

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-75723
(P2002-75723A)

(43) 公開日 平成14年3月15日 (2002.3.15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード*(参考)
H 0 1 F 1/34		H 0 1 F 1/34	B 5 E 0 4 1
1/37		1/37	5 E 0 7 0
17/04		17/04	F

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2001-201578(P2001-201578)
 (22) 出願日 平成13年7月3日(2001.7.3)
 (31) 優先権主張番号 0 0 1 2 3 5 9 8 . 2
 (32) 優先日 平成12年8月25日(2000.8.25)
 (33) 優先権主張国 中国 (CN)

(71) 出願人 598098331
 清華大学
 中華人民共和国北京市海淀区清華園
 (72) 発明者 王 曉慧
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内
 (72) 発明者 李 龍士
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内
 (74) 代理人 100076130
 弁理士 和田 憲治

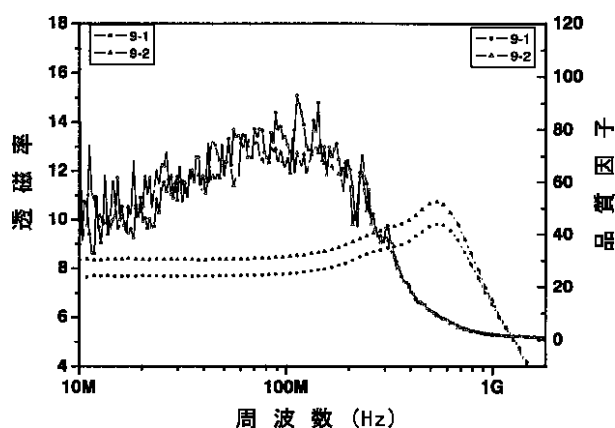
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 銀と同時焼結が可能な高周波用多層チップインダクタ材料を提供する。

【解決手段】 分子式が $Ba_x Co_{2-x-y} Z_n Cu_y Mn_z Fe_{24-z-w} O_{41}$ (ただし、 $0 < x < 1.0, 0 < y < 0.8, 0 < z < 1.0, 0 < w < 1.0$) である平面六角形結晶系軟磁性体フェライト88~99wt%を、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上からなる低温焼結助剤1~12wt%とともに焼結してなる高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 分子式が $Ba_x Co_{2-x-y} Zn_x Cu_y Mn_z Fe_{24-z-w} O_{41}$ (ただし、 $0 < x < 1.0$, $0 < y < 0.8$, $0 < z < 1.0$, $0 < w < 1.0$) である平面六角形結晶系軟磁性体フェライト 88~99wt% を、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち 1 種または 2 種以上からなる低温焼結助剤 1~12wt% とともに焼結してなる高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料。

【請求項 2】 下記(1)~(8)のステップを含む高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料の製造方法。

(1) 「 Fe^{3+} を含む塩類」と、1 種類以上の「 Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学計量比となるように用意するステップ。

(2) ステップ(1)で用意した「 Fe^{3+} を含む塩類」の水溶液をアンモニア水沈殿剤と等当量反応させて $Fe(OH)_3$ 沈殿物を作り、この沈殿物を水洗後、クエン酸水溶液中に溶かし、攪拌して均一の溶液を形成させるステップ。

(3) ステップ(2)で形成させた溶液に、ステップ(1)で用意した 1 種類以上の「 Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を添加した後、pH 値を 6~8 に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(4) このゾルを乾燥するステップ。

(5) 乾燥されたゾルを、900~1250 で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

(6) ステップ(5)で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉 88~99wt% と、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち 1 種または 2 種以上からなる低温焼結助剤 1~12wt% を、ボールミルで混合するステップ。

(7) ボールミルで混合したスラリを乾燥し、造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(8) 成形体を 870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

【請求項 3】 下記(1)~(7)のステップを含む高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料の製造方法。

(1) $FeC_6H_5O_7$ を含み、かつ Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかの硝酸塩または酢酸塩を 1 種以上含む水溶液を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学計量比となるように用意するステップ。

(2) この溶液の pH 値を 6~8 に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(3) このゾルを乾燥するステップ。

(4) 乾燥されたゾルを、900~1250 で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

(5) ステップ(4)で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉 88~99wt% と、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち 1 種または 2 種以上からなる低温焼結助剤 1~12wt% を、ボールミルで混合するステップ。

(6) ボールミルで混合したスラリを乾燥し、造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(7) 成形体を 870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

【請求項 4】 下記(1)~(10)のステップを含む高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料の製造方法。

(1) 「 Fe^{3+} を含む塩類」と、1 種類以上の「 Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学計量比となるように用意するステップ。

(2) ステップ(1)で用意した「 Fe^{3+} を含む塩類」の水溶液をアンモニア水沈殿剤と等当量反応させて $Fe(OH)_3$ 沈殿物を作り、この沈殿物を水洗後、クエン酸水溶液中に溶かし、攪拌して均一の溶液を形成させるステップ。

(3) ステップ(2)で形成させた溶液に、ステップ(1)で用意した 1 種類以上の「 Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を添加した後、pH 値を 6~8 に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(4) このゾルを乾燥するステップ。

(5) 乾燥されたゾルを、900~1250 で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

(6) ステップ(5)で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉をそのまま、またはボールミルで攪拌した後、エチレングリコールおよび水の媒体中に加え、均一のスラリを作り、さらにこれに、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち 1 種または 2 種以上の低温焼結助剤の塩類の液を加え、均一に混合した後、pH を 5~10 に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させるステップ。

ただし、平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉 88~99wt% に対し低温焼結助剤の配合量が 1~12wt% となるように、低温焼結助剤の塩類の添加量を定める。

(7) このスラリを乾燥するステップ。

(8) ステップ(7)の乾燥物を 500~750 で予備焼結し、低温焼結助剤の添加された平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉体を得るステップ。

(9) ステップ(8)で得た粉体を造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(10) 成形体を 870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

【請求項 5】 下記(1)~(9)のステップを含む高周波特

性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料の製造方法。

(1) $\text{FeC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ を含み、かつ Co^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかの硝酸塩または酢酸塩を1種以上含む水溶液を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学量比となるように用意するステップ。

(2) この溶液のpH値を6~8に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(3) このゾルを乾燥するステップ。

