(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3675264号
(P3675264)
(45)発行日　平成17年7月27日(2005.7.27)　(24)登録日　平成17年5月13日(2005.5.13)

(51)Int.Cl.[7]	F I	
C04B 35/622	C04B 35/00	D
B28C 1/04	B28C 1/04	
	C04B 35/00	G

請求項の数 20　(全 29 頁)

(21)出願番号　特願平11-344902
(22)出願日　平成11年12月3日(1999.12.3)
(65)公開番号　特開2001-163675(P2001-163675A)
(43)公開日　平成13年6月19日(2001.6.19)
審査請求日　平成13年12月3日(2001.12.3)

(73)特許権者　000006231
株式会社村田製作所
京都府長岡京市東神足１丁目１０番１号
(74)代理人　100092071
弁理士　西澤　均
(72)発明者　中村　一郎
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
(72)発明者　栗原　弘幸
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

審査官　三崎　仁

最終頁に続く

(54)【発明の名称】セラミックスラリー、セラミックグリーンシート及び積層セラミック電子部品の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項２】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項３】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、

溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項４】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、

前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、

前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項５】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項６】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項７】

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、
溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。
【請求項８】
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、
前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、
前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。
【請求項９】
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、
前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。
【請求項１０】
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、
前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。
【請求項１１】
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、
前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、
溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させ

た後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１２】
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、
前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、
前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と
を具備することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１３】
前記ろ過バインダー溶液として、９９％カットろ過精度で、目開きが２μm以下のフィルターにてろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いることを特徴とする請求項１～１２のいずれかに記載のセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１４】
前記セラミックスラリー（最終分散スラリー）の粘度が０．００３～０．１Pasであることを特徴とする請求項１～１３のいずれかに記載のセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１５】
前記媒体型分散法がボールミル又はビーズミルによる方法であることを特徴とする請求項１～１４のいずれかに記載のセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１６】
前記分散剤として、アニオン系分散剤を用い、その添加量を、アニオン系分散剤の総酸量が、前記セラミック粉末の総塩基量の１０～１５０％となるような量としたことを特徴とする請求項１～１５のいずれかに記載のセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１７】
前記セラミックスラリー（最終分散スラリー）が、セラミックグリーンシートの製造に用いられるものであって、セラミックスラリー中に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質を存在させないようにすることを特徴とする請求項１～１６のいずれかに記載のセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１８】
請求項１～１７のいずれかに記載の製造方法により製造されるセラミックスラリーを、９９％カットろ過精度で、目開きが、前記セラミックグリーンシートの厚みの５倍以下であるフィルターにてろ過することを特徴とするセラミックスラリーの製造方法。

【請求項１９】
請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを、所定の基材上にシート状に成形して、厚さが０．１～１０μmのセラミックグリーンシートを形成することを特徴とするセラミックグリーンシートの製造方法。

【請求項２０】
請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを用いてセラミックグリーンシートを形成し、該セラミックグリーンシートを卑金属内部電極とともに積層、切断、焼成した後、外部電極を形成することを特徴とする積層セラミック電子部品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】
【発明の属する技術分野】
本願発明は、積層セラミックコンデンサやセラミック多層基板などのセラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法、該製造方法により製造されるセラミックスラリーを用いたセラミックグリーンシート及び積層セラミック電子部品の製造方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
積層セラミックコンデンサやセラミック多層基板などの積層セラミック電子部品は、通常、セラミックグリーンシートを積層、圧着し、熱処理して、セラミックや電極を焼結させる工程を経て製造されている。
【０００３】
例えば、図１に示すように、セラミック素子１中に内部電極２が配設されているとともに、セラミック素子１の両端部に、交互に異なる側の端面に引き出された内部電極２と導通するように一対の外部電極３ａ，３ｂが配設された構造を有する積層セラミックコンデンサを製造する場合、通常は、以下のような方法で製造されている。
【０００４】
(1)まず、上述のようにして製造したセラミックグリーンシートに容量形成用の内部電極を配設することにより、電極配設シート１１（図２）を形成する。
(2)次に、図２に示すように、電極配設シート１１を所定枚数積層し、さらにその上下両面側に電極の配設されていないセラミックグリーンシート（外層用シート）２１を積層、圧着することにより、各内部電極２の一端側が交互に異なる側の端面に引き出された積層体（積層圧着体）を形成する。
(3)そして、この積層圧着体を所定の条件で焼成してセラミックを焼結させた後、焼成後の積層体（セラミック素子）１（図１）の両端部に導電性ペーストを塗布、焼付けして、内部電極２と導通する外部電極３ａ，３ｂ（図１）を形成する。
これにより、図１に示すような積層セラミックコンデンサが得られる。
【０００５】
また、積層セラミック多層基板などの他の積層セラミック電子部品も、セラミックグリーンシートを積層する工程を経て製造されている。
【０００６】
ところで、積層セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックグリーンシートは、一般に、セラミック粉末を、分散媒（溶媒）、分散剤、バインダー、可塑剤などと所定の割合で配合し、ビーズミル、ボールミル、アトライタ、ペイントシェーカー、サンドミルなどの媒体型分散機を用いて混合・解砕することにより製造したセラミックスラリーを、ドクターブレード法などの方法により所定の厚さのシートに成形した後、乾燥させることにより製造されている。
【０００７】
しかしながら、近年、積層セラミックコンデンサをはじめとする種々の積層セラミック電子部品に対しては、他の電子素子に対するのと同様に、小型化、高性能化が求められるようになっている。
そして、そのためには、積層セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックグリーンシートを薄くすることが必要になり、近年は、厚みが１０μｍ以下の極めて薄いセラミックグリーンシートを用いることが必要になりつつある。
【０００８】
このように、厚みの薄いセラミックグリーンシートを製造しようとすると、セラミックグリーンシートの製造に用いられるセラミックスラリーとして、セラミック原料粉末が十分に分散しているものを用いることが必要となり、そのためには、セラミック原料粉末として、平均粒径が０．０１～１μｍの微粉末のセラミック原料を用いることが必要になる。

