

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3580145号

(P3580145)

(45) 発行日 平成16年10月20日(2004.10.20)

(24) 登録日 平成16年7月30日(2004.7.30)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

F I

CO 1 G 53/00

CO 1 G 53/00

A

HO 1 F 1/34

HO 1 F 1/34

Z

// CO 4 B 35/30

CO 4 B 35/30

C

請求項の数 2 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平10-280155	(73) 特許権者	000006231
(22) 出願日	平成10年10月1日(1998.10.1)		株式会社村田製作所
(65) 公開番号	特開2000-109325(P2000-109325A)		京都府長岡京市天神二丁目26番10号
(43) 公開日	平成12年4月18日(2000.4.18)	(72) 発明者	児玉 高志
審査請求日	平成12年7月25日(2000.7.25)		京都府長岡京市天神二丁目26番10号
			株式会社村田製作所内
		(72) 発明者	阿慈知 英雄
			京都府長岡京市天神二丁目26番10号
			株式会社村田製作所内
		(72) 発明者	鴻池 健弘
			京都府長岡京市天神二丁目26番10号
			株式会社村田製作所内
		(72) 発明者	伴野 国三郎
			京都府長岡京市天神二丁目26番10号
			株式会社村田製作所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Ni-Cu-Znフェライト材料の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも鉄化合物、ニッケル化合物、銅化合物および亜鉛化合物を混合した後、仮焼し、その後粉砕する工程を備えたNi-Cu-Znフェライト材料の製造方法において、前記鉄化合物として比表面積が $8.5\text{ m}^2/\text{g}$ 以上の $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を用い、前記ニッケル化合物および亜鉛化合物としてそれぞれ比表面積が $8.0\text{ m}^2/\text{g}$ のNiO、ZnOを用い、混合後の粉体の比表面積を $10.0\text{ m}^2/\text{g}$ 以上とし、仮焼後の粉体の比表面積を $6.0\text{ m}^2/\text{g}$ 以上とし、粉砕後の粉体の比表面積を $8.0\text{ m}^2/\text{g}$ とS、前記 $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、NiOおよびZnOのうち少なくとも1種は、共に湿式法で合成されたものであるとともに、仮焼温度が $600 \sim 700$ であることを特徴とする、Ni-Cu-Znフェライト材料の製造方法。

10

【請求項2】

前記Ni-Cu-Znフェライト材料は、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ が $48.0 \sim 49.8$ モル%、ZnOが $20.0 \sim 34.0$ モル%、CuOが $6.0 \sim 20.0$ モル%、NiOが残部、からなることを特徴とする、請求項1に記載のNi-Cu-Znフェライト材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、フェライト材料、特にチップインダクタ用として好適なNi-Cu-Znフェライト材料の製造方法に関する。

20

## 【 0 0 0 2 】

## 【 従来 の 技 術 】

インダクタ部品は、電子機器の電気回路用ノイズフィルターとして使用されてきた。そして、小型化、高密度実装化に対応するため、もれ磁束が少なく、かつ、占有面積が小さい、フェライトセラミック（コア）内に内部導電体を備えた構造のチップインダクタが提案され、実用化されてきた。

## 【 0 0 0 3 】

このチップインダクタは、例えば、複数のフェライト材料層とその層間に形成した導電体材料層とを同時焼成して得られる。そして、通常、チップインダクタのフェライト材料としてはNi - Cu - Znフェライト材料が、また、導電体材料としては電気伝導度の大きいAgが用いられてきた。

10

## 【 0 0 0 4 】

## 【 発 明 が 解 決 し よ う と す る 課 題 】

導電体材料としてAgを用いて、同時焼成で上述のチップインダクタを得る場合、Agの融点は酸素平衡状態（大気中）においては950であり、900以上に加熱すると加熱時間の増加に伴い、Agの塑性変形が始まり、フェライト中への浸透・拡散が起る。これにより、内部導電体の断面積が減少し、直流抵抗値が増加し、消費電力が増大するという不具合が生じる。さらに、高温に加熱し、950を越えると内部導電体の一部が断線し、インダクタとしての働きを失ってしまうことになる。したがって、Agを内部導電体としたチップインダクタを得るためには、950以下、より好ましくは900以下の温度で焼成しなければならない。