(4) 乾燥されたゾルを、900~1250 で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

(5) ステップ(4)で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉をそのまま、またはボールミルで攪拌した後、エチレングリコールおよび水の媒体中に加え、均一のスラリーを作り、さらにこれに、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上の低温焼結助剤の塩類の液を加え、均一に混合した後、pHを5~10に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させるステップ。ただし、平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉88~99wt%に対し低温焼結助剤の配合量が1~12wt%となるように、低温焼結助剤の塩類の添加量を定める。

(6) このスラリーを乾燥するステップ。

(7) ステップ(6)の乾燥物を500~750 で予備焼結し、低温焼結助剤の添加された平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉体を得るステップ。

(8) ステップ(7)で得た粉体を造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(9) 成形体を870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、多層チップインダクタ材料、すなわち多層チップインダクタの構成材料のうち、内部導体と組み合わせられる磁性体材料であって、高周波特性に優れ低温焼結可能な材料、およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】多層チップインダクタ (Multilayer Chip Inductors あるいは Multilayer Ferrite Inductor) は、磁性体と内部螺旋型導体との同時焼結体である。本願でいう「多層チップインダクタ材料」とは、その磁性体材料を意味する。多層チップインダクタの製造においては、多層チップインダクタ材料 (例えば軟磁性フェライト) と内部導体材料 (導電性能とコストから見ると銀は最適な材料である) の同時焼結技術が重要である。そのため、多層チップインダクタ材料は、比較的低い焼結温度、高透磁率、および高品質因子 (後述) を有することが要求される。

【0003】現在、多層チップインダクタ材料には、主としてNiZnCu低温焼結フェライトと低誘電率セラミックが使用されている。一方、これとは別に、1950年代の末にオランダで見出された Co_2Z 平面六角形結晶系異方性フェライトが知られているが、まだ多層チップインダクタ材料として実用化された例はない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】NiZnCu低温焼結フェライトを用いた部品の作動周波数は一般的に200MHz以下であり、その組成にZnを含まないときは最高で300MHzに達する。また、低誘電率セラミックの透磁率は一般的に1であるため、専らインダクタンスに対する要求の厳しくない超高周波領域 (800MHz以上) において高性能が得られる。

【0005】しかし、移動通信、IT技術、テレビおよび国防領域に広く使われている300~800MHzの高周波領域において高性能を発揮する低温焼結フェライト材料は未だ出現していない。このため、代替品として低誘電率セラミックを使った低インダクタンス多層チップインダクタが利用されているのが現状である。一方、 Co_2Z 平面六角形結晶系異方性フェライトは合成温度が高く、1300 近くの高温で焼結することによって初めて合成される。このため、銀との同時焼結は困難である。

【0006】本発明は、300~800MHzの高周波に好適に使用できる、高インダクタンス、低コスト、高信頼性を有する多層チップインダクタ材料を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】発明者らは上記目的を達成するために鋭意研究を行った結果、平面六角形結晶系軟磁性体フェライト (Co_2Z フェライトおよび添加改質Z型のフェライト) の新規な化学合成法を発見した。さらに、これらのZ型フェライトに適用できる低温焼結助剤を発見し、銀との同時焼結ができる多層チップインダクタ材料およびその製造方法を発明するに至った。

【0008】本発明の化学合成法で製造する場合、その合成温度が低い (純 Co_2Z フェライトの合成温度は約1150 であり、固体法と比べて100~150 低い)。かつ、合成された粉末の粒度分布が小さく、分散性が良く、凝集しにくく、粉末の純度が高く、組成の均一性が良く、ほかのものを添加して改質することがしやすいなどの利点を有することがわかった。これを使って作製した低温焼結多層チップインダクタ材料は性能の安定性が良く、信頼性が高く、高周波域での電磁特性に優れることも確認された。

【0009】本発明が提供する多層チップインダクタ材料は、分子式が $\text{Ba}_x\text{Co}_{2-x-y}\text{Zn}_x\text{Cu}_y\text{Mn}_z\text{Fe}_{24-z-w}\text{O}_{41}$ (ただし、 $0 < x < 1.0, 0 < y < 0.8, 0 < z < 1.0, 0 < w < 1.0$) である平面六角形結晶系軟磁性体フェライト88~99wt%を、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、

酸化ボロン，弗化カルシウム，および硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上からなる低温焼結助剤1～12wt%とともに焼結してなる高周波特性に優れた低温焼結多層チップインダクタ材料である。

【0010】この本発明の多層チップインダクタ材料の製造は、以下に示す上工程と下工程によって達成される。

上工程) 主要素材である平面六角形結晶系軟磁性体フェライトの粉を得る工程。

下工程) その主要素材のフェライト粉と低温焼結助剤を均一化したのち焼結して所定形状の多層チップインダクタ材料を得る工程。本発明では、上記上工程および下工程について、それぞれ2種類の方法を提供し、これらの組み合わせによって計4種類の多層チップインダクタ材料の製造方法を提供する。

【0011】上工程については、以下の工程A1，および工程A2を提供する。

〔工程A1〕

(a) 「Fe³⁺を含む塩類」と、1種類以上の「Co²⁺，Ba²⁺，Zn²⁺，Cu²⁺およびMn²⁺のいずれかを含む塩類」を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学量比となるように用意するステップ。

(b) ステップ(a)で用意した「Fe³⁺を含む塩類」の水溶液をアンモニア水沈殿剤と等当量反応させてFe(OH)₃沈殿物を作り、この沈殿物を水洗後、クエン酸水溶液中に溶かし60～80℃で加熱攪拌して均一の溶液を形成させるステップ。

(c) ステップ(b)で形成させた溶液に、ステップ(a)で用意した1種類以上の「Co²⁺，Ba²⁺，Zn²⁺，Cu²⁺およびMn²⁺のいずれかを含む塩類」を添加した後、pH値を6～8に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(d) このゾルを乾燥するステップ。

(e) 乾燥されたゾルを、900～1250℃で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

【0012】〔工程A2〕

(a) FeC₆H₅O₇を含み、かつCo²⁺，Ba²⁺，Zn²⁺，Cu²⁺およびMn²⁺のいずれかの硝酸塩または酢酸塩を1種以上含む水溶液を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学量比となるように用意するステップ。

(b) この溶液のpH値を6～8に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。

(c) このゾルを乾燥するステップ。

(d) 乾燥されたゾルを、900～1250℃で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。

【0013】下工程については、以下の工程B1，および工程B2を提供する。

〔工程B1〕

(p) 上工程で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉88～99wt%と、酸化ビスマス，酸化バナジウム，酸化