【０００９】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、セラミック粉末を、分散媒（溶媒）、分散剤、バインダー、可塑剤などと所定の割合で配合し、ビーズミル、ボールミル、アトライタ、ペイントシェーカー、サンドミルなどの媒体型分散機を用いて混合・解砕する、従来のセラミックスラリーの製造方法では、１μm以下のセラミック微粉末を十分に分散させることは困難で、均一に分散されたセラミックスラリーを得ることができず、厚みが薄く、しかも高品質なセラミックグリーンシートを製造することは困難であるのが実情である。
【００１０】
すなわち、上述の従来の方法で製造したセラミックスラリーを用いて製造したセラミックグリーンシートは、(1)表面の円滑性が十分ではない、(2)高密度のものが得られず、引張り強度が不十分である、(3)バインダーや可塑剤などの樹脂の分布が不均一となり、積層後の焼成工程における収縮率が部位によりばらつき、十分な寸法精度が得られない、というような問題点がある。なお、これらの問題点は、高重合度のバインダーを用いる場合に特に顕著になる。
【００１１】
また、従来のセラミックスラリーの製造方法では、分散性を向上させるために玉石を充填したボールミルや、ビーズを充填したビーズミルを用いて、強制的な衝突あるいは衝撃力を付与してセラミック粉末を分散させる方法が用いられる場合があるが、その場合、衝突や衝撃による解砕力が大きすぎて、セラミック粉末へのダメージが大きくなり、セラミック粉末の結晶性の低下や、比表面積の増加を招き、所望の電気特性を備えた積層セラミック電子部品を得ることができなくなるという問題点がある。
【００１２】
また、セラミック粉末を含むスラリーを高圧に加圧して流動させ、衝突や衝撃力によってセラミック粉末を分散させる高圧分散の方法が用いられる場合もあるが、高圧分散のみでは、ボールミルやビーズミルなどの媒体型分散法のような強制的な衝突あるいは衝撃力による解砕の方法に比べて解砕力が小さいため、強固に凝集した凝結粒子を十分に解砕することは困難で、十分に分散されたセラミックスラリーを製造することができず、高品質なセラミックグリーンシートを得ることができないという問題点がある。
【００１３】
また何らかの手段により分散処理を施した場合でも、厚さが１０μm以下というような薄いセラミックグリーンシートの場合には、わずかな凝集粒や凝結粒、チリやホコリ、あるいは気泡などが混入すると、セラミックグリーンシートの表面あるいは内部の異物となり、最終的にはショート等といった不良の原因となる。
【００１４】
本願発明は、このような背景に鑑みてなされたものであり、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能で、しかも異物の混入の少ない、セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックスラリーを効率よく製造することが可能なセラミックスラリーの製造方法、該製造方法により製造されるセラミックスラリーを用いたセラミックグリーンシート及び積層セラミック電子部品の製造方法を提供することを目的とする。
【００１５】
【課題を解決するための手段】
上記目的を達成するため、本願発明（請求項１）のセラミックスラリーの製造方法は、
セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、
平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、
前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加

し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００１６】

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより、セラミック粉末が十分に分散されたセラミックスラリーを確実に得ることが可能になる。

すなわち、媒体型分散法と高圧分散法を組み合わせてセラミック粉末を分散させることにより、セラミック粉末の結晶性を損なったり、比表面積が過度に大きくなったりすることを抑制しつつ、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になるとともに、バインダーとして、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いることにより、異物の混入の原因となりやすい、バインダー未溶解物を確実に取り除いて、異物の混入の少ない、セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックスラリーを効率よく製造することが可能になる。

【００１７】

なお、本願発明において、「溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液」とは、バインダーのみを溶媒に溶解させて、ろ過した溶液に限らず、バインダーを、可塑剤や帯電防止剤などの添加成分とともに溶媒に溶解させた後、ろ過した溶液をも含む広い概念である。

【００１８】

また、本願発明においては、「……セラミック粉末と溶媒と分散剤とバインダーとを混合・分散させる……」としているが、これはセラミックスラリーの成分がセラミック粉末と溶媒と分散剤とバインダーのみに限定されることを意味するものではなく、本願は、これら以外に、さらに他の添加成分が添加される場合をも含むものである。

なお、本願発明において、高圧分散法とは、例えば、高圧に加圧した被分散液を壁に衝突させたり、テーパを付けて径を徐々に絞った流路を通過させたりして、分散を行わしめるように構成された高圧分散装置を用いて、スラリーの分散を行う方法を意味する広い概念である。

また、本願発明は、セラミック粉末の平均粒径（電子顕微鏡で求めた平均粒径）が、０．０１～１μmの範囲にある場合に、特に有利に適用されるが、０．０１～１μmの範囲を超える場合にも適用することが可能である。

【００１９】

また、本願発明（請求項２）のセラミックスラリーの製造方法は、

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００２０】

溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーを、１００

kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項１のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【００２１】

また、本願発明（請求項３）のセラミックスラリーの製造方法は、

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、

溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００２２】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、ろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００２３】

また、本願発明（請求項４）のセラミックスラリーの製造方法は、

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、

前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、

前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリーを得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００２４】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、ろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００２５】

また、本願発明（請求項５）のセラミックスラリーの製造方法は、

セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過するこ

とにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００２６】

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより、セラミック粉末が十分に分散されたセラミックスラリーを確実に得ることが可能になる。

すなわち、媒体型分散法と高圧分散法を組み合わせてセラミック粉末を分散させることにより、セラミック粉末の結晶性を損なったり、比表面積が過度に大きくなったりすることを抑制しつつ、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になるとともに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液の形でバインダーを添加することにより、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止して、セラミック粉末の分散性をさらに向上させることが可能になる。

【００２７】

また、本願発明（請求項６）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００２８】

溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項５のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【００２９】

また、本願発明（請求項７）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、

溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００３０】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止し、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００３１】

また、本願発明（請求項８）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、

前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、

前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００３２】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止し、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００３３】

また、本願発明（請求項９）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００３４】

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ

過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより、セラミック粉末が十分に分散されたセラミックスラリーを確実に得ることが可能になる。

すなわち、媒体型分散法と高圧分散法を組み合わせてセラミック粉末を分散させることにより、セラミック粉末の結晶性を損なったり、比表面積が過度に大きくなったりすることを抑制しつつ、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になるとともに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液の形でバインダーを添加するようにした場合、バインダーを、より確実に溶解し、かつ、異物やμmサイズの凝集物のない状態で添加することが可能になり、さらにセラミック粉末の分散性を向上させることが可能になる。

【００３５】

また、本願発明（請求項１０）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００３６】

溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項９のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【００３７】

また、本願発明（請求項１１）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得る混合・解砕工程と、

前記混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより一次分散スラリーを得る一次高圧分散工程と、

溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を、前記一次分散スラリーに添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る二次高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００３８】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、

セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００３９】

また、本願発明（請求項１２）のセラミックスラリーの製造方法は、セラミック電子部品の製造に用いられるセラミックスラリーの製造方法において、

平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して一次混合・解砕スラリーを得る一次混合・解砕工程と、

前記一次混合・解砕工程において混合・解砕することにより得た一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して二次混合・解砕スラリーを得る二次混合・解砕工程と、

前記二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させることにより分散スラリー（最終分散スラリー）を得る高圧分散工程と

を具備することを特徴としている。

【００４０】

セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【００４１】

また、請求項１３のセラミックスラリーの製造方法は、前記ろ過バインダー溶液として、９９％カットろ過精度で、目開きが２μm以下のフィルターにてろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いることを特徴としている。

【００４２】

バインダー溶液について、９９％カットろ過精度で、目開きが２μm以下のフィルターにてろ過を行うようにした場合、確実にバインダー未溶解物を取り除くことが可能になり、本願発明をさらに実効あらしめることができる。

【００４３】

なお、ここで、９９％カット精度とは、ろ過機において９９％カット精度の値より大きな粒子を９９％以上補足することを意味し、例えば、ＡＮＳＩ　Ｂ９３　３１－１９７３に基づいたシングルパスＦ－２試験による方法が挙げらる。

また、９９％カットろ過精度で、目開きが２μm以下のフィルターにてろ過を行うとは、９９％カット精度で２μm以下のろ過を施すことを意味する概念である。

また、ろ過膜の材質としては、金属、PTFE、ポリプロピレン、ナイロンなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。

また、ここで使用されるろ過膜などのろ過エレメントの構成としては、メンブランと称される板状のもの、サーフィスと称されるメンブランを折り込んだもの、デプスと称されるろ過膜の材質を糸状にしてそれを巻いたものなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。

また、ろ過機の使用の態様としては、一つのカット精度を有するろ過機のみを使用する場合や、異なるカット精度を有する複数のろ過機を連続的に使用する場合などが例示されるが、その具体的な態様には特別の制約はない。

【００４４】

また、請求項１４のセラミックスラリーの製造方法は、前記セラミックスラリー（最終分散スラリー）の粘度が０．００３～０．１Pasであることを特徴としている。

【００４５】
分散スラリー（最終分散スラリー）の粘度が０．００３～０．１Pasとなるようにした場合、シート状に成形してセラミックグリーンシートを作製する工程で用いるのに適したセラミックスラリーを得ることができるようになり、本願発明をさらに実効あらしめることができる。
なお、粘度が低い方が、より薄いグリーンシートの成形に適しているが、粘度が０．００３Pas未満になると保形性が悪化し、シート厚みのバラツキが生じるというような問題が発生するため、粘度は０．００３～０．１Pasの範囲とすることが望ましい。
【００４６】
また、請求項１５のセラミックスラリーの製造方法は、前記媒体型分散法がボールミル又はビーズミルによる方法であることを特徴としている。
【００４７】
媒体型分散法として、ボールミル又はビーズミルを用いる方法を適用した場合、確実にセラミックの凝結粒子を解砕することができるようになり、本願発明を実効あらしめることができる。
なお、本願発明においては、上述のボールミル及びビーズミルの他に、例えば、アトライタ、ペイントシェーカー、サンドミルなどの媒体型分散機などを用いる方法を適用することも可能である。
【００４８】
また、請求項１６のセラミックスラリーの製造方法は、前記分散剤として、アニオン系分散剤を用い、その添加量を、アニオン系分散剤の総酸量が、前記セラミック粉末の総塩基量の１０～１５０％となるような量としたことを特徴としている。
【００４９】
本願発明において、好適に用いることが可能なアニオン系分散剤としては、カルボン酸基、マレイン酸基、スルホン酸基、リン酸基等を分子内に有するアニオン系分散剤が例示される。なお、金属イオンを含まないポリカルボン酸タイプやポリマレイン酸タイプなどがさらに好適なアニオン系分散剤として例示される。
【００５０】
また、アニオン系分散剤の添加割合は、その総酸量が、セラミック粉末の総塩基量の１０～１５０％となるような範囲であることが好ましい。これは、アニオン系分散剤の添加割合が、その総酸量がセラミック粉末の総塩基量の１０％未満になると、十分な分散効果が発揮されず、また、１５０％を超えて添加しても、分散効果の顕著な向上が認められないことによる。
なお、アニオン系分散剤の総酸量及びセラミック粉末の総塩基量は滴定法などの方法により定量することができる。
【００５１】
また、請求項１７のセラミックスラリーの製造方法は、前記セラミックスラリー（最終分散スラリー）が、セラミックグリーンシートの製造に用いられるものであって、セラミックスラリー中に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質を存在させないようにすることを特徴としている。
【００５２】
セラミックスラリー（最終分散スラリー）中に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質を存在させないようにすることにより、セラミックスラリーをシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した場合に、表面に突起などがなく、平滑性、均一性に優れたセラミックグリーンシートを確実に得ることが可能になる。
なお、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質とは、長さ、厚さ、幅などのいずれかの最大寸法がセラミックグリーンシートの厚みを超えるような物質を意味する概念であり、固体、結晶性の物質、などに限らず、ゲル状の物質などをも含む概念であり、具体的には、空気中のゴミ、ホコリ、分散が不十分な場合や分散後の

再凝集により生成する複数のセラミック粒子からなる凝集体などがありうるが、その種類は問わない。

セラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質を存在させないようにするための方法としては、例えば、ろ過や遠心分離などの方法で分離操作により分離する方法、予めそのような物質が存在しない状態で各成分を調合してセラミックスラリーを調製する方法などが例示される。

【００５３】

また、請求項１８のセラミックスラリーの製造方法は、請求項１～１７のいずれかに記載の製造方法により製造されるセラミックスラリーを、９９％カットろ過精度で、目開きが、前記セラミックグリーンシートの厚みの５倍以下であるフィルターにてろ過することを特徴としている。

【００５４】

セラミックスラリーを、９９％カットろ過精度で、目開きが、セラミックグリーンシートの厚みの５倍以下であるフィルターにてろ過することにより、セラミックスラリーをシート状に成形してセラミックグリーンシートを製造する場合に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質の混入により、表面に突起が生じたり、平滑性や均一性が低下したりすることを防止して、平滑性や均一性に優れたセラミックグリーンシートを確実に得ることが可能になる。