20

## 【 0 0 0 5 】

しかしながら、従来、チップインダクタのコア材（フェライトセラミック）として使用されるNi - Cu - Znフェライト材料は、緻密な焼結体を得るためには1000以上の温度で焼成する必要があるが、これ以下の温度では、十分な焼結密度が得られず、初透磁率が低かったり、気孔が多いという問題点があった。

## 【 0 0 0 6 】

また、信号成分の波形歪みを抑えるため、電気回路用ノイズフィルターの特性として、R成分の周波数曲線とX成分の周波数曲線の交点であるクロスポイント周波数を5MHz以下に抑えることが要求されている。そのためには、チップインダクタのコアであるNi - Cu - Znフェライトの初透磁率を1200以上にすることが必要である。

30

## 【 0 0 0 7 】

そこで、本発明の目的は、900以下の低温で緻密に焼結でき、初透磁率が1200以上のNi - Cu - Znフェライト材料の製造方法を提供することにある。

## 【 0 0 0 8 】

## 【 課 題 を 解 決 す る た め の 手 段 】

上記目的を達成するため、本発明のNi - Cu - Znフェライト材料の製造方法は、少なくとも鉄化合物、ニッケル化合物、銅化合物および亜鉛化合物を混合した後、仮焼し、その後粉碎する工程を備えたNi - Cu - Znフェライト材料の製造方法において、前記鉄化合物として比表面積が $8.5 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上の $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を用い、前記ニッケル化合物および亜鉛化合物としてそれぞれ比表面積が $8.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ のNiO、ZnOを用い、混合後の粉体の比表面積を $10.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上とし、仮焼後の粉体の比表面積を $6.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上とし、粉碎後の粉体の比表面積を $8.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ とし、前記 $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、NiOおよびZnOのうち少なくとも1種は、共に湿式法で合成されたものであるとともに、仮焼温度が600～700であることを特徴とする。

40

## 【 0 0 0 9 】

さらに、前記Ni - Cu - Znフェライト材料は、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ が48.0～49.8モル%、ZnOが20.0～34.0モル%、CuOが6.0～20.0モル%、NiOが残部、からなることを特徴とする。

## 【 0 0 1 0 】

50

ここで上記した範囲に限定したのは、次のような理由による。

まず、粉碎後の粉体の比表面積が  $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満の場合には、粉体の反応性が低い  
ため、 $900$  以下の焼成温度では  $1200$  以上の初透磁率を得ることができない。したが  
って、粉碎後の粉体の比表面積は、 $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以上であることが好ましい。

【0011】

また、仮焼後の粉体の比表面積が  $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満の場合には、粉体の粒成長が進み  
すぎており、粉碎後の比表面積を  $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以上にするためには、粉碎時間を通常より  
長くしたり、または、媒体（メディア）攪拌式の粉碎機を使用する必要がある。その結果  
、玉石などの媒体から混入する不純物量が増加し、焼結後の Ni - Cu - Zn フェライト  
の特性を劣化させてしまう。したがって、仮焼後の粉体の比表面積は、 $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以  
上であることが好ましい。

10

【0012】

また、化合物混合後の粉体の比表面積が  $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満の場合、粉体の反応性が低  
いため、比表面積が  $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以上のものと比べて高い温度で仮焼することとなり  
、結果的に粉体の粒成長が進み、仮焼後の比表面積が  $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満となってしまう  
。したがって、化合物混合後の粉体の比表面積は  $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以上であることが好ま  
しい。