鉛，酸化ボロン，弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上からなる低温焼結助剤1～12wt%を、ボールミルで混合するステップ。

(q) ボールミルで混合したスラリーを乾燥し、造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(r) 成形体を870～950℃で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

【0014】〔工程B2〕

10 (p) 上工程で得た平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉をそのまま、またはボールミルで攪拌した後、エチレングリコールおよび水の媒体中に加え、均一のスラリーを作り、さらにこれに、酸化ビスマス，酸化バナジウム，酸化鉛，酸化ボロン，弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上の低温焼結助剤の塩類の液を加え、均一に混合した後、pHを5～10に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させるステップ。ただし、平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉88～99wt%

20 %に対し低温焼結助剤の配合量が1～12wt%となるように、低温焼結助剤の塩類の添加量を定める。

(q) このスラリーを乾燥するステップ。

(r) ステップ(q)の乾燥物を500～750℃で予備焼結し、低温焼結助剤の添加された平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉体を得るステップ。

(s) ステップ(r)で得た粉体を造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。

(t) 成形体を870～950℃で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。

30 【0015】第1の方法(請求項2)は工程A1と工程B1，第2の方法(請求項3)は工程A2と工程B1，第3の方法(請求項4)は工程A1と工程B2，第4の方法(請求項5)は工程A2と工程B2をそれぞれ組み合わせたものである。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の多層チップインダクタ材料を構成する主要素材の平面六角形結晶系軟磁性体フェライトは、分子式がBa₃Co_{2-x-y}Zn_xCu_yMn_zFe_{24-z-w}O₄₁(ただし、0<x<1.0, 0<y<0.8, 0<z<1.0, 0<w<1.0)で表されるものである。このうち、Mnを含まない場合の分子式は、特にBa₃Co_{2-x-y}Zn_xCu_yFe₂₄O₄₁(ただし、0<x<1.0, 0<y<0.8)で表され、これはM₃Me₂Fe₂₄O₄₁と書くことができる。ここで、MはBa，MeはCoまたはその一部をCuもしくはZnで置換したものを意味する。

【0017】M₃Me₂Fe₂₄O₄₁の組成の平面六角形結晶構造物質は、「Z」という記号を用いて表記されることがある。本発明の多層チップインダクタ材料を構成する平面六角形結晶系軟磁性体フェライトとしては、例えば次のものが挙げられる。

Co_2Z ; 分子式 $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$

$\text{Z-Cu}_6\text{Zn}_2$; 分子式 $\text{Ba}_3\text{Co}_{1.2}\text{Cu}_{0.6}\text{Zn}_{0.2}\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$

Z-Cu_6 ; 分子式 $\text{Ba}_3\text{Co}_{1.4}\text{Cu}_{0.6}\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$

$\text{Z-Cu}_4\text{Zn}_4$; 分子式 $\text{Ba}_3\text{Co}_{1.2}\text{Cu}_{0.4}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$

【0018】焼結助剤として、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上からなるものを用いると、主要素材である平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉体の焼結温度を低下させることができるのである。主要素材とこのような低温焼結助剤との配合比は前者88~99wt%に対し後者1~12wt%とすればよい。この配合によって得られた多層チップインダクタ材料は、銀との同時焼結が可能であり、かつ300~800MHzの高周波領域で高性能を示すものである。

【0019】本発明の多層チップインダクタ材料の製造方法は、上工程である工程A1または工程A2において、主要素材の平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を製造し、下工程である工程B1または工程B2において、前記主要素材と低温焼結助剤を混合し、均一化および焼結するものである。以下、A1、A2、B1、B2の各工程について説明する。

【0020】〔工程A1〕

(a) 「 Fe^{3+} を含む塩類」と、1種類以上の「 Co^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学計量比となるように用意するステップ。 Fe^{3+} を含む塩類としては $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ などが挙げられる。 Co^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類としては、 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ などが挙げられる。これらの塩類は主要素材の平面六角形結晶系フェライト粉の出発原料となるものである。「目的とするフェライトの組成に応じて一定化学計量比となるように」とは、目的とするフェライトの金属元素の原子比に応じて、出発原料から供給される金属元素が一定原子比となるように、各出発原料の重量比をコントロールすることをいう。

【0021】(b) ステップ(a)で用意した「 Fe^{3+} を含む塩類」の水溶液をアンモニア水沈殿剤と等量反応させて $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沈殿物を作り、この沈殿物を水洗後、クエン酸水溶液中に溶かし、攪拌して均一の溶液を形成させるステップ。クエン酸水溶液は、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沈殿物の1~2倍モル数のクエン酸を含有するものが望ましい。クエン酸水溶液中での攪拌は60~80に加熱して行うのが望ましい。

(c) ステップ(b)で形成させた溶液に、ステップ(a)で用意した1種類以上の「 Co^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかを含む塩類」を添加した後、pH値を

6~8に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。塩類の添加方法は、計量した塩類をそのまま添加してもよいし、当該塩類の水溶液を添加してもよい。pHの調整にはアンモニア水を用いるのが好ましい。反応時間は2時間程度でよい。

(d) このゾルを乾燥するステップ。例えば約130~150のオープン中で乾燥できる。

(e) 乾燥されたゾルを、900~1250で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。予備焼結には高温炉が使用できる。予備焼結時間は2~6時間程度とすればよい。

【0022】〔工程A2〕

(a) $\text{FeC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ を含み、かつ Co^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} および Mn^{2+} のいずれかの硝酸塩または酢酸塩を1種以上含む水溶液を、目的とするフェライト組成に応じて一定化学計量比となるように用意するステップ。硝酸塩は例えば $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ などが挙げられ、酢酸塩は例えば $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ などが挙げられる。これらの塩類は主要素材の平面六角形結晶系フェライト粉の出発原料となるものである。「目的とするフェライトの組成に応じて一定化学計量比となるように」とは、目的とするフェライトの金属元素の原子比に応じて、出発原料から供給される金属元素が一定原子比となるように、各出発原料の重量比をコントロールすることをいう。

【0023】(b) この溶液のpH値を6~8に調整し、この状態で反応を進行させて安定したゾルを作るステップ。pHの調整にはアンモニア水とクエン酸を用いるのが好ましい。反応時間は2時間程度でよい。

