

# Elaboration de ferrites Ni-Zn-Cu pour l'intégration en électronique de puissance

Trong Trung LE<sup>1,2</sup>, Zarel VALDEZ-NAVA<sup>1,2</sup>, Thierry LEBEY<sup>1,2</sup>, Frédéric MAZALEYRAT<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Université de Toulouse; UPS, INPT; LAPLACE (Laboratoire Plasma et Conversion d'Energie); 118 route de Narbonne, F- 31062 Toulouse Cedex 9, France.

<sup>2</sup> CNRS; LAPLACE; F-31062 Toulouse, France.

<sup>3</sup> SATIE, ENS Cachan, CNRS, UniverSud, F-94230 Cachan, France

**RESUME** – L'intégration hybride tridimensionnelle des systèmes de puissance passe par le développement d'une part, de nouvelles topologies de conversion de l'énergie et, d'autre part, de nouvelles briques technologiques permettant leur réalisation. Les structures entrelacées nécessitent des composants magnétiques de type ICT (pour *Intercellular Current Transformer*) qui peuvent avoir de géométries complexes. La démarche suivie dans les travaux présentés dans ce qui suit permet d'étudier l'impact de toutes les étapes du procédé depuis la synthèse des matériaux à la réalisation des composants sur les principales propriétés. Pour les géométries complexes nécessaires pour les ICT, deux voies sont proposées, la première consiste en l'usinage des pièces déjà frittées et la seconde en la réalisation de la géométrie avant le frittage. Une comparaison entre une ferrite « classique » et une obtenue par un procédé combinant un pressage et un usinage à « cru » montre que les caractéristiques magnétiques restent équivalentes, ouvrant la voie à la réalisation de géométries plus complexes.

**Mots-clés**—Noyaux magnétiques céramiques, Ferrites Ni-Zn-Cu, Pressage isostatique.

## 1. INTRODUCTION

L'électronique de puissance (EP) est une branche de l'électrotechnique qui concerne les convertisseurs statiques permettant d'adapter la forme de l'énergie électrique à son utilisation. Une des orientations majeure de l'EP concerne l'augmentation des densités de puissance via entre autres la miniaturisation des composants passifs.

Les recherches sur les composants passifs portent sur les condensateurs et les composants magnétiques. Pour réduire le volume des composants magnétiques, le partage des flux magnétiques entre les différentes phases du convertisseur est la brique de base des structures entrelacées [1]. Le composant magnétique a alors une structure particulièrement complexe à réaliser. Cette approche nécessite le développement de nouveaux matériaux dont les propriétés soient adaptées aux procédés de mise en forme et aux conditions de fonctionnement.

Notre objectif concerne le développement de composants magnétiques en vue de leur intégration dans des structures de type ICT (*Intercellular Current Transformer*) (Fig. 1)[2]. Ces composants aussi nommés coupleur magnétique, sont réalisés à

base des matériaux céramiques (ferrites) Ni-Zn-Cu qui possèdent des propriétés magnétiques adaptées aux conditions et aux fréquences de fonctionnement [3]

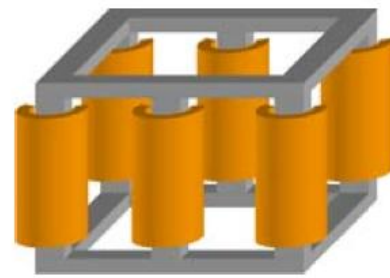


Figure 1. Schéma d'un composant magnétique multicellulaire (*Intercellular Current Transformer*, ICT). En gris le matériau magnétique et en jaune les bobinages.

Pour réaliser ce composant passif à partir des poudres de matériaux céramiques et leur donner la forme complexe nécessaire des ICT, de nombreuses techniques de mise en forme peuvent être utilisées telles que : le pressage des poudres à froid, à chaud, l'injection à chaud, le laminage de mélange de matériaux avec le composite. Dans ces travaux, nous proposons de réaliser les noyaux dont la géométrie est complexe en utilisant un pressage isostatique à froid qui pourrait permettre d'obtenir une densité élevée [4][5]. Les étapes suivantes sont l'usinage du matériau cru à froid et le frittage avec un cycle thermique contrôlé. D'abord une comparaison des propriétés électriques sous faible signal est présentée afin de confirmer que les étapes d'usinage du cru et le pressage isostatique ne modifient pas sensiblement les propriétés magnétiques du matériau. Ces mesures sont aussi utiles pour déterminer les propriétés du composant magnétique réalisé.

