

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年8月24日(24.08.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/141978 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/30 (2006.01) H01F 1/34 (2006.01)
C01G 49/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/005562
- (22) 国際出願日: 2017年2月15日(15.02.2017)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2016-028686 2016年2月18日(18.02.2016) JP
- (71) 出願人: TDK株式会社(TDK CORPORATION)
[JP/JP]; 〒1080023 東京都港区芝浦三丁目9番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 木内 健一(KIUCHI Kenichi); 〒1080023 東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP). 田中 一満(TANAKA Kazumitsu); 〒1080023 東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP). 芦川 譲二(ASHIKAWA Joji); 〒1080023 東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP). 窪田 浩二(KUBOTA Koji); 〒1080023 東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目1番
- 1号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命ビル) 9階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: FERRITE SINTERED BODY AND FERRITE CORE

(54) 発明の名称: フェライト焼結体、及びフェライトコア

(57) Abstract: This ferrite sintered body includes 48-49 mol% Fe₂O₃, 15-17 mol% NiO, and 35-37 mol% ZnO. The C content is 0.003 mass% or less, the S content is 0.015 mass% or less, and the total amount of Fe₂O₃, NiO, and ZnO is 99.8 mol% or more.

(57) 要約: フェライト焼結体は、48～49mol%のFe₂O₃、15～17mol%のNiO、及び35～37mol%のZnOを含む。Cの含有量が0.003質量%以下であり、Sの含有量が0.015質量%以下であり、Fe₂O₃、NiO、及びZnOの合計量が99.8mol%以上である。



WO 2017/141978 A1

明 細 書

発明の名称：フェライト焼結体、及びフェライトコア

技術分野

[0001] 本発明は、フェライト焼結体、及びフェライトコアに関する。

背景技術

[0002] フェライト焼結体は、インダクタ、電源用トランス、電磁フィルタ等の電子部品において広範囲に使用されている。これらの電子部品においてコア（磁心）を形成するフェライト焼結体は、フェライトコアと呼ばれている（特許文献1及び2を参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開平6－112032号公報

特許文献2：特開2005－1894号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] インダクタは高い精度が求められるセンシング機器におけるLC共振回路に使用される。しかしながら、従来のフェライトコアを用いたインダクタでは、外気温の変動に伴ってフェライトコアの磁気特性も変動してしまうため、広い温度領域で精度を保つことが困難であった。また、種々の応用分野でフェライト表面は絶縁性を有する必要がある、比抵抗は $1 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることが必要とされるが、従来のフェライトコアは比抵抗が低く、そのまま使用することが困難であった。例えば、インダクタにおいてフェライト表面に導体層を形成する場合、下地として絶縁層を設けるなどの絶縁処理が必要とされていた。

[0005] 本発明は、上述の問題点に鑑み、広い温度領域で透磁率の変動が小さく、比抵抗の大きいフェライト焼結体及びフェライトコアを提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明のフェライト焼結体は、48～49mol%の Fe_2O_3 、15～17mol%の NiO 、35～37mol%の ZnO を含み、Cの含有量が0.003質量%以下であり、Sの含有量が0.015質量%以下であり、 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8mol%以上である。

[0007] また、本発明のフェライトコアは、48～49mol%の Fe_2O_3 、15～17mol%の NiO 、35～37mol%の ZnO を含み、Cの含有量が0.003質量%以下であり、Sの含有量が0.015質量%以下であり、 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8mol%以上である。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、広い温度範囲で透磁率の変動が小さく、比抵抗の大きいフェライト焼結体及びフェライトコアを提供することができる。

発明を実施するための形態

[0009] <フェライト焼結体>

本実施形態のフェライト焼結体は、48～49mol%の Fe_2O_3 、15～17mol%の NiO 、35～37mol%の ZnO を含み、Cの含有量は0.003質量%以下であり、Sの含有量は0.015質量%以下であり、 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8mol%以上である。このようなフェライト焼結体は、広い温度領域での透磁率の変動が小さく、比抵抗が大きい。

