



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I857790 B

(45)公告日：中華民國 113 (2024) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：112136335

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 03 月 14 日

(51)Int. Cl. : C04B35/30 (2006.01)

C01G49/00 (2006.01)

H01F1/36 (2006.01)

(30)優先權：2018/03/16 日本

2018-050116

(71)申請人：日商戶田工業股份有限公司 (日本) TODA KOGYO CORP. (JP)

日本

(72)發明人：野村吏志 NOMURA, SATOSHI (JP)；西尾靖士 NISHIO, YASUSHI (JP)；中務愛
仁 NAKATSUKASA, MANATO (JP)；岡野洋司 OKANO, YOJI (JP)；藤井泰彦
FUJII, YASUHIKO (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 201432062A

TW 201609602A

JP 9-17625A

JP 2000-109323A

JP 2000-109324A

審查人員：林春佳

申請專利範圍項數：5 項 圖式數：0 共 23 頁

(54)名稱

Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末、燒結體、肥粒鐵薄片

(57)摘要

本發明之目的在於提供一種即使是在例如 860°C 的低溫下亦能夠燒結的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末。

本發明為關於一種 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末，其特徵在於含有 49mol% 以下的 Fe_2O_3 、5~25mol% 的 NiO、15~40mol% 的 ZnO、5~15mol% 的 CuO 及 0~3mol% 的 CoO，晶粒尺寸為 180nm 以下，以及關於使用該 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末而得的燒結體、或肥粒鐵薄片。



I857790

公告本

【發明摘要】

【中文發明名稱】

N i - Z n - C u 系肥粒鐵粉末、燒結體、肥粒鐵薄片

【中文】

本發明之目的在於提供一種即使是在例如 860℃ 的低溫下亦能夠燒結的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末。

本發明為關於一種 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末，其特徵在於含有 49mol% 以下的 Fe_2O_3 、5~25mol% 的 NiO、15~40mol% 的 ZnO、5~15mol% 的 CuO 及 0~3mol% 的 CoO，晶粒尺寸為 180nm 以下，以及關於使用該 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末而得的燒結體、或肥粒鐵薄片。

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】無

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

N i - Z n - C u 系肥粒鐵粉末、燒結體、肥粒鐵薄片

【技術領域】

【0001】本發明為關於Ni-Zn-Cu系肥粒鐵材料，其係以低溫下亦能夠燒結的肥粒鐵粉末，又，本發明為關於一種使用前述肥粒鐵粉末的燒結體、肥粒鐵薄片。

【先前技術】

【0002】近年來隨著家庭用及產業用等的電子機器之小型・輕量化之發展，因而，使用於前述之各種電子機器的電子零件之小型化、高效率化、高頻率化的需求為逐漸提高。

【0003】例如，使用於電子機器的電子電路的電感器(inductor)，其係在磁心或空芯繞線管(bobbin)上捲繞具有絕緣被覆的銅線而形成線圈的捲繞型，因此肥粒鐵燒結型的積層型晶片電感器(laminated chip inductor)被實用化。

【0004】該積層型晶片電感器係經由下述的製造步驟而被製造。即，將包含肥粒鐵粉末的糊膏(paste)成膜為薄片狀來形成生坯薄片(green sheet)，使用包含Ag、Ag-Pd等的電極材料的糊膏並藉由印刷等在該生坯薄片上形成導電圖型後，將該等進行積層，在指定的溫度下使其燒結，以形成外部電極之步驟來進行製造。

【0005】然而，在如同上述般的積層型晶片電感器之製造步驟中，由於採用將電極材料與肥粒鐵的積層體同時進行燒成之方法，因為Ag、Ag-Pd等的電極材料與肥粒鐵的界面反應(相互擴散)，而會有造成肥粒鐵原本的特性劣化之類的問題點，為了避免該問題係認為需要在約900℃以下之類的低溫下來進行燒成。