【0013】

また、鉄化合物の粉体の比表面積が  $8.5 \text{ m}^2/\text{g}$  未満の場合、または、ニッケル化合物  
若しくは亜鉛化合物の粉体の比表面積が  $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満の場合、いずれかの化合物粉  
体の比表面積を極端に大きくすれば、化合物混合後の粉体の比表面積を  $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$   
以上にすることが可能である。しかし、Ni - Cu - Zn フェライトの仮焼工程において  
は、温度上昇にともない、まず、低温領域で、Zn フェライトが生成し、その後、Cu お  
よび Ni が固溶し、Ni - Cu - Zn フェライトが生成する。したがって、鉄化合物、ニ  
ッケル化合物および亜鉛化合物のうち、いずれかの化合物の比表面積が上記値より小さい  
場合には、その化合物の固相反応が律速反応となり、鉄化合物の粉体の比表面積が  $8.5$   
 $\text{m}^2/\text{g}$  以上、かつ、ニッケル化合物および亜鉛化合物の粉体の比表面積が  $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$   
以上の場合と比べて高い温度で仮焼する必要が生じる。その結果、粉体の粒成長が進んで  
しまい、仮焼後の粉体の比表面積が  $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$  未満となってしまう。したがって、鉄  
化合物の粉体の比表面積は、 $8.5 \text{ m}^2/\text{g}$  以上が好ましく、ニッケル化合物および亜鉛  
化合物それぞれの粉体の比表面積は  $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$  以上が好ましい。

20

30

【0014】

さらに、Ni - Cu - Zn フェライト材料の組成に関して、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  量が  $48.0$  モル%  
未満では、フェライトの飽和磁化が小さくなるため、初透磁率が  $1200$  を下回ってしま  
う。一方、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  量が  $49.8$  モル% を超えると極端に焼結性が低下し  $900$  以下で  
は焼結できなくなってしまう。また、CuO 量が  $6.0$  モル% 未満では、 $900$  以下の  
焼成温度では焼結密度が高くない。一方、CuO 量が  $20.0$  モル% を超えると、キ  
ュリー温度が  $80$  以下となる。また、ZnO 量が  $20.0$  モル% 未満では、フェリ磁性  
による飽和磁化が不十分となり、初透磁率が  $1200$  を下回ってしまう。逆に、ZnO 量  
が  $34.0$  モル% を超えるとキュリー温度が  $80$  以下となる。したがって、Ni - Cu  
Zn フェライト材料は、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  が  $48.0 \sim 49.8$  モル%、ZnO が  $20.0 \sim 3$   
 $4.0$  モル%、CuO が  $6.0 \sim 20.0$  モル%、NiO が残部、であることが好ましい  
。

40

【0015】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の Ni - Cu - Zn フェライト材料の製造方法の実施の形態を、実施例に基  
づいて説明する。

【0016】

（実施例）

まず、鉄化合物として比表面積が  $12.0 \text{ m}^2/\text{g}$  または  $6.2 \text{ m}^2/\text{g}$  の  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  粉

50

体、亜鉛化合物として比表面積が  $45.3 \text{ m}^2/\text{g}$  または  $4.1 \text{ m}^2/\text{g}$  の  $\text{ZnO}$  粉体、およびニッケル化合物として比表面積が  $9.0 \text{ m}^2/\text{g}$  または  $4.1 \text{ m}^2/\text{g}$  の  $\text{NiO}$  粉体を用意した。また、銅化合物として  $\text{CuO}$  粉体を用意した。その後、表 1 に示すように粉体の比表面積を選択して、これら化合物を  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  が 48.7 モル%、 $\text{ZnO}$  が 26.9 モル%、 $\text{CuO}$  が 10.5 モル%、残りが  $\text{NiO}$  となるように秤量し、ボールミルで湿式混合し、乾燥させた。

【0017】

次に、この混合後の粉体を表 1 に示す温度で仮焼した。その後、仮焼後の粉体をボールミルで湿式粉碎した。得られた粉碎後の粉体にバインダを加えて、乾燥、造粒し、プレス成形で直径 20 mm、内径 10 mm、高さ 2 mm のトロイダルリングに成形した。これを 870 で 2 時間焼成して、フェライトセラミックを得た。