[0010] 上記フェライト焼結体において、 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8mol%以上である。上記合計量は、99.9mol%以上であると好ましい。また、上記フェライト焼結体において、Cの含有量は、0.003質量%以下である。上記フェライト焼結体において、Cの含有量が0.001～0.002質量%であると好ましく、Cを実質的に含まないことも可能である。さらに、上記フェライト焼結体において、Sの含有量は、0.015質量%以下である。上記フェライト焼結体において、Sの含有量が0.005～0.010質量%であると好ましく、Sを実質的に含まないこ

とも可能である。ここで、本明細書において、実質的に含まないとは、燃焼法による測定における検出限界値未満であることをいう。また、本実施形態のフェライト焼結体は、 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO 以外の成分を実質的に含まなくてもよい。

[0011] 上記フェライト焼結体は、 $-20^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ での透磁率（比透磁率）の温度係数が 25 ppm/K 以下であると好ましく、 20 ppm/K 以下であるとより好ましく、 10 ppm/K 以下であるとさらに好ましい。 $-20^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ での透磁率の温度係数が上記範囲であると、フェライト焼結体を高い精度が求められるセンシング機器で用いた際に外気温の変動の影響を受けにくく、広い温度領域で高精度なセンシング性能が得られる。ここで、透磁率の温度係数とは、ある温度領域での透磁率の最大値と最小値の差を温度変化で割ったものをいう。また、透磁率は例えば、インピーダンスアナライザにより、周波数 1 MHz で測定した値を言う。透磁率（比透磁率）の温度係数は 5 ppm/K 以下であることもでき、 3 ppm/K 以下であることもできる。

[0012] 上記フェライト焼結体の電気抵抗値（比抵抗）は $1 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であると好ましく、 $1 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であるとより好ましい。フェライト焼結体の電気抵抗値（比抵抗）が上記範囲であると、使用時に絶縁処理を必要としない。

[0013] 上記フェライト焼結体の焼結密度は、 $5.3 \sim 5.5 \text{ g/cm}^3$ であることが好ましい。このような密度であると、ボイドの発生率が小さく、外因（温度、湿度、圧力）による透磁率の変動が小となる傾向があるため好ましい。

[0014] 本実施形態のフェライト焼結体は、不可避不純物として、 Fe 単体、又は Cd 、 Co 、 Cu 、 Pb 、 Si 、若しくは Mn の酸化物を含んでいてもよい。フェライト焼結体における不可避不純物の合計量は、 300 mol ppm 未満であることが好ましく、これらの不純物を実質的に含まないことが好ましい。

[0015] <フェライト焼結体の製造方法>

本実施形態におけるフェライト焼結体の製造方法について説明する。

まず、 Fe_2O_3 原料、 NiO 原料、及び ZnO 原料を、フェライト焼結体における Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の含有量が上記範囲となるような組成比で混合して原料粉体を得る。 Fe_2O_3 原料としては、 Fe_2O_3 粉末、 Fe_3O_4 粉末等が挙げられる。 NiO 原料としては、 NiO 粉末が挙げられる。 ZnO 原料としては、 ZnO 粉末が挙げられる。 Fe_2O_3 原料、 NiO 原料、及び ZnO 原料の平均粒径は、 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが好ましい。また、 Fe_2O_3 原料、 NiO 原料、及び ZnO 原料の純度としては、金属不純物が $100 \sim 1000$ 質量ppmであることが好ましい。上記不純物としては、Cd、Co、Cu、Pb、Si、若しくはMnが挙げられる。混合の方法は、湿式であっても乾式であってもよいが、不純物の残留することを防ぐ観点から、乾式であることが好ましい。

