

地域活性化をめざすナノフェライト粒子の 量産製造技術の開発と応用展開

平塚 信之

埼玉大学

大学院理工学研究科
物質科学部門 教授

田中 耕一

(株)高純度化学研究所
企画室 技術顧問

フェライトおよび金属軟磁性材料の 諸特性

	フェライト	金属磁性材料
最大磁束密度(T)	~0.5	1~2
キュリー温度(°C)	150-500	300-700
磁気構造	フェリ磁性	フェロ磁性
電導性	絶縁体に近い	導電体
抵抗率	$10^6 \Omega \cdot \text{cm}$	$10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$

フェライトの発明と発展の経緯

1930年 加藤・武井両先生による発明と工業化

(世界初)

1950年～ フェライト生産の活発化

1970～90年 フェライトの研究・技術・

生産の最盛期

世界をリードした

1990年 成熟期、高性能・小型化進展

2000年～ フェライトの新しい展開

チップインダクタ、ノイズ吸収体、

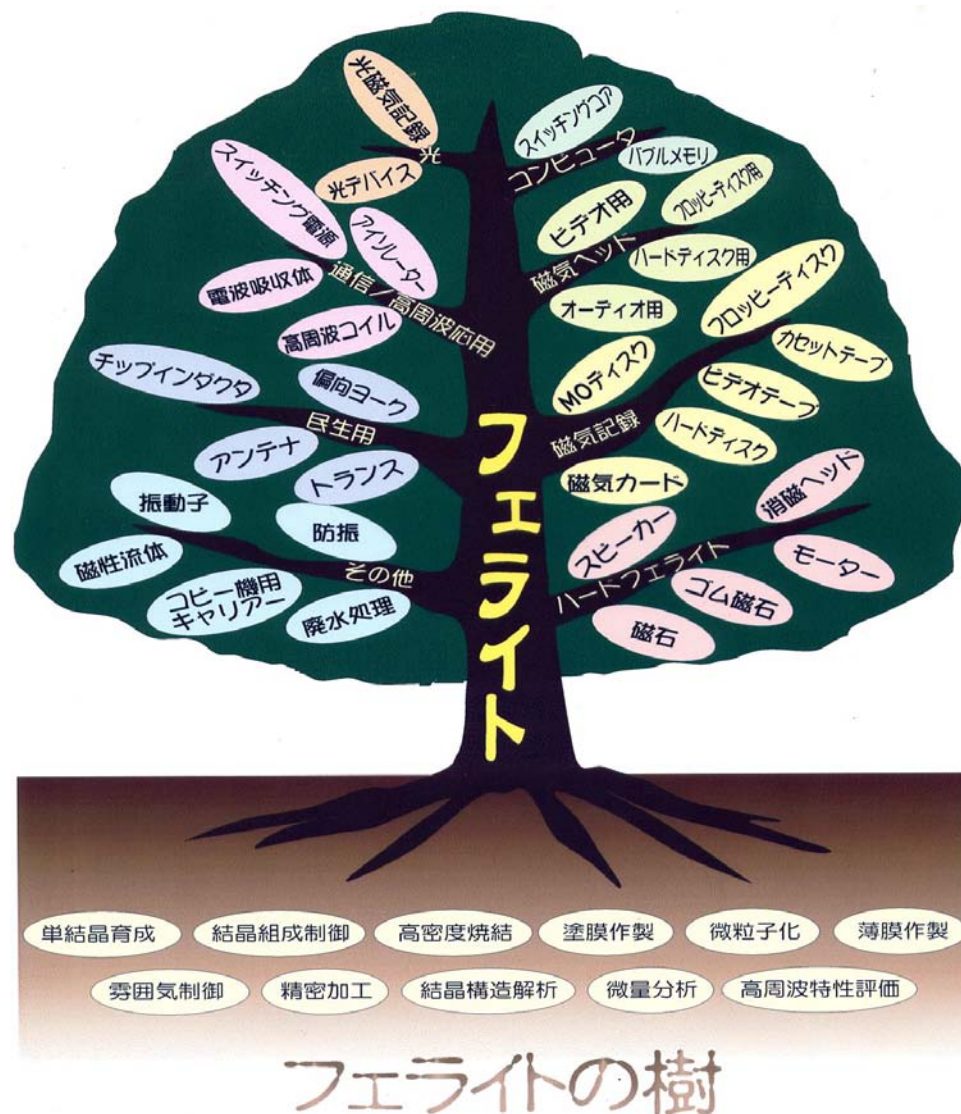
EMC対策部品

ナノサイズフェライト



Fig. 2 フェライト発明者の加藤・武井両博士

フェライトの応用分野

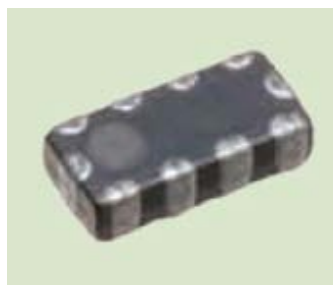


最近注目のフェライト

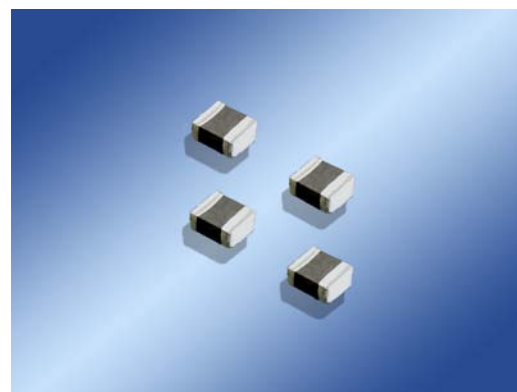
1. 電波吸収体シート
・・MHz～GHz



2. EMC対策部品