すなわち、セラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質がセラミックスラリー中に存在する場合には、この物質がセラミックグリーンシートの表面に突出したり、あるいは、セラミックグリーンシートの内部に存在して、最終的にはショート等の不良の原因となるが、９９％カットろ過精度で、目開きがセラミックグリーンシートの厚みの５倍以下のフィルターにてろ過することにより、このような物質を確実に除去することが可能になる。

【００５５】

なお、９９％カット精度とは、ろ過機において９９％カット精度の値より大きな粒子を９９％以上補足することを意味する。

また、９９％カットろ過精度で、目開きが、セラミックグリーンシートの厚みの５倍以下とは、例えば、セラミックグリーンシートの厚みが２μmのときには、９９％カット精度で１０μm以下のろ過を施すことを意味する概念である。

なお、本願発明においては、９９％カット精度がセラミックグリーンシートの厚み以下であることは必須ではなく、９９％カット精度で、目開きがセラミックグリーンシートの厚みの５倍より小さなフィルターでろ過を施せば足りる。発明者は、９９％カット精度でセラミックグリーンシートの厚みの５倍より小さなろ過を施すことにより、セラミックグリーンシートの厚さより大きい物質をほぼ完全に除くことができることを、繰り返して行った種々の実験により確認している。

なお、９９％カット精度としては、セラミック粉の平均粒径の３倍以上で、かつ、セラミックグリーンシートの厚さの３倍以下とすることがより好ましい。これにより、セラミックグリーンシートの厚さより大きい物質をより確実に除去することが可能になるとともに、ろ過工程に要する時間を短くして、生産性を向上させることが可能になる。

【００５６】

また、ろ過膜の材質としては、金属、PTFE、ポリプロピレン、ナイロンなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。また、ろ過エレメントの構成としては、メンブランと称される板状のもの、サーフィスと称されるメンブランを折り込んだもの、デプスと称されるろ過膜の材質を糸状にしてそれを巻いたものなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。

【００５７】

また、ろ過機の使用の態様としては、一つのカット精度を有するろ過機のみを使用する場合や、異なるカット精度を有する複数のろ過機を連続的に使用する場合などが例示されるが、その具体的な態様には特別の制約はない。

なお、より好ましいろ過機の使用の態様としては、まず、第一のろ過機としてデプス型のろ過機を使用し、ついで第二のろ過機としてメンブラン型又はサーフィス型のろ過機を使用し、かつ、第一のろ過機の９９％カット精度より第二のろ過機の９９％カット精度を高くするようにした態様が例示される。これにより、ろ過機当たりの物質集塵量が多い一次ろ過の工程では、処理容量の大きいデプス型ろ過機により大部分の物質を除去し、ついで、物質集塵量の少ない二次ろ過の工程では、カット精度の高いメンブラン型又はサーフィス型のろ過機により精度の高いろ過を行うことが可能になり、長寿命かつ高精度のろ過を実現することが可能になる。

【００５８】

また、本願発明（請求項１９）のセラミックグリーンシートの製造方法は、請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを、所定の基材上にシート状に成形して、厚さが０．１～１０μmのセラミックグリーンシートを形成することを特徴としている。

【００５９】

請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーにおいては、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末が分散媒に十分に分散しており、これをシート状に成形することにより、厚さが薄く（０．１～１０μm）、高品質のセラミックグリーンシートを確実に製造することが可能になる。すなわち、表面の円滑性に優れ、高密度で、引張り強度が大きく、しかも、バインダーや可塑剤などの樹脂の分布が均一な、積層セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックグリーンシートを得ることが可能になる。そして、このセラミックグリーンシートを用いて積層セラミック電子部品を製造した場合、所望の特性を有する高品質で信頼性の高い積層セラミック電子部品を得ることが可能になる。

【００６０】

また、請求項２０記載の積層セラミック電子部品の製造方法は、請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを用いてセラミックグリーンシートを形成し、該セラミックグリーンシートを卑金属内部電極とともに積層、切断、焼成した後、外部電極を形成することを特徴としている。

【００６１】

本願発明の方法により製造されたセラミックスラリーを用いてセラミックグリーンシートを形成し、該セラミックグリーンシートを卑金属内部電極とともに積層、切断、焼成した後、外部電極を形成することにより、所望の特性を有する高品質で信頼性の高い積層セラミック電子部品を得ることが可能となる。

【００６２】

【発明の実施の形態】

以下、本願発明の実施の形態を示してその特徴とするところをさらに詳しく説明する。

本願発明を実施するにあたっては、セラミック粉末の種類や具体的な組成に特別の制約はなく、チタン酸バリウム系、チタン酸ストロンチウム系、チタン酸鉛系などの誘電体セラミック粉末、フェライト系などの磁性体セラミック粉末、圧電体セラミック粉末、アルミナ、シリカなどの絶縁体セラミック粉末などの種々のセラミック粉末を用いたセラミックスラリーに広く適用することが可能である。

【００６３】

また、セラミック粉末の粒径については、基本的には高圧分散装置を通過する径であれば問題なく適用できるが、従来の分散方法では分散が困難とされている、電子顕微鏡で求めた平均粒径が０．０１～１μmの微細なセラミック粉末に適用されるとき、この発明による効果が最も発揮される。

【００６４】

また、セラミック粉末は、添加物や夾雑物を含有していてもよい。例えば、セラミック粉末がチタン酸バリウムを主成分としている場合に、添加剤としてガラス、酸化マグネシウム、酸化マンガン、酸化バリウム、希土類酸化物、酸化カルシウム成分などを含有して

いてもよい。

【００６５】

また、本願発明においては、溶媒（分散媒）の種類に特別の制約はなく、例えば、トルエン、キシレンなどの芳香族系や、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコールなどのアルコール系などの溶媒を用いることが可能であり、また、これらのうちの１種を単独で使用してもよく、また、混合して用いてもよい。また、溶媒（分散媒）としては、さらに他の有機溶剤を用いることも可能であり、また、水を用いることも可能である。

また、本願発明において用いることが可能な分散剤には特別の制約はなく、カルボン酸塩、スルホン酸塩、リン酸塩などの種々の分散剤を用いることが可能であり、好ましいものとして、ノニオン系で、金属イオンを含まないポリカルボン酸タイプのものが例示される。

【００６６】

また、バインダーとしては、ポリビニルブチラール樹脂、セルロース系樹脂、アクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、ポリビニルアルコール樹脂などを用いることが可能であるが、目的とするセラミックグリーンシートに応じて、適宜その種類及び量が選択される。