(c) このゾルを乾燥するステップ。例えば約130~150のオープン中で乾燥できる。

(d) 乾燥されたゾルを、900~1250で予備焼結して平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉を得るステップ。予備焼結には高温炉が使用できる。予備焼結時間は2~6時間程度とすればよい。

【0024】〔工程B1〕

(p) 平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉88~99wt%と、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上からなる低温焼結助剤1~12wt%を、ボールミルで混合するステップ。ボールミルでの混合においては水あるいはエタノールを媒介として使用するとよい。混合時間は、約2~4時間で概ね均一化が達成されるが、材料の密度を高め、さらなる高透磁率化を図るためには24時間程度混合することが好ましい。

(q) ボールミルで混合したスラリを乾燥し、造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。スラリの乾燥温度は80~120が適している。乾燥後の造粒過程では、スラリを篩に通すことが望ましい。篩いは100~120メッシュ程度のものがよい。

(r) 成形体を870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。焼結時間は3~6時間程度で良好な初透磁率が得られるが、さらに長時間、例えば10時間程度としてもよい。ただし、あまり長時間の焼結を行うと品質因子(後述)が低下するので、焼結時間は3~6時間、あるいは4~8時間が好ましい。

【0025】〔工程B2〕

(p) 平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉をそのまま、またはボールミルで攪拌した後、エチレングリコールおよび水の媒体中に加え、均一のスラリーを作り、さらにこれに、酸化ビスマス、酸化バナジウム、酸化鉛、酸化ポロン、弗化カルシウムおよび硼酸鉛ガラスのうち1種または2種以上の低温焼結助剤の塩類の液を加え、均一に混合した後、pHを5~10に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させるステップ。ただし、平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉88~99wt%に対し低温焼結助剤の配合量が1~12wt%となるように、低温焼結助剤の塩類の添加量を定める。低温焼結助剤の塩類としては、例えば低温焼結助剤が酸化ビスマス、弗化リチウム、弗化カルシウムのとき、その塩類としてそれぞれ硝酸ビスマス、酢酸リチウム、硝酸カルシウムなどが挙げられる。平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉をはじめにボールミルで攪拌する場合は、24時間程度攪拌すると材料密度の向上に非常に効果的である。

【0026】(q) このスラリーを乾燥するステップ。乾燥温度は約120~150 が好ましい。

(r) ステップ(q)の乾燥物を500~750 で予備焼結し、低温焼結助剤の添加された平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉体を得るステップ。予備焼結には高温炉が使用できる。予備焼結温度は700 程度が望ましく、予備焼結時間は1~3時間程度が望ましい。

(s) ステップ(r)で得た粉体を造粒したのち所定の多層チップインダクタ材料の形状に成形するステップ。造粒過程では、スラリーを篩に通すことが望ましい。篩いは100~120メッシュ程度のものがよい。

(t) 成形体を870~950 で焼結して多層チップインダクタ材料とするステップ。焼結時間は3~6時間程度でよいが、さらに長時間、例えば10時間、あるいは12時間程度としてもよい。

【0027】

【実施例】〔実施例1〕化学法で純CO₂Z平面六角形結晶系軟質磁性フェライトを合成し、酸化ビスマスを焼結助剤として使った。第1の方法(工程A1+工程B1)を採用した。96.96gの出発原料Fe(NO₃)₂・9H₂Oを使って水溶液を作り、適量のアンモニア水を添加し、水酸化鉄を沈殿させた。この沈殿物を55gのクエン酸を溶かした水溶液中に溶かし、均一に攪拌してから、Co(NO₃)₂・6H₂Oを5.82g、Ba(CH₃COO)₂を7.68g添加し、アンモニア水を添加してpHを6~8に調整し、2時間反応

させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130~150 のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1150 で6時間予備焼結することにより、黒色のCO₂Zフェライト粉が得られた。

【0028】このフェライト粉20gに、Bi₂O₃を焼結助剤として添加した。添加量は、フェライト粉88~99wt%に対し、焼結助剤が1~12wt%となるようにした。この混合物を水およびエタノールを媒介としてボールミル中で4時間攪拌混合した。得られた混合スラリーを80~120 で乾燥した後、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、それぞれ890 , 920 および950 の3水準の温度で6時間焼結した。これらのサンプルを前記焼結温度の順に1-1, 1-2および1-3と記す。作製した環状サンプルは外径20mm、内径10mm、厚さ3mmであり、成形圧力は7MPaであった。作製したペレット状サンプルは、外径10mm、厚さ1mmであり、成形圧力は2MPaであった。

【0029】焼成したペレット状サンプルの上下に銀電極を形成し、室温における電気抵抗率を測定した。焼成した環状サンプルについては、HP4291B(1M~1.8GHz)RFインピーダンス分析装置を使って磁気-周波数曲線と温度特性を測定した。図1に、周波数と磁気特性の関係を示す。カットオフ周波数は1.8GHz以上である。図2に、周波数と品質因子の関係を示す。300MHzにおいて品質因子は40に達する。表1には、サンプルの各特性を示す。初透磁率は3.7以上である。

【0030】ここで、表中の各パラメーターの意味は以下のとおりである。

μ_i 材料の初透磁率

Q 材料の品質因子

$$Q = \mu' / \mu''$$

μ' 透磁率の実数部分

μ'' 透磁率の虚数部分

$(\mu)_{rel}$ 材料の相対(比)温度係数

$$(\mu)_{rel} = (\mu / T) \mu_0^2$$

μ_0 室温透磁率

材料の電気抵抗率

なお、カットオフ周波数は、 μ'' のピックに対応する周波数、一般的に μ' が半分に低下したときに対応する周波数と等しい。

【0031】〔実施例2〕化学法で純CO₂Z平面六角形結晶系軟質磁性フェライトを合成し、酸化ビスマス、弗化カルシウム、弗化リチウムからなる複合焼結助剤を使った。第1の方法(工程A1+工程B1)を採用した。96.96gの出発原料Fe(NO₃)₂・9H₂Oを使って水溶液を作り、適量のアンモニア水を添加し、水酸化鉄を沈殿させた。この沈殿物を55gのクエン酸を溶かした水溶液中に溶かし、均一に攪拌してから、Co(NO₃)₂・6H₂Oを5.82g、Ba(CH₃COO)₂を7.68g添加し、アンモニア水を添加してpHを6~8に調整し、2時間反応させること

により茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130～150のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1150で6時間予備焼結することにより、黒色の Co_2Z フェライト粉が得られた。

