

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5546139号  
(P5546139)

(45) 発行日 平成26年7月9日(2014.7.9)

(24) 登録日 平成26年5月23日(2014.5.23)

(51) Int. Cl.	F I
<b>CO4B 35/38 (2006.01)</b>	CO4B 35/38 Z
<b>HO1F 41/02 (2006.01)</b>	HO1F 41/02 D
<b>HO1F 1/34 (2006.01)</b>	HO1F 1/34 B

請求項の数 4 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2009-28033 (P2009-28033)	(73) 特許権者	591067794
(22) 出願日	平成21年2月10日 (2009.2.10)		J F E ケミカル株式会社
(65) 公開番号	特開2010-195596 (P2010-195596A)		東京都台東区蔵前二丁目17番4号
(43) 公開日	平成22年9月9日 (2010.9.9)	(74) 代理人	100147485
審査請求日	平成22年12月3日 (2010.12.3)		弁理士 杉村 憲司
(31) 優先権主張番号	特願2009-18808 (P2009-18808)	(74) 代理人	100114292
(32) 優先日	平成21年1月29日 (2009.1.29)		弁理士 来間 清志
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100149700
			弁理士 高梨 玲子
		(72) 発明者	吉田 裕史
			東京都台東区蔵前二丁目17番4号 J F
			E ケミカル株式会社内
		(72) 発明者	中村 由紀子
			東京都台東区蔵前二丁目17番4号 J F
			E ケミカル株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 MnZnCo系フェライトコアおよびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基本成分と副成分と不可避的不純物とからなるMnZnCo系フェライトコアであって、

酸化鉄 (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算換算) : 51.0 ~ 53.0 mol %、

酸化亜鉛 (ZnO換算) : 12.0 mol %超、18.0 mol %以下、

酸化コバルト (CoO換算) : 0.04 ~ 0.60 mol %および

酸化マンガン (MnO換算) : 残部

からなる基本成分中に、副成分として、

酸化珪素 (SiO<sub>2</sub>換算) : 50 ~ 400 mass ppmおよび

酸化カルシウム (CaO換算) : 1000 ~ 4000 mass ppm

を添加し、かつ不可避的不純物のうち、リン、ホウ素、硫黄および塩素をそれぞれ

リン : 3 mass ppm未満、

ホウ素 : 3 mass ppm未満、

硫黄 : 5 mass ppm未満および

塩素 : 10 mass ppm未満

に抑制し、さらに該MnZnCo系フェライトコアの理想比表面積に対する実測比表面積の比が次式(1)を満足することを特徴とするMnZnCo系フェライトコア。

実測比表面積 / 理想比表面積 &lt; 1500 --- (1)

ここで、実測比表面積は、JIS Z 8830 (2001年) のB E T法 (多点法) で求めた比表面積 (m<sup>2</sup>/g)、理想比表面積は、コアに空隙がない理想状態と仮定し、コアの寸法と質量

10

20

から計算した比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) である。

【請求項 2】

基本成分と副成分と不可避的不純物とからなるMnZnCo系フェライトコアであって、

酸化鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 換算換算) : 51.0 ~ 53.0 mol %、

酸化亜鉛 ( $\text{ZnO}$ 換算) : 12.0 mol % 超、18.0 mol % 以下、

酸化コバルト ( $\text{CoO}$ 換算) : 0.04 ~ 0.60 mol % および

酸化マンガン ( $\text{MnO}$ 換算) : 残部

からなる基本成分中に、副成分として、

酸化珪素 ( $\text{SiO}_2$ 換算) : 50 ~ 400 mass ppm および

酸化カルシウム ( $\text{CaO}$ 換算) : 1000 ~ 4000 mass ppm

を添加すると共に、さらに、

酸化ジルコニウム ( $\text{ZrO}_2$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %、

酸化タンタル ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %、

酸化ハフニウム ( $\text{HfO}_2$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass % および

酸化ニオブ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %

のうちから選んだ 1 種または 2 種以上を添加し、かつ不可避的不純物のうち、リン、ホウ素、硫黄および塩素をそれぞれ

リン : 3 mass ppm 未満、

ホウ素 : 3 mass ppm 未満、

硫黄 : 5 mass ppm 未満および

塩素 : 10 mass ppm 未満

に抑制し、さらに該MnZnCo系フェライトコアの理想比表面積に対する実測比表面積の比が次式(1) を満足することを特徴とするMnZnCo系フェライトコア。

実測比表面積 / 理想比表面積      1850      --- (1)

ここで、実測比表面積は、JIS Z 8830 (2001年) の B E T 法 (多点法) で求めた比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )、理想比表面積は、コアに空隙がない理想状態と仮定し、コアの寸法と質量から計算した比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) である。

【請求項 3】

請求項 1 に記載のMnZnCo系フェライトコアを製造する方法であって、請求項 1 に記載の基本成分を仮焼した仮焼粉に、請求項 1 に記載の副成分を添加したのち、圧壊強度が 1.10 MPa 以下の造粒粉に造粒し、ついで該造粒粉を圧縮成形後、焼成することを特徴とするMnZnCo系フェライトコアの製造方法。

【請求項 4】

請求項 2 に記載のMnZnCo系フェライトコアを製造する方法であって、請求項 2 に記載の基本成分を仮焼した仮焼粉に、請求項 2 に記載の副成分を添加したのち、圧壊強度が 1.30 MPa 以下の造粒粉に造粒し、ついで該造粒粉を圧縮成形後、焼成することを特徴とするMnZnCo系フェライトコアの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、例えばイーサネット (登録商標) 機器のパルストランス用磁心に用いて好適なMnZnCo系フェライトコアおよびその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

イーサネット機器では、入出力端子でのインピーダンス整合や電氣的絶縁を保つ目的からパルストランスが用いられている。このトランス内部には、磁心として一般的に軟磁性材料が使用されている。また、このパルストランスには、例えば米国の規格ANSI X3.263-1995[R2000]に規定されているように、-40 ~ 85 の温度領域において、直流磁場が印加された下で高い増分透磁率  $\mu$  を有することが求められている。なお、増分透磁率  $\mu$  とは、磁場が印加された状態における磁心の磁化のされ易さを示す値である。

10

20

30

40

50

## 【0003】

この用途に用いられる軟磁性材料としては、MnZnフェライトが一般的である。このMnZnフェライトは、軟磁性材料の中では高透磁率、高インダクタンスが容易に得られること、またアモルファス金属等と比較して安価であること等が、材質の特長として挙げられる。そして、かかる用途に適したMnZnフェライトの開発も既に行われており、例えば特許文献1および特許文献2等が挙げられる。

## 【0004】

しかしながら、このMnZnフェライトは、酸化物磁性材料であることから、金属磁性材料と比較すると、温度変化により磁気特性が大きく変化することに加え、透磁率が高い材料は飽和磁束密度が低い、という欠点を有している。

従って、幅広い温度帯域、特に高温部において、安定した磁気特性が得難いという問題がある。

## 【0005】

上記したMnZnフェライトにおける特性の温度依存性を改善するには、正の磁気異方性を有するCoOの添加が効果的であることが知られている。例えば、特許文献1には、本用途向けのMnZnCoフェライトとして、約33A/mの直流磁界印加の下での高い透磁率の実現が可能である、と述べられている。