10

【0018】

上記工程中、混合後の粉体、仮焼後の粉体、粉碎後の粉体それぞれについて、BET 法により比表面積を測定した。また、仮焼後の粉体について X 線回折分析を行ない、下式により、スピネル合成度を求めた。なお、下式において、 $I_{\text{Fe104}}$  は  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の (104) 面のピーク強度であり、 $I_{\text{sp311}}$  はスピネル結晶の (311) 面のピーク強度である。以上の結果を表 1 に示す。

スピネル合成度 =  $I_{\text{sp311}} / (I_{\text{Fe104}} + I_{\text{sp311}}) \times 100$  (%)。

【0019】

仮焼後のスピネル合成度が 90% 未満の場合、未反応の  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  が多く残り、焼成時に均一な Ni - Cu - Zn フェライトが得られず、1200 以上の初透磁率が得られない。一方、スピネル合成度が 95% を超えるまで仮焼温度を上げると、スピネル結晶の粒成長が起こり、粉体の比表面積が減少して反応性が低下し、900 以下の温度では十分焼結せず、初透磁率が 1200 を下回ってしまう。したがって、仮焼後のスピネル合成度は、90 ~ 95% の範囲内が好ましい。

20

【0020】

次に、得られたフェライトセラミックについて、アルキメデス法で密度を求め、理論密度に対する相対密度 (% 表示) を算出した。また、インピーダンスアナライザにより初透磁率を測定した。以上の結果を表 1 に示す。なお、表 1 において、試料番号に \* 印を付したものは本発明の範囲外のものであり、その他は本発明の範囲内のものである。

30

【0021】

【表 1】

試料 番号	各化合物の 比表面積 [m <sup>2</sup> /g]			仮焼 温度 [°C]	比表面積 [m <sup>2</sup> /g]			スピネル 合成度 [%]	相対焼 結密度 [%]	初透 磁率
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	NiO		混合後	仮焼後	粉碎後			
1	12.0	45.3	9.0	600	20.5	7.5	9.8	92	98	1250
2	12.0	45.3	9.0	700	20.5	6.7	8.5	95	98	1280
*3	12.0	4.1	4.1	500	12.5	8.8	10.6	74	82	620
*4	12.0	4.1	4.1	700	12.5	6.9	8.7	85	96	850
*5	12.0	4.1	4.1	750	12.5	5.7	7.5	92	98	970
*6	12.0	4.1	4.1	800	12.5	5.1	6.9	97	95	830
*7	12.0	4.1	4.1	850	12.5	4.2	5.3	100	87	670
*8	6.2	4.1	4.1	500	5.5	5.1	5.4	70	67	90
*9	6.2	4.1	4.1	700	5.5	3.9	4.1	88	88	450
*10	6.2	4.1	4.1	750	5.5	3.7	3.8	95	78	370
*11	6.2	4.1	4.1	800	5.5	3.4	3.5	97	72	240
*12	6.2	4.1	4.1	850	5.5	3.0	3.1	98	68	130
*13	12.0	45.3	9.0	550	20.5	10.5	12.7	88	95	860
*14	12.0	45.3	9.0	750	20.5	5.5	7.2	100	92	1120
*15	12.0	45.3	9.0	800	20.5	4.5	6.0	100	88	970