[0016] 次に、上記原料粉体を仮焼成して仮焼成物を得る。仮焼成は、空气中で仮焼成温度 $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ 、仮焼成時間 $2 \sim 50$ 時間の条件で行うことが好ましい。仮焼成後、仮焼成物を粉砕する。次いで、粉砕された仮焼成物を成形し、成形体を得る。成形方法としては、特に制限されないが、一軸プレス、静水圧成形等が挙げられる。成形時の圧力としては $50 \sim 500 \text{MPa}$ であると好ましい。仮焼成時の雰囲気は酸素量が $1 \sim 50$ 体積%である($\text{N}_2 + \text{O}_2$)混合ガスでもよい。

[0017] ここで、成形体はバインダを含まないことが好ましい。成形体がバインダを実質的に含まない場合、後述の本焼成中に成形体中にボイドが発生することを抑制し、透磁率の温度係数をさらに向上させることができる。また、成形体がバインダを含まないことにより、フェライト焼結体におけるC及びSの含有量を上記範囲とすることができる。また、成形体は、CuOを実質的に含まないほうが好ましい。CuOを実質的に含まない場合、本焼成中に成形体中にボイドが発生することを抑制し、透磁率の温度係数をさらに向上させることができる。

[0018] 得られた成形体の本焼成してフェライト焼結体を得る。本焼成は、空气中

で本焼成温度 $1000 \sim 1500^{\circ}\text{C}$ 、本焼成時間 $2 \sim 50$ 時間の条件で行うことが好ましい。本焼成の雰囲気は酸素量が $1 \sim 50$ 体積%である ($\text{N}_2 + \text{O}_2$) 混合ガスでもよい。場合によっては H_2 を導入してもよい。

[0019] 得られた焼結体を切削又は研磨して、所定の形状を有するフェライトコアを得る。フェライトコアの形状としては、特に限定されないが、棒状、板状等とすることができる。

[0020] 本実施形態のフェライトコアは、広い温度範囲で透磁率の変動が小さく、比抵抗が小さい。そのため、高い精度が求められるセンシング機器における LC 共振回路に、絶縁処理等を行うことなく好適に使用することができる。

実施例

[0021] 純度 99.9 質量%、平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ の Fe_2O_3 粉末、 NiO 粉末、 ZnO 粉末及び CuO 粉末を表 1 に示す組成比で混合し、原料粉体を得た。原料粉体を 1100°C で 20 時間、仮焼成した。次いで得られた仮焼成体を粉砕し、表 1 に示す条件（バインダの有無、成形方法）で成形した。ここで、成形方法 A は、CIP（冷間等方圧加圧法）を意味し、成形方法 B は、一軸プレスを意味する。得られた成形体を 1350°C で 20 時間、本焼成し、焼結体を得た。得られた焼結体を切削し、外径： 11 mm 、内径： 6 mm 、厚さ： 2 mm のリング状の透磁率評価用サンプルと、長さ： 55 mm 、幅： 14 mm 、厚さ： 4 mm の角状の比抵抗評価用のサンプルを得た。

[0022] <測定方法>

上記透磁率評価用サンプルについて、燃焼法により、C 及び S の含有量を測定した。また、金属顕微鏡により、評価用サンプルの表面における $5 \mu\text{m}$ 以上の大きさのボイドの発生量 (1 cm^2 当たり) を測定した。さらに、インピーダンスアナライザを用いて、周波数 1 MHz で、室温での透磁率及び $-20 \sim 120^{\circ}\text{C}$ の温度領域での透磁率の温度係数を測定した。測定結果を表 1 に示す。

[0023] また、上記比抵抗評価用サンプルについて、絶縁抵抗計を用いて絶縁抵抗と電極面積と電極間距離とを求め、比抵抗を算出した。測定結果を表 1 に示

す。

[0024]

[表1]