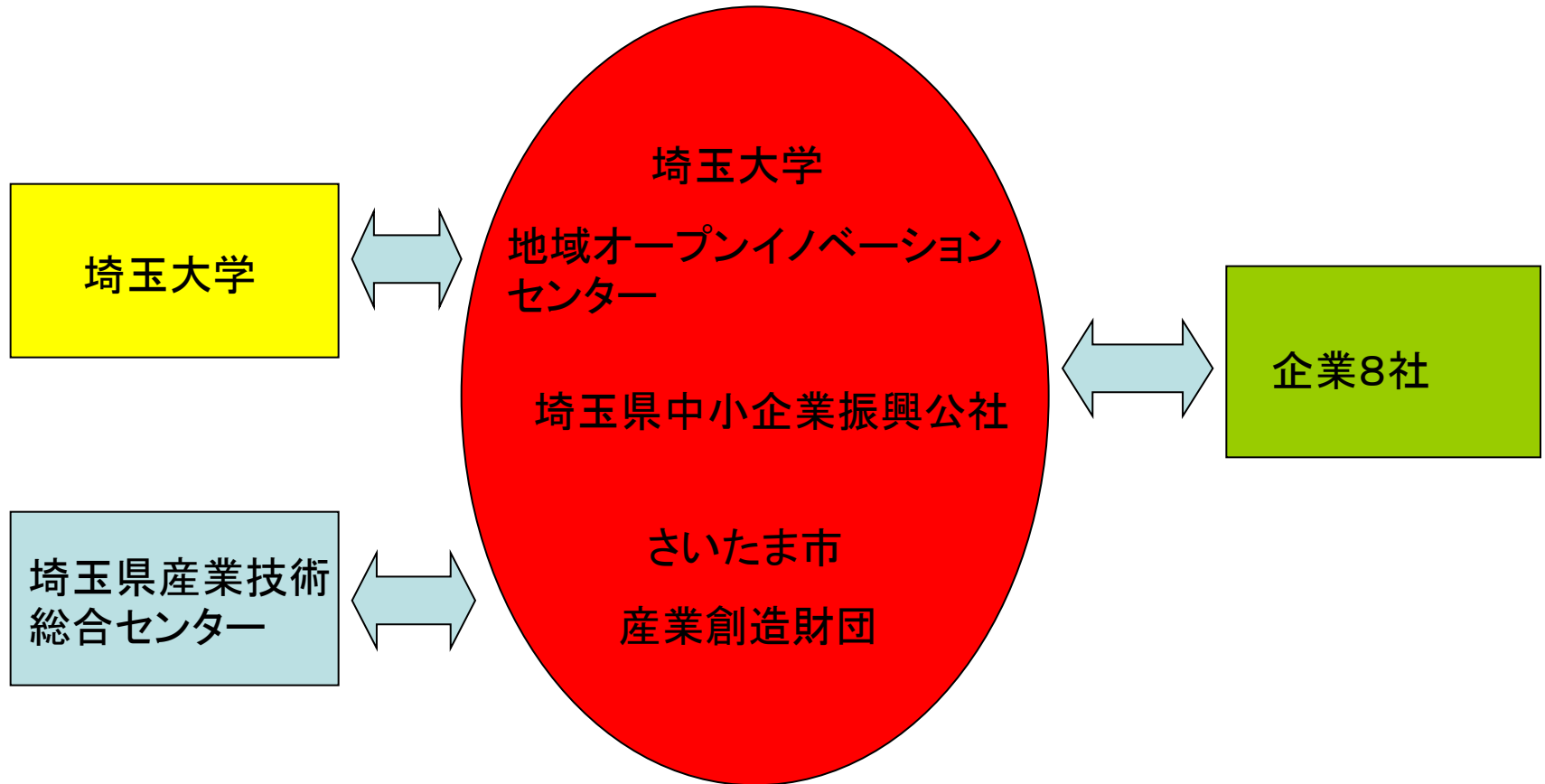
3. チップインダクタ



4. 自動車用フェライト

ナノフェライトを用いるとイノベーションが起きる

プロジェクト結成の原動力

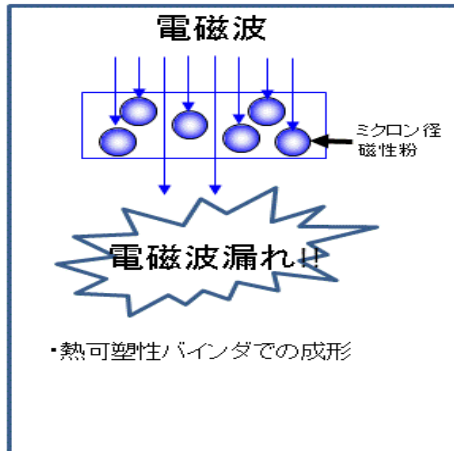


産官学連携システムの形成過程

- 1) 埼玉大学が特許「フェライト微粒子の製造方法」特願2008-283175を出願。
超音波噴霧マイクロ波・抵抗加熱複合法により金属塩溶液を超音波噴霧し、炉内で熱分解して100nm以下のフェライト微粒子を製造する方法を確立。
- 2) 埼玉大学地域オープンイノベーションセンター、埼玉県中小企業振興公社、さいたま市産業創造財団のコーディネーターがこの特許の実用化に関連する企業を調査し、リストアップした。
- 3) 科学技術振興機構(JST)「科学技術による地域活性化戦略」調査研究(平成20年12月1日～平成21年2月28日)を実施した。
- 4) FSを実施する中で、次のステップアップのために(株)高純度化学研究所を始めとする企業に「ナノフェライト」プロジェクトに参加するように働きかけた。また、埼玉県産業技術総合センターにも参加の了解を得た。
- 5) ナノフェライト粒子を量産試作し、それを用いた応用デバイスの製造までの長期的計画を本PJ内で検討・立案した。
- 6) H21年度に向けて認定申請書、提案書、申請書を作成し、少なくとも3ヶ年の計画を構想した。
- 7) H21年度戦略的基盤技術高度化支援事業(経済産業省)に採択された。
- 8) H22年度も継続が認定され、PJの2年目を実施している。