## 【0022】

表1の試料番号1、2から明らかなように、鉄化合物として比表面積が8.5 m<sup>2</sup>/g以上のFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体を用い、前記ニッケル化合物および亜鉛化合物としてそれぞれ比表面積が8.0 m<sup>2</sup>/g以上の粉体を用い、混合後の粉体の比表面積を10.0 m<sup>2</sup>/g以上とし、仮焼後の粉体の比表面積を6.0 m<sup>2</sup>/g以上とし、粉碎後の粉体の比表面積を8.0 m<sup>2</sup>/g以上とするとともに、仮焼後のスピネル合成度を90~95%とした、本発明の製造方法によるNi-Cu-Znフェライト材料は、870で焼成したときの相対焼結密度は98%以上の高い値を示す。そして、フェライトセラミックの初透磁率としては、チップインダクタのクロスポイント周波数を5MHz以下に抑えるために必要な1200以上が得られる。ここで、仮焼後のスピネル合成度を90~95%とするためには、少なくとも仮焼温度を600~700とすることが必要である。

## 【0023】

これに対して、試料番号3、4のように、鉄化合物としてのFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体の比表面積が8.5 m<sup>2</sup>/g以上であって、亜鉛化合物としてのZnO粉体およびニッケル化合物としてのNiO粉体の比表面積が、ともに8.0 m<sup>2</sup>/g未満の場合には、仮焼温度を700以下と低くすることにより、仮焼後の粉体の比表面積を6.0 m<sup>2</sup>/g以上に、さらには粉碎後の粉体の比表面積を8.0 m<sup>2</sup>/g以上にすることができるが、スピネル合成度が90%未満にとどまり、1200以上の初透磁率が得られず好ましくない。

## 【0024】

このように、ZnO粉体およびNiO粉体の比表面積が、ともに8.0 m<sup>2</sup>/g未満の場合、試料番号5~7のように、仮焼温度を750以上に高くすると、スピネル合成度を高めることができるものの、1200以上の初透磁率が得られず好ましくない。

## 【0025】

また、試料番号8~12のように、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体の比表面積が8.5 m<sup>2</sup>/g未満で

10

20

30

40

50

あって、ZnO粉体およびNiO粉体の比表面積がともに $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満の場合には、仮焼温度を上下させても、 $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上の比表面積を有する仮焼後の粉体を得ることができない。また、仮焼温度を上げることにより、スピネル合成度を高めることができるが、粉体の反応性が低くなる。このため、相対焼結密度を高めることができず、1200以上の初透磁率を得ることができず好ましくない。

【0026】

さらに、試料番号13のように、仮焼後の粉体の比表面積が $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上、粉碎後の粉体の比表面積が $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上と大きい場合でも、仮焼後のスピネル合成度が90～95%外であって低い場合は、1200以上の初透磁率が得られず好ましくない。また、試料番号14、15のように、仮焼後の粉体の比表面積が $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満、粉碎後の粉体の比表面積が $8.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満と小さく、仮焼後のスピネル合成度が95%を超えて高すぎる場合は、相対焼結密度を高めることができず、1200以上の初透磁率を得ることができず好ましくない。

10

【0027】

なお、上記実施例では、鉄化合物として $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 粉体を、亜鉛化合物としてZnO粉体を、ニッケル化合物としてNiO粉体をそれぞれ用いたが、これら粉体としては、細かい粉体が得られるため粉碎工程を簡略化することが可能な湿式法で合成されたものが、不純物の混入による特性劣化を防ぐために、より好ましい。

【0028】

さらに、銅化合物として用いる酸化銅原料は、比表面積が $4.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものが、均一な反応性を得るために、より好ましい。

20

【0029】

【発明の効果】

以上の説明で明らかなように、本発明によれば、900以下の低温で緻密に焼結でき、初透磁率が1200以上の高透磁率のNi-Cu-Znフェライト材料を得ることができる。

【0030】

従って、本発明によって得られるNi-Cu-Znフェライト材料は、クロスポイント周波数を5MHz以下に抑えたチップインダクタ用として最適である。

---

フロントページの続き

審査官 廣野 知子

- (56)参考文献 特開平10 - 256023 (JP, A)  
特開平07 - 126015 (JP, A)  
特開平08 - 002926 (JP, A)  
特開平06 - 151146 (JP, A)  
特開平05 - 251225 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)

C01G 49/00  
C01G 53/00  
H01F 1/34  
C04B 35/30