【００６７】

また、本願発明のセラミックスラリーは可塑剤を含むことが可能であるが、その場合の可塑剤としては、ポリエチレングリコール、フタル酸エステルなどの種々の可塑剤が適宜用いられる。また、その量は、目的とするセラミックグリーンシートに応じて選択される。

なお、上述のセラミック粉末、分散媒、分散剤、可塑剤などについての諸条件は、本願のすべての請求項の発明にあてはまるものである。

【００６８】

以下に、具体的な実施例を示して、本願発明をさらに詳しく説明する。

［実施例１］

(1)まず、市販の粒径０．２μmの誘電体材料１００重量部（添加成分を含むセラミック粉末で、平均塩基量は４０μmol／g）に対し、平均酸量９６０μmol／gのアニオン系分散剤２重量部（日本油脂（株）製）（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４８％となる量）、アクリルバインダー１０重量部をトルエン７０重量部及びエチルアルコール７０重量部に溶解し、９９％カットろ過精度で、目開きが１μmのフィルターにてろ過することにより調製したろ過バインダー溶液、可塑剤としてフタル酸エステルであるジオクチルフタレイト（以下「ＤＯＰ」）１．４重量部を配合するとともに、これに、直径２mmのジルコニア製の玉石５００重量部を添加する。

(2)次いで、この配合スラリーを、５時間ボールミルにより混合・解砕する。

(3)それから、ボールミルで混合・解砕した混合・解砕スラリーを、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで２０回処理してセラミックグリーンシート製造用のセラミックスラリー（最終分散スラリー）を得る。

【００６９】

そして、このようにして得たセラミックスラリーの分散性を、マイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、粒度分布の積算９０％粒子径（Ｄ９０）は０．４５μmであった。

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．７％であった。

【００７０】

次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。

そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは６１nmで、密度比は０．９８であった

。

【００７１】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、図１に示すように、セラミック素子１中に内部電極２が配設されているとともに、セラミック素子１の両端部に、交互に異なる側の端面に引き出された内部電極２と導通するように一対の外部電極３ａ，３ｂが配設された構造を有する積層セラミックコンデンサを製造した。

【００７２】

なお、積層セラミックコンデンサの製造方法は以下の通りである。

(1)まず、上述のようにして作製したセラミックグリーンシートに、Ｎｉペーストをスクリーン印刷することにより、容量形成用の内部電極が配設された電極配設シートを形成する。

(2)次に、図２に示すように、電極配設シート１１を所定枚数（ここでは７０層）積層し、さらにその上下両面側に電極の配設されていないセラミックグリーンシート（外層用シート）２１を積層、圧着することにより、各内部電極２の一端側が交互に異なる側の端面に引き出された積層体（積層圧着体）を形成する。

(3)そして、この積層圧着体を、ダイサーにより所定のサイズにカットした後、脱バインダー及び焼成を行う。

脱バインダーは、窒素雰囲気中で熱処理することにより行う。

また、焼成は、弱還元性雰囲気で所定の温度に加熱することにより行う。

(4)それから、焼成後の積層体（セラミック素子）１の両端部に銀を導電成分とする導電性ペーストを塗布、焼付けすることにより、内部電極２と導通する外部電極３ａ，３ｂ（図１）を形成する。

これにより、図１に示すような、Ｎｉを内部電極２とする積層セラミックコンデンサが得られる。

【００７３】

上記のようにして製造した積層セラミックコンデンサのショート率（ショート発生率）を測定した結果、２．８％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【００７４】

［実施例２］

(1)まず、市販の粒径０．２μmの誘電体材料１００重量部（主成分及び添加成分を含む。また全ての平均塩基量は４０μmol／g）に対し、アニオン系分散剤（日本油脂（株）製、平均酸量９６０μmol／g）２重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４８％となる量）、トルエンとエタノールそれぞれ３５重量部を配合するとともに、直径２mmのジルコニア製の玉石５００重量部を添加する。

(2)次いで、この配合スラリーを５時間ボールミルにより混合・解砕する。

(3)その後、ボールミルで混合・解砕した混合・解砕スラリーを取り出し、これに、予め、バインダーとしてアクリル樹脂系のバインダー１０重量部、可塑剤としてフタル酸エステルであるジオクチルフタレイト（ＤＯＰ）１．４重量部、溶媒としてトルエン３５重量部とエタノール３５重量部をあわせて撹拌溶解し、９９％カットろ過精度で、目開きが１μmのフィルターにてろ過することにより調製しておいたろ過バインダー溶液を添加する。

(4)次いで、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで１５回処理してセラミックグリーンシート製造用のセラミックスラリー（最終分散スラリー）を得る。

【００７５】

そして、このようにして得たセラミックスラリーの分散性を、マイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４４μmであった。