プロジェクトの概要

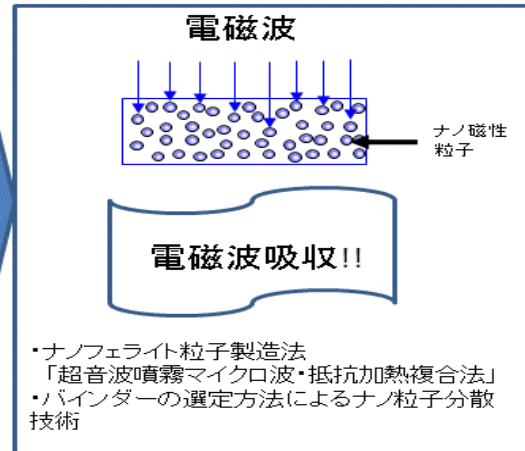
<従来技術>



<課題>

- ・シート内部の磁性粉充填密度は約20%であり、磁気的空隙が多く、電磁波の漏れが生じ、**電磁波ノイズを吸収しきれない。**
- ・電磁波ノイズを完全に吸収するためにはシートを厚くしなければならない
- ・厚いシートのためフレキシブル化できない

<新技術>



<特長>

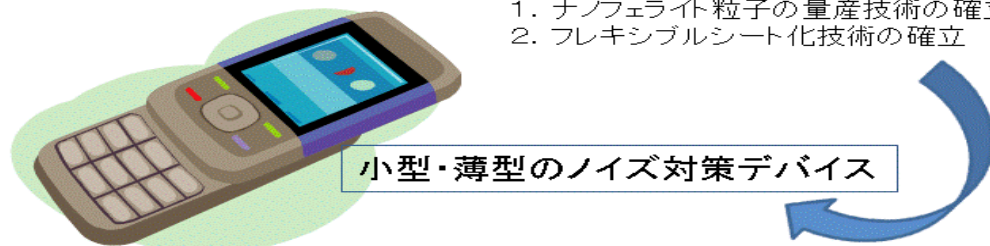
- ・フレキシブルシート内部にナノ磁性粒子を分散させると、高密度充填が可能になり**電磁波漏れがなく、電磁ノイズを完全に吸収できる**
- ・ナノ磁性粒子を用いてフレキシブルシート製造が可能になる
- ・シート厚1mm以下にできる携帯電話などの小型・薄型電子機器にも装着できる