【0032】このフェライト粉20gに、前記複合焼結助剤を添加した。焼結助剤の配合割合は、重量%で、1%、1.5%、2%、2.5%、3%、4%、6%および10%の8水準とした。これらのサンプルを順に2-1、2-2、2-3、2-4、2-5、2-6、2-7および2-8と記す。例えばサンプル2-1では、フェライト粉：焼結助剤=99wt%：1wt%である。この混合物を水およびエタノールを媒介としてボールミル中で4時間攪拌混合した。得られた混合スラリを80～120で乾燥した後、100～120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、いずれも890で6時間焼結した。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0033】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図3に、周波数と磁気特性の関係を示す。カットオフ周波数は1.8GHz以上である。図4に、周波数と品質因子の関係を示す。300MHzにおいてすべてのサンプルの品質因子は40以上である。表2には、サンプルの各特性を示す。この焼結助剤を用いた場合、初透磁率は焼結助剤の配合量によって変化し、1.5wt%のときに最大になる。

【0034】〔実施例3〕化学法で純 Co_2Z 平面六角形結晶系軟質磁性フェライトを合成し、酸化ビスマス、弗化カルシウム、弗化リチウム複合焼結助剤を使った。第2の方法(工程A2+工程B1)を採用した。80.41gの出発原料 $\text{FeC}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{H}_2\text{O}$ を使って水溶液を作り、これに、 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を5.82g、 $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ を7.68g添加し、適量のクエン酸とアンモニア水を添加し、pHを6～8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130～150のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1200で6時間予備焼結することにより、黒色の Co_2Z フェライト粉が得られた。

【0035】このフェライト粉20gに、前記複合焼結助剤を添加した。焼結助剤の配合割合は2wt% (残部はフェライト粉)とした。この混合物を水およびエタノールを媒介としてボールミル中で4時間攪拌混合した。得られた混合スラリを80～120で乾燥した後、100～120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、いずれも890で焼結した。焼結時間は4時間、6時間、8時間および10時間の4水準とした。これらのサンプルを順に3-1、3-2、3-3および3-4と記す。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0036】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定

した。図5および図6に、それぞれ周波数と磁気特性の関係および周波数と品質因子の関係を示す。表3には、サンプルの各特性を示す。焼結時間の増加とともに初透磁率は向上するが、品質因子は低下することがわかる。

【0037】〔実施例4〕化学法で純 Co_2Z 平面六角形結晶系軟質磁性フェライトを合成し、酸化ポロンと酸化鉛からなる複合焼結助剤を使った。第2の方法(工程A2+工程B1)を採用した。80.41gの出発原料 $\text{FeC}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{H}_2\text{O}$ を使って水溶液を作り、これに、 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を5.82g、 $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ を7.68g添加し、適量のクエン酸とアンモニア水を添加し、pHを6～8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130～150のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1200で6時間予備焼結することにより、黒色の Co_2Z フェライト粉が得られた。

【0038】このフェライト粉20gに、前記複合焼結助剤を添加した。焼結助剤の配合割合は、重量%で、8%、10%および12%の3水準とした。これらのサンプルを順に4-1、4-2および4-3と記す。例えばサンプル4-1では、フェライト粉：焼結助剤=92wt%：8wt%である。この混合物を水およびエタノールを媒介としてボールミル中で4時間攪拌混合した。得られた混合スラリを80～120で乾燥した後、100～120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、いずれも870で6時間焼結した。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0039】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図7および図8に、それぞれ周波数と磁気特性の関係および周波数と品質因子の関係を示す。表4には、サンプルの各特性を示す。カットオフ周波数は1.8GHz以上である。この焼結助剤を用いた場合、初透磁率は、焼結助剤の増加に伴い低下することがわかる。

【0040】〔実施例5〕化学法で Cu/Zn イオン添加改質平面六角Z型フェライトを合成し、酸化ビスマス焼結助剤を二次化学被覆法で添加した。第3の方法(工程A1+工程B2)を採用した。96.96gの出発原料 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ を使って水溶液を作り、適量のアンモニア水を添加し、水酸化鉄を沈殿させた。この沈殿物を55gのクエン酸を溶かした水溶液中に溶かし、均一に攪拌してから、 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を3.49g、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ を1.45g、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を0.60g、 $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ を7.68g添加し、アンモニア水を添加してpHを6～8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130～150のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1150で6時間予備焼結することにより、黒色の $\text{Z}-\text{Cu}_6\text{Zn}_2$ フェライト粉が得られた。

【0041】得られたフェライト粉をボールミルで24時間攪拌した後、そのフェライト粉20gをエチレングリコールおよび水の媒体中に加えて分散し、均一のスラリを

作り、これに硝酸ビスマス₂を2~4wt%添加し(残部はフェライト粉96~98wt%)、均一に混合した後、pHを7に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させた。このスラリを120~150 で乾燥させ、500~750 で2時間予備焼結し、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、焼結した。焼結温度は890 と920 であり、これらのサンプルを順に5-1および5-2と記す。焼結時間は6時間である。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0042】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図9に、周波数と磁気特性・品質因子の関係を示す。表5には、サンプルの各特性を示す。各サンプルの初透磁率は5~6に達し、品質因子は40を超えた。

【0043】〔実施例6〕化学法でCuイオン添加改質平面六角Z型フェライトを合成し、酸化ビスマス焼結助剤を二次化学被覆法で添加した。第3の方法(工程A1+工程B2)を採用した。96.96gの出発原料Fe(NO₃)₂・9H₂Oを使って水溶液を作り、適量のアンモニア水を添加し、水酸化鉄を沈殿させた。この沈殿物を55gのクエン酸を溶かした水溶液中に溶かし、均一に攪拌してから、Co(NO₃)₂・6H₂Oを4.07g、Cu(NO₃)₂・3H₂Oを1.45g、Ba(CH₃COO)₂を7.68g添加し、アンモニア水を添加してpHを6~8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130~150 のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1100 で6時間予備焼結することにより、黒色のZ-Cu₆ フェライト粉が得られた。

【0044】得られたフェライト粉をボールミルで24時間攪拌した後、そのフェライト粉20gをエチレングリコールおよび水の媒体中に加えて分散し、均一のスラリを作り、これに硝酸ビスマス₂を4wt%添加し(残部はフェライト粉96wt%)、均一に混合した後、pHを7に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させた。このスラリを120~150 で乾燥させ、500~750 で2時間予備焼結し、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、焼結した。焼結温度は890 と920 であり、これらのサンプルを順に6-1および6-2と記す。焼結時間は6時間である。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0045】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図10に、周波数と磁気特性・品質因子の関係を示す。表6には、サンプルの各特性を示す。サンプルの初透磁率は焼結温度の上昇に伴って向上した。カットオフ周波数は1.0GHz前後である。