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．８％であった。

【００７６】
次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。
そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは５９nmで、密度比は０．９９であった。
【００７７】
次に、このセラミックグリーンシートを用いて積層セラミックコンデンサを製造した。
なお、積層セラミックコンデンサの製造方法は、上記実施例１の場合と同様であることから、重複を避けるため、説明を省略する。
製造した積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、２．９％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。
【００７８】
［実施例３］
(1)市販の粒径０．２μmの誘電体材料１００重量部（主成分及び添加成分を含む。また全ての平均塩基量は４０μmol／g）に対し、アニオン系分散剤（日本油脂（株）製、平均酸量９６０μmol／g）２重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４８％となる量）、トルエンとエタノールそれぞれ３５重量部を配合するとともに、直径２mmのジルコニア製の玉石５００重量部を添加する。
(2)それから、この配合スラリーを５時間ボールミルにより混合・解砕する。
(3)その後、ボールミルで混合・解砕した混合・解砕スラリーを取り出し、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで１０回処理して分散スラリー（一次分散スラリー）を得る。
(4)次に、この一次分散スラリーに、予め、バインダーとしてアクリル樹脂系のバインダー１０重量部、可塑剤としてフタル酸エステル（ＤＯＰ）１．４重量部、溶媒としてトルエンとエタノールそれぞれ３５重量部をあわせて撹拌溶解し、９９％カットろ過精度で、目開きが１μmのフィルターにてろ過することにより調製しておいたろ過バインダー溶液を添加する。
(5)それから、さらに、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで５回処理してセラミックグリーンシート製造用の二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る。
【００７９】
そして、このようにして得たセラミックスラリー（最終分散スラリー）の分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４３μmであった。
また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は８．２％であった。
【００８０】
次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。
そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは５４nmで、密度比は１．００であった。
【００８１】
次に、このセラミックグリーンシートを用いて、実施例１の場合と同様の手順で、積層セラミックコンデンサを製造した。
得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、２．６％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【００８２】
［実施例４］
(1)まず、市販の粒径０．２μmの誘電体材料１００重量部（主成分及び添加成分を含む。また全ての平均塩基量は４０μmol／g）に対し、アニオン系分散剤（日本油脂（株）製、平均酸量９６０μmol／g）２重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４８％となる量）、トルエンとエタノールそれぞれ３５重量部を配合するとともに、直径２mmのジルコニア製の玉石５００重量部を添加する。
(2)それから、この配合スラリーを５時間ボールミルにより混合・解砕する。
(3)その後、ボールミルで混合・解砕した混合・解砕スラリーを取り出し、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで１０回処理して分散スラリー（一次分散スラリー）を得る。
(4)次に、この一次分散スラリーに、予め、バインダーとしてアクリル樹脂系のバインダー１０重量部、可塑剤としてフタル酸エステル（ＤＯＰ）１．４重量部、溶媒としてトルエンとエタノールそれぞれ３５重量部をあわせて撹拌溶解し、さらに、６５℃で５時間、加熱還流を行った後、９９％カットろ過精度で、目開きが１μmのフィルターにてろ過することにより調製しておいたろ過バインダー溶液を添加する。
(5)それから、さらに、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで５回処理してセラミックグリーンシート製造用の二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る。
【００８３】
このようにして得たセラミックスラリー（最終分散スラリー）の分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４２μmであった。
また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は８．１％であった。
【００８４】
次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。
そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは５５nmで、密度比は１．００であった。
【００８５】
次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを製造した。
得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、１．４％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。
【００８６】
［実施例５］
(1)まず、市販の粒径０．２μmの誘電体材料１００重量部（主成分及び添加成分を含む。また全ての平均塩基量は４０μmol／g）に対し、アニオン系分散剤（日本油脂（株）製、平均酸量９６０μmol／g）２重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４８％となる量）、トルエンとエタノールそれぞれ３５重量部を配合するとともに、直径２mmのジルコニア製の玉石５００重量部を添加する。
(2)それから、このスラリーを５時間ボールミルにより混合・解砕する。
(3)その後、ボールミルで混合・解砕した混合・解砕スラリーを取り出し、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで１０回処理して分散スラリー（一次分散スラリー）を得る。
(4)次に、この一次分散スラリーに、予め、バインダーとしてアクリル樹脂系のバインダー１０重量部、可塑剤としてフタル酸エステル（ＤＯＰ）１．４重量部、溶媒としてト

ルエンとエタノールそれぞれ３５重量部をあわせて撹拌溶解した後、さらに、高圧分散装置により、圧力１０００kg／cm^2、処理量３００cc／minで５回処理した後、９９％カットろ過精度で、目開きが０．１μmのフィルターにてろ過することにより調製しておいたろ過バインダー溶液を添加する。

(5)それから、さらに、高圧分散装置により、圧力１３００kg／cm^2、処理量３００cc／minで５回処理してセラミックグリーンシート製造用の二次分散スラリー（最終分散スラリー）を得る。

【００８７】

このようにして得たセラミックスラリー（最終分散スラリー）の分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４１μmであった。

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は８．２％であった。

【００８８】

次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。

そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは５３nmで、密度比は１．００であった。

【００８９】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、０．６％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【００９０】

［実施例６］

バインダーをポリビニルブチラールに変更したこと以外は、上記実施例１と同じ条件でセラミックスラリーを製造した。

このセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４４μmであった。

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．８％であった。

【００９１】

次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。

そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは６０nmで、密度比は０．９９であった。

【００９２】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、２．８％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【００９３】

[実施例７]

トルエンとエタノールをそれぞれ８０重量部となるように調合したこと以外は、上記実施例６と同じ条件でセラミックスラリーを製造した。

【００９４】

このセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４５μmであった。このときのスラリーの粘度は、０．００８Pasであった。

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．７％であった。

【００９５】

次に、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。

そして、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは６１nmで、密度比は０．９８であった。

【００９６】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、２．９％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【００９７】

[実施例８]

分散剤の添加量を２重量部から６重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が１４４％）としたこと以外は、上記実施例１の場合と同様の手順でセラミックスラリーを製造した。

このようにして得たスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置にて評価した結果、Ｄ９０は０．４３μmであった。また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーした後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は６．１％であった。

【００９８】

また、このセラミックスラリーを用いて、上記実施例１と同様の方法でセラミックグリーンシートを作製した。

このセラミックグリーンシートのＲａは５５nmであり、密度比は１．００であった。

【００９９】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

上記積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、１．２％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【０１００】

［実施例９］

分散剤の添加量を２重量部から０．５重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が１２％）としたこと以外は、実施例１と同様にしてセラミックスラリーを製造した。

このようにして得たセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置にて評価した結果、Ｄ９０は０．４７μmであった。また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーした後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は９．２％であった。

【０１０１】

また、このセラミックスラリーを用いて、上記実施例１と同様の方法でセラミックグリーンシートを作製した。得られたセラミックグリーンシートのＲａは６６nmであり、密度比は０．９７であった。

【０１０２】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１と同様の手順で、積層セラミックコンデンサを作製した。

この積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、１．７％と良好であった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【０１０３】

［比較例１］

上記実施例１では、アクリルバインダー１０重量部を溶媒（トルエン７０重量部及びエチルアルコール７０重量部）に溶解し、９９％カットろ過精度で、目開きが１μｍのフィルターにてろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いたが、これに対して、アクリルバインダー１０重量部をそのまま配合した以外は上記実施例１と同じ条件でセラミックスラリーを製造した。

この比較例１の方法で製造したセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．４６μｍであった。

【０１０４】

また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．８％であった。

また、このセラミックスラリーを用いて、上記実施例１と同様の方法でセラミックグリーンシートを作製した。

そして、得られたセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは６３nmで、密度比は０．９７であった。

【０１０５】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、ショート率は１８％と高かった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【０１０６】

［比較例２］

分散機を上記実施例１～９で用いた高圧分散装置から、サンドミルに変えたこと以外は、上記実施例１と同様の条件でセラミックスラリーを製造した。

この比較例２の方法で製造したセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．６２μｍであった。また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は３０．３％であった。

