小時乾燥，再相對於 EVA(EVAFLEX V421 三井-杜邦聚合化學股份有限公司)90 重量份，將上述經處理過氫氧化鎂粒子 150 重量份、改質劑之  $\alpha$ -烯烴共聚合體(TAFMER MH7020)10 重量份、酚系抗氧化劑(IRGANOX1010)0.5 重量份、及硫系抗氧化劑(DLTDP)0.5 重量份，利用連續混練擠出機依 160~200°C 施行熔融混合，所擠出的樹脂組成物股條利用造粒機切斷後，利用真空乾燥機依 60°C 施行乾燥而製作顆粒。

**【0145】** 所獲得顆粒係相對於樹脂成分 100 重量份(EVA90 重量份與改質劑之  $\alpha$ -烯烴共聚合體 10 重量份的合計)，摻合過氧化物(DCP)1 重量份，利用小型批次式混練機依 115°C 施行 10 分鐘熔融混合，再將呈橢圓狀取出物利用熱壓機依 120°C 成形為厚 2mm，再依 180°C 成形為厚 1mm 之經交聯的薄片。

[比較例 K]

**【0146】** 除了將所使用氫氧化鎂粒子變更為比較例 A 的氫氧化鎂粒子之外，其餘均依照與實施例 19 同樣地獲得樹脂組成物的顆粒、及交聯的薄片。

[比較例 L]

【0147】除了事先準備 MV：4.31 $\mu$ m、D<sub>50</sub>/MV：0.86、BET 比表面積：30m<sup>2</sup>/g 的氫氧化鎂粒子，並將所使用的氫氧化鎂粒子變更為上述氫氧化鎂粒子之外，其餘均依照與實施例 19 同樣地獲得樹脂組成物的顆粒、及交聯的薄片。

【0148】

(矽烷交聯之樹脂組成物)

[實施例 20]

【0149】針對實施例 5 的氫氧化鎂粒子利用 0.3 重量%矽烷偶合劑施行表面處理，依 105°C 施行 16 小時乾燥，再依 120°C 施行 2 小時乾燥，相對於矽烷交聯性 EVA 樹脂(LINKLON XVF600N 三菱化學股份有限公司)87 重量份，將上述經處理過的氫氧化鎂粒子 135 重量份、改質劑之  $\alpha$ -烯烴共聚合體(TAFMER MH7020)10 重量份、酚系抗氧化劑(IRGANOX1010)0.5 重量份、及硫系抗氧化劑(DLTDP)0.5 重量份，利用小型批次式混練機依 160~200°C 施行混合熔融，而製得橢圓狀樹脂組成物。

【0150】所獲得橢圓狀樹脂組成物係相對於樹脂成分 97 重量份(矽烷交聯性 EVA 樹脂 87 重量份與改質劑之  $\alpha$ -烯烴共聚合體 10 重量份合計)，摻合交聯促進觸媒母料 3 重量份，利用小型批次式混練機依 180°C 施行 10 分鐘熔融混合，將再度呈橢圓狀取出物利用熱壓機依 160°C 成形為厚 2mm，再依 180°C 成形為厚 1mm。所成形的樹脂組成物在 80°C 離子交換水中浸漬 24 小時，獲得交聯的薄片。

[實施例 21]

【0151】除了所使用的氫氧化鎂粒子變更為實施例 4 的氫氧

化鎂粒子，並將摻合量變更為 140 份之外，其餘均依照與實施例 20 同樣地獲得交聯的薄片。

[實施例 22]

【0152】除了所使用的氫氧化鎂粒子變更為實施例 4 的氫氧化鎂粒子之外，其餘均依照與實施例 20 同樣地獲得交聯的薄片。

[比較例 M]

【0153】除了事先準備 MV：0.87 $\mu$ m、D<sub>50</sub>/MV：0.83、BET 比表面積：6m<sup>2</sup>/g 的氫氧化鎂粒子，並將所使用的氫氧化鎂粒子變更為上述氫氧化鎂粒子，且將摻合量變更為 140 份之外，其餘均依照與實施例 20 同樣地獲得交聯的薄片。

[比較例 N]