## 2. CARACTERISATION

### 2.1. Synthèse des procédés :

Les poudres céramiques utilisées doivent conduire à des ferrites doux à base de Ni-Zn-Cu cristallisant dans une structure spinelle, permettent de fonctionner à haute fréquence avec des propriétés magnétiques élevées [6]. Ces valeurs de perméabilités initiales statiques ( $\mu_s$ ) varient entre 10 et 1000 en fonction du rapport Ni/Zn. Les poudres ferrites de composition chimique  $\text{Ni}_{0,3}\text{Zn}_{0,55}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_{1,97}\text{O}_3$  sont réalisées par réaction

solide-solide, suivie d'un mélange-broyage par attrition pour obtenir une poudre avec une taille de particules d'environ 1µm. Les différents oxydes précurseurs doivent être répartis de manière la plus homogène possible après cette étape pour que les réactions de phase soient facilitées. Cette composition permet d'obtenir une perméabilité élevée à des fréquences de fonctionnement allant jusqu'au 600MHz avec des pertes faibles. Les poudres ont été enrobées d'un liant organique avec une quantité 1,3% en poids pour favoriser leur cohésion après les différents types de pressage [3].

La poudre a été ensuite mise en forme par deux procédés de pressage différents, le premier, uniaxial à 150MPa avec un moule métallique adapté permet d'obtenir directement un tore, et le deuxième par pressage isostatique à 250MPa avec un moule souple en polyuréthane (Fig. 2) permet uniquement d'obtenir un cylindre, celui-ci a été ensuite usiné sous forme d'un tore. Les dimensions des échantillons crus préparés par pressage uniaxial sont  $\Phi_{ext} = 18\text{mm}$ ,  $\Phi_{int} = 6\text{mm}$  et  $h=3-4\text{mm}$ . Les pressages isostatiques ont été réalisés au sein de la plateforme 3DPHI.

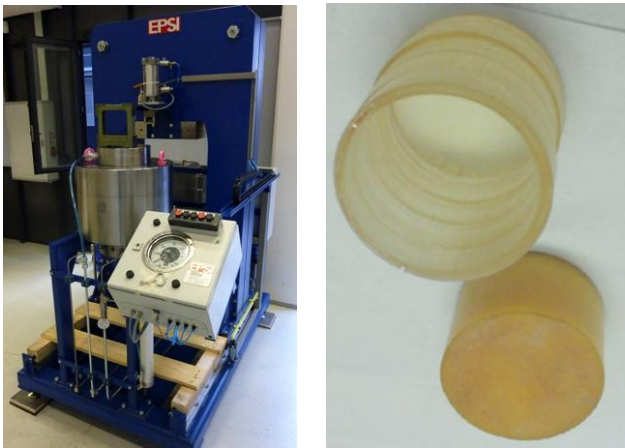


Figure 2. Pressage isostatique (EPSI) et moule souple en polyuréthane ( $\Phi=34\text{mm}$ )

Les mesures réalisées par ATG et par dilatométrie donnent l'intervalle de température nécessaire pour l'étape de déliantage et de frittage. Par ailleurs, des cycles thermiques avec des temps différents sont nécessaires afin de déterminer le cycle thermique optimal de frittage. En conclusion, les tores ont subi un déliantage à 400°C pendant 2h et sont ensuite frittés à 1080°C pendant 2h avant de les caractériser d'un point de vue électrique afin de comparer les propriétés magnétiques des matériaux obtenus par les deux voies que nous venons de décrire. La microstructure des tores après le frittage est observée par Microscope Electronique à Balayage (Fig. 3). Les propriétés magnétiques du matériau dépendent de la taille des grains et de la porosité. Cette dernière agit comme un entrefer entre les grains ce qui va avoir conséquence de diminuer les valeurs de perméabilité. De plus, un temps de frittage long conduit à l'apparition d'une microstructure à taille de grain bimodale, ce qui va augmenter les pertes à haute fréquence et va réduire la fiabilité du matériau. [7]