<解決手段>

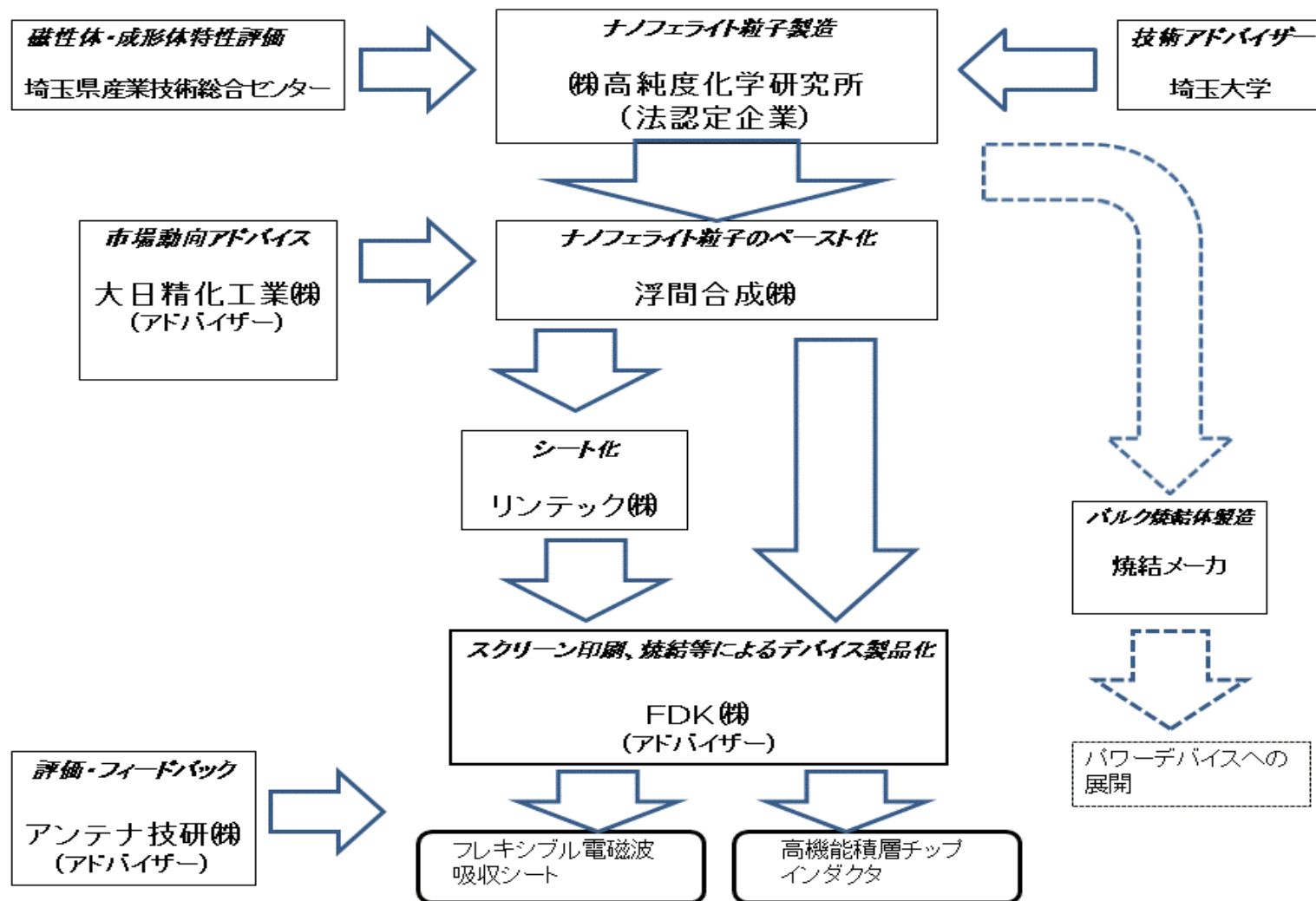
1. ナノフェライト粒子の量産技術の確立
2. フレキシブルシート化技術の確立

モバイル機器内部の電磁干渉対策用などの用途として、ナノサイズの磁性粒子を用いたノイズ対策の磁性デバイスのニーズが高まっているが、それに対応できる製造技術が確立されていない。

そこで、本研究開発によって、**ナノ磁性粒子の製造基盤技術**及び、**ナノ粒子を用いたシートや焼結バルク体等の部材の量産製造基盤技術**を確立する。



プロジェクトの組織と役割



研究開発内容

1. ナノフェライト粒子製造課題への対応

サブテーマ1 量産試作装置の開発

1.1 試作装置開発のための先行研究

(1)超音波噴霧抵抗加熱分解法によるニッケル-亜鉛フェライトナノ粒子の作製及び磁気特性の先行研究

(2)マイクロ波加熱法によるナノニッケル-亜鉛フェライト粒子の先行研究

1.2 量産試作装置の設計・製作及び製造

2. ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

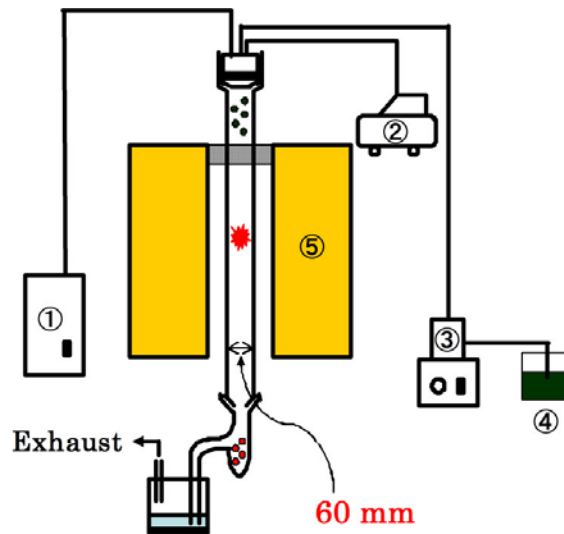
サブテーマ2-1 ナノフェライト粒子のペースト化技術の確立

サブテーマ2-2 磁性シート成形技術の確立 磁性シートの特性評価

1 ナノフェライト粒子製造課題への対応

1.1 試作装置開発のための先行研究

(1) 超音波噴霧抵抗熱分解法によるニッケル・亜鉛フェライトナノ粒子の作製及び磁気特性の研究(担当: 埼玉大学)



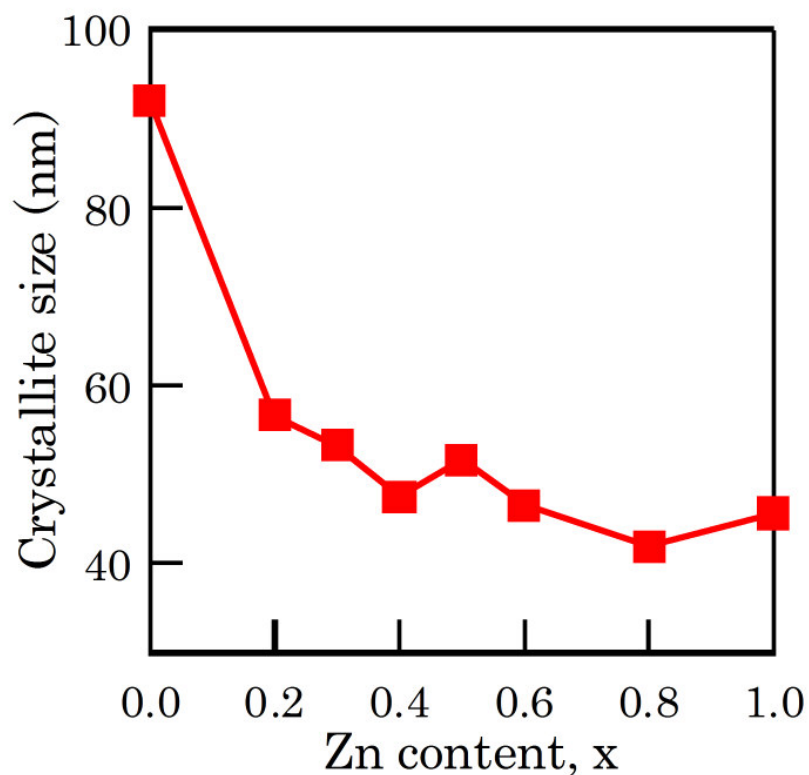
- ① Ultrasonic generator
- ② Air compressor
- ③ Pump
- ④ Starting material
- ⑤ Electric furnace