【0006】但，在900℃以下的溫度來進行燒成時，難以得到作為積層型晶片電感器用的磁性體之導磁率等的電磁特性為優異的Ni系肥粒鐵燒結體。

【0007】迄今，對於Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，已提案了幾個即使是在低溫下亦能夠燒結之技術。例如，藉由添加作為燒結助劑的硼矽酸玻璃，而於燒結時使生成液相，以促進肥粒鐵粒子的成長之方法(專利文獻1)；其他以外作為添加玻璃成分之方法，亦有添加由SiO₂、B₂O₃、Na₂O構成的玻璃成分，來形成液相燒結，以促進肥粒鐵粒子的成長之方法(專利文獻2)。亦有為了減少環境負荷較大的PbO、肥粒鐵的導磁率，添加不包含Na(其係對於其他電子機器會帶來不良影響者)的玻璃成分來形成液相燒結，以促進肥粒鐵粒子的成長之方法(專利文獻3)。又，作為RFID用用途，以控制Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的結晶相的XRD繞射峰的半值寬度，來實現高導磁率化之方法(專利文獻4)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【 0008 】

[專利文獻1]日本特開平5-326241號公報

[專利文獻2]日本特開2000-208316號公報

[專利文獻3]日本特開2007-99539號公報

[專利文獻4]日本特開2005-64468號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【 0009 】 專利文獻1~3皆為採用藉由添加玻璃成分來形成液相燒結，以促進肥粒鐵粒子成長之方法。然而，該等的添加劑的添加量為極少量，故難以均勻地使其分散，而促進了肥粒鐵粒子的不均勻的成長。又，專利文獻4中並未添加燒結助劑，而需要在1060℃以上的高溫下來進行燒成，故未考量在低溫下的燒結。

【 0010 】 因此，為了解決上述以往技術之課題，本發明之目的在於提供一種能夠在低溫下燒結的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末。

[解決課題之手段]

【 0011 】 前述的技術課題係可藉由下述般之本發明來達成。

【 0012 】 即，本發明係一種Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其特徵在於含有49mol%以下的 Fe_2O_3 、5~25mol%的NiO、15~40mol%的ZnO、5~15mol%的CuO及0~3mol%的CoO，

晶粒尺寸為180nm以下(本發明1)。

【0013】又，本發明係如本發明1所記載之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其中，扭曲(distortion)為0.330以下(本發明2)。

【0014】又，本發明係如本發明1或2所記載之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其中，於大氣中以860℃進行燒成時，燒結密度為5.00g/cm³以上(本發明3)。

【0015】又，本發明為一種燒結體，其係使用本發明1~3中任一項所記載之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末(本發明4)。

【0016】又，本發明為一種肥粒鐵薄片，其係使用本發明1~3中任一項所記載之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末(本發明5)。

[發明的效果]

【0017】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，由於晶粒尺寸小，故即使是在低溫下進行燒結亦可得到較高燒結密度的肥粒鐵燒結體。又，本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，由於在例如860℃的低溫下亦能夠進行燒結，故使用於Ag與磁性粉同時被燒成的積層型電感器時，可抑制熔點為低的Ag之擴散，從而可期待電感器性能之提升。

【實施方式】

[實施發明之最佳形態]

【0018】對於本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末來

進行說明。

【0019】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，作為構成金屬元素含有Fe、Ni、Zn及Cu，因應所需而含有Co。將構成金屬元素分別換算成 Fe_2O_3 、NiO、ZnO、CuO及CoO時，以 Fe_2O_3 、NiO、ZnO、CuO及CoO之合計(100%)作為基準，含有49mol%以下的 Fe_2O_3 、5~25mol%的NiO、15~40mol%的ZnO、5~15mol%的CuO及0~3mol%的CoO。

【0020】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的Fe含量，以 Fe_2O_3 換算時為49mol%以下。Fe含量若超過49mol%時，燒結性將會明顯地降低。Fe的含量較佳為48.9mol%以下，又較佳為48.8mol%以下。下限為45mol%左右。

【0021】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的Ni含量，以NiO換算時為5~25mol%。Ni含量若未滿5mol%時，由於 μ' 會降低，故不佳。又，居禮溫度(curie temperature)之降低，由於能夠使用的溫度範圍會被受限定，故不佳。即使是Ni含量為超過25mol%時，亦由於 μ' 會降低，故不佳。Ni含量較佳為6~24.9mol%，又較佳為7~24.8mol%。

【0022】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的Zn含量，以ZnO換算時為15~40mol%。Zn含量若未滿15mol%時，由於 μ' 會降低，故不佳。又，居禮溫度之降低，由於能夠使用的溫度範圍會被受限定，故不佳。即使是Zn含量為超過40mol%時，由於 μ' 會降低，故不佳。Zn含量較佳為18~38mol%，又較佳為20~35mol%

