

# 小型・高容量積層セラミックコンデンサ用ニッケル超微粉

## Improved Nickel Powder for Small Case Size MLCC with High Capacitance

### 1. はじめに

JFE ミネラルでは高い結晶性、シャープな粒度分布、高純度といった特長を有するニッケル超微粉の製造を行っている。このニッケル超微粉の用途は、主に **Fig. 1** に示す積層セラミックコンデンサ(MLCC)の内部電極である。MLCCの内部電極は、ニッケル超微粉を有機溶媒でペースト化し、印刷で薄く塗布した後に焼成することで形成される。JFE ミネラルのニッケル超微粉は前記した特長により、焼成後に電氣的に連続した均質な薄膜電極を形成しやすく、一層あたりのニッケル重量を少なくしても MLCC の静電容量低下が少なくなる。この特長から現在 MLCC 内部電極用ニッケル超微粉の JFE ミネラルのシェアは、世界で約 60% (2004 年 9 月現在) に及んでいる。

近年、薄層化および高積層化による小型・高容量の MLCC の開発、商品化が急速に進んでいる。これにともなって電極材となるニッケル超微粉には、誘電体層を突き抜け電極間で短絡を発生させる粗大粒子の低減が要求されてきた。**Fig. 2** に示すように除去すべき粗大粒子のサイズは、誘電体層厚が薄くなるにしたがい年々小さくなってい

る<sup>1)</sup>。

JFE ミネラルではサブミクロンサイズの金属粉の分級技術を開発し、ニッケル超微粉中の粗大粒子を除去した製品を 2001 年から商品化した。ここでは、粗大粒子をカットした製品 NFP201S, NFP301S, NFP401S, および新製品 NFP201X について紹介する。

### 2. ニッケル超微粉分級品

#### 2.1 製造工程と製品品種

ニッケル超微粉の製造工程と各種製品の平均粒径を **Fig. 3** に示す。JFE ミネラルでは、塩化ニッケルガスを水素ガスで気相還元する CVD 法により主要製品(NFP201, NFP301, NFP401)の製造を行ってきた。製品の平均粒子径と粒度分布は主に CVD 反応の操業条件を調整することで作り込んでいるが、1 μm 以上の粗大粒子は個数率にして ppm のオーダーで存在しており、CVD の反応制御のみでは低減が難しい。MLCC には数百層の誘電体層と電極層を積層する品種もあり、ppm オーダーの粗大粒子の存在率でも MLCC の不良品率に大きな影響を及ぼす。以上の背景から、CVD で製造したニッケル超微粉を精製後に分級することで粗大粒子を除去するプロセスフローに至った。NFP201S, NFP301S, および NFP401S は、従来品 NFP201, NFP301, および NFP401 を湿式遠心分離により分級し、3 μm 以上の粗粒をカットすることによってそれぞれ製造される。

