

電解コンデンサ用 Nb 粉末

Niobium Powder for Electrolytic Capacitor

1. はじめに

近年、携帯電話やパソコンなどの情報通信機器市場は飛躍的に成長し、それに使用される各種電子部品の需要が増加している。電子機器に欠くことのできない部品の1つにコンデンサがある。主要なコンデンサは積層セラミックコンデンサ、Al 電解コンデンサ、および Ta 電解コンデンサの3種類である。中でも Ta 電解コンデンサは、小型かつ大容量という優れた特徴があり、たとえば携帯電話1台で約10個、パソコン1台で約30個が使用されている^{1,2)}。しかしながら、Taは希少金属であり、これまでに1980年と2000年の2回、原料鉱石価格が高騰して大きな問題となった。そこで、Ta以外の金属を使った電解コンデンサに対するニーズも高まっている。NbはTaと化学的および物理的特性が類似しており、埋蔵量が豊富であり、かつTaと比較して安価なことから、これまでに何度かTaの代替として検討がなされたが実用化には至っていない³⁾。その原因の1つとして、従来の製造方法では高純度のNb粉末が得られなかったことがあげられる。このような状況においてJFE ミネラルは、Nb 電解コンデンサを実現することを目的に、高性能のコンデンサ用 Nb 粉末を開発した。本報では、開発した Nb 粉末の特徴について紹介する。

2. 製造方法

製造方法の概略を Fig. 1 に示す。出発原料に NbCl₅ を使用し、NbCl₅ の蒸気を高温下で H₂ 還元するという方法を採用した。H₂ 還元後、精製・焼成することで高性能の Nb 粉末を得た。

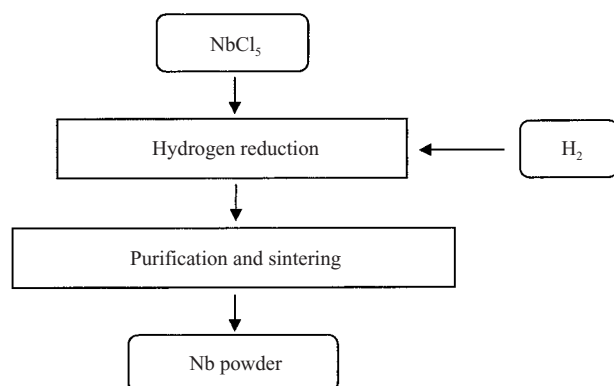


Fig.1 Process flow for producing Nb powder

3. 製品特性

3.1 化学組成

Nb 粉末中に含まれる主な不純物を Table 1 にまとめて示す。Na, K などのアルカリ金属の含有率は 10 ppm 未満、Fe, Cr, Ni などの遷移金属の含有率は 20 ppm 未満である。また、出発原料に塩化物を使用しているが、Cl の含有率は 10 ppm 未満と低い値となっている。O の含有率は Nb 粉末の比表面積に依存して変化するが、約 8 000~25 000 ppm である。

3.2 粉体特性

3.2.1 粉末の比表面積および粒子形態

3種類の Nb 粉末(BET法で測定した比表面積が 8.0 m²/g, 5.5 m²/g および 3.0 m²/g)の走査型電子顕微鏡(SEM)写真を Photo 1(a), (b), (c)にそれぞれ示す。各試料とも1次粒子が焼結し、粒子同士がネットワークを形成する構造となっている。

3.2.2 粒度分布

レーザー回折粒度分析計を用いて測定した、BET比表面積 8.0 m²/g の Nb 粉末の2次粒子の粒度分布を Fig. 2 に示す。x 体積%累積粒子径(D_x)で D₁₀ は 27 μm, D₅₀ は 62 μm, D₉₀ は 109 μm である。

3.3 電気特性

3.3.1 測定方法

Nb 粉末のコンデンサとしての電気特性測定方法⁴⁾の概略を Fig. 3 に示す。初めに円筒状の Nb ペレット(直径 3.0 mm, 高さ 3.2 mm, 密度 1.9 ~ 3.1 g/cm³)を作製した。測定端子として 0.5 mm の Nb ワイヤをペレットの片側に、成型時に装入した。その後、Nb ペレットを温度 950 ~ 1 250°C, 圧力 5 × 10⁻³ Pa 以下の真空雰囲気下で 30 min 焼成した。焼成後、0.5 mass% リン酸水溶液中に浸漬させ、化成電圧 10~20 V, 温度 80°C で 6 h 化成処理を行い、Nb 表面に誘電体である Nb₂O₅ を形成させた。その後、40 mass% 硫酸水溶液中に浸漬させ、コンデンサの特性として重要な静電容量(CV: capacitance voltage), および漏れ電流(LC: leakage current)を測定した。ここで、静電容量の測定は D.C. バイアス電圧 1.5 V で行った。また漏れ電流の測定は化成電圧の 0.7 倍の電圧で行い、5 min 後の値を採用した。

Table 1 Chemical impurities contained in Nb powder

(mass ppm)									
Na	K	Cr	Fe	Ni	H	N	O*	C	Cl
<10	<10	<20	<20	<20	<300	<500	8 000–25 000	<150	<10

*Oxygen content depends on BET specific surface area of Nb powder.