【0023】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的Cu含量，以CuO換算時為5~15mol%。Cu含量若未滿5mol%時，燒結性會降低，將難以在低溫下來製造燒結體。Cu含量若超過15mol%時，由於 μ' 會降低，故不佳。Cu的含量較佳為6~14mol%，又較佳為7~13mol%。

【0024】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，亦可含有Co。以CoO換算時，Co含量為0~3mol%。本發明中，藉由使肥粒鐵含有Co，由於斯諾克的極限線(Snoek's limit line)會位移至高頻率側，故可提升在高頻率域中之作為複數導磁率的虛部 μ'' 對實部 μ' 之比的肥粒鐵心(ferrite core)的 $Q(\mu'/\mu'')$ 。但，Co含量，若以CoO換算時超過3mol%的話，會有導磁率降低、肥粒鐵心的Q亦降低之傾向。Co含量較佳為0~2.9mol%，又較佳為0~2.8mol%，特佳為0.1~2.8mol%。

【0025】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，晶粒尺寸為180nm以下。晶粒尺寸若超過180nm時，由於會促進在磁性粉階段時的粒子成長，故在燒成燒結體、生坯薄片時，燒結性會降低，而變得無法在低溫下來進行燒結。又較佳為175nm以下，更佳為170nm以下。下限為100nm左右。尚，晶粒尺寸係可藉由後述之實施例之方法來求得。特別是可藉由調整作為後述之Fe原料的 Fe_2O_3 的BET比表面積，來將晶粒尺寸調整至上述範圍內。

【0026】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，以結晶扭曲(crystal distortion)為0.330以下為較佳。扭曲若超

過 0.330 時，由於會有 μ' 降低之情形，故不佳。又較佳為 0.325 以下，更佳為 0.320 以下。下限為 0.100 左右。尚，本發明相關的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末，以尖晶石肥粒鐵單相為較佳。尚，晶粒的扭曲係可藉由後述之實施例之方法來求得。可藉由肥粒鐵粉末的預燒成溫度及粉碎強度來調整晶粒的扭曲。

【0027】本發明相關的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末，在不對其特性帶來影響的範圍內，除前述元素以外亦可包含雜質等級的各種的元素。一般而言已知的，添加 Bi 係對於肥粒鐵的燒結溫度的低溫化為具有效果。但，若 Bi 的分散狀態為不均勻時，由於在燒成時會促進粒子的不均勻成長，故積極地添加 Bi 為不佳，以不含有 Bi(0ppm) 為較佳。

【0028】本發明相關的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末，亦可含有作為不可避的雜質的 Si，且以 SiO_2 換算時上限為 500ppm。以不含有 Sn 等為較佳(0ppm)。

【0029】本發明相關的 Ni-Zn-Cu 系肥粒鐵粉末係藉由常規方法，將依指定的組成比例來混合構成肥粒鐵的各元素的氧化物、碳酸鹽、氫氧化物、草酸鹽等的原料而得到原料混合物、或在水溶液中使各元素沉澱而得到共沉澱物，在大氣中以 650~950℃ 的溫度範圍預燒成 1~20 小時後，進行粉碎從而可得到。預燒成的溫度係較佳為 700~940℃。進而，將 Ag、Ag-Pd 等的電極材料與肥粒鐵的積層體同時燒成時，由於燒結溫度以 900℃ 以下為較佳，故預燒成溫度以較其為低的溫度(未滿 900℃)為較

佳。

【0030】本發明中，作為Fe原料的 Fe_2O_3 的BET比表面積，較佳為 $6.0\text{m}^2/\text{g}$ 以上。 Fe_2O_3 的BET比表面積若未滿 $6.0\text{m}^2/\text{g}$ 時，各原料的混合將變得不均勻，故作為肥粒鐵磁性粉的燒結性會降低，而於低溫燒結時無法得到高的燒結密度。 Fe_2O_3 的BET比表面積係以 $6.5\sim 40.0\text{m}^2/\text{g}$ 為又較佳，更佳為 $7.0\sim 30.0\text{m}^2/\text{g}$ 。尚，例如，可藉由調整 Fe_2O_3 的合成階段中的粒子尺寸、或調整燒成溫度、及調整粉碎強度，來控制 Fe_2O_3 的BET比表面積。

【0031】又，本發明中，由於在Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末的製造時未添加燒結助劑，故可抑制粒子的不均勻成長。