また、より精度の高い分級方法を開発し、NFP201 で

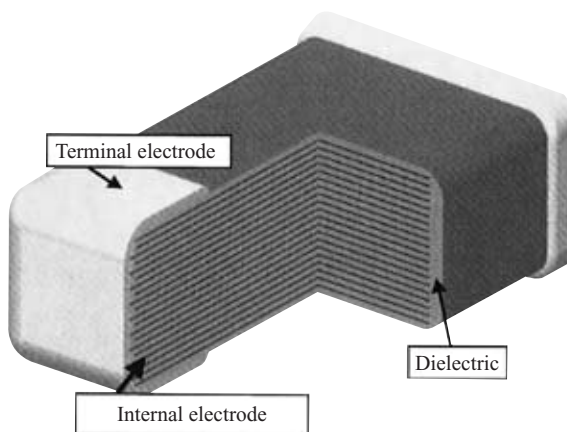


Fig. 1 Cut-away view of multilayer ceramic capacitor

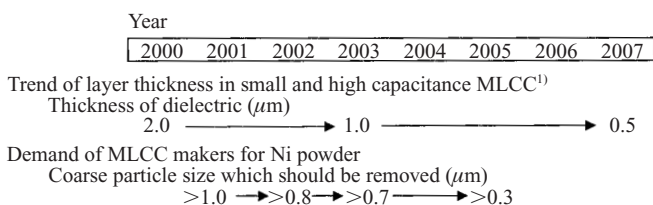


Fig. 2 Demand for Ni powder depending on the layer thickness of MLCC

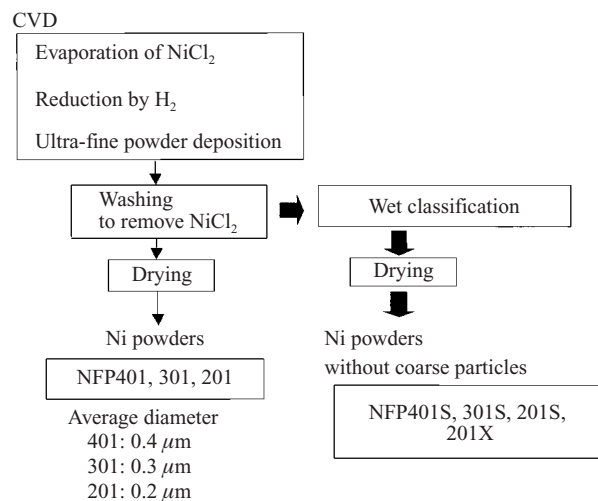


Fig. 3 Manufacturing process of Ni powder

0.8  $\mu\text{m}$  以上の粗粒をカットすることに成功した。この新製品が NFP201X である。

### 2.2 分級製品の特性

Photo 1 に粗粉をカットした製品 NFP201S, 301S, 401S および新製品 NFP201X の走査電子顕微鏡 (SEM) 像をそれぞれ示す。平均粒径が細くなるにつれ粒度分布はよりシャープになっている。Fig. 4 に SEM により粗粒の個数を計数した計数値の比較を示す。NFP201S, 301S, 401S では 3  $\mu\text{m}$  以上の粗粒計数値はゼロであり、1  $\mu\text{m}$  以上の粗粒

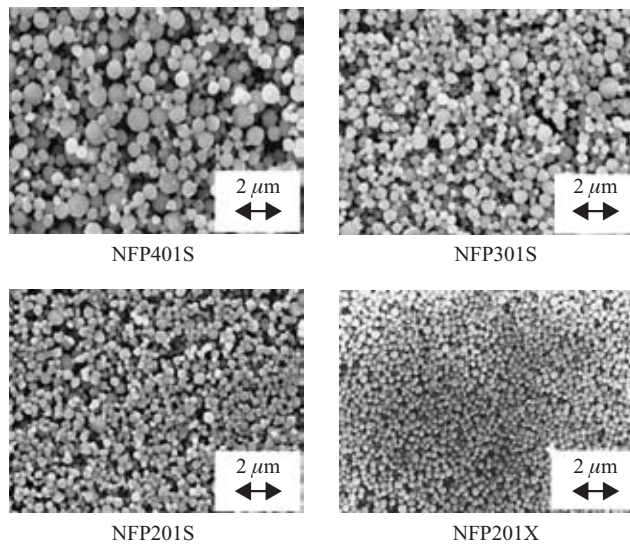


Photo 1 SEM images of classified products

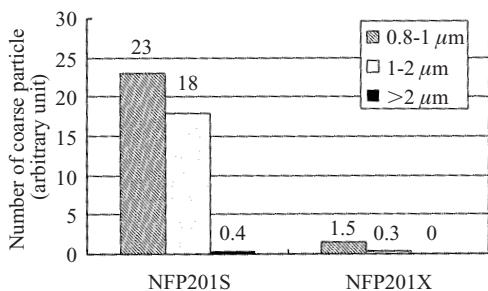
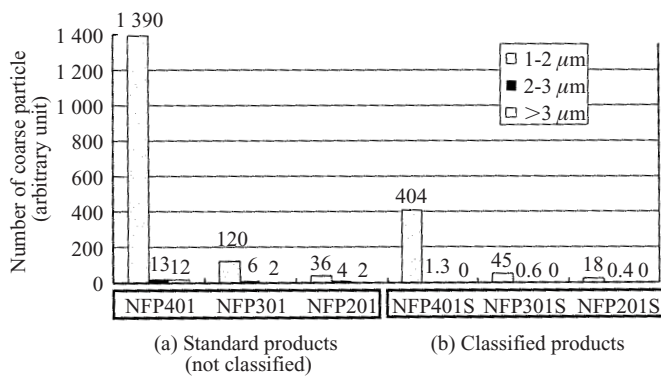