## 【0006】

また、発明者らは、先に、イーサネット機器のパルストランス用磁心として好適なものとして、

「基本成分と添加成分と不純物とからなるフェライトコアであって、基本成分組成が、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  : 51.0 ~ 53.0 mol %、 $\text{ZnO}$  : 13.0 ~ 18.0 mol %、 $\text{CoO}$  : 0.04 ~ 0.60 mol % および残部MnOからなり、添加成分として、全フェライトに対して $\text{SiO}_2$  : 0.005 ~ 0.040mass %、 $\text{CaO}$  : 0.020 ~ 0.400mass % を含有し、さらに不純物として含有するPおよびBの量が、全フェライトに対してP : 3 mass ppm未満、B : 3 mass ppm未満であり、平均粉碎粒径が1.00 ~ 1.30  $\mu\text{m}$  である」

ことからなるフェライトコアを開発し、特許文献3において開示した。

このフェライトコアの開発により、33 A / m という直流磁場印加下においても、- 40 ~ 85 という幅広い温度域において、2300以上という高い実効透磁率が得られるようになった。

## 【0007】

しかしながら、本用途で用いられるMnZnCo系フェライトコアは、主に外径が2 ~ 6 mm程度のトロイダルコアに代表される閉磁路の小型形状で用いられる。かような小型形状の場合、成形の際に金型破損の可能性が高くなることから、大きな成形圧力をかけることは不可能である。そのため、図1に示すような、成形体を焼成後のコアの表面をSEM（走査型電子顕微鏡）で観察すると、図2(b)に示すような、造粒粉の潰れ不足に起因した空隙が残存する場合がある。

このような空隙をコアが含んでいると、磁性体の占有体積が減少するため、磁束は磁性体部分に集中し、磁束密度が局所的に上昇する。そのため、見かけ上、磁性体部分には重畳磁場が上昇したのと同じ現象が出現し、そのため増分透磁率は低下してしまう。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0008】

【特許文献1】特開2004-196632号公報

【特許文献2】特開2007-197246号公報

【特許文献3】特開2008-143744号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0009】

本発明は、上記の問題を有利に解決するもので、33 A / mの直流磁場印加時における増

10

20

30

40

50

分透磁率  $\mu$  が、-40 ~ 85 という広い温度域にわたり常に2000以上という優れた特性を有するMnZnCo系フェライトコアを、その有利な製造方法と共に提案することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

さて、発明者らは、上記の問題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、以下に述べる知見を得た。

すなわち、磁場重畳時には、磁化されるコアの内部では磁場重畳前の状態から磁壁が移動するのだが、コアに不純物成分が一定値以上存在した場合にはコア内部に異常粒成長が発生し、これが磁壁の移動の大きな妨げとなる。増分透磁率は、このコアに磁場が重畳した状態における磁化のされやすさを示す値であり、33A/mの磁場重畳では、磁化はまだ磁壁移動が主の領域である。そのため、異常粒内の成分偏析等に磁壁移動が妨害される状態では、増分透磁率の値は極端に低下してしまう。以上から、33A/mの磁場重畳時により高い増分透磁率を得るためには、異常粒成長の発生を厳密に抑制する必要がある。

そこで、この異常粒成長を抑制する手段を調査した結果、従来に比べてさらに厳しい不純物量規制を付けることによって、初めて高磁場重畳の下でも増分透磁率が高いMnZnCo系フェライトコアの実現が可能であることを見出した。

【0011】

また、同時に発明者らは、上に述べた成分に最適化しても、フェライトコア製品にしたときに空隙を数多く含むコアであった場合、望ましい増分透磁率が得られない、という事象に数多く直面した。

そこで、この点についても、種々検討を重ねた結果、コアに含まれる空隙は、表面の比表面積の増加という数値変化となって出現すること、そして、コア表面が完全に平らな理想状態であると仮定し、コア寸法形状から算出される理想比表面積の値を算出した時、実測比表面積 / 理想比表面積の比がある一定の値未満に抑制されれば、コア空隙が少なく、望ましい増分透磁率が得られることを突き止めた。

【0012】

さらに、上記した実測比表面積 / 理想比表面積の値を一定の値未満に抑制するためには、MnZnCo系フェライトコアの製造工程における造粒粉の圧壊強度を、顆粒の圧壊強度測定についての規格であるJIS Z 8841に定められた手法で測定したとき、1.10 MPa以下とする必要があることも併せて見出した。

本発明は、上記の知見に立脚するものである。

【0013】

すなわち、本発明は、上記知見に立脚するものであり、その要旨構成は次のとおりである。

1. 基本成分と副成分と不可避的不純物とからなるMnZnCo系フェライトコアであって、  
酸化鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 換算換算) : 51.0 ~ 53.0 mol %、  
酸化亜鉛 ( $\text{ZnO}$ 換算) : 12.0 mol % 超、18.0 mol % 以下、  
酸化コバルト ( $\text{CoO}$ 換算) : 0.04 ~ 0.60 mol % および  
酸化マンガン ( $\text{MnO}$ 換算) : 残部

からなる基本成分中に、副成分として、

- 酸化珪素 ( $\text{SiO}_2$ 換算) : 50 ~ 400 mass ppm および
- 酸化カルシウム ( $\text{CaO}$ 換算) : 1000 ~ 4000 mass ppm

を添加し、かつ不可避的不純物のうち、リン、ホウ素、硫黄および塩素をそれぞれ

- リン : 3 mass ppm 未満、
- ホウ素 : 3 mass ppm 未満、
- 硫黄 : 5 mass ppm 未満 および
- 塩素 : 10 mass ppm 未満

に抑制し、さらに該MnZnCo系フェライトコアの理想比表面積に対する実測比表面積の比が次式(1)を満足することを特徴とするMnZnCo系フェライトコア。

10

20

30

40

50

実測比表面積 / 理想比表面積 < 1500 --- (1)

ここで、実測比表面積は、JIS Z 8830 (2001年) の B E T 法 (多点法) で求めた比表面積 ( $m^2/g$ )、理想比表面積は、コアに空隙がない理想状態と仮定し、コアの寸法と質量から計算した比表面積 ( $m^2/g$ ) である。

【 0 0 1 4 】

2. 基本成分と副成分と不可避的不純物とからなるMnZnCo系フェライトコアであって、

酸化鉄 (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算換算) : 51.0 ~ 53.0 mol %、  
酸化亜鉛 (ZnO換算) : 12.0 mol % 超、18.0 mol % 以下、  
酸化コバルト (CoO換算) : 0.04 ~ 0.60 mol % および  
酸化マンガン (MnO換算) : 残部

10

からなる基本成分中に、副成分として、

酸化珪素 (SiO<sub>2</sub>換算) : 50 ~ 400 mass ppm および  
酸化カルシウム (CaO換算) : 1000 ~ 4000 mass ppm