【0032】接下來，對於本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵燒結體來進行說明。

【0033】肥粒鐵燒結體的燒結密度，以即使是低溫燒結時亦可得到高的燒結密度為較佳，以即使是在例如 860°C 左右的低溫燒成時，亦為 $5.00\text{g}/\text{cm}^3$ 以上為較佳。燒結密度若未滿 $5.00\text{g}/\text{cm}^3$ 時，無法得到充分的電磁特性，又，燒結體的機械性強度將變低，故不佳。燒結密度的上限為 $5.40\text{g}/\text{cm}^3$ 左右。

【0034】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵燒結體，係藉由使用模具並以 $0.3\sim 3.0\times 10^4\text{t}/\text{m}^2$ 的壓力下來加壓本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末(即，所謂的粉末加壓成形法)而得到成形體，或是，將含有本發明相關的Ni-Zn-Cu

系肥粒鐵粉末的生坯薄片予以積層(即，所謂的生坯薄片法)，並將所得到的積層體以 $840\sim 1050^{\circ}\text{C}$ 進行1~20小時(較佳為1~10小時)進行燒結而可得到。作為成形方法係可使用周知的方法，但以上述的粉末加壓成形法或生坯薄片法為較佳。

【0035】燒結溫度若未滿 840°C 時，燒結密度會降低，因此無法得到充分的電磁特性，又，燒結體的機械性強度將變低。燒結溫度若超過 1050°C 時，燒結體變得容易產生變形，因此難以得到所期望的形狀的燒結體。又，例如積層晶片電感器時，由於將Ag、Ag-Pd等的電極材料與肥粒鐵的積層體予以同時燒成，因為電極與肥粒鐵的界面反應(相互擴散)，會造成電極的斷線及肥粒鐵原本的特性的劣化。又較佳的燒結溫度為 $860\sim 1040^{\circ}\text{C}$ 。進而，將上述Ag、Ag-Pd等的電極材料與肥粒鐵的積層體予以同時燒成時，燒結溫度較佳為 900°C 以下，當然地，若本發明的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末不與Ag、Ag-Pd等的電極材料同時燒成時，可將燒結溫度的上限設為 1050°C 。

【0036】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵燒結體，可因應用途來製成指定的形狀，藉此可作為積層晶片電感器、電感元件、其他電子零件用的磁性材料來使用。

【0037】接下來，對於本發明中的生坯薄片來進行說明。

【0038】所謂生坯薄片，係藉由將上述Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末與黏合材料、可塑劑及溶劑等進行混合來製成塗

料，並利用刮刀式塗佈機等，將該塗料成膜至數 μm 至數百 μm 的厚度後，進行乾燥而成的薄片。在重疊該薄片後，進行加壓來製成積層體，因應用途可藉由在指定的溫度下使該積層體進行燒結，從而得到積層晶片電感器、電感元件、其他電子零件。

【0039】本發明中的生坯薄片，相對於本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末100重量份，含有2~20重量份的黏合材料、0.5~15重量份的可塑劑。較佳為含有4~15重量份的黏合材料、1~10重量份的可塑劑。又，亦可藉由成膜後的不充分的乾燥來殘留溶劑。進而，因應所需亦可添加黏度調整劑等的周知添加劑。

【0040】黏合材料的種類有聚乙烯醇縮丁醛、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸甲酯、氯乙烯、聚甲基丙烯酸酯、乙烯纖維素、松香酸樹脂等。較佳的黏合材料為聚乙烯醇縮丁醛。

【0041】黏合材料若未滿2重量份時，生坯薄片會變脆，又，為了具有強度，不需要超過20重量份的含量。

【0042】可塑劑的種類有鄰苯二甲酸苄基-n-丁酯、丁基鄰苯二甲醯基乙醇酸丁酯、鄰苯二甲酸二丁酯、鄰苯二甲酸二甲酯、聚乙二醇酯、鄰苯二甲酸酯、硬脂酸丁酯、乙酸甲酯等。

【0043】可塑劑若未滿0.5重量份時，生坯薄片會變硬，變得容易產生裂紋。可塑劑若超過15重量份時，生坯薄片會變軟而難以處理。

【0044】在本發明中的生坯薄片的製造時，相對於Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末100重量份，使用15~150重量份的溶劑。溶劑若為上述範圍外時，無法得到均勻的生坯薄片，因此，將此者進行燒結而得到的積層晶片電感器、電感元件、其他電子零件容易成為在特性上具有不均的製品。