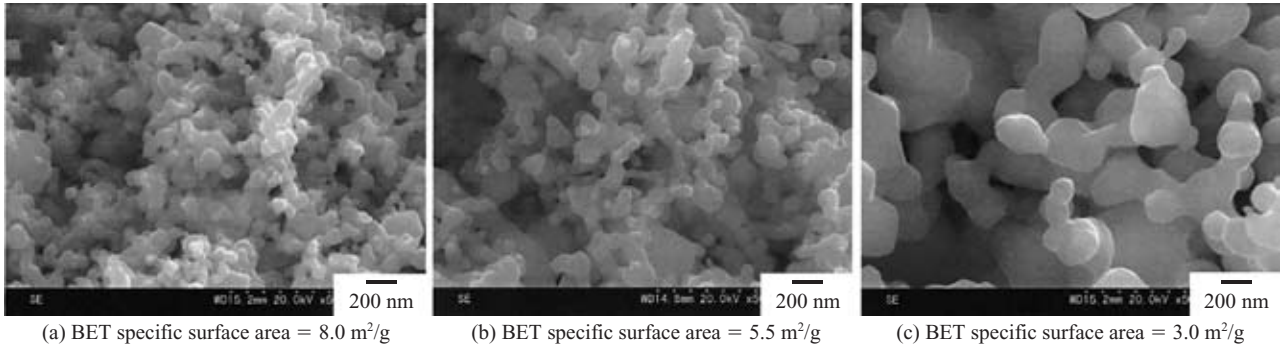


Photo 1 SEM images of Nb powders

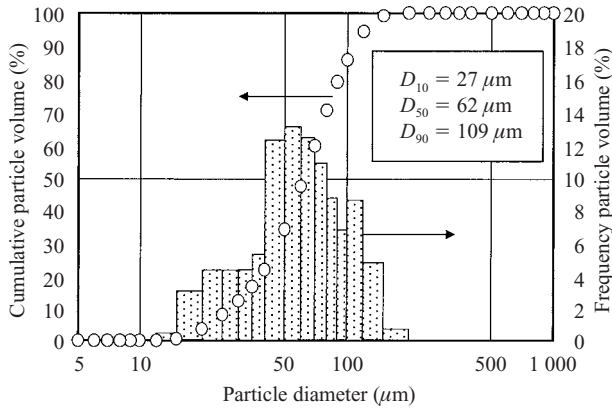


Fig. 2 Particle size distribution of Nb powder measured by laser diffraction method

3.3.2 静電容量

3種類のNb粉末(BET比表面積 8.0 m²/g, 5.5 m²/g および 3.0 m²/g)を使用して作製したコンデンサの焼成温度と静電容量との関係をそれぞれ Fig. 4 に示す。BET 比表面積が 8.0 m²/g の Nb 粉末の静電容量は、焼成温度 950°C で約 450 000 μF · V/g である。また、BET 比表面積が 5.5 m²/g の Nb 粉末の静電容量は、焼成温度 1 050°C で約 300 000 μF · V/g、BET 比表面積が 3.0 m²/g の Nb 粉末の静電容量は、焼成温度 1 100°C で約 180 000 μF · V/g である。