【0046】〔実施例7〕化学法で純Co₂Z平面六角形

結晶系軟質磁性フェライトを合成し、酸化ビスマス焼結助剤を二次化学被覆法で添加した。第4の方法(工程A2+工程B2)を採用した。80.41gの出発原料FeC₆H₅O₇・5H₂Oを使って水溶液を作り、これに、Co(NO₃)₂・6H₂Oを5.82g、Ba(CH₃COO)₂を7.68g添加し、適量のクエン酸とアンモニア水を添加し、pHを6~8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130~150 のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1200 で4時間予備焼結することにより、黒色のCo₂Zフェライト粉が得られた。

【0047】得られたフェライト粉をボールミルで24時間攪拌した後、そのフェライト粉20gをエチレングリコールおよび水の媒体中に加えて分散し、均一のスラリを作り、これに硝酸ビスマス₂を4wt%添加し(残部はフェライト粉96wt%)、均一に混合した後、pHを7に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させた。このスラリを120~150 で乾燥させ、500~750 で2時間予備焼結し、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、焼結した。焼結温度は890 と920 であり、これらのサンプルを順に7-1および7-2と記す。焼結時間は6時間である。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0048】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図11に、周波数と磁気特性・品質因子の関係を示す。表7には、サンプルの各特性を示す。サンプルの初透磁率は5~6であり、品質因子は50を超えた。

【0049】〔実施例8〕化学法でCu/Znイオン添加改質平面六角Z型フェライトを合成し、酸化ビスマス焼結助剤を二次化学被覆法で添加した。を合成し、酸化ビスマス、弗化リチウムおよび弗化カルシウムからなる複合焼結助剤を二次化学被覆法で添加した。第4の方法(工程A2+工程B2)を採用した。80.41gの出発原料FeC₆H₅O₇・5H₂Oを使って水溶液を作り、これに、Co(NO₃)₂・6H₂Oを3.49g、Cu(NO₃)₂・3H₂Oを1.45g、Zn(NO₃)₂・6H₂Oを0.60g、Ba(CH₃COO)₂を7.68g添加し、適量のクエン酸とアンモニア水を添加し、pHを6~8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130~150 のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1200 で2時間予備焼結することにより、黒色のZ-Cu₆Zn₂フェライト粉が得られた。

【0050】得られたフェライト粉をボールミルで24時間攪拌した後、そのフェライト粉20gをエチレングリコールおよび水の媒体中に加えて分散し、均一のスラリを作り、これにBi(NO₃)₃、Li(CH₃COO)、Ca(NO₃)₂からなる複合焼結助剤の塩類を3wt%添加し(残部はフェライト粉97wt%)、均一に混合した後、pHを7に調整し、低温焼結助剤の元素を水酸化物の形で平面六角

形結晶系軟磁性体フェライト粉の粒子表面に被覆させた。このスラリを120~150 で乾燥させ、500~750 で2時間予備焼結し、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、焼結した。焼結温度は890 と920 であり、これらのサンプルを順に8-1および8-2と記す。焼結時間は6時間である。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0051】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図12に、周波数と磁気特性・品質因子の関係を示す。表8には、サンプルの各特性を示す。材料のカットオフ周波数は1.0GHz以上であり、相対(比)温度係数は 10^{-6} / 以下であり、電気抵抗率は 10^8 ・cm以上である。

【0052】〔実施例9〕化学法でCu/Znイオンでドーピングした平面六角Z型フェライトを合成し、酸化ピスマス、弗化カルシウム、弗化リチウムからなる複合焼結助剤を使った。第1の方法(工程A1+工程B1)を採用した。96.96gの出発原料 $Fe(NO_3)_2 \cdot 9H_2O$ を使って水溶液を作り、適量のアンモニア水を添加し、水酸化鉄を沈殿させた。この沈殿物を55gのクエン酸を溶かした水溶液中に溶かし、均一に攪拌してから、 $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ を3.49g、 $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ を0.966g、 $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ を1.19g、 $Ba(CH_3COO)_2$ を7.68g添加 *

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{T=1} (/^{\circ}C)$	$\rho (\Omega \cdot cm)$
1-1	890°C/6h	3.7	40	1.5×10^{-6}	4.4×10^8
1-2	920°C/6h	3.8	42	9.8×10^{-7}	6.1×10^8
1-3	950°C/6h	4.6	50	1.7×10^{-6}	5.8×10^8

【0056】

【表2】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{T=1} (/^{\circ}C)$	$\rho (\Omega \cdot cm)$
2-1	890°C/6h	4.4	50	5.2×10^{-6}	1.9×10^8
2-2	890°C/6h	4.8	55	1.2×10^{-6}	1.3×10^8
2-3	890°C/6h	4.5	50	1.6×10^{-6}	2.3×10^8
2-4	890°C/6h	4.6	52	7.9×10^{-7}	2.8×10^8
2-5	890°C/6h	4.4	45	1.1×10^{-6}	2.9×10^8
2-6	890°C/6h	4.0	54	5.8×10^{-7}	2.5×10^8
2-7	890°C/6h	3.7	50	9.3×10^{-7}	3.2×10^8
2-8	890°C/6h	3.5	50	1.3×10^{-6}	4.4×10^8

【0057】

【表3】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{T=1} (/^{\circ}C)$	$\rho (\Omega \cdot cm)$
3-1	890°C/4h	4.3	65	8.7×10^{-7}	1.7×10^8
3-2	890°C/6h	4.8	50	1.2×10^{-6}	2.3×10^8
3-3	890°C/8h	4.9	50	1.4×10^{-6}	3.8×10^8
3-4	890°C/10h	5.1	45	2.9×10^{-6}	5.6×10^8

【0058】

【表4】

* し、アンモニア水を添加してpHを6~8に調整し、2時間反応させることにより茶褐色のゾルを形成させた。このゾルを130~150 のオープン中で乾燥した後、高温炉にて1200 で6時間予備焼結することにより、黒色のZ-Cu₄Zn₄フェライト粉が得られた。