【0045】溶劑的種類有丙酮、苯、丁醇、乙醇、甲基乙基酮、甲苯、丙醇、異丙醇、乙酸n-丁酯、3甲基-3甲氧基-1丁醇等。

【0046】積層壓力係以 $0.2 \times 10^4 \sim 0.6 \times 10^4 \text{ t/m}^2$ 為較佳。

【0047】接下來，對於本發明相關的肥粒鐵薄片來進行說明。

【0048】本發明中，將Ni-Zn-Cu系肥粒鐵燒結體製成板狀來使用，可製成肥粒鐵薄片。

【0049】本發明中的板狀的肥粒鐵燒結體的厚度係以0.01~1mm為較佳。又較佳為0.02~1mm，更佳為0.03~0.5mm。

【0050】本發明相關的肥粒鐵薄片中，可在肥粒鐵燒結板的至少一個表面上設置黏著層。黏著層的厚度係以0.001~0.1mm為較佳。

【0051】本發明相關的肥粒鐵薄片中，可在肥粒鐵燒結板的至少一個表面上設置保護層。保護層的厚度係以0.001~0.1mm為較佳。

【0052】作為本發明中的黏著層，可舉出雙面黏著膠

帶。作為雙面黏著膠帶並無特別限制，能夠使用周知的雙面黏著膠帶。又，作為黏著層，可以是在肥粒鐵燒結板的一面上，依序積層黏著層、具有彎曲性且伸縮性的薄膜或薄片、黏著層及脫模薄片。

【0053】本發明中的保護層，藉由設置此者，從而可提高對於將肥粒鐵燒結板分割時的掉粉的可靠性及耐久性。作為該保護層，只要是在使肥粒鐵薄片彎曲時不會斷裂而且延伸的樹脂即可，並無特別限制，可示例如PET薄膜等。

【0054】本發明相關的肥粒鐵薄片，為了使密著並貼附於彎曲的部分、且為了防止在使用時的破裂，可將預先設置於肥粒鐵燒結板的至少一個表面的至少1個溝槽作為起點，來構成能被分割的肥粒鐵燒結板。前述溝槽可為連續形成，亦可為斷續形成，又，藉由形成多數的微小凹部，亦可替代溝槽來使用。溝槽係以截面為U字型或V字型為宜。

【0055】本發明相關的肥粒鐵薄片，為了使密著並貼附於彎曲的部分、且為了防止在使用時的破裂，以預先將肥粒鐵燒結板分割成小片狀為較佳。例如，以預先設置於肥粒鐵燒結板的至少一個表面的至少1個溝槽作為起點，來分割肥粒鐵燒結板，或以不形成溝槽來將肥粒鐵燒結板分割並製成小片狀之方法，以上皆可。

【0056】肥粒鐵燒結板係被溝槽區分為任意大小的三角形、四邊形、多角形或該等的組合。例如，三角形、四

邊形、多角形的1邊長度通常為1~12mm，被附著物的接著面若為曲面時，較佳為1mm以上且為其曲率半徑的1/3以下，又較佳為1mm以上且為1/4以下。形成溝槽時，並非在溝槽以外的地方破裂成為不定形狀，平面是當然地，亦可密著或實質上密著於圓柱狀的側曲面及多少具有凹凸的面上。

【0057】在肥粒鐵燒結板上形成的溝槽的開口部的寬度，通常較佳為250 μ m以下，又較佳為1~150 μ m。開口部的寬度若超過250 μ m時，肥粒鐵燒結板的導磁率的降低會變大，故不佳。又，溝槽的深度，通常為肥粒鐵燒結板的厚度的1/20~3/5。尚，厚度若為0.1mm~0.2mm的較薄的燒結肥粒鐵板時，溝槽的深度較佳為燒結肥粒鐵板的厚度的1/20~1/4，又較佳為1/20~1/6。

[實施例]

【0058】以下為表示本發明中的實施例，來具體的說明本發明。

【0059】

[Fe₂O₃原料的比表面積之測定]

Fe₂O₃原料的比表面積係使用「Macrosorb HM model-1208」(Mountech股份有限公司製)，依據BET法來進行測定。將實施例、比較例中使用的各Fe₂O₃原料的比表面積記載於表1中。

【0060】

[肥粒鐵組成之測定]