特許「フェライト微粒子の製造方法」
特願2008-283175

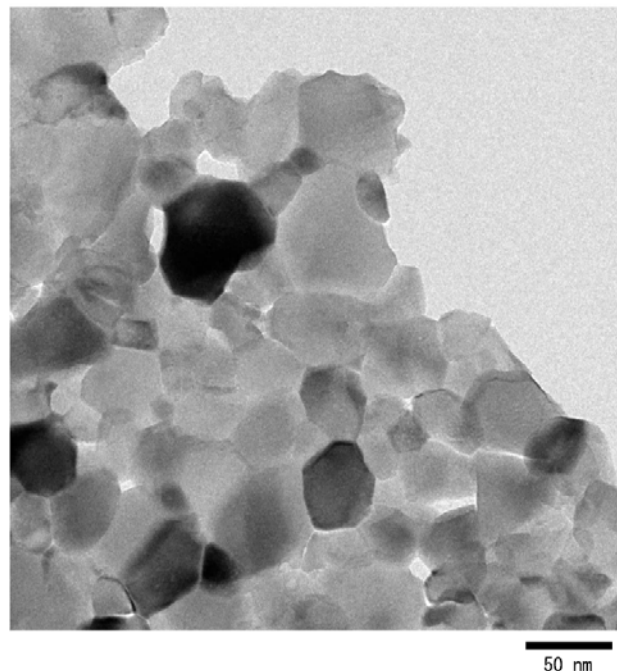
超音波噴霧マイクロ波・抵抗加熱複合法
により金属塩溶液を超音波噴霧し、炉内
で熱分解して100nm以下のフェライト微粒子
を製造できる方法を確認

超音波噴霧抵抗熱分解法によるニッケル亜鉛フェライトナノ粒子の作製及び磁気特性の研究(担当:埼玉大学)

100nm以下のナノフェライト粒子の作製に成功した



結晶子サイズのZnイオン置換量依存性



ナノ $\text{Ni}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 粒子の透過型電子顕微鏡(TEM)写真

(株)高純度化学研究所 会社概要

- 1956年2月 創業
- 1962年9月1日 設立
- 資本金：50,000千円
- 代表取締役社長 宝地戸道雄
- 従業員数：180人
- 本社：埼玉県坂戸市



金属粉末・無機化合物・MOD材料

無機化合物

- ・酸化物
 - ・硫化物
 - ・燐化物
 - ・窒化物
- ・ハロゲン化物
弗化物, 塩化物
臭化物, 沃化物

酸化物 ハロゲン化物



金属有機化合物 アルコキシド

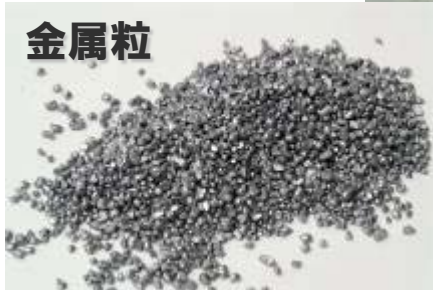


金属材料

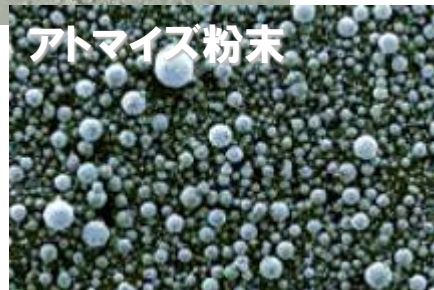
金属粉末



金属粒



アトマイズ粉末

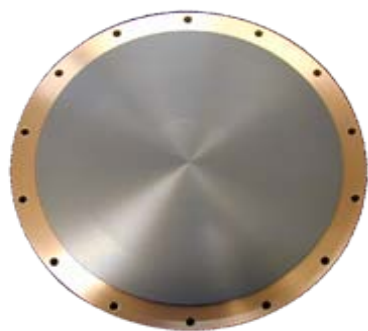
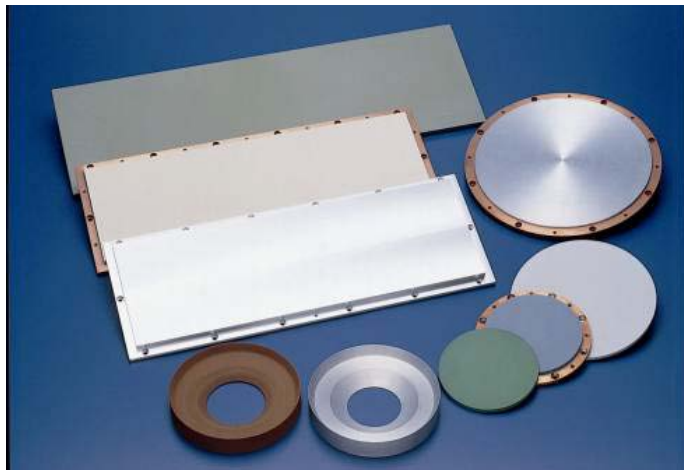