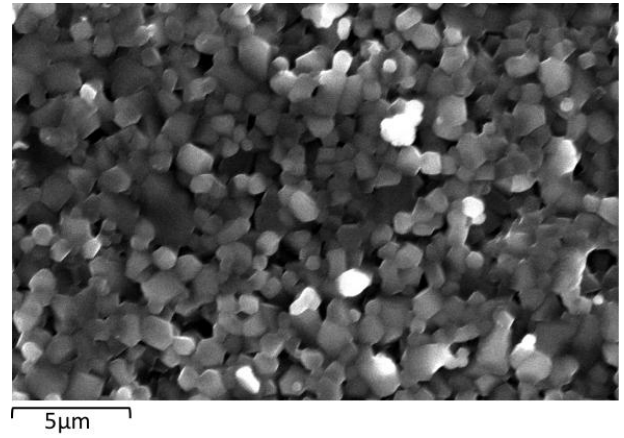


Figure 3. Micrographie MEB d'un tore ferrite NiZnCu fritté à 1080°C/2h présentant des tailles des grains relativement homogènes.

## 2.2. Caractérisations électriques :

Les caractérisations électriques sous faible signal sont réalisées à l'aide d'un impédancemètre HP 4291A fonctionnant entre 100Hz et 400MHz. Un fil mince isolé est bobiné sur les échantillons de forme torique. Les résultats des mesures de l'inductance série ( $L_s$ ) et de la résistance série ( $R_s$ ) sont obtenus grâce à l'application d'un signal sinusoïdal  $H = H_0 \cdot \exp(j\omega t)$ . La perméabilité initiale complexe est donnée par les équations suivantes [8] :

$$\begin{aligned} \mu' &= \frac{\pi \cdot L_s \cdot (\phi_{ext} - \phi_{int})}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot A \cdot \ln\left(\frac{\phi_{ext}}{\phi_{int}}\right)}; \\ \mu'' &= \frac{\pi \cdot R_s \cdot (\phi_{ext} - \phi_{int})}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot \omega \cdot A \cdot \ln\left(\frac{\phi_{ext}}{\phi_{int}}\right)} \end{aligned} \quad (1)$$

Avec  $\mu_0$  la perméabilité du vide,  $N$  le nombre de spires,  $A$  la section magnétique du tore en  $\text{m}^2$ ,  $\phi_{ext}$  et  $\phi_{int}$  les diamètres extérieur et intérieur du tore en m.

Les résultats de la figure 4 montrent que la perméabilité du matériau obtenu par pressage isostatique à froid est relativement plus élevée que celle mesurée sur le matériau obtenu par pressage uniaxial. La valeur de la perméabilité à basse fréquence du matériau pressé par CIP ( $\mu_s=469$ ) est la plus grande, et reste supérieure d'environ 400 à celle mesurée sur un matériau obtenu après pressage uniaxial sur toute la gamme de fréquence mesurée. Grâce à ce résultat, tant le matériau choisi, comment les procédés de réalisation, semblent être qualifiés pour fonctionner au MHz.

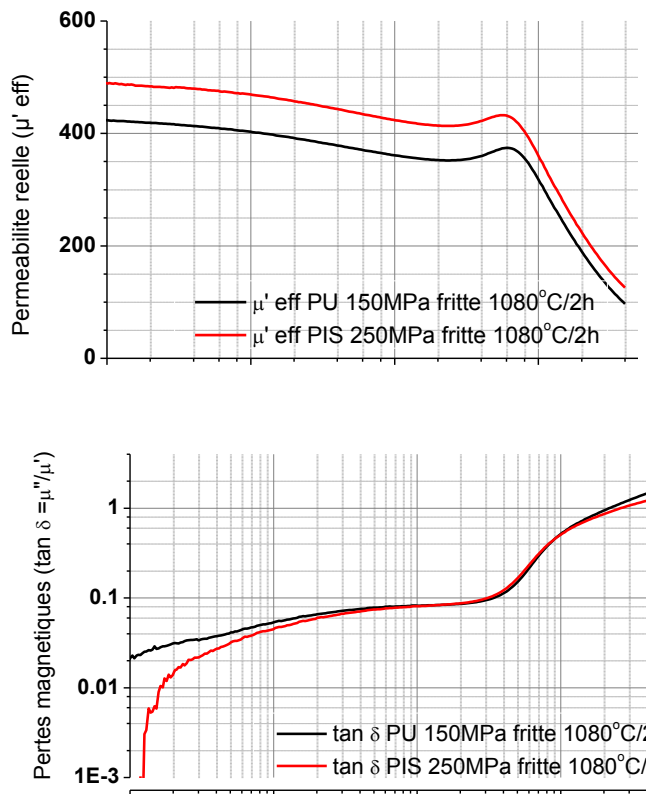


Figure 4. Comparaison des perméabilités réelles et des pertes magnétiques (tan δ) des tores issus du pressage uniaxial et isostatique