上述之肥粒鐵心用的肥粒鐵預燒結粉末的組成係使用多元素同時螢光X線分析裝置Simultix 14((股)Rigaku)來進行測定。

【0061】

[結晶相之鑑定・定量]

構成肥粒鐵的結晶相係使用D8 ADVANCE來進行評估。

【0062】

[晶粒尺寸、扭曲(distortion)、晶格常數]

肥粒鐵的晶粒尺寸、扭曲及晶格常數係與前述X線繞射以相同之方式，使用D8 ADVANCE，藉由TOPAS軟體Ver.4來進行評估。

【0063】

[肥粒鐵心的磁特性之測定]

將上述之肥粒鐵心用的肥粒鐵預燒結粉末15g及稀釋成6.5%的PVA水溶液1.5mL的混合粉末，投入至外徑20mm ϕ 、內徑10mm ϕ 的模具中，藉由壓製機以1ton/cm²來進行壓縮，並以860、880、900、920℃進行燒成2小時，從而得到用來測定初導磁率的肥粒鐵的環心。

【0064】環心的初導磁率係使用阻抗/材料分析器E4991A(Agilent Technologies(股)製)，在100kHz及1MHz的頻率下來進行測定。

【0065】

[肥粒鐵心的燒結密度之測定]

前述之磁特性測定用的肥粒鐵燒結體的燒結密度係測定外徑、內徑尺寸及重量，並經計算而求得。

【0066】

實施例 1：

以使 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵的組成成為指定的組成之方式來秤量各氧化物原料並進行濕式混合後，將混合漿料進行濾取・乾燥，從而得到原料混合粉末 (Fe_2O_3 原料為使用表 1 的氧化鐵(1))。將該原料混合粉末在大氣中以 750~850℃ 燒成 2 小時，將所得到的預燒成物利用振動磨機來進行粉碎，得到本發明相關的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末。將所得到的粉末的組成、晶粒尺寸、扭曲及晶格常數記載於表 2 中。

【0067】將所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末藉由前述之方法來製成成形體。將該成形體在大氣中以燒結溫度 860~920℃ 進行燒結 2 小時，將所得到的肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率(100kHz、1MHz)記載於表 2 中。

【0068】將所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵藉由 XRD 之評估，可確認為尖晶石肥粒鐵的單相。

【0069】

實施例 2、3：

除了將組成範圍進行各種變更以外，其餘採用與實施例 1 為相同之方式而得到 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末。將所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表 2 中。又，使用所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末，採用與實

施例 1 為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率 (100kHz、1MHz) 記載於表 2 中。

【0070】

實施例 4、5：

除了將組成範圍進行各種變更，並追加 Co 以外，其餘採用與實施例 1 為相同之方式而得到 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末。將所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表 2 中。又，使用所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末，採用與實施例 1 為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率 (100kHz、1MHz) 記載於表 2 中。

【0071】

比較例 1：

除了將組成範圍進行各種變更以外，其餘採用與實施例 1 為相同之方式而得到 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末。將所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表 2 中。又，使用所得到的 Ni-Zn-Cu 肥粒鐵粉末，採用與實施例 1 為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率 (100kHz、1MHz) 記載於表 2 中。

【0072】

比較例 2：

除了作為 Fe_2O_3 原料為使用表 1 中之氧化鐵原料 (2) 以

外，其餘採用與實施例1為相同之方式而得到Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末。將所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表2中。又，使用所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末，採用與實施例1為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率(100kHz、1MHz)記載於表2中。

【0073】

比較例3：

除了作為 Fe_2O_3 原料為使用表1中之氧化鐵原料(3)以外，其餘採用與實施例1為相同之方式而得到Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末。將所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表2中。又，使用所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末，採用與實施例1為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率(100kHz、1MHz)記載於表2中。

【0074】

比較例4：

除了作為 Fe_2O_3 原料為使用表1中之氧化鐵原料(4)以外，其餘採用與實施例1為相同之方式而得到Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末。將所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表2中。又，使用所得到的Ni-Zn-Cu肥粒鐵粉末，採用與實施例1為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率(100kHz、1MHz)記載於表2中。

【 0075】

比較例 5：

除了作為 Fe_2O_3 原料為使用表 1 中之氧化鐵原料 (2) 以外，其餘採用與實施例 4 為相同之方式而得到 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末。將所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表 2 中。又，使用所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末，採用與實施例 1 為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率 (100kHz、1MHz) 記載於表 2 中。