【0053】このフェライト粉20gに、前記複合焼結助剤を3wt%添加した(残部はフェライト粉97wt%)。この混合物を水およびエタノールを媒介としてボールミル中で24時間攪拌混合した。得られた混合スラリを80~1200 で乾燥した後、100~120メッシュの篩に通し、造粒し、環状サンプル、およびペレット状サンプルの形状に成形し、焼結した。焼結温度は890 と920 であり、これらのサンプルを順に9-1および9-2と記す。焼結時間は6時間である。作製した環状サンプルおよびペレット状サンプルの寸法・成形圧力は実施例1と同様である。

【0054】実施例1と同様に各サンプルの特性を測定した。図13に、周波数と磁気特性・品質因子の関係を示す。表9には、サンプルの各特性を示す。サンプルの初透磁率は8前後であり、カットオフ周波数は1.0GHz以上であった。これらは広い用途が期待できる特に優れた多層チップインダクタ材料である。

【0055】

【表1】

17

18

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
4-1	870°C/6h	3.7	40	2.7×10^{-6}	3.5×10^9
4-2	870°C/6h	3.4	50	1.1×10^{-6}	2.8×10^9
4-3	870°C/6h	2.6	50	1.3×10^{-6}	9.6×10^8

【0059】

* * 【表5】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
5-1	890°C/6h	5.3	40	6.7×10^{-7}	1.6×10^9
5-2	920°C/6h	6.0	45	8.9×10^{-7}	1.7×10^9

【0060】

【表6】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
6-1	890°C/6h	4.8	40	1.0×10^{-6}	7.8×10^8
6-2	920°C/6h	5.9	40	2.3×10^{-6}	5.9×10^8

【0061】

【表7】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
7-1	890°C/6h	4.4	50	5.4×10^{-7}	6.1×10^8
7-2	920°C/6h	5.2	50	7.1×10^{-7}	9.5×10^8

【0062】

【表8】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
8-1	890°C/6h	4.3	50	2.7×10^{-6}	3.5×10^8
8-2	920°C/6h	4.8	45	1.5×10^{-6}	5.2×10^8

【0063】

【表9】

サンプル	焼結条件	μ_i	Q (300MHz)	$(\alpha_{\mu})_{res} (/^{\circ}\text{C})$	$\rho (\Omega \cdot \text{cm})$
9-1	890°C/6h	7.7	40	3.3×10^{-6}	6.6×10^{10}
9-2	920°C/6h	8.3	40	3.4×10^{-6}	9.3×10^{10}

【0064】

【発明の効果】本発明では、平面六角形結晶系の純 Co_2Z および添加改質Z型のフェライト素材粉を製造し、これに低温焼結助剤を添加することで、900 前後での低温焼結を実現した。組成とプロセスの適切な組み合わせにより、高周波領域で高性能を発揮する多層チップインダクタ材料が製造できる。本発明の製造方法は、配合比が調整でき、焼成温度が低く、焼成温度範囲が広いという利点を有する。合成温度範囲は明らかに固体合成法より広い。得られた低温焼結多層チップインダクタ材料は、性能の安定性が良く、信頼性が高く、電磁特性に優れる。かつ、銀との同時焼結が可能である。900 以下の温度範囲で焼結した材料の初透磁率は8前後に達するものが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で作製したサンプルの周波数と透磁率の関係を示すグラフ。

【図2】実施例1で作製したサンプルの周波数と品質因子の関係を示すグラフ。

【図3】実施例2で作製したサンプルの周波数と透磁率

の関係を示すグラフ。

【図4】実施例2で作製したサンプルの周波数と品質因子の関係を示すグラフ。

【図5】実施例3で作製したサンプルの周波数と透磁率の関係を示すグラフ。

【図6】実施例3で作製したサンプルの周波数と品質因子の関係を示すグラフ。

【図7】実施例4で作製したサンプルの周波数と透磁率の関係を示すグラフ。

40 【図8】実施例4で作製したサンプルの周波数と品質因子の関係を示すグラフ。

【図9】実施例5で作製したサンプルの周波数と透磁率・品質因子の関係を示すグラフ。

【図10】実施例6で作製したサンプルの周波数と透磁率・品質因子の関係を示すグラフ。

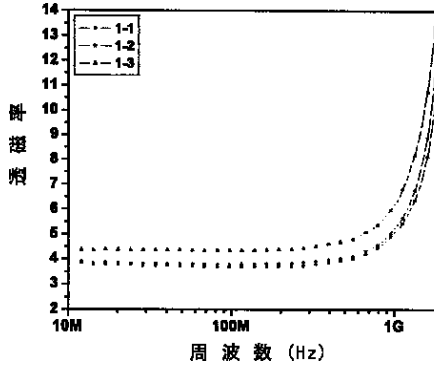
【図11】実施例7で作製したサンプルの周波数と透磁率・品質因子の関係を示すグラフ。