【０１０７】

また、このセラミックスラリーを用いて、上記実施例１と同様の方法でセラミックグリーンシートを作製した。

そして、得られたセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは１１３nmで、密度比は０．８４であった。

【０１０８】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定した結果、ショート率は５１％と高かった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものではなかった。

【０１０９】

［比較例３］

高圧分散装置によりスラリーを分散する際の圧力を１３００kg／cm^{2}から５０kg／cm^{2}に変更したこと以外は、上記実施例１と同様の条件でセラミックスラリーを製造するとともに、セラミックスラリーからセラミックグリーンシートを作製した。

この比較例３の方法で製造したセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置により評価した。その結果、Ｄ９０は０．６１μｍであった。また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーを行った後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は７．２％であった。

【０１１０】

また、このセラミックスラリーを用いて、上記実施例１と同様の方法でセラミックグリーンシートを作製した。

そして、得られたセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは１１１nmで、密度比は０．８２であった。

【０１１１】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定したが、ショート率は４６％と高かった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足するものであった。

【０１１２】

［比較例４］

分散剤（アニオン系分散剤）の添加量を２重量部から０．２重量部（粉末の総塩基量に対し、分散剤の総酸量が４．８％）としたこと以外は、上記実施例１と同様の条件でセラミックスラリーを製造した。

このようにして得たセラミックスラリーの分散性をマイクロトラック社製の粒度分布測定装置にて評価した結果、Ｄ９０は０．５９μｍであった。また、このセラミックスラリーを乾燥し、５００℃に加熱して脱バインダーした後、比表面積を測定したところ、元の比表面積に対する増加率は９．９％であった。

【０１１３】

また、このセラミックスラリーを、ドクターブレード法によりシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した。

そして、得られたセラミックグリーンシートの表面粗さ（Ｒａ）を原子間力顕微鏡により測定し、さらにセラミックグリーンシートの密度比として、実測密度と理論密度の比（実測密度／理論密度）を求めた。その結果、Ｒａは１０９nmで、密度比は０．８１であった。

【０１１４】

次に、このセラミックグリーンシートを用いて、上記実施例１の場合と同様の手順で積層セラミックコンデンサを作製した。

得られた積層セラミックコンデンサのショート率を測定したが、ショート率は２２％と高かった。また、静電容量の温度特性は、Ｘ７Ｒを満足しなかった。

【０１１５】

なお、上記実施例１～９及び比較例１～４において得たセラミックスラリー（最終分散スラリー）の分散性、脱バインダー後の比表面積増加率、作製したセラミックグリーンシートの表面粗さ、密度比、セラミックグリーンシートを用いて製造した積層セラミックコンデンサのショート率及び静電容量の温度特性に関するデータを表１にまとめて示す。

【０１１６】

【表１】

	分散性 (D90(μm))	比表面積増加率 (%)	シートの表面粗さ (Ra(nm))	密度比 (実測密度/理論密度)	ショート率 (%)	静電容量温度特性
実施例１	0.45	7.7	61	0.98	2.8	X7R
実施例２	0.44	7.8	59	0.99	2.9	X7R
実施例３	0.43	8.2	54	1.00	2.6	X7R
実施例４	0.42	8.1	55	1.00	1.4	X7R
実施例５	0.41	8.2	53	1.00	0.6	X7R
実施例６	0.44	7.8	60	0.99	2.8	X7R
実施例７	0.45	7.7	61	0.98	2.9	X7R
実施例８	0.43	6.1	55	1.00	1.2	X7R
実施例９	0.47	9.2	66	0.97	1.7	X7R
比較例１	0.46	7.8	63	0.97	18	X7R
比較例２	0.62	30.3	113	0.84	51	B
比較例３	0.61	7.2	111	0.82	46	X7R
比較例４	0.59	9.9	109	0.81	22	B

【０１１７】

なお、本願発明は、上記の発明の実施の形態及び実施例に限定されるものではなく、セラミック粉末や分散媒の種類、媒体型分散法の種類、高圧分散を行うのに用いる高圧分散装置の具体的な構成、分散剤、可塑剤、帯電防止剤などの添加物の種類や添加量その他に関し、発明の要旨の範囲内において、種々の応用、変形を加えることが可能である。

【０１１８】

【発明の効果】

上述のように、本願発明（請求項１）のセラミックスラリーの製造方法は、バインダーとして、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いるようにしているので、異物の混入の原因となりやすい、バインダー未溶解物を確実に取り除くことが可能になり、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能で、しかも異物の混入の少ない、セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックスラリーを効率よく製造することが可能になる。

また、本願発明（請求項１）のセラミックスラリーの製造方法は、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、この混合・解砕スラリーに、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにしているので、セラミック粉末が十分に分散されたセラミックスラリーを得ることが可能になる。

すなわち、媒体型分散法と高圧分散法を組み合わせてセラミック粉末を分散させることにより、セラミック粉末の結晶性を損なったり、比表面積が過度に大きくなったりするこ

とを抑制しつつ、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になるとともに、バインダーとして、ろ過バインダー溶液を用いることにより、異物の混入の少ない、セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックスラリーを効率よく製造することが可能になる。

【０１１９】

また、本願発明（請求項２）のセラミックスラリーの製造方法のように、溶媒にバインダーを溶解させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、この混合・解砕スラリーを、高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項１のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【０１２０】

また、本願発明（請求項３）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、ろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１２１】

また、本願発明（請求項４）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、ろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１２２】

また、本願発明（請求項５）のセラミックスラリーの製造方法のように、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末が十分に分散されたセラミックスラリーを確実に得ることが可能になる。

特に、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液の形でバインダーを添加することにより、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止することが可能になり、セラミック粉末の分散性をさらに向上させることが可能になる。

【０１２３】

また、本願発明（請求項６）のセラミックスラリーの製造方法のように、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項５のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【０１２４】
また、本願発明（請求項７）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止し、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１２５】
また、本願発明（請求項８）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、バインダーを直接添加したり、溶媒に溶解した後にそのまま添加したりする場合に生じるようなゲルの発生を抑制、防止し、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１２６】
また、本願発明（請求項９）のセラミックスラリーの製造方法のように、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを調製し、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末の結晶性を損なったり、比表面積が過度に大きくなったりすることを抑制しつつ、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になる。
また、バインダーとして、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を用いるようにした場合、バインダーを、より確実に溶解し、かつ、異物やμmサイズの凝集物のない状態で添加することが可能になり、さらにセラミック粉末の分散性を向上させることができる。