表1	組成(mol%)				成型方法	バインダーの有無	炭素量 (mass%)	硫黄量 (mass%)	焼成温度 (°C)	焼成密度 (g/cm ³)	ポイド発生量 (個/cm ²)	比透磁率	比透磁率 の温度係 (ppm/K)	比抵抗 (Ω cm)
	Fe ₂ O ₃	NiO	ZnO	CuO										
実施例1	48	17	35	0	A	無し	0.002	0.005	1350	5.4	70	1505	2.2	6.7E+10
実施例2	48	15	37	0	A	無し	0.002	0.01	1350	5.4	70	1497	4.5	5.6E+10
実施例3	49	16	35	0	A	無し	0.002	0.005	1350	5.5	40	1520	1.0	2.1E+09
実施例4	49	15	36	0	A	無し	0.001	0.005	1350	5.5	40	1508	1.8	6.2E+09
比較例1	48	17	35	0	B	有り	0.02	0.03	1350	4.2	≥1000	1100	330.0	2.2E+06
比較例2	49	15	36	0	B	有り	0.02	0.03	1350	4.2	≥1000	1060	260.0	2.6E+06
比較例3	47	16	37	0	A	無し	0.002	0.01	1350	5.3	70	1502	50.0	3.0E+05
比較例4	49	14	37	0	A	無し	0.002	0.01	1350	5.3	70	1495	140.0	8.4E+04
比較例5	48.5	17.5	34	0	A	無し	0.002	0.005	1350	5.4	70	700	11.0	2.0E+05
比較例6	47	18	35	0	A	無し	0.002	0.005	1350	4.8	300	1500	290.0	3.0E+06
比較例7	47	15	38	0	A	無し	0.001	0.005	1350	5.3	100	1510	30.0	3.1E+05
比較例8	51	16	33	0	A	無し	0.002	0.015	1350	5.5	40	1060	3.0	7.5E+04
比較例9	48	18	29	5	A	無し	0.002	0.005	1350	4.0	≥1000	1350	110.0	4.0E+06
比較例10	47	18	30	5	A	無し	0.002	0.005	1350	4.1	≥1000	1450	220.0	2.9E+06

請求の範囲

- [請求項1] 48～49 mol %の Fe_2O_3 、15～17 mol %の NiO 、及び35～37 mol %の ZnO を含むフェライト焼結体であって、
Cの含有量は0.003質量%以下であり、Sの含有量は0.015質量%以下であり、
 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8 mol %以上である、フェライト焼結体。
- [請求項2] 48～49 mol %の Fe_2O_3 、15～17 mol %の NiO 、及び35～37 mol %の ZnO を含むフェライトコアであって、
Cの含有量は0.003質量%以下であり、Sの含有量は0.015質量%以下であり、
 Fe_2O_3 、 NiO 、及び ZnO の合計量が99.8 mol %以上である、フェライトコア。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/005562

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B35/30(2006.01)i, C01G49/00(2006.01)i, H01F1/34(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B35/30, C01G49/00, H01F1/34

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JSTChina/JST7580(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 7-307212 A (Hitachi Ferrite Electronics, Ltd.), 21 November 1995 (21.11.1995), full specification & US 5618464 A full specification	1, 2
A	JP 2010-143821 A (TDK Corp.), 01 July 2010 (01.07.2010), full specification (Family: none)	1, 2
A	JP 11-35369 A (Tokin Corp.), 09 February 1999 (09.02.1999), full specification (Family: none)	1, 2

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
10 April 2017 (10.04.17)

Date of mailing of the international search report
25 April 2017 (25.04.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C04B35/30(2006.01)i, C01G49/00(2006.01)i, H01F1/34(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C04B35/30, C01G49/00, H01F1/34

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus/JSTChina/JST7580 (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 7-307212 A（日立フェライト株式会社）1995. 11. 21, 明細書全文 & US 5618464 A, 明細書全文	1, 2
A	JP 2010-143821 A（TDK株式会社）2010. 07. 01, 明細書全文（ファミリーなし）	1, 2
A	JP 11-35369 A（株式会社トーキン）1999. 02. 09, 明細書全文（ファミリーなし）	1, 2

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10.04.2017

国際調査報告の発送日

25.04.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

末松 佳記

4 T

3443

電話番号 03-3581-1101 内線 3465