研 究

SnO₂ 置換による低損失 MnZn フェライト

小島 隆, 佐藤 直義, 皆川 保, 野村 武史

TDK 鉄基礎材料研究所, 〒286 成田市南羽鳥字松ヶ下570-2.

SnO₂-Substituted MnZn Ferrite with Low Power Loss

Takashi Kojima, Naoyoshi Sato, Tamotsu Minakawa and Takeshi Nomura

Materials Research Center, TDK Corporation, 570-2 Aza-matsugashita Minami-hatori, Narita 286.

Received August 28, 1995

SYNOPSIS

The effect of chemical composition and firing conditions on the core loss characteristics of MnZn ferrite has been studied with special reference to the factors of core loss. It was found that hysteresis and eddy current losses comprise most of the core loss for MnZn ferrite used at 100kHz. Especially, the eddy current loss remarkably increased with increasing the frequency in comparison with hysteresis loss. On the basis of the fact that the eddy current loss bears a linear relationship to the electrical resistivity, an experimented addition of SnO₂ to MnZn ferrite has been tried to improve the electrical resistivity. As a result, MnZn ferrite with low power loss has been successfully developed.

KEY WORDS

core loss, eddy current loss, electrical resistivity, SnO₂

1 緒 言

スイッチング電源用トランスには低損失MnZnフェライトが用いられている¹⁾. そのうちメイントランス用のフェライト材料は比較的強い磁界中で扱われるため電力損失が大きくなり, かなりの発熱を伴う. よってこの材料には電力損失, いわゆるパワーロスの小さいことが要求される.

パワーロスは古典的にはヒステリシス損失, 渦電流損失, 及び残留損失の和によって表される. ヒステリシス損失は駆動周波数に比例し, 渦電流損失は周波数の二乗に比例して増加する. また残留損失は特に高周波になると顕著に現れてくるもので, 原因としては磁気緩和や各種の共鳴によるものと解釈され

ている.

今回我々はヒステリシス損失及び渦電流損失に着目し添加物, 焼成条件などについての検討を行った結果, MnZnフェライトの主成分をSnO₂で置換することによってより低損失のフェライトが得られたのでここに報告する.

2 試料及び実験方法

実験に用いたMnZnフェライトは原料にFe₂O₃, Mn₂O₄, ZnO, SnO₂を使用し, 所定の組成になるように秤量し, 鋼鉄製ボールミルを用い水を媒体とした湿式法により混合し, 乾燥後空気中にて850°Cで3h仮焼成を行った. 得られた仮焼粉に微量添加物として

SiO_2 , CaCO_3 , Nb_2O_5 , ZrO_2 を所定量添加し, 先ほどと同様にボールミルで混合粉砕しフェライト粉末を得た. この粉末にバインダーとして8%PVA溶液を10%加え造粒した後, トロイダル(T-10)形状に成形した. これを N_2 - O_2 混合雰囲気中 $1250^\circ\text{C} \sim 1330^\circ\text{C}$ で5h焼成した.

パワーロス 100kHz , 200mT で $25^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ の範囲で評価した. ヒステリシス損失及び渦電流損失は周波数及び周波数の二乗に比例する成分に分離して計算上求めた. 比抵抗はディスク上に作製したサンプルの両面にInGa合金を塗布した電極間の抵抗から求めた. 微細構造は光学顕微鏡及び透過型電子顕微鏡(TEM)により解析し, 元素分布についてはエネルギー分散型X線分析(EDS)により解析した.

3 実験結果及び考察

3.1 パワーロスの分離

緒言でも述べた通りパワーロス P_{cv} はヒステリシス損失 P_{hv} , 渦電流損失 P_{ev} , 残留損失 P_{rv} という各損失成分に分離することができ, 次式のように表される.

$$P_{\text{cv}} = P_{\text{hv}} + P_{\text{ev}} + P_{\text{rv}} \\ = f \cdot W_h + f^2 \cdot W_e + P_{\text{rv}}$$

ここで実際の 100kHz 用MnZnフェライトについて横軸を周波数 f , 縦軸をパワーロスを周波数で割った値 P_{cv}/f としてプロットし, 各損失成分の内訳を見てみた. 結果をFig.1に示す.

これより 100kHz 用MnZnフェライトにおいてはパワ

Fig.1 Relationship between P_{cv}/f and frequency for MnZn ferrite.

ーロスは主にヒステリシス損失と渦電流損失によって支配されており, 残留損失の影響はほとんどないことがわかる. また渦電流損失は周波数の増加に伴いより支配的となっており, パワーロスの低減には渦電流損失を抑えることが重要であると言える. 渦電流損失は抵抗率を ρ , 最大交番磁束を B_m , 渦電流の流れる領域の平均直径を d とすると $d^2 f^2 B_m^2 / \rho$ に比例する²⁾. この時の比例定数は形状によって定まるものである. つまり渦電流損失の低減には材料の高抵抗化が求められる. 実際ほとんどのMn-Znフェライトでは SiO_2 , CaO の複合添加によって結晶粒界の高抵抗化が行われている³⁾. よって更なる高抵抗化のためには結晶粒内抵抗に目を向ける必要がある.