【0154】除了將所使用氫氧化鎂粒子的摻合量變更為 150 份之外，其餘均依照與比較例 M 同樣地獲得交聯的薄片。

【0155】針對實施例 18~19 及比較例 I~L，施行樹脂組成物的流動性、著色性及拉伸特性評價，如表 5 所示。

【0156】針對實施例 20~22 及比較例 M~N，施行樹脂組成物的拉伸特性評價及燃燒性評價，如表 6 所示。



【0157】表 5

		實施例18	比較例I	比較例J	實施例19	比較例K	比較例L
樹脂組成物形式		非交聯	←	←	過氧化物交聯	←	←
氫氧化鎂的物性	MV( $\mu\text{m}$ )	027	3.54	4.31	0.27	3.54	4.31
	D <sub>50</sub> /MV	0.85	0.10	0.86	0.85	0.10	0.86
	BET(m <sup>2</sup> /g)	21	24	30	21	24	30
氫氧化鎂相對於EVA樹脂90重量份的摻合量(重量份)		150	←	←	←	←	←
流動性：MFR(g/10min)		9.7	0.7	0.04	—	—	—
著色性	YI	7.0	46.8	71.6	12.5	39.8	80.9
	W	87.5	68.1	55.4	87.4	69.7	51.7
拉伸特性	拉伸強度(MPa)	12.8	14.2	10.5	15.1	16.1	12.0
	破裂點延伸(%)	390	230	210	430	240	250

【0158】表 6

		實施例20	實施例21	實施例22	比較例M	比較例N
樹脂組成物形式		矽烷交聯	←	←	←	←
氫氧化鎂的物性	MV( $\mu\text{m}$ )	0.20	0.27	←	0.87	←
	D <sub>50</sub> /MV	0.90	0.85	←	0.83	←
	BET(m <sup>2</sup> /g)	23	21	←	6	←
氫氧化鎂相對於EVA樹脂87重量份的摻合量(重量份)		135	140	135	140	150
拉伸特性	拉伸強度(MPa)	21.2	19.8	20.3	22.1	21.8
	破裂點延伸(%)	120	180	180	100	90
燃燒性評價：UL94V		V-0	V-0	V-1	規格外	V-0

【0159】

(樹脂組成物)

因為本發明的氫氧化鎂粒子係屬於尺寸整合的微小粒子，因而具有摻合其的樹脂組成物極少發生變色(變黃)情形的特徵(實施例18、19)。另一方面，經摻合習知雖微小但未整合之氫氧化鎂粒子的樹脂組成物，相較於本發明樹脂組成物之下，多數發生變色(變黃)(比較例I、J、K、L)。

【0160】本發明樹脂組成物係與擠出加工性具相關性的MFR(熔體流動速率)良好(實施例18)，亦具有優異的難燃性與拉伸特性(實施例20、21)。

(發明效果)

【0161】根據本發明之製造方法，可製造具有微小且均勻粒

徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子。本發明的製造方法因為依 0~100°C 較低溫度施行熱處理，因而所獲得氫氧化鎂粒子具有結晶結構呈熱力學不穩定的特徵。故，在水洗步驟中，可將 Cl 離子、SO<sub>4</sub> 離子、鎳、鉻、鉛、鋅、鋁等金屬等等雜質從生成物中輕易除去。

【0162】再者，本發明的氫氧化鎂粒子係具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異。因為本發明的氫氧化鎂粒子係依 0~100°C 較低溫度施行熱處理而製造，因而相較於依較高溫度施行熱處理的氫氧化鎂之下，結晶結構呈熱力學不穩定，且 OH 的脫離溫度較低。故，難燃性優異。本發明的氫氧化鎂粒子係 Cl 離子、SO<sub>4</sub> 離子、鎳、鉻、鉛、鋅、鋁等金屬的含有量較少。又，本發明的氫氧化鎂粒子在有機高分子材料、無機材料的用途，可實現均勻混練或均勻塗佈處理。

【0163】再者，本發明的氧化鎂粒子係具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異。本發明的氧化鎂粒子係鎳、鉻、鉛、鋅、鋁的含有量較少。又，本發明的氧化鎂粒子在有機高分子材料、無機材料的用途，可實現均勻混練或均勻塗佈處理。

(產業上之可利用性)

【0164】本發明的氫氧化鎂粒子可有效使用為高分子材料的難燃劑、非水系二次電池用分隔件的無機填充劑。本發明的氧化鎂粒子可有效使用為有機高分子材料的吸酸劑、除臭劑、電磁鋼材料、樹脂的填充劑、觸媒及觸媒的載體等。