Ces résultats montrent que les propriétés magnétiques en fonction de la fréquence sont très proches quand on les compare aux composants obtenus à partir de poudres pressées par pressage uniaxial. Ceci valide que nous pourrions utiliser cette méthode afin de développer les structures nécessaires pour la réalisation des noyaux du type ICT sans pertes de leurs propriétés.

### 3. LE NOYAU MAGNETIQUE

#### 3.1. Le moule souple « complexe » pour le pressage isostatique.

Le composant passif ICT demande un noyau magnétique en forme particulièrement complexe. La technique de pressage uniaxial avec une ou deux orientations de pression n'est pas suffisante pour avoir une densité de matériau élevée et homogène. La méthode de pressage isostatique ne rencontre pas ces problèmes mais elle demande un moule souple complexe, suivi d'une étape de l'usinage. Profitant des outils technologiques au sein de plateforme 3DPhi, nous développons un cahier des charges pour optimiser et tenir en compte de toutes les étapes techniques pour fabriquer le moule souple avec une paroi mince  $e = 1-2\text{mm}$  en polyuréthane.

Premièrement, nous avons réalisé un moule relativement simple avec le procédé décrit suivant : Nous avons réalisé un moule-mère par des couches de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) qui sont découpées par laser et ensuite sont assemblées. Puis, la résine de polyuréthane est mise en œuvre à

partir d'une solution commerciale à deux composants. La proportion entre les deux composants permet de changer la dureté finale du moule. Enfin, la résine est coulée dans le moule-mère sous vide et puis mis à température ambiante pendant 24h pour sa réticulation. Cette technique reste adaptée pour de moules avec géométries simples et de faible volume. Etant donné que l'objectif demande la réalisation d'un moule complexe, une étape nécessaire est d'améliorer la technique de coulage du moule pour le pressage isostatique.

La réalisation d'un moule complexe concerne des étapes suivantes :

- Réalisation d'un modèle avec la même forme de l'objet souhaité.
- Réalisation d'un moule-mère grâce à ce modèle.
- Préparation de la résine.
- Coulage de la résine pour fabriquer le moule.
- Démoulage et vérification du moule.

Le modèle a été dessiné sous logiciel de design 3D Inventor puis imprimé à avec l'imprimante 3D EDEN 250. Ensuite, ce modèle est suspendu dans une boîte de PMMA avec une distance minimale entre tous les bords de la boîte et le modèle de 3mm. Puis, nous avons collé des petites tiges métalliques, fines pour faire des événements. (Fig. 5)

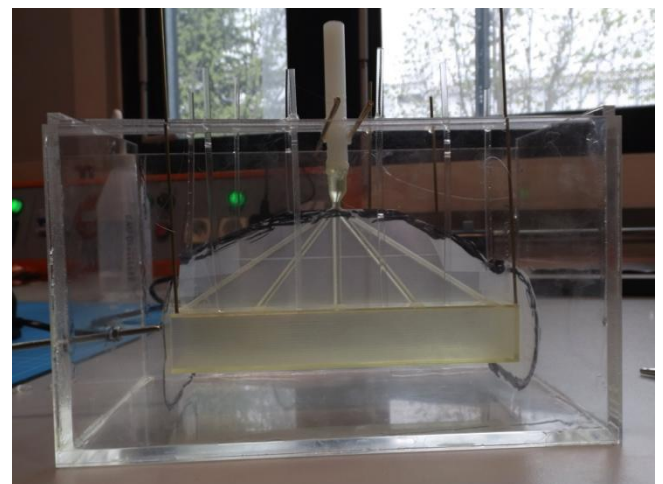
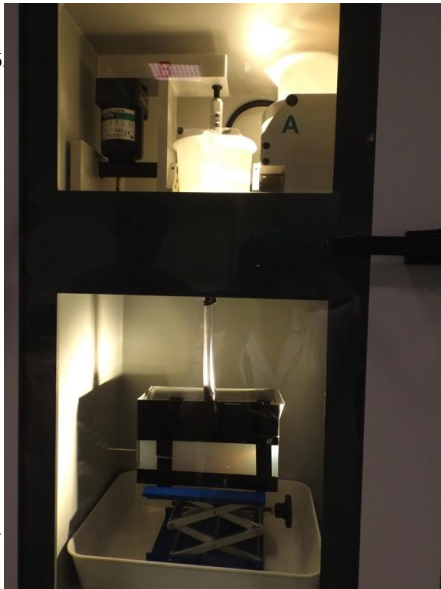


Figure 5. Le modèle est suspendu dans la boîte.