【０１２７】
また、本願発明（請求項１０）のセラミックスラリーの製造方法のように、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液と、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末と溶媒と分散剤とを、玉石やビーズなどの分散媒体を用いる媒体型分散法により混合・解砕して混合・解砕スラリーを得た後、混合・解砕工程において混合・解砕することにより得たこの混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、上記請求項９のセラミックスラリーの製造方法の場合と同様の作用効果を得ることができる。

【０１２８】
また、本願発明（請求項１１）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（一次高圧分散）させることにより得た一次分散スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、さらに１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散（二次高圧分散）させるようにした場合にも、バインダーを

、より確実に溶解し、かつ、異物やμmサイズの凝集物のない状態で添加することが可能になり、さらにセラミック粉末の分散性を向上させることが可能になる。

したがって、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１２９】

また、本願発明（請求項１２）のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミック粉末と溶媒と分散剤とを、媒体型分散法により混合・解砕した一次混合・解砕スラリーに、溶媒とバインダーとを混合したバインダー混合溶液を、４０～１００℃で加熱還流させた後、ろ過することにより調製したろ過バインダー溶液を添加し、再び、媒体型分散法により混合・解砕することにより得られた二次混合・解砕スラリーを、１００kg／cm^2 以上の圧力で高圧分散させるようにした場合にも、セラミック粉末に過度のダメージを与えることなく、セラミック粉末を均一に分散させることが可能になり、高品質のセラミックスラリーを製造することが可能になる。

【０１３０】

また、請求項１３のセラミックスラリーの製造方法のように、バインダー溶液のろ過を、９９％カットろ過精度で、目開きが２μm以下のフィルターを用いて行うようにした場合、確実にバインダー未溶解物を取り除くことが可能になり、本願発明をより実効あらしめることができる。

【０１３１】

また、請求項１４のセラミックスラリーの製造方法のように、分散スラリー（最終分散スラリー）の粘度が０．００３～０．１Pasとなるようにした場合、シート状に成形してセラミックグリーンシートを作製する工程で用いるのに適したセラミックスラリーを得ることができるようになり、本願発明をさらに実効あらしめることができる。

【０１３２】

また、請求項１５のセラミックスラリーの製造方法のように、媒体型分散法として、ボールミル又はビーズミルを用いる方法を適用した場合、確実にセラミックの凝結粒子を解砕することができるようになり、本願発明を実効あらしめることができる。

【０１３３】

また、請求項１６のセラミックスラリーの製造方法のように、分散剤として、アニオン系分散剤を用い、その添加量を、アニオン系分散剤の総酸量が、セラミック粉末の総塩基量の１０～１５０％となるような量とすることにより、セラミックスラリーをより効率よく分散させることが可能になり、本願発明をさらに実効あらしめることができる。

【０１３４】

また、請求項１７のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミックスラリー（最終分散スラリー）中に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質を存在させないようにした場合、セラミックスラリーをシート状に成形してセラミックグリーンシートを作製した場合に、表面に突起などがなく、平滑性、均一性に優れたセラミックグリーンシートを確実に得ることが可能になる。

【０１３５】

また、請求項１８のセラミックスラリーの製造方法のように、セラミックスラリーを、９９％カットろ過精度で、目開きが、セラミックグリーンシートの厚みの５倍以下であるフィルターにてろ過することにより、セラミックスラリーをシート状に成形してセラミックグリーンシートを製造する場合に、製造されるべきセラミックグリーンシートの厚さより寸法の大きい物質の混入により、表面に突起が生じたりすることを防止して、平滑性や均一性に優れたセラミックグリーンシートを確実に得ることが可能になる。

【０１３６】

また、本願発明（請求項１９）のセラミックグリーンシートの製造方法は、請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを、所定の基材上にシート状に成形して、厚さが０．１～１０μmのセラミックグリーンシートを形成する

ようにしているが、請求項１～１２のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーにおいては、平均粒径が０．０１～１μmのセラミック粉末が分散媒に十分に分散しているため、これをシート状に成形することにより、厚さが薄く（０．１～５μm）、表面の円滑性に優れ、高密度で、引張り強度が大きく、しかも、バインダーや可塑剤などの樹脂の分布が均一な、積層セラミック電子部品の製造に用いるのに適したセラミックグリーンシートを得ることが可能になる。

【０１３７】

また、請求項２０記載の積層セラミック電子部品の製造方法は、請求項１～１８のいずれかに記載の製造方法により製造されたセラミックスラリーを用いて高密度で、表面の平滑性に優れたセラミックグリーンシートを形成し、このセラミックグリーンシートを卑金属内部電極とともに積層、切断、焼成した後、外部電極を形成するようにしているので、ショート率が低く、信頼性の高い積層セラミック電子部品を確実に製造することが可能になる。また、セラミック粉末が大きなダメージを受けていないため、目標とする特性の再現性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

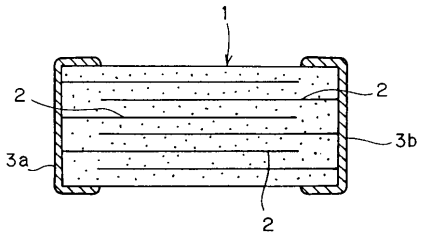
【図１】　セラミックグリーンシートを積層して製造される積層セラミックコンデンサの構造を示す断面図である。

【図２】　積層セラミックコンデンサの製造方法を示す図である。

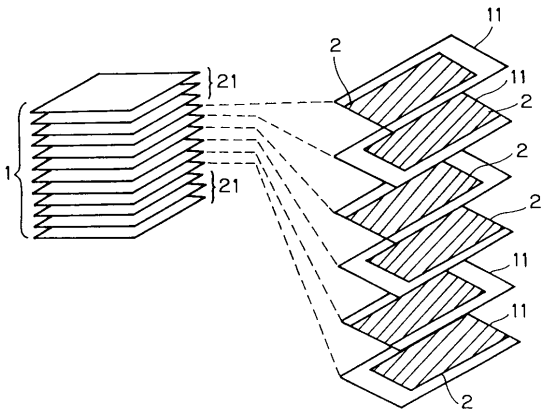
【符号の説明】

１　　セラミック素子
２　　内部電極
３ａ，３ｂ　外部電極
１１　　電極配設シート
２１　　外層用シート

【図１】



【図２】



フロントページの続き

(56)参考文献　特開平１１－０９９５１４（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－２０２６２２（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
C04B 35/622
B28C 1/04