3.3.3 漏れ電流

3種類のNb粉末(BET比表面積 8.0 m²/g, 5.5 m²/g およ

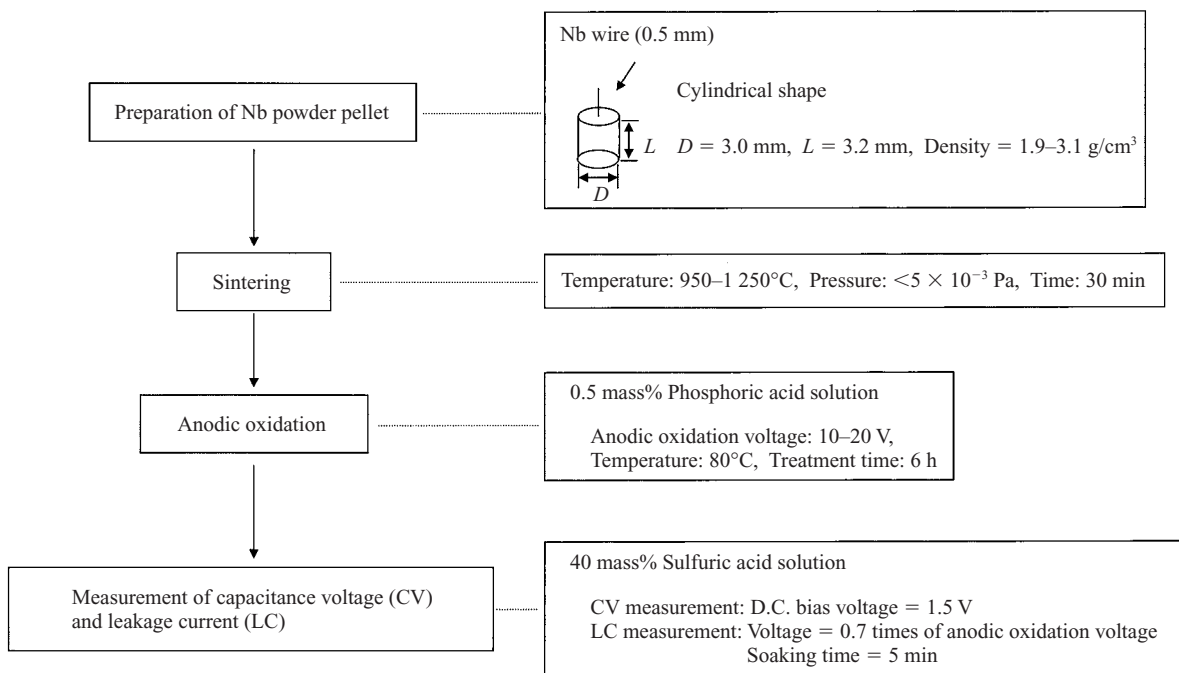


Fig. 3 Electric property measurement method of Nb powder as a capacitor

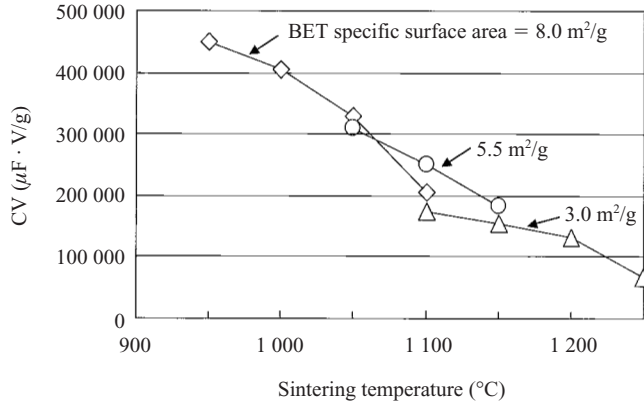


Fig. 4 Relationship between sintering temperature and CV

よび $3.0 \text{ m}^2/\text{g}$) を使用して作製したコンデンサの焼成温度と漏れ電流との関係を Fig. 5 にそれぞれ示す。漏れ電流の値は3種類の試料とも $0.5 \text{ nA}/\mu\text{F} \cdot \text{V}$ 以下と低い値を示す。

4. おわりに

Nb は Ta に比べ埋蔵量が豊富であるため、安価にかつ安定した価格で製造できる可能性がある。JFE ミネラルの開発した Nb 粉末は、純度が高い、BET 比表面積が大きい、という特長を有し、その Nb 粉末から製造した電解コンデンサは、静電容量が大きい、漏れ電流が小さいという特性

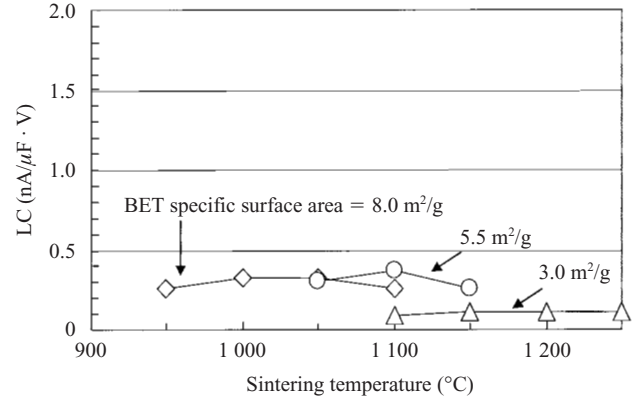


Fig. 5 Relationship between sintering temperature and LC

を有しているため、将来 Ta および他のコンデンサ材料にかわる小型・大容量コンデンサ材料として有望である。

参考文献

- 1) Paumanok Group, Inc. Global Capacitor Market. 2003-2008.
- 2) Paumanok Group, Inc. Passive Component Industry May/June 2001.
- 3) 岡英雄. 金属. vol. 72, no. 3, 2002, p. 211.
- 4) EIAJ RC-2361A タンタル電解コンデンサ用タンタル焼結素子の試験方法. 日本電子機械工業規格(2002年2月改正).

〈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