【 0076】

比較例 6：

除了作為 Fe_2O_3 原料為使用表 1 中之氧化鐵原料 (2) 以外，其餘採用與實施例 5 為相同之方式而得到 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末。將所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末的組成、晶粒尺寸及扭曲記載於表 2 中。又，使用所得到的 Ni-Zn-Cu-Co 肥粒鐵粉末，採用與實施例 1 為相同之方式來製作肥粒鐵燒結體，將該肥粒鐵燒結體的燒結密度及初導磁率 (100kHz、1MHz) 記載於表 2 中。

【 0077】

[表1]

	氧化鐵原料 (1)	氧化鐵原料 (2)	氧化鐵原料 (3)	氧化鐵原料 (4)
BET (m ² /g)	15.8	4.7	5.9	4.1

【 0078】

[表2]

	磁性粉										燒結體									
	組成					XRD					燒結密度 (g/cm ³)					p' at 100kHz (-)				
	Fe ₂ O ₃ (mol%)	NiO (mol%)	ZnO (mol%)	CuO (mol%)	Co ₂ O ₃ (mol%)	晶粒 尺寸 (nm)	扭曲 (-)	晶格 常數 (Å)			860 (°C)	880 (°C)	900 (°C)	920 (°C)		860 (°C)	880 (°C)	900 (°C)	920 (°C)	
實施例1	48.61	9.53	33.41	8.45	0.00	144	0.295	8.4175			5.01	5.13	5.20	5.22		489	786	1228	1562	1689
實施例2	48.29	9.38	33.73	8.60	0.00	148	0.281	8.4179			5.05	5.16	5.23	5.25		486	777	1224	1538	1643
實施例3	48.44	9.33	33.63	8.60	0.00	158	0.266	8.4170			5.05	5.14	5.23	5.24		503	799	1232	1594	1660
實施例4	48.47	9.49	33.26	8.45	0.33	141	0.275	8.4178			5.00	5.17	5.22	5.25		383	656	892	1049	1078
實施例5	48.13	15.33	24.95	10.96	0.63	143	0.290	8.4026			5.06	5.19	5.25	5.28		-	-	-	-	284
比較例1	49.10	9.19	33.22	8.49	0.00	133	0.224	8.4171			3.75	3.81	4.03	4.05		24	32	37	49	48
比較例2	48.53	9.59	33.26	8.62	0.00	234	0.397	8.4167			4.66	4.86	5.06	5.15		251	409	732	1071	1174
比較例3	48.33	9.68	33.38	8.61	0.00	275	0.411	8.4169			4.56	4.76	4.96	5.13		215	357	725	1249	1390
比較例4	48.18	9.53	33.60	8.69	0.00	187	0.339	8.4165			4.30	4.55	4.78	4.95		151	272	516	857	911
比較例5	48.21	9.45	33.50	8.51	0.33	181	0.430	8.4187			4.97	5.12	5.16	5.22		326	509	706	841	875
比較例6	48.35	15.40	24.84	10.77	0.64	236	0.367	8.4026			4.76	5.01	5.17	5.25		-	-	-	-	267

【0079】本發明相關的Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，即使是在例如860℃等的低溫下進行燒結時，燒結密度仍為5.00g/cm³以上，又，關於在100kHz及1MHz中的導磁率，若以相同的燒結溫度來進行對比時，對比於比較例為變高。因此，適合作為肥粒鐵燒結體及肥粒鐵薄片的前驅物，又，適合作為積層晶片電感器、電感元件、其他電子零件用的磁性粉。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其特徵在於含有49mol%以下的 Fe_2O_3 、5~25mol%的NiO、15~40mol%的ZnO、5~15mol%的CuO及0~3mol%的CoO，晶粒尺寸為180nm以下，

其中，前述Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末係由尖晶石肥粒鐵單相構成。

【請求項2】如請求項1之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其中，不包括扭曲為0.330以下。

【請求項3】如請求項1之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末，其中，於大氣中以860℃進行燒成時，燒結密度為 5.00g/cm^3 以上。

【請求項4】一種燒結體，其係使用請求項1~3中任一項之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末。

【請求項5】一種肥粒鐵薄片，其係使用請求項1~3中任一項之Ni-Zn-Cu系肥粒鐵粉末。