La résine de silicone de dureté 40 shore A (souple) pour être préparé requiert un mélange suivi d'un dégazage dans une machine de coulage sous vide. Ensuite, on coule doucement la résine silicone dans la boîte pour réaliser le moule-mère que nous pourrions utiliser après sa polymérisation pendant 12h. La résine polyuréthane préparée avec une dureté souhaitée est coulée dans le moule-mère préchauffé à 70°C. La résine de polyuréthane est un liquide très visqueux. Donc elle demande d'une technique de coulage en surpression. Ce type de coulage est réalisé grâce à deux chambres de la machine coulage sous vide avec deux pressions différentes (Fig. 6).

Figure 6



en pression

différentes.

s importante à

### 3.2. Le pressage avec le moule souple :

Afin d'éliminer complètement des étapes d'usinage pour obtenir un noyau complexe, soit on utilise un moule avec la forme correspondante au noyau final, soit on utilise un moule souple avec une forme simple. Le résultat des essais avec des moules souple et dur seront présentés dans cette partie.

Pour réaliser un noyau magnétique (Fig. 8), nous avons utilisé un moule souple cylindrique et un moule dur avec des dents précis qui fabriqué par l'imprimante 3D.

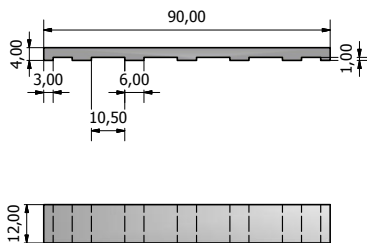


Figure 7. Le noyau magnétique complexe souhaité avec des rigoles.

Le moule dur est placé dans le moule souple, afin de l'entourer par les poudres. Le but étant de créer une empreinte par le biais du moule dur. Après, le moule souple est complètement rempli par la poudre, on a fermé le moule par un bouchon pour rendre étanche le moule.

Le premier essai est réalisé à 250 MPa pendant 5 minutes. Le noyau après démoulage était cassé en plusieurs petits morceaux. En fait, les dents du moule dur créent de contraintes mécaniques, et lors de la descente en pression, se produisent les fissures. Pour diminuer cet effet, nous avons essayé avec de pressions moins élevées telles que : 100MPa et 30MPa. A ces pressions, la forme de noyau est maintenue après le démoulage. Par contre, nous avons constaté que les fissures étaient toujours créés sur les flancs des dents du moule dur (Fig. 8).



Figure 8. Le noyau avec des fissures.

En plus, c'est facile à casser le noyau lors de l'étape démoulage. Le noyau produit par ce procédé n'étant pas réalisable, nous avons opté pour une deuxième voie, détaillé ci-dessous.

### 3.3. L'usinage d'une pièce crue.

Le matériau céramique avec une contrainte mécanique élevée est très dur et fragile. Donc, l'usinage des noyaux céramiques déjà frittés demande des outils en diamant et il est très difficile à réaliser. Par conséquent, on a décidé de réaliser l'étape de l'usinage avant le frittage, sur un bloc dit « cru ».

Cependant, ceci présente également des inconvénients, car l'usinage d'une pièce à cru, et particulièrement, un compact pressé à partir des poudres de taille micrométrique, demande des conditions de manipulation spécifiques. Après plusieurs essais, nous avons réussi à réaliser deux plaques avec une épaisseur entre 3 et 4 mm depuis une pièce crue de forme cubique (Fig. 8).

Pour fabriquer des petites pièces plus compliquées, la machine de fraisage dont sera équipée notre laboratoire prochainement sera nécessaire pour l'étape suivante.