を添加すると共に、さらに、

酸化ジルコニウム (ZrO<sub>2</sub>換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %、  
酸化タンタル (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %、  
酸化ハフニウム (HfO<sub>2</sub>換算) : 0.005 ~ 0.075 mass % および  
酸化ニオブ (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>換算) : 0.005 ~ 0.075 mass %

のうちから選んだ 1 種または 2 種以上を添加し、かつ不可避的不純物のうち、リン、ホウ素、硫黄および塩素をそれぞれ

20

リン : 3 mass ppm 未満、  
ホウ素 : 3 mass ppm 未満、  
硫黄 : 5 mass ppm 未満および  
塩素 : 10 mass ppm 未満

に抑制し、さらに該MnZnCo系フェライトコアの理想比表面積に対する実測比表面積の比が次式(1) を満足することを特徴とするMnZnCo系フェライトコア。

実測比表面積 / 理想比表面積 1850 --- (1)

ここで、実測比表面積は、JIS Z 8830 (2001年) の B E T 法 (多点法) で求めた比表面積 ( $m^2/g$ )、理想比表面積は、コアに空隙がない理想状態と仮定し、コアの寸法と質量から計算した比表面積 ( $m^2/g$ ) である。

30

【 0 0 1 6 】

3. 上記 1 に記載のMnZnCo系フェライトコアを製造する方法であって、上記 1 に記載の基本成分を仮焼した仮焼粉に、上記 1 に記載の副成分を添加したのち、圧壊強度が1.10 MPa 以下の造粒粉に造粒し、ついで該造粒粉を圧縮成形後、焼成することを特徴とするMnZnCo系フェライトコアの製造方法。

【 0 0 1 7 】

4. 上記 2 に記載のMnZnCo系フェライトコアを製造する方法であって、上記 2 に記載の基本成分を仮焼した仮焼粉に、上記 2 に記載の副成分を添加したのち、圧壊強度が1.30 MPa 以下の造粒粉に造粒し、ついで該造粒粉を圧縮成形後、焼成することを特徴とするMnZnCo系フェライトコアの製造方法。

40

【発明の効果】

【 0 0 1 8 】

本発明によれば、33 A / m の直流磁場印加時における増分透磁率  $\mu$  が、- 45 ~ 85 の広い温度域において常に2000以上という優れた特性を有するMnZnCo系フェライトコアを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 9 】

【図 1】MnZnCo系フェライトコアにおける空隙の観察断面を示した図である。

【図 2】(a)は、本発明コアには空隙が残存しない状態を示した図、(b)は、従来コアにおける造粒粉の潰れ不足に起因して空隙が残存した状態を示した図である。

50

【図3】理想比表面積の算出要領を示した図である。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下、本発明を具体的に説明する。

まず、本発明のMnZnCo系フェライトコアの基本成分組成を前記の範囲に限定した理由について述べる。

【0021】

酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算)：51.0～53.0 mol%

基本成分のうち、酸化鉄が51.0mol%未満の場合および53.0mol%を超える場合ともに、低温域および高温域における直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ が低下する。従って、酸化鉄の含有量は、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算で51.0～53.0mol%の範囲とした。好ましくはFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算で52.0～53.0mol%である。

10

【0022】

酸化亜鉛(ZnO換算)：12.0 mol%超、18.0 mol%以下

酸化亜鉛の増加に伴い、直流磁界印加の下での増分透磁率 $\mu$ は上昇する。そのため、酸化亜鉛は12.0mol%を超えて含有させることとする。しかしながら、酸化亜鉛の含有量が18.0mol%を超えると、低温域においては、直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ が低下し、また高温域においては、強磁性体が磁性を失うキュリー温度が低下することから、やはり直流磁場印加下での増分透磁率 $\mu$ の低下をきたす。従って、酸化亜鉛の含有量は、ZnO換算で12.0mol%超、18.0mol%以下の範囲とした。好ましくはZnO換算で14.0～17.0mol%の範囲である。

20

【0023】

酸化コバルト(CoO換算)：0.04～0.60 mol%

正の磁気異方性を有する酸化コバルトを適量含有させることで初めて、-40 から85 という広い温度域にわたり、直流磁界印加下で、2000以上という高い増分透磁率 $\mu$ の保持が可能となる。しかしながら、酸化コバルトの含有量が0.04 mol%未満ではその添加効果に乏しく、一方、酸化コバルトの含有量が0.60 mol%を超えると、全温度域で増分透磁率 $\mu$ の値が低下する。従って、酸化コバルトの含有量は、CoO換算で0.04～0.60 mol%の範囲とした。好ましくはCoO換算で0.08～0.50 mol%の範囲である。

30

【0024】

酸化マンガン(MnO換算)：残部

本発明はMnZnCo系フェライトコアであり、基本成分組成における残部は酸化マンガンとする必要がある。その理由は、酸化マンガンを含むことにより、33 A/mの直流磁場印加の下で2000以上という高い増分透磁率 $\mu$ を実現できないからである。この酸化マンガンの好適範囲はMnO換算で28.0～33.0 mol%である。

なお、基本成分である酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトおよび酸化マンガンは、それぞれFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZnO、CoOおよびMnOに換算した値の合計量が100mol%となるように調整する。

【0025】

次に、本発明のMnZnCo系フェライトコアの副成分組成を前記の範囲に限定した理由について述べる。

40

【0026】

酸化珪素(SiO<sub>2</sub>換算)：50～400 mass ppm

酸化珪素は、結晶粒内に残留する空孔を減少させるにより、直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ を高める効果がある。しかしながら、酸化珪素の含有量が50mass ppmに満たないとその添加効果に乏しく、一方酸化珪素の含有量が400mass ppmを超えると、異常粒が出現し、直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ の値を著しい低下を招く。従って、酸化珪素の含有量はSiO<sub>2</sub>換算で50～400mass ppmの範囲とした。好ましくはSiO<sub>2</sub>換算で100～250 mass ppmの範囲である。

【0027】

酸化カルシウム(CaO換算)：1000～4000 mass ppm

50

酸化カルシウムは、MnZnCo系フェライトの結晶粒界に偏析し、結晶粒の成長を抑制する効果を通じて、初透磁率  $\mu_i$  の値を適度に低下させ、直流磁場印加の下での増分透磁率  $\mu$  の向上に有効に寄与する。しかしながら、酸化カルシウムの含有量が1000mass ppmに満たないと十分に満足いくほどの粒成長抑制効果が得られず、一方、酸化カルシウムの含有量が4000mass ppmを超えると、異常粒が出現し、直流磁場印加の下での増分透磁率  $\mu$  の値を著しく低下させる。従って、酸化カルシウムの含有量は、CaO換算で1000～4000mass ppmの範囲とした。好ましくはCaO換算で1000～2000 mass ppmの範囲である。

なお、23 における初透磁率  $\mu_i$  の値は、3900～5000程度とするのが好ましい。

【0028】

また、本発明では、フェライトコア中の不純物、特にリン、ホウ素、硫黄および塩素を同時に、以下の範囲に制限することが直流磁場印加時における増分透磁率  $\mu$  を向上させる上で重要である。