MOD材料



PVD材料部門

スパッタリングターゲット



CIGSターゲット

CVD材料部門

東松山工場



TEOS

TEOS精密蒸留装置



シリンダー容器

研究開発内容及び成果

1. ナノフェライト粒子製造課題への対応

1) 試作装置の開発

2. ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

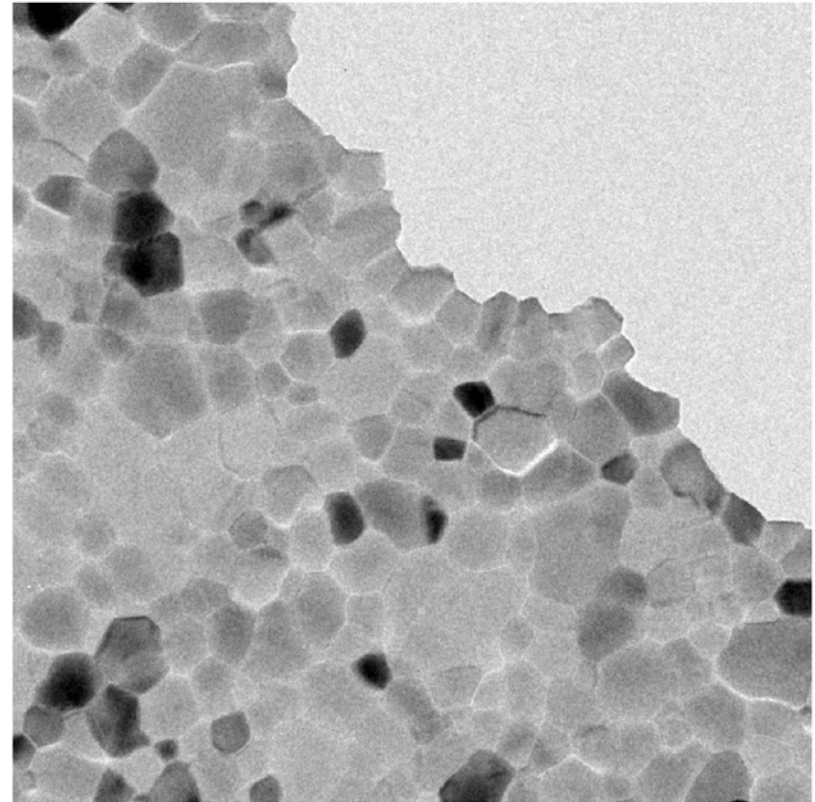
- ・ナノフェライト粒子のペースト化技術の確立
- ・磁性シート成形技術の確立と特性評価

製造したナノフェライト粒子

成果

- 1) 超音波噴霧マイクロ波・抵抗加熱複合法によって製造したところ、ナノフェライト粒子の量産化に成功した。
(月産3～4Kgを量産試作できる)
- 2) 得られた粒子は20-50nmのナノフェライト粒子であった。(TEM像)
- 3) 磁気特性もバルク材とほぼ同様であり、実用できることを確認した。
- 4) 回収率は70%(H22年度の課題)

埼玉大学・埼玉県産業技術総合センターの
先行研究及び適切なアドバイスで目標
を達成できた



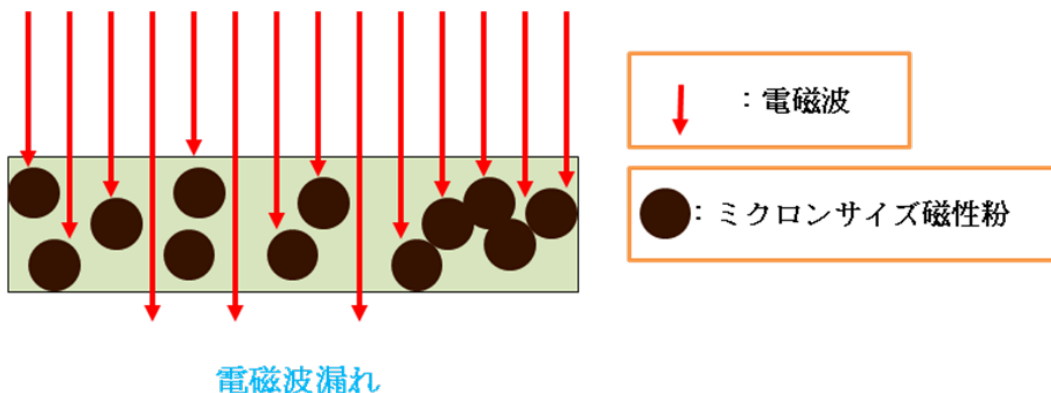
50 nm

製造したナノニッケル・亜鉛フェライト粒子
(TEM写真)

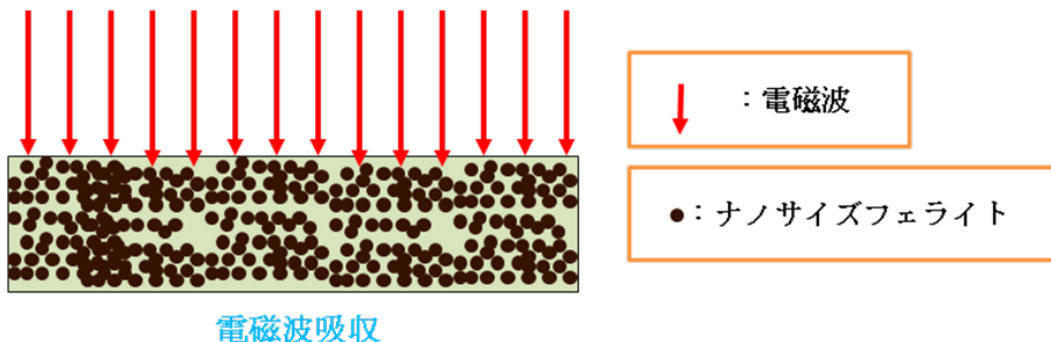
2 ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

2-1 ナノフェライト粒子のペースト化技術の確立

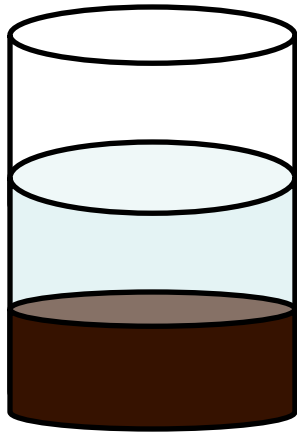
従来技術 ミクロンサイズ磁性粉使用フレキシブル電磁波吸収シート



新技術 ナノサイズフェライト使用フレキシブル電磁波吸収シート



フェライト分散フロー



フェライト粉

樹脂

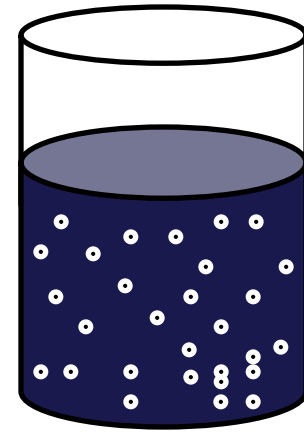
溶媒
(水・有機溶剤)