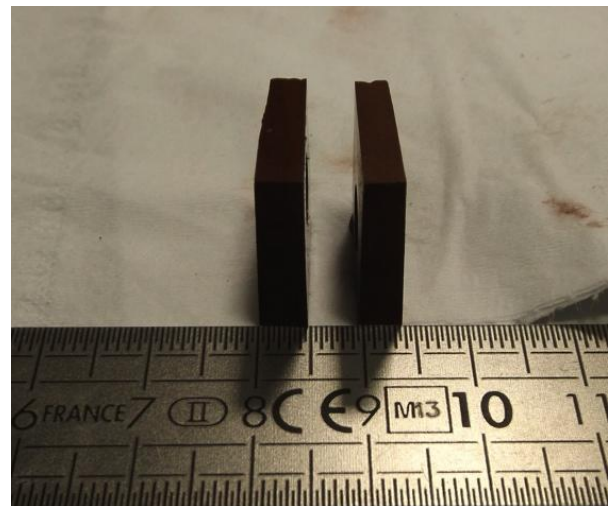


Figure 9. Deux tranches sont réalisées par usinage.

#### 4. CONCLUSIONS

Le développement de nouvelles structures pour l'intégration en électronique de puissance nécessite la maîtrise de toutes les étapes technologiques pour s'assurer que les matériaux aient les mêmes propriétés prévues lors de la conception de structures. La réalisation de noyaux magnétiques pour les structures entrelacés de type ICT, représente un défi si on doit optimiser à la fois les matériaux et la géométrie. Dans ces travaux, nous proposons d'effectuer les noyaux à géométrie complexe à partir des poudres de ferrite Ni-Zn-Cu, en utilisant un pressage isostatique puis un usinage à « cru » des poudres. Les premiers résultats montrent que les propriétés magnétiques en fréquence ne sont pas modifiées en comparaison aux poudres pressées par pressage uniaxial. Ceci valide que nous pourrions par cette méthode développer les structures nécessaires pour la réalisation des noyaux du type ICT.

Il serait cependant souhaitable de réduire, voir éliminer complètement l'étape d'usinage pour obtenir directement les pièces à fritter à l'issue du pressage isostatique. Dans la suite de ces travaux, la réalisation de moules et les règles de conception pour des géométries plus complexes seront à étudier. Et peut-être, la comparaison avec d'autres méthodes de mise en forme sera à effectuer.

#### 5. REMERCIEMENTS

Ces travaux ont été réalisés au laboratoire LAPLACE et au sein de plateforme 3DPhi. Les auteurs remercient Vincent BLEY et Céline COMBETTES pour leur innombrables conseils scientifiques et techniques qui ont nourri ces travaux.

#### 6. REFERENCES

- [1] T. Meynard, F. Forest, E. Labouré, V. Costan, A. Cuniere, and E. Sarraute, "Monolithic Magnetic Couplers for Interleaved Converters with a High Number of Cells," presented at the Integrated Power Systems (CIPS), 2006 4th International Conference on, 2006, pp. 1–6.
- [2] F. Forest, E. Labouré, T. A. Meynard, and V. Smet, "Design and Comparison of Inductors and Intercell Transformers for Filtering of PWM Inverter Output," *Power Electronics, IEEE Transactions on*, vol. 24, no. 3, pp. 812–821, 2009.
- [3] A. Lucas, "Etude et mise au point de transformateurs large bande radiofréquence," ENS CACHAN, France, 2010.
- [4] I. Y. Prokhorov and G. Y. Akimov, "Cold isostatic pressing as a method of pre-forming green ceramicware," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 17, no. 2, pp. 129–131, 1997.
- [5] Y. Gu, R. J. Henderson, and H. W. Chandler, "Visualizing isostatic pressing of ceramic powders using finite element analysis," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 26, no. 12, pp. 2265–2272, 2006.
- [6] R. Lebourgeois, C. LeFur, M. Labeyrie, M. Paté, and J. P. Ganne, "Permeability mechanisms in high frequency polycrystalline ferrites," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 160, pp. 329–332, 1996.
- [7] H. Su, H. Zhang, X. Tang, Y. Jing, and Y. Liu, "Effects of composition and sintering temperature on properties of NiZn and NiCuZn ferrites," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 310, no. 1, pp. 17–21, 2007.
- [8] Agilent technologies, Solution for measuring permittivity and permeability with LCR meters and impedance analyzers, vol. Application Note 1369–1. USA, 2013.