【0029】

リン：3mass ppm未満、ホウ素：3mass ppm未満

リンおよびホウ素は、原料酸化鉄から混入する不可避的不純物である。リンおよびホウ素のいずれかの含有量が3mass ppm以上になると、異常粒成長を誘発し、33A/mの磁場重畳時における増分透磁率  $\mu$  を著しく低下させる。従って、リンおよびホウ素の含有量はいずれも3mass ppm未満に制限した。

なお、リンおよびホウ素とともに3mass ppm未満に制限するための方法としては、例えば、リンおよびホウ素の含有量が極力少ない高純度の酸化鉄、酸化亜鉛および酸化マンガン原料粉として使用することが挙げられる。また、混合・粉碎時に用いるボールミルやアトライター等の媒体についても、媒体の摩耗による混入のおそれを回避するため、リンやホウ素の含有量が少ないものを使用することが好ましい。

なお、ここに規定した値は全て、P成分の分析手法はJIS G 1214 (1998年)「モリブドリン酸塩抽出分離モリブドリン酸青吸光光度法」、またB成分についてはJIS G 1227 (1999年)「クルクミン吸光光度法」に規定された手法を用い定量化した値である。

【0030】

硫黄：5mass ppm未満

硫黄は、硫化鉄を経て得られる原料酸化鉄から混入する不可避的不純物である。硫黄の含有量が5mass ppm以上の場合には、異常粒成長が誘発され、33A/mという大磁場重畳時における増分透磁率  $\mu$  を著しく低下させる。従って、硫黄の含有量は5mass ppm未満に制限した。さらに、硫黄の含有量を4mass ppm未満に制限することは、より好ましい。

なお、硫黄を5mass ppm未満に制限するための方法としては、例えば、MnZnCo系フェライトコアを製造する際、800 以上の大気雰囲気下で行われる仮焼工程の時間を長くすることにより、硫黄と酸素を十分に反応させて硫黄の含有量を低減させる方法が挙げられる。

なお、ここに規定したS値は、S成分の分析手法であるJIS G 1215 (1994年)「硫化水素気化分離メチレンブルー吸光光度法」に規定された手法を用い定量化した値である。

【0031】

塩素：10mass ppm未満

塩素は、塩化鉄を経て得られる原料酸化鉄から混入する不可避的不純物である。塩素の含有量が10mass ppm以上の場合には、異常粒成長を誘発し、直流磁場印加：33A/mの下での増分透磁率  $\mu$  を著しく低下させる。従って、塩素の含有量は10mass ppm未満に制限した。さらに、塩素の含有量を8mass ppm未満に制限することは、より好ましい。

なお、塩素を10mass ppm未満に制限するための方法としては、例えば、MnZnCo系フェライトコアを製造する際、原料酸化鉄を純水で十分に洗浄することにより、イオン化しやすい塩素を純水中に溶かし込み、塩素の含有量を低下させる方法が挙げられる。

なお、ここに規定したCl値は、Cl成分の分析手法である「硝酸分解 - 塩化鉄比濁法」を用いて定量化した値である。

【0032】

10

20

30

40

50

なお、上記したリン、ホウ素、硫黄および塩素以外の不可避的不純物の含有量は、いずれも50mass ppm以下に抑制することが好ましいが、特に制限するものではない。

【0033】

以上、本発明のMnZnCo系フェライトコアの基本成分、副成分および抑制成分について説明したが、本発明では、コアの成分組成を上記の範囲に限定するだけでは不十分で、以下に述べる表面積に関する式を満たす必要がある。

すなわち、コアの表面積について、次式(1)

$$\text{実測比表面積} / \text{理想比表面積} < 1500 \quad \text{--- (1)}$$

の関係を満足させることが重要である。

ここに、実測比表面積は、JIS Z 8830 (2001年)のBET法(多点法)で求めた値であり、単位は $\text{m}^2/\text{g}$ である。また、理想比表面積は、フェライトコアの寸法及び質量を基に、コアに空隙がなく理想状態と仮定して算出した表面積の値をコア質量で除した値であり、単位は同じく $\text{m}^2/\text{g}$ である。

参考のため、図3に、理想比表面積の算出要領を示す。

【0034】

増分透磁率の低下が出現し問題となる、フェライトコア内に空隙が数多く含まれる場合は、コア表面にも空隙が数多く残存しているために実測比表面積の値は大きくなる。そのため実測比表面積/理想比表面積の比は大きくなる。そして、この実測比表面積/理想比表面積の比について調査を重ねた結果、この比の値を1500未満に抑えることができれば増分透磁率が低下しない、すなわちコア表面の空隙残が少ない緻密なコアが得られた、と見做せることが明らかになったのである。より好ましい(実測比表面積/理想比表面積)比は1150以下である。

【0035】

なお、実測比表面積/理想比表面積の比率を1500未満に抑制するためには、MnZnCo系フェライトの製造工程における造粒条件を最適化し、軟い造粒粉を得ることが重要である。ここに、MnZnCoフェライトの製造プロセスは公知の技術であり、造粒法は主にスプレードライ法が採用されており、詳細は例えば文献：「フェライト」(1986、丸善、平賀、奥谷、尾島)の52ページ等に記載されている。

また、造粒粉の硬度については、JIS Z 8841 (1993年)に定められた造粒粉圧壊強度測定により数値化が可能であり、この圧壊強度が1.10MPa以下であれば、実測比表面積/理想比表面積の比を1500未満に抑制可能であることが究明された。より好ましい圧壊強度は1.00 MPa以下である。

【0036】

なお、MnCoZn系フェライトは比抵抗が $10^2$  m未満と低いことから、しばしば表面に絶縁コーティング処理を施した上で用いられるが、本発明が規定する実測比表面積の値は、コーティング未処理状態のコアの測定値とする。というのは、コーティング処理された場合は表面が平滑化されるため、MnZnCo系フェライトの比表面積を正確に測定することが不可能となるためである。

【0037】

さらに、本発明のMnZnCo系フェライトコアにおいては、上記した成分以外に、副成分として、以下の述べる成分を適宜含有させることができる。

【0038】

酸化ジルコニウム ( $\text{ZrO}_2$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass%、酸化タンタル ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass%、酸化ハフニウム ( $\text{HfO}_2$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass%および酸化ニオブ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 換算) : 0.005 ~ 0.075 mass%のうちから選んだ1種または2種以上

これらの成分はいずれも、高い融点をもつ化合物であり、MnZnCo系フェライトに含有させた場合には結晶粒を小さくする働きをもつことから、粗大な結晶粒の生成を抑制し、直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ の向上に寄与する。この効果は、各成分の含有量があまりに少ないと十分には得られず、一方、あまりに多すぎると、異常粒成長が発生し、直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ の低下を招く。従って、これらの成分はそれぞれ、上