Fig. 4 Number of coarse particles measured by SEM

Table 1 Powder characteristics of classified products

Average diameter of primary particle ( $\mu\text{m}$ )	NFP401S	NFP301S	NFP201S	NFP201X
BET specific area ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	1.78	2.56	3.30	3.76
O (mass%)	0.4	0.5	0.6	1.0
Cl (mass%)	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003
Tap density ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	4.0	3.7	3.4	3.8

数も低減している。また、NFP201X では 0.8  $\mu\text{m}$  以上の粗粒計数値が大きく低減されている。

Table 1 に各分級品の粉体特性を示す。表面酸化量を極力低減し、粒子表面の凹凸を減らすことで BET 比表面積の安定化を達成している。

### 3. 現状と今後の展開

CVD 後の分級により、3  $\mu\text{m}$  以上の粗粉をカットした NFP201S, 301S, および 401S は、MLCC の内部電極向けニッケル超微粉として高い評価を得ている。特に NFP201S は 1  $\mu\text{m}$  以上の粗大粒子数も少なく、量産されている小型・高容量 MLCC 用電極材として、需要が急激に増加している。JFE ミネラルの量産分級工程では粗粒存在率、ニッケル超微粉の表面酸化皮膜量を厳密に制御しており、小型・高容量 MLCC での使用において信頼性が高い。この結果、MLCC 高性能品(層厚 3  $\mu\text{m}$  以下)向けニッケル超微粉の JFE ミネラルのシェアは、約 90% に達している。また、0.8  $\mu\text{m}$  以上の粗粉をカットした NFP201X は、今後量産化される層厚 1  $\mu\text{m}$  以下の小型・高容量 MLCC の電極材料として有効な新製品である。

今後さらに MLCC の薄層化(層厚 0.5  $\mu\text{m}$ )が進むとされているため、CVD 反応条件を調整することにより、平均粒径 0.1  $\mu\text{m}$  の NFP101 を開発した(Photo 2)。本製品を薄層化対応の内部電極材として実用化するために必要な課題は、(1)分級精度の向上、(2)分散性の向上、(3)焼結開始温度の高温化である。

分級精度の向上としては、NFP201X の製造に使用している分級方法を NFP101 に適用し、0.6  $\mu\text{m}$  以上さらには 0.3  $\mu\text{m}$  以上の粗大粒子を除去する技術を開発している。分散性の向上のためには、ニッケル超微粉を有機溶媒中に分

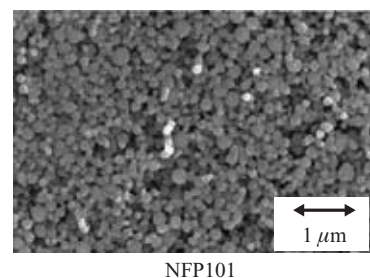


Photo 2 SEM images of 0.1  $\mu\text{m}$  product "NFP101"

散した形でお客様に供給し、凝集を防止するウエットタイプの製品を開発中である。また、併行してニッケル超微粉の焼結開始温度を高温化するため、MLCCを焼成する際の誘電体層と電極層の収縮差に起因する剥離の防止に有効な異元素をニッケル表面にコーティングし、焼結を遅延する技術の開発も行い、NFP101の実用化に向けた検討を行っている。

参考文献

- 1) Sakabe, Yukio. Center for Dielectric Studies Fall Meeting. Penn. State Univ. 2004.

〈問い合わせ先〉

JFE ミネラル 技術研究所 機能素材開発センター  
TEL : 043-262-2176