助剤
(分散剤等)

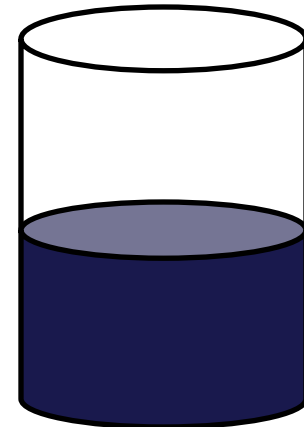
ペイントシェーカーによる分散



分散メディア(ジルコニアビーズ)



分散メディア濾別
脱泡



フェライト分散ペースト

2. ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

2-2 磁性シート成形技術の確立

目標

2-1のペースト化ナノ粒子を使用した厚さ0.1mmのフレキシブルシートで、 $-25 \sim +100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲内で、100MHz-5GHzの周波数に対応したノイズ吸収シートを製品化する。

成果

- 1) サブテーマ2-1で得られた分散ペーストをPET支持フィルム上に塗布して100～250 μm 厚の磁性シートを作製した。(図4)
- 2) このシート表面を電子顕微鏡観察したところ、面状態・分散状態も良好であり、電磁波吸収特性評価用シートとして使用可能と判断した。

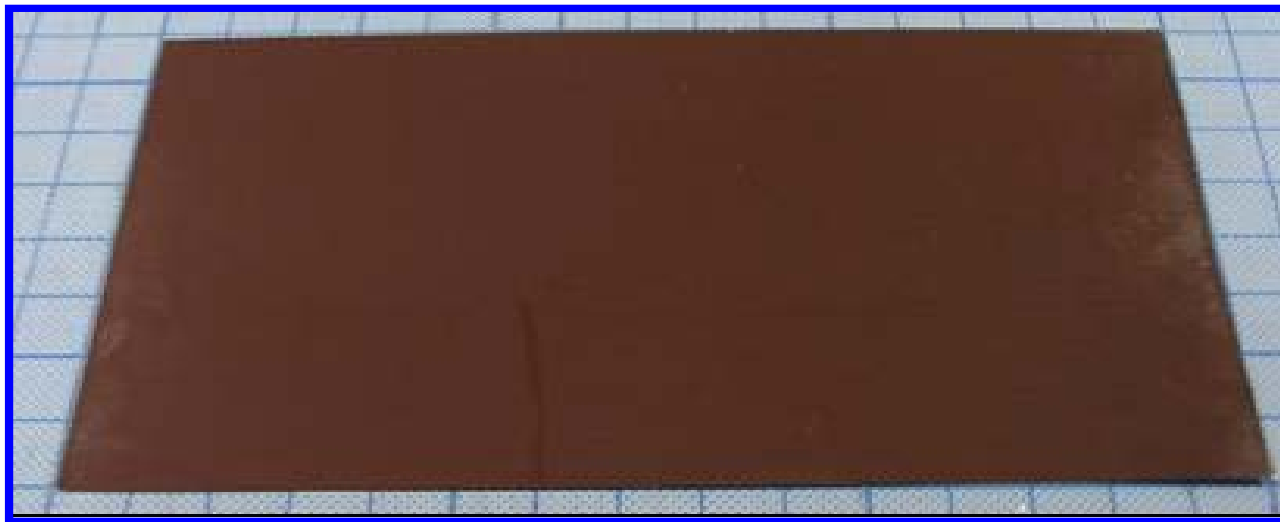
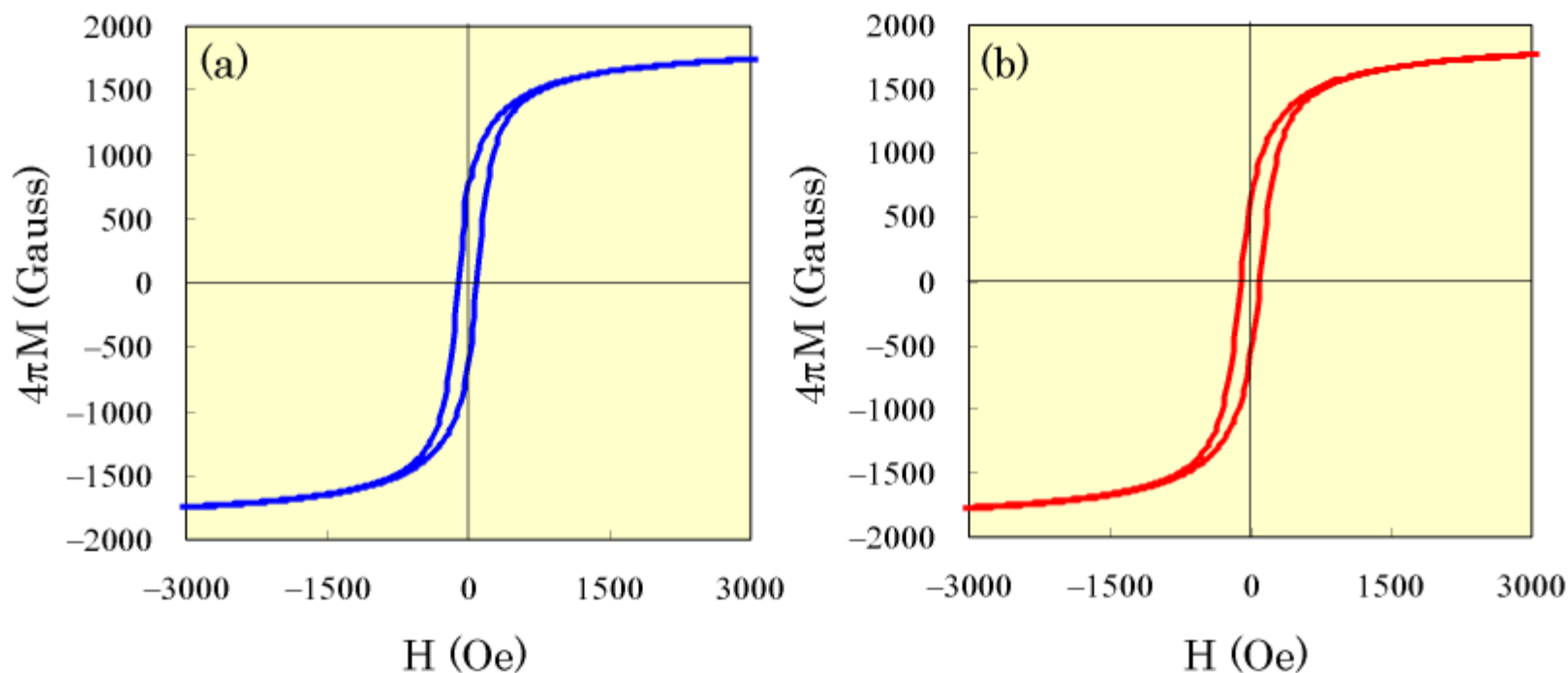