10

20

30

40

50

記の範囲で含有させるものとした。

【0039】

なお、上記した酸化ジルコニウム、酸化タンタル、酸化ハフニウムおよび酸化ニオブ等の副成分を適量含有させた場合には、前述した（実測比表面積／理想比表面積）比の要件を緩和させることができる。すなわち、これらの副成分を含有しない場合には、（実測比表面積／理想比表面積）比は1500未満に抑制する必要があるのであるが、これらの副成分を含有させた場合には、（実測比表面積／理想比表面積）比は、次式(1) に示すように

$$\text{実測比表面積} / \text{理想比表面積} = 1850 \quad \text{--- (1)}$$

1850以下に緩和される。また、造粒粉の圧壊強度も1.30 MPa以下に緩和される。

10

これにより、製造条件が緩和され、所望特性のMnZnCo系フェライトコアが得易くなる。

【0040】

次に、本発明のMnZnCo系フェライトの好適粒径について説明すると、上記したように、異常粒の発生は直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$  を低下させる。従って、平均結晶粒径は5～15 $\mu$ m未満とすることが好ましい。

【0041】

次に、本発明のMnZnCo系フェライトコアの好適な製造方法について説明する。

まず、所定の比率になるように、基本成分である酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトおよび酸化マンガンの粉末を秤量し、これらを十分に混合した後に仮焼を行う。次に、得られた仮焼粉を粉碎する。また、上記した副成分を加える際は、それらを所定の比率に加え、仮焼粉と同時に粉碎を行う。この作業で、加えた成分の濃度に偏りがないように粉末の十分な均質化を行い、同時に仮焼粉を目標とする平均粒径まで微細化する必要がある。ついで、得られた粉末に、ポリビニルアルコール等の有機物バインダーを加え、スプレードライ法等による造粒により圧壊強度が1.10MPa以下の軟い造粒粉とした後に、所望の形状に圧縮成形し、その後適切な焼成条件の下で焼成を行う。圧縮成形における加圧力は115～120 MPa程度、また焼成条件は1200～1400℃、18～30時間程度とするのが好ましい。

20

【0042】

ここに、造粒粉の圧壊強度を1.10MPa以下に抑える手法としては、造粒する際の温度を低下すること、具体的には、従来の250～300℃よりも50～100℃程度低い、150～200℃程度とすることが有利である。

30

なお、従来の250～300℃で造粒した場合、造粒粉の圧壊強度は1.2～1.4 MPa程度となり、かような圧壊強度では、本発明で目標とする

$$\text{実測比表面積} / \text{理想比表面積} < 1500 \quad \text{--- (1)}$$

が得られないことは、前述したとおりである。

【0043】

かくして得られたMnZnCo系フェライトコアは、従来のMnZnCo系フェライトコアでは不可能であった、33 A/mという直流磁場印加の下で、-45℃～85℃の温度域における増分透磁率 $\mu$  が2000以上という高い値を実現することができる。

なお、従来のMnZnCo系フェライトコアでは、33 A/mという直流磁場印加の下では、-45℃～85℃という広い温度域における増分透磁率 $\mu$  の値は1700程度にすぎなかった。

40

【実施例1】

【0044】

基本成分である酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトおよび酸化マンガンの組成が、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZnO、CoOおよびMnO換算で、表1に示す比率になるように秤量した各原料粉末を、ボールミルを用いて16時間混合した後、空気中で925℃で3時間の仮焼を行った。次に、この仮焼粉に、副成分として酸化珪素および酸化カルシウムを、SiO<sub>2</sub>およびCaO換算で同じく表1に示す比率となるように秤量した後に添加し、ボールミルで12時間粉碎を行い、得られた混合粉にポリビニルアルコールを加えて180℃の温度で造粒し、118 MPaの圧力を付加してトロイダルコアを成形した。その後、この成形体を焼成炉に装入して、最高温度：1350℃で焼成を行い、外径：6.0mm、内径：3.0mmおよび高さ：4.0mmの焼結体コアを得た。

50

## 【 0 0 4 5 】

かくして得られた各試料について、10ターンの巻線を施し、直流印加装置（42841A：アジレント・テクノロジー社製）を用いて33 A/mの直流磁場をコアに印加した状態で、LCRメータ（4284A：アジレント・テクノロジー社製）を用い、測定電圧：100 mV、測定周波数：100 kHzにおける - 40、0、23、70 および85 での増分透磁率  $\mu$  を測定した。なお、初透磁率  $\mu_i$  は、23 においてLCRメータ（4284A）を用いて測定した。

## 【 0 0 4 6 】

なお、試料作製において、酸化鉄をはじめとする原料はすべて高純度のものを用い、また混合、粉碎媒体であるボールミルについてはリンおよびホウ素の含有量が低いものを用い、仮焼は十分な空気流下で行い、かつClをほとんど含有しない純水を用いたため、P、B、SおよびClの最終的な含有量は全ての試料でP、Bは2 mass ppm、Sは3 mass ppm、Clは6 mass ppmであった。

10

また、JIS Z 8841に基づき測定した造粒粉の圧壊強度は $0.90 \pm 0.05$  MPaであったためにフェライトコア表面の空隙残存が少なく、そのため実測比表面積は $0.453 \sim 0.493$  m<sup>2</sup>/g、また理想比表面積は $4.44 \times 10^{-4}$  m<sup>2</sup>/gであり、（実測比表面積 / 理想比表面積）比は1020 ~ 1110と、いずれも1500を下回っていた。

さらに、各試料の結晶粒径については、コアを切断し、破断面を研磨したものを光学顕微鏡を用いて500倍で異なる3視野を撮影し、画像内に含まれる粒子について測定した粒径から平均結晶粒径を算出した。

得られた結果を表1に併記する。

20

## 【 0 0 4 7 】

【 表 1 】

表1

試料 番号	基 本 成 分 (mol%)				副成分 (mass%)		初透磁率 $\mu_i$	33A/m磁界印加の下での増分透磁率 ( $\mu \Delta$ )					平均 結晶粒径 ( $\mu m$ )	造粒粉の 圧壊強度 (MPa)	実測比表面積/ 理想比表面積	備考
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	CoO	MnO	SiO <sub>2</sub>	CaO		-40℃	0℃	23℃	70℃	85℃				
1-1	54.0	16.0	0.40	残部	0.010	0.150	4700	2700	4000	3900	2600	1900	8	0.90± 0.05	1020~1110	比較例
1-2	50.5	16.0	0.40	残部	0.010	0.150	4200	1900	3200	3500	3000	2500	8			比較例
1-3	52.9	16.0	0.04	残部	0.010	0.150	4600	2700	3900	3900	2900	2500	8			発明例
1-4	52.0	16.0	0.00	残部	0.010	0.150	5400	1900	3800	4300	2700	1900	8			比較例
1-5	52.0	16.0	0.40	残部	0.010	0.150	4500	2600	3800	4000	3300	2700	8			発明例
1-6	52.0	16.0	0.80	残部	0.010	0.150	3400	1900	2600	2600	2100	2000	8			比較例
1-7	52.0	18.5	0.40	残部	0.010	0.150	6000	1900	2500	3800	2100	1700	8			比較例
1-8	52.0	11.5	0.40	残部	0.010	0.150	3500	1800	3000	3300	2000	1900	8			比較例
1-9	51.8	16.0	0.55	残部	0.010	0.150	4400	2600	3700	3900	3300	2800	8			発明例
1-10	52.0	16.0	0.40	残部	0.002	0.150	6400	1900	3100	3000	2600	1800	17			比較例
1-11	52.0	16.0	0.40	残部	0.010	0.080	6600	1900	3000	3000	2600	1800	23			比較例
1-12	52.0	16.0	0.40	残部	0.025	0.250	4300	2500	3600	3800	3200	2600	6			発明例
1-13	52.0	16.0	0.40	残部	0.045	0.150	3400	1900	2700	2700	2000	1900	143			比較例
1-14	52.0	16.0	0.40	残部	0.010	0.450	3300	1800	2600	2600	2000	1800	137			比較例
1-15	52.0	16.0	0.40	残部	0.045	0.450	2600	1300	1800	1800	1600	1300	209			比較例