【0165】再者，因為本發明的氫氧化鎂及氧化鎂粒子係鎳、鉻、鉛、鋅、鋁的混入量較少，因而可利用於電子材料、醫藥品原

料、飲食料品的添加劑。又，可利用於化妝品、食品、醫藥的 pH 調節劑、高分子的安定劑、微粒子的水滑石等合成原料。

**【符號說明】**

**【0166】**

無

201702182

## 發明摘要

※ 申請案號：105111034

※ 申請日：105/04/08

※IPC 分類：C01F 5/22 (2006.01)  
C08K 3/22 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

氫氧化鎂粒子及其製造方法

【中文】

本發明目的在於提供：具有微小且均勻粒徑、高純度且分散性優異的氫氧化鎂粒子及氧化鎂粒子。

● 本發明的氫氧化鎂粒子之製造方法，係包括有下述各步驟：

(i)使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，而製造含有氫氧化鎂粒子的漿料；

(ii)將所獲得漿料在大氣壓下，依 0~100°C 施行 5~500 小時熱處理；

(iii)從經熱處理的漿料中，分離精製含氫氧化鎂粒子的濾餅；  
以及

(iv)使經分離精製的濾餅乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。

● 【英文】

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：第（ 7 ）圖。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無

## 申請專利範圍

1. 一種氫氧化鎂粒子之製造方法，係包括有下述各步驟：
  - (i)使可溶性鎂鹽的水溶液與鹼水溶液進行反應，而製造含有氫氧化鎂粒子的漿料；
  - (ii)將所獲得漿料在大氣壓下，依  $0\sim 100^{\circ}\text{C}$  施行  $5\sim 500$  小時熱處理；
  - (iii)從經熱處理的漿料中，分離精製含氫氧化鎂粒子的濾餅；以及
  - (iv)使經分離精製的濾餅乾燥而獲得氫氧化鎂粒子。
2. 如請求項 1 之製造方法，其中，可溶性鎂鹽係氯化鎂或硫酸鎂。
3. 如請求項 1 之製造方法，其中，鹼水溶液係氫氧化鈉的水溶液。
4. 如請求項 1 之製造方法，其中，使  $0.1\sim 5.7\text{mol/L}$  的可溶性鎂鹽、與  $1.0\sim 18.0\text{N}$  的鹼水溶液進行反應。
5. 如請求項 1 之製造方法，其中，所獲得之氫氧化鎂粒子係
  - (a)平均二次粒徑(MV)為  $50\sim 800\text{nm}$ ；
  - (b) $D_{50}/\text{MV}$  為  $0.70\sim 0.99$ ；其中， $D_{50}$  係利用雷射繞射散射式粒度分佈測定所獲得之體積基準的累積  $50\%$ 粒徑；
  - (c)在空氣環境中依  $10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 升溫時的熱重量分析中，OH 脫離溫度為  $360\sim 388^{\circ}\text{C}$ 。
6. 一種氫氧化鎂粒子，係
  - (a)平均二次粒徑(MV)為  $50\sim 800\text{nm}$ ；
  - (b) $D_{50}/\text{MV}$  為  $0.70\sim 0.99$ ；其中， $D_{50}$  係利用雷射繞射散射式粒度分佈測定所獲得之體積基準的累積  $50\%$ 粒徑；
  - (c)在空氣環境中依  $10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 升溫時的熱重量分析中，OH 脫離溫度為  $360\sim 388^{\circ}\text{C}$ 。

7. 如請求項 6 之氫氧化鎂粒子，其中，Cl 離子含有量係 50~300ppm。

8. 如請求項 6 之氫氧化鎂粒子，其中，SO<sub>4</sub> 離子含有量係 50~300ppm。

9. 如請求項 6 之氫氧化鎂粒子，其中，BET 比表面積係 8.0~280m<sup>2</sup>/g。

10. 如請求項 6 之氫氧化鎂粒子，其中，純度係 99.5 重量%以上。

11. 如請求項 6 之氫氧化鎂粒子，其中，Cr、Ni、Ti、Mn、Mo、Fe、Zn、Al、Cd、Co、Pb 及 Zr 的合計含有量係 10~150ppm。

12. 一種氧化鎂粒子，係藉由將請求項 6 之氫氧化鎂粒子依 350~1200°C 施行煅燒而獲得。

13. 一種樹脂組成物，係含有 100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的請求項 6 之氫氧化鎂粒子。

14. 一種樹脂組成物，係含有 100 重量份的合成樹脂、以及 0.01~350 重量份的請求項 12 之氧化鎂粒子。



























圖 16

MV	0.155
D90/D10	3.12
D50	0.136
D50/MV	0.88