【図12】実施例8で作製したサンプルの周波数と透磁率・品質因子の関係を示すグラフ。

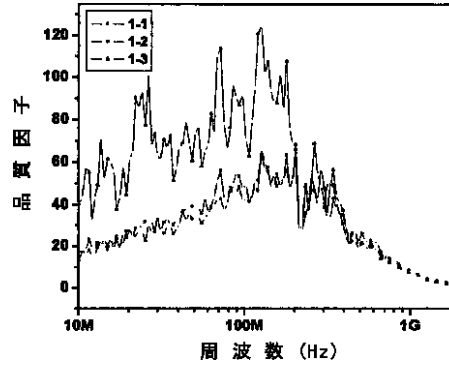
50 【図13】実施例9で作製したサンプルの周波数と透磁

率・品質因子の関係を示すグラフ。

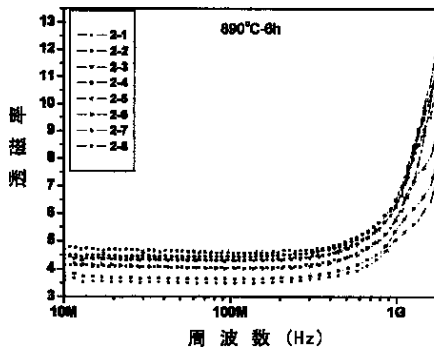
【図1】



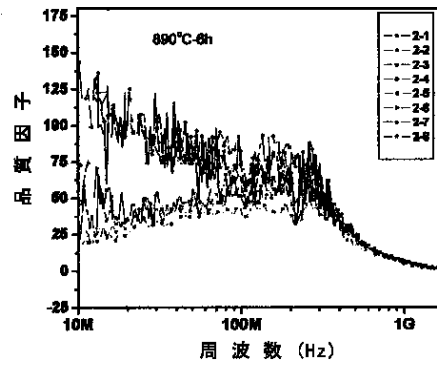
【図2】



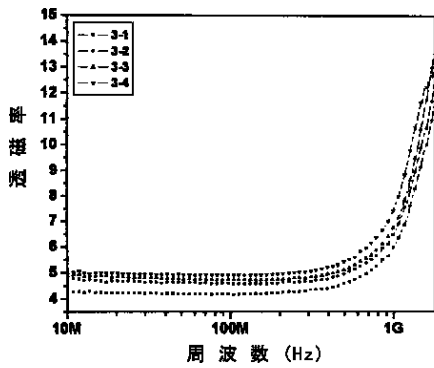
【図3】



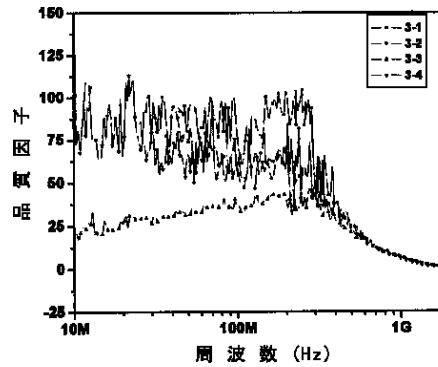
【図4】



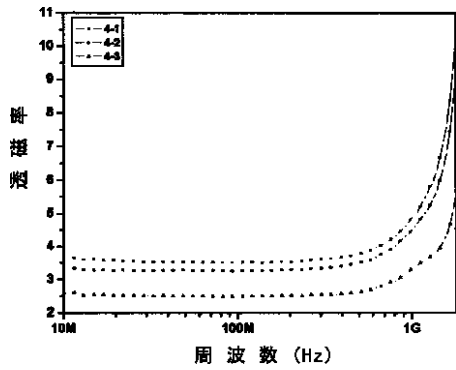
【図5】



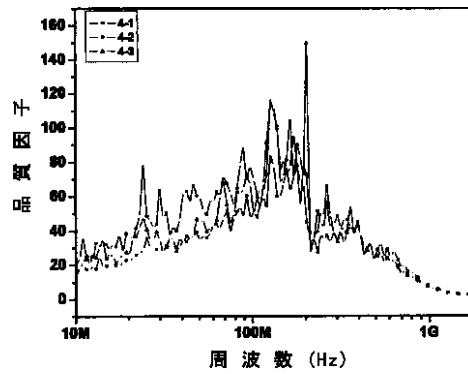
【図6】



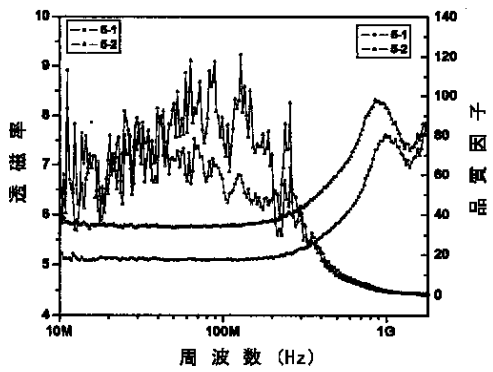
【図7】



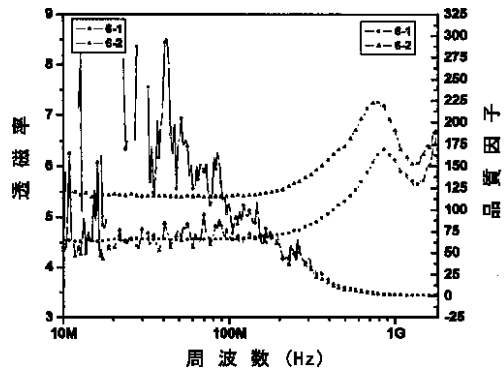
【図8】



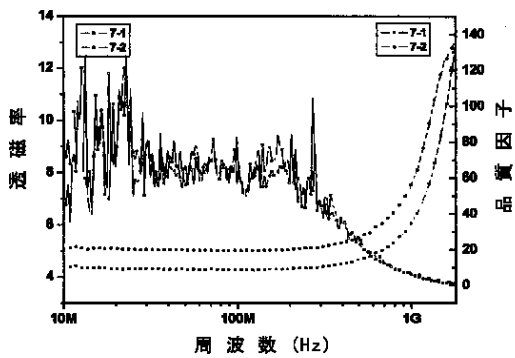
【図9】



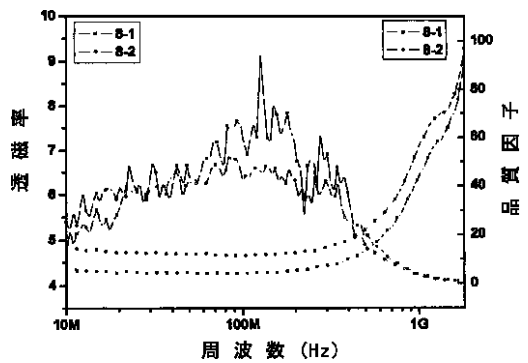
【図10】



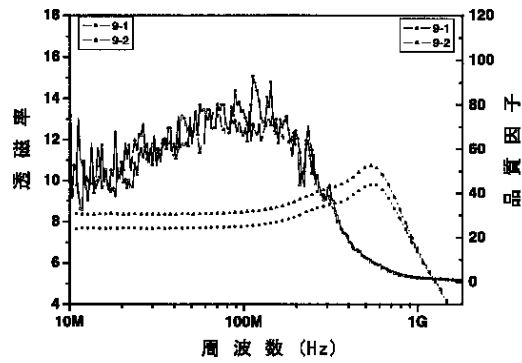
【図11】



【図12】



【図13】



フロントページの続き

(72)発明者 周 濟
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内

(72)発明者 岳 振星
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内

(72)発明者 馬 振偉
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内

(72)発明者 蘇 水源
 中華人民共和国北京市海淀区清華大学材料
 科学与工程系内

Fターム(参考) 5E041 AB16 BB01 BD01 CA01 HB03
 HB19 NN02 NN17 NN18
 5E070 AA01 AB07 BA00 BB01