同表に示したとおり、発明例である試料番号1-3、1-5、1-9および1-12はいずれも、-45 ~ 85 という広い温度域において、33 A/mの直流磁場を印加した時の増分透磁率  $\mu$  が常に2000以上という優れた特性が得られている。

【0049】

これに対し、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ が53.0mol%より多い比較例(試料番号1-1)および $\text{Fe}_2\text{O}_3$ が51.0 mol%に満たない比較例(試料番号1-2)では、85 および -45 における増分透磁率  $\mu$  がそれぞれ2000未満であった。

【0050】

また、CoOを含まない比較例(試料番号1-4)では、-40 および85 における増分透磁率  $\mu$  が2000に到達せず、反対に多量に含む比較例(試料番号1-6)では、全温度域での増分透磁率  $\mu$  が低下し、特に -40 および85 における増分透磁率  $\mu$  が2000未満であった。

【0051】

さらに、ZnOを上限を超えて多量に含む比較例(試料番号1-7)では、33 A/mの直流磁場印加の下で、-40 および85 における増分透磁率  $\mu$  の値が2000未満であり、反対にZnOが下限に満たない比較例(試料番号1-8)では、全温度域での増分透磁率  $\mu$  が低下し、特に -40 および85 における増分透磁率  $\mu$  が2000未満であった。

【0052】

さらに、 $\text{SiO}_2$ およびCaOに注目すると、これらのうちどちらかの含有量が適正範囲よりも少ない比較例(試料番号1-10および1-11)では、初透磁率  $\mu_i$ が過度に上昇した結果、全温度域での増分透磁率  $\mu$  の値は、発明例と比べて低下しており、-45 および85 における増分透磁率  $\mu$  の値が2000未満であった。また、反対に $\text{SiO}_2$ およびCaOの一方または両方の含有量が適正範囲よりも多く含有している比較例(試料番号1-13、1-14および1-15)では、異常粒が出現し、その結果、増分透磁率  $\mu$  は全温度域において大幅に劣化した。

【実施例2】

【0053】

P、B、SおよびClの含有量が異なる種々の酸化鉄原料を使用し、P、B、S、Clの含有量が表2に示す比率となるように計算した上で、基本成分である酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトおよび酸化マンガンの組成が、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、ZnO、CoOおよびMnO換算でそれぞれ、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  : 52.0mol%、ZnO : 16.0mol%、CoO : 0.40mol%およびMnO : 残部となるように原料を秤量し、ボールミルを用いて16時間混合した後、空気中で925 で3時間の仮焼を行った。次に、これらの仮焼粉の一部について、副成分として酸化珪素および酸化カルシウムを、 $\text{SiO}_2$ およびCaO換算でそれぞれ、 $\text{SiO}_2$  : 100mass ppm、CaO : 1500mass ppm加えたのち、全ての原料粉を、ボールミルで12時間粉砕を行い、得られた混合粉にポリビニルアルコールを加えて180 で造粒し、118MPaの圧力を付加してトロイダルコアを成形した。なお、この際、造粒温度を種々に変えて、得られる造粒粉の圧壊強度を変化させた。その後、この成形体を焼成炉に入れ、最高温度 : 1350 で焼成し、外径 : 6.0mm、内径 : 3.0mmおよび高さ : 4.0mmの焼結体コアを得た。

【0054】

かくして得られた各試料について、10ターンの巻線を施し、実施例と同一の直流印加装置およびLCRメータを用いて、33 A/mの直流磁場を印加した状態で、測定電圧 : 100mV、測定周波数 : 100kHzにおける0、-40、23、70 および85 での増分透磁率  $\mu$  を測定した。また、JIS Z 8841の規定に準拠して造粒粉の圧壊強度を測定すると共に、JIS Z 8830(2001年)のBET法(多点法)に従って実測比表面積を測定し、またJIS C 2560に基づき測定した寸法・重量を元に算出した理想比表面積の値 : 理想比表面積 :  $4.44 \times 10^{-4} \text{m}^2/\text{g}$  から、(実測比表面積 / 理想比表面積)比を求めた。なお、初透磁率  $\mu_i$  および平均結晶粒径の測定方法は実施例1の場合と同じである。

得られた結果を表2に併記する。

【0055】

【 表 2 】

表2

試料 番号	副成分 (mass%)		不純物含有量 (mass ppm)				初透磁率 $\mu_i$	33A/m磁界印加の下での増分透磁率 ( $\mu \Delta$ )					平均 結晶粒径 ( $\mu m$ )	造粒粉の 圧壊強度 (MPa)	実測 比表面積 ( $m^2/g$ )	実測比表面積/ 理想比表面積	備考
	ZrO <sub>2</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P	B	S	Cl		-40°C	0°C	23°C	70°C	85°C					
1-5			2	2	3	6	23°C 4500	2600	3800	4000	3300	2700	8			発明例	
2-1			2	2	4	8	4400	2500	3700	3900	3200	2600	10			発明例	
2-2			5	2	3	6	3600	1900	2900	3000	2500	1800	21			比較例	
2-3			2	5	3	6	3500	1800	2800	3000	2400	1700	32			比較例	
2-4			2	2	8	6	3700	1900	2900	3100	2500	1900	28			比較例	
2-5			2	2	3	15	3800	1900	2900	3200	2500	1900	23			比較例	
2-6	0	0	5	5	3	6	3400	1700	2600	2800	2100	1500	39	0.90± 0.05	0.448 ~ 0.493	1020~1110	比較例
2-7			2	2	8	15	3400	1600	2600	2800	2100	1500	45			比較例	
2-8			5	2	8	15	3000	1500	2200	2400	1900	1400	53			比較例	
2-9			5	5	3	15	2700	1300	1900	2100	1800	1300	59			比較例	
2-10			5	5	8	6	2700	1300	1900	2100	1700	1200	73			比較例	
2-11			5	5	8	15	2300	1000	1500	1700	1500	1000	205			比較例	
2-12			10	10	15	30	2000	800	1300	1500	1200	500	232			比較例	
2-13	0	0	2	2	8	6	3500	1700	2700	2900	2300	1700	28			比較例	
2-14	0	0	2	2	3	15	3600	1700	2700	3000	2300	1700	23			比較例	
2-15	0	0	2	2	8	15	3200	1400	2400	2600	1900	1400	45			比較例	
2-16	0.050	0	2	2	8	6	3400	1700	2700	2900	2300	1700	27			比較例	
2-17	0	0.050	2	2	3	15	3500	1700	2700	3000	2300	1700	22			比較例	
2-18	0.030	0.030	2	2	8	15	3100	1400	2400	2600	2000	1400	42			比較例	
2-19	0.050	0	2	2	8	6	3100	1900	2900	3100	2500	1900	27			比較例	
2-20	0	0.050	2	2	3	15	3700	1900	2900	3200	2500	1900	22			比較例	
2-21	0.030	0.030	2	2	8	15	3200	1600	2600	2800	2100	1500	42			比較例	