図4 作製した磁性シートの外観

2. ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

2-2 磁性シートの特性評価1

担当：埼玉大学

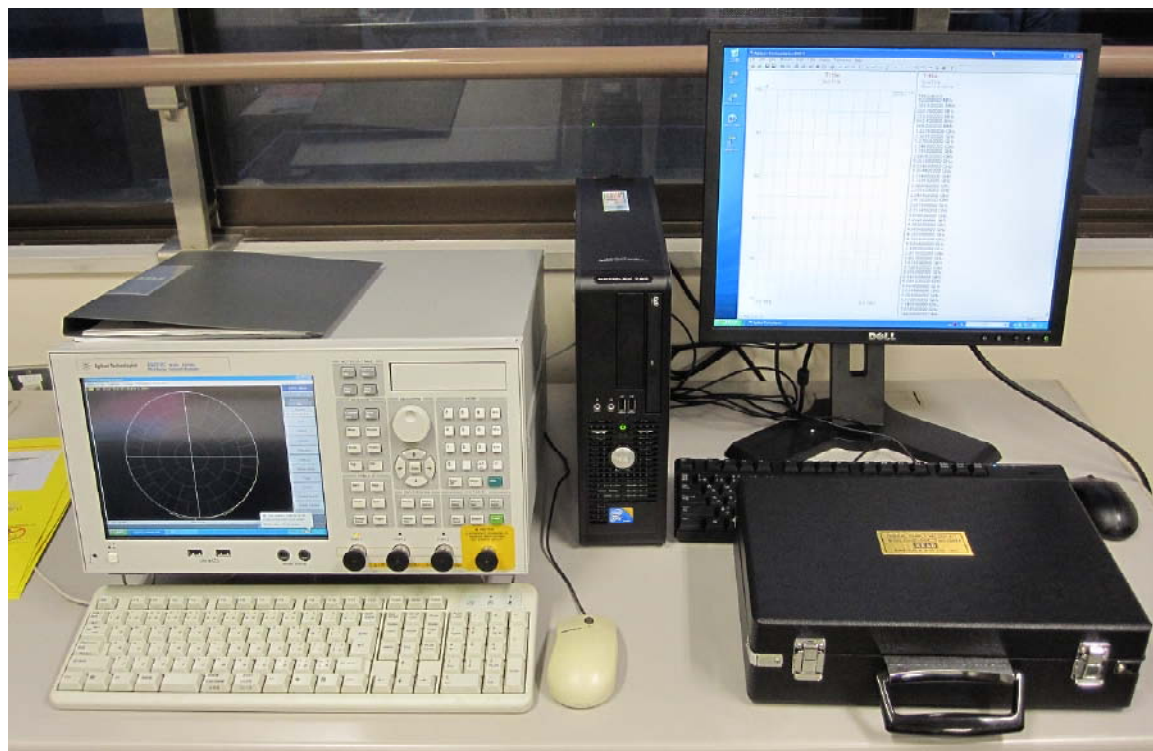


ニッケル-亜鉛フェライト磁性シートの磁気特性 (a)100 μm 及び (b)250 μm .

2. ナノフェライト粒子の分散技術の開発による磁性シート成形法の確立と電磁波吸収特性評価

2-2 磁性シートの特性評価2

担当: 埼玉大学



電磁波吸収特性測定用ベクトルネットワークアナライザの外観写真

製品化に向けて

- ナノフェライト粒子： ニッケル亜鉛系フェライトの製造条件を利用して、マンガン亜鉛系フェライトの製造も加える。
- シート化：マンガン亜鉛系フェライトで電磁波吸収テープ状シートの製品化を目指す。
- チップインダクタ：ナノフェライトペーストと銀ペーストを交互に積層したチップインダクタに発展させる。

成功のポイント

●埼玉大学による超音波噴霧法による超微粒子製造法の一連のシーズ・技術サポート

●埼玉大学および埼玉県産業技術総合センターによるマイクロ波に関するシーズ・技術サポート

●財団法人さいたま市産業創造財団などの業務推進支援

お問い合わせ先

●製品に関する問い合わせ

(株) 高純度化学研究所	超微粒子フェライト
浮間合成(株)	ペースト
リンテック(株)	シート

●磁気特性の分析に関する問い合わせ

埼玉大学	大学院理工学研究科
物質科学研究部門	平塚信之教授