表 2 に示したとおり、S : 5 mass ppm未満、Cl : 10mass ppm未満で、かつ P および B を共に 3 mass ppm未満しか含まない発明例 ( 試料番号 1-5 および 2-1 ) では、33 A / m の直流磁場印加の下で、- 45 ~ 85 の温度域における増分透磁率  $\mu$  が常に 2000 以上という優れた特性を得ることができた。

これに対し、P、B、S および Cl のうち一つでもその含有量が適正範囲を超えた比較例 ( 試料番号 2-2 ~ 2-21 ) はいずれも、- 40、23、70 および 85 の少なくともいずれかの温度における増分透磁率  $\mu$  の値が 2000 未満に低下した。

【実施例 3】

【0057】

試料番号 1-5 と同じ組成の粉碎粉を原料に用い、スプレードライ法による造粒の際の温度条件を変化させることにより圧壊強度が 0.70 ~ 1.40 MPa の範囲で異なる造粒粉を得た。ついで、得られた造粒粉を実施例 1 と同じ条件下で成形、焼成して、外径 : 6.0 mm、内径 : 3.0 mm および高さ : 4.0 mm の焼結体コア ( 理想比表面積 :  $4.44 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{g}$  ) を得た。

【0058】

かくして得られた各試料について、10 ターンの巻線を施し、実施例と同じ直流印加装置および LCR メータを用いて、33 A / m の直流磁場をコアに印加した状態で、測定電圧 : 100 mV、測定周波数 : 100 kHz における - 45、0、23、70 および 85 での増分透磁率  $\mu$  を測定した。

また、JIS Z 8841 の規定に準拠して造粒粉の圧壊強度を測定すると共に、JIS Z 8830 ( 2001 年 ) の B E T 法 ( 多点法 ) に従って実測比表面積を測定し、( 実測比表面積 / 理想比表面積 ) 比を求めた。なお、初透磁率  $\mu_i$  および平均結晶粒径の測定方法は実施例 1 の場合と同じである。

得られた結果を表 3 に示す。

【0059】

10

20

【 表 3 】

試料番号	造粒温度 (°C)	造粒粉の 圧壊強度 (MPa)	実測 比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	実測比表面積/ 理想比表面積	初透磁率 $\mu_i$	33A/m磁界印加の下での増分透磁率 ( $\mu \Delta$ )					平均 結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	備考
						-40°C	0°C	23°C	70°C	85°C		
1-5	180	0.90	0.475	1070	4500	2600	3800	4000	3300	2700	8	発明例
3-1	150	0.70	0.426	960	4700	2800	4000	4200	3500	2900	9	発明例
3-2	170	0.80	0.444	1000	4600	2800	3900	4100	3400	2800	9	発明例
3-3	190	1.03	0.559	1260	4400	2600	3700	3900	3100	2600	8	発明例
3-4	200	1.08	0.635	1430	4400	2500	3700	3900	3000	2500	8	発明例
3-5	220	1.14	0.684	1540	4100	2400	3300	3600	2800	2300	8	比較例
3-6	250	1.25	0.768	1730	4000	2300	3000	3400	2500	2200	8	比較例
3-7	290	1.40	0.875	1970	3800	2100	2800	3100	2200	2000	8	比較例

表3

【 0 0 6 0 】

10

20

30

40

50

造粒粉圧壊強度が1.10MPa未満で、その結果コアの比表面積が低下し、実測比表面積 / 理想比表面積の値が1500未満であった発明例（試料番号1-5、3-1～3-4）では、33 A / mの直流磁場印加の下で、-45 ～ 85 の温度域における増分透磁率  $\mu$  が2500以上という優れた特性が得られている。

しかしながら、造粒粉圧壊強度が1.10MPa以上である比較例（試料番号3-5～3-7）では、実測比表面積 / 理想比表面積の数値が1500以上、すなわち造粒粉潰れ不良による多くの空隙を含んでいるため、-45 ～ 85 の全ての温度域にわたって増分透磁率  $\mu$  が2000以上という要件を満足できなかった。

【実施例4】

【0061】

試料番号1-5と同じ組成の仮焼粉（ただし、P：2 mass ppm、B：2 mass ppm、S：3 mass ppmおよびCl：6 mass ppmに調整）に、副成分として酸化ジルコニウム、酸化タンタル、酸化ハフニウムおよび酸化ニオブをそれぞれ、 $ZrO_2$ 、 $Ta_2O_5$ 、 $HfO_2$ 、 $Nb_2O_5$ 換算で最終組成が表4に示す比率になるように含有させ、ボールミルで12時間粉碎を行った。この粉碎粉に、ポリビニルアルコールを加えて180 で造粒し、118MPaの圧力を加えてトロイダルコアを成形し、その後、この成形体を焼成炉に入れ、最高温度：1350 で焼成を行い、外径：6.0mm、内径：3.0mmおよび高さ：4.0mmの焼結体コア（理想比表面積： $4.44 \times 10^{-4} m^2/g$ ）を得た。

【0062】

かくして得られた各試料について、10ターンの巻線を施し、実施例と同一の直流印加装置およびLCRメータを用いて、33 A / mの直流磁場を印加した状態で、測定電圧：100mV、測定周波数：100kHzにおける0、-40、23、70 および85 での増分透磁率  $\mu$  を測定した。また、JIS Z 8841の規定に準拠して造粒粉の圧壊強度を測定すると共に、JIS Z 8830（2001年）のBET法（多点法）に従って実測比表面積を測定し、またJIS C 2560に基づき測定した寸法・重量を元に算出した理想比表面積の値：理想比表面積： $4.44 \times 10^{-4} m^2/g$ ）から、（実測比表面積 / 理想比表面積）比を求めた。なお、初透磁率  $\mu_i$  および平均結晶粒径の測定方法は実施例1の場合と同じである。

得られた結果を表4に示す。

【0063】

10

20

【 表 4 】

表4

試料 番号	副成分 (mass%)				初透磁率 $\mu_i$	33A/m磁界印加の下での増分透磁率 ( $\mu \Delta$ )					平均 結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	造粒粉の 圧壊強度 (MPa)	実測 比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	実測比表面積/ 理想比表面積	備考
	ZrO <sub>2</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	HfO <sub>2</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		-40°C	0°C	23°C	70°C	85°C					
4-1	0	0	0	0	4800	2600	3800	4000	3300	2700	7				発明例
4-2	0.050	0	0	0	4700	2800	4000	4200	3500	2900	7				発明例
4-3	0	0.050	0	0	4700	2800	4000	4200	3500	2900	7				発明例
4-4	0	0	0.050	0	4600	2700	3900	4100	3400	2800	7				発明例
4-5	0	0.030	0	0	4700	2800	4000	4200	3500	3000	6				発明例
4-6	0.030	0	0.030	0	4600	2800	3900	4100	3400	2800	7				発明例
4-7	0.030	0	0	0.030	4700	2900	4100	4300	3500	3000	7				発明例
4-8	0	0.030	0.030	0	4600	2800	3900	4100	3400	2800	7	0.90	0.448	1020	発明例
4-9	0	0.030	0	0.030	4700	2900	4000	4200	3600	2900	7	±	~	~	発明例
4-10	0	0	0.030	0.030	4600	2800	3900	4100	3400	2800	7	0.05	0.493	1110	発明例
4-11	0.020	0.020	0.020	0	4600	2800	3900	4100	3400	2800	6				発明例
4-12	0.020	0.020	0	0.020	4700	3000	4100	4300	3600	3000	6				発明例
4-13	0.020	0	0.020	0.020	4600	2800	3900	4100	3400	2800	7				発明例
4-14	0	0.020	0.020	0.020	4600	2800	3800	4000	3400	2800	7				発明例
4-15	0.020	0.020	0.020	0.020	4600	2900	3900	4200	3600	3000	6				発明例
4-16	0.080	0	0	0	3700	1900	2800	3100	2300	1900	121				比較例
4-17	0.080	0	0	0.080	3400	1700	2700	2900	2100	1800	140				比較例
4-18	0.080	0.080	0.080	0.080	2400	1100	1500	1600	1400	1100	193				比較例
4-19	0.05	0	0	0	3900	2400	3200	3400	2600	2200	7				発明例
4-20	0	0	0	0.050	3900	2400	3200	3500	2600	2200	7				発明例
4-21	0.030	0	0.030	0	3900	2400	3100	3400	2600	2200	7	1.25	0.730	1640	発明例
4-22	0	0.030	0	0.030	4000	2400	3100	3400	2600	2200	6	±	~	~	発明例
4-23	0.020	0.020	0	0.020	4000	2400	3100	3400	2600	2200	6	0.05	0.808	1800	発明例
4-24	0.080	0	0	0.080	3200	1500	2400	2600	1800	1500	190				比較例

10

20

30

40

【 0 0 6 4 】

同表から明らかのように、ZrO<sub>2</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、HfO<sub>2</sub>およびNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>のうちから選んだ一種または二種以上を適量添加した発明例（試料番号4-1~4-15）はいずれも、33 A/mの直流磁場印加の下での増分透磁率 $\mu$ が、-40 ~ 85 の温度域において常に2700以上という優れた

50

値を示し、これらの成分が非添加の発明例（試料番号1-5）と比較して、同等以上の特性値を得ることができた。

しかしながら、これら4成分のうちの1成分でも上限値を超えて多量に含有させた比較例（試料番号4-16～4-18）では、異常粒成長が発生し、33 A/mの直流磁場印加の下での増分透磁率  $\mu$  は全温度域において大幅に劣化した。

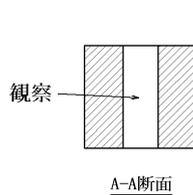
また、 $ZrO_2$ 、 $Ta_2O_5$ 、 $HfO_2$ および $Nb_2O_5$ のうちから選んだ一種または二種以上を適量添加した場合には、試料番号4-19～4-23の発明例に示すように、（実測比表面積/理想比表面積）比が1500以上であっても、1850以下であれば、33 A/mの直流磁場印加の下での増分透磁率  $\mu$  が、-40～85の温度域において常に2200以上という優れた特性が得られている。

【産業上の利用可能性】

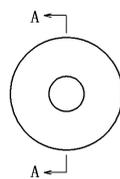
【0065】

本発明によれば、33 A/mの直流磁場印加時の増分透磁率  $\mu$  が、-40～85の広い温度域にわたり、常に増分透磁率  $\mu$  が2000以上という優れた特性を有するMnZnCo系フェライトコアを得ることができ、例えば、イーサネット機器のパルストランスの磁心等に用いて偉効を奏する。

【図1】



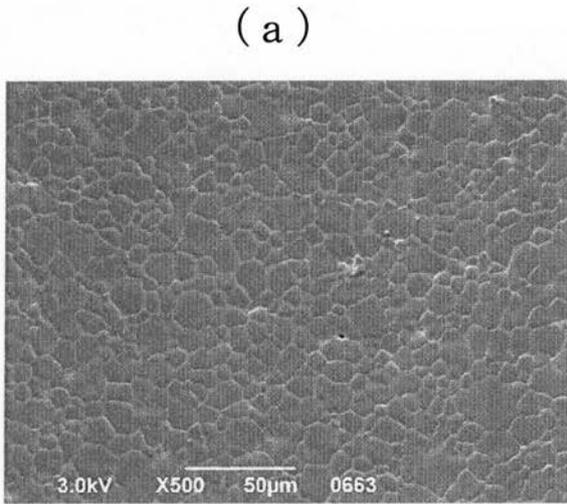
【図3】



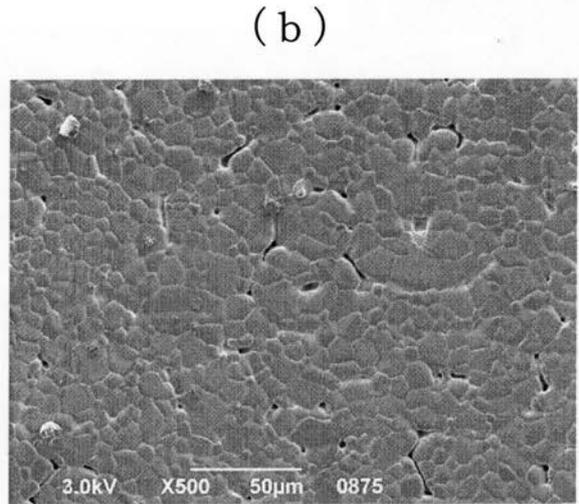
コア表面が完全に平らな、理想状態と仮定すれば、比表面積は、次の式で算出が可能。

$$\text{理想比表面積} = \{2 \times (\text{外径}^2 - \text{内径}^2) / 4 \times \pi + (\text{外径} + \text{内径}) \times \pi \times \text{高さ}\} / \text{コア質量}$$

【 図 2 】



造粒粉圧壊強度= 0.80MPa →緻密



造粒粉圧壊強度 =1.41MPa →空隙残

---

フロントページの続き

(72)発明者 後藤 聡志  
東京都台東区蔵前二丁目17番4号 JFEケミカル株式会社内

審査官 武石 卓

(56)参考文献 特開2006-151701(JP,A)  
特開2007-331980(JP,A)  
特開2007-335633(JP,A)  
特開2007-197245(JP,A)  
特開2006-273673(JP,A)  
特開2004-196632(JP,A)  
特開2004-022619(JP,A)  
特開平11-135317(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/38

H01F 1/34

H01F 41/02

CAplus/REGISTRY(STN)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)