3.2 焼成条件の検討

まずはじめに 100kHz 用MnZnフェライトにおいて焼成温度を変化させ, 各損失に与える影響を調べた. 焼成時の酸素分圧は P_{O_2} -T線⁴⁾上に沿って変化させた. 焼成温度を $1250^\circ\text{C} \sim 1330^\circ\text{C}$ まで変化させたときのヒステリシス損失, 渦電流損失及び焼結体の平均粒子径の推移を示したものをFig.2に示す. なお結晶の粒

Fig.2 Sintering temperature dependence of P_{hv} , P_{ev} and grain size for MnZn ferrite.

子径は簡易法より求めた. 焼成温度の上昇と共に粒成長は促進され, 結晶粒は大きくなる. このとき渦電流損失は増加傾向にあり, ヒステリシス損失は 1300°C まで減少した. 1300°C での結晶粒径は $16.0\mu\text{m}$ であった. 渦電流損失の増加は結晶粒径が大きくなったことにより渦電流の流れる領域が大きくなったためと思われる. ヒステリシス損失の減少は結晶粒が大きくなると磁壁の数が増え, 初透磁率が向上したこ

とによるものと思われる⁵⁾. 16.0 μm 以上でのヒステリシス損失の収束は磁壁移動を阻害する結晶内部の欠陥による透磁率の飽和⁶⁾や、磁極や磁壁に発生するエネルギーなどの総和が極小となることによる磁区分裂の完了⁷⁾によるものなどと思われる.

以上より焼成条件を変化させ、結晶粒径を約16 μm の大きさに制御することによりヒステリシス損失を大幅に改善することができた.

3.3 SnO₂添加の検討

MnZnフェライトは化学量論組成より鉄過剰組成量域で作製される. 焼成時の酸素分圧を制御することにより適当な量のFe²⁺を生成させ、Fe²⁺の正の磁気異方性と他の金属イオンの負の磁気異方性との兼ね

Fig.3 Temperature dependence of initial permeability for MnZn ferrites with SnO₂ additives.

Fig.4 Effect of amounts of SnO₂ additives on Fe²⁺/Fe for MnZn ferrites.

Photo.1 TEM image of MnZn ferrite.

Fig.5 X-ray microanalysis measured across the grain boundary.

合いにより高い初透磁率及び低い損失が得られる. しかしながらスピネルBサイトにFe³⁺とFe²⁺が隣り合わせにあるとFe³⁺+e⁻⇌Fe²⁺による電荷の移動がおこり、このためMnZnフェライトの結晶粒内抵抗は他のフェライトに比べ低い. よってこの電荷の移動を妨げるような成分置換を行うことにより抵抗は高くなるはずである. このような置換成分にはSnO₂, TiO₂等が考えられる. そこで渦電流損失低減を目的とし、従来の100kHzパワー材MnZnフェライトにSnO₂

添加を行いその効果を調べた。なお、焼成条件は全て同じとした。SnO₂の添加量を変えたときの初透磁率の温度特性をFig.3に示す。

SnO₂量が増すにつれて初透磁率の極大を示す温度、つまりセカンダリーピーク温度は低温側に移動している。セカンダリーピーク温度は磁気異方性が最小となる温度に等しいため磁気異方性に影響を及ぼすFe²⁺量に変化が起こったものと考えられる。そこでSnO₂添加量を変えたサンプルのFe²⁺/Fe量を滴定法により求めた。結果をFig.4に示す。SnO₂添加量が増すにつれてFe²⁺/Fe量はほぼ直線的に増加していく。これは4価のプラスイオンであるSn⁴⁺がスピネル格子内に入り、電荷補償のためにFe³⁺に対しFe²⁺量が

Fig.6 Temperature dependence of dc resistivity as a function of SnO₂ contents.

Fig.7 Effect of amounts of SnO₂ additives on Pcv, Phv and Pev of MnZn ferrite.

増えたからであると考えられる。また結晶粒界近傍の各添加物のTEM-EDS分析結果をPhoto.1, Fig.5に示す。SiO₂, CaCO₃, Nb₂O₅などは結晶粒界に高濃度に偏析しているのに対しSnO₂は粒界、粒内共に均一に存在していることがわかる。以上のことからSn⁴⁺はスピネル格子内に固溶しているものと思われる。

次にSnO₂を添加したときの抵抗への影響を見てみた。SnO₂添加量別の直流比抵抗ρの温度特性をFig.6

Fig.8 Temperature dependence of power loss for MnZn ferrites.

Table 1 Composition of Lab.Mater.

Fe ₂ O ₃	53.3 mol%
MnO	36.5 mol%
ZnO	10.2 mol%
SnO ₂	1 wt%

Table 2 Characteristics of Lab.Mater.

Pcv (80°C)	203 kW/m ³
μ _i (R.T./80°C)	3020 / 4390
Bs (R.T.)	540 mT
T _c	230 °C

に示す。SnO₂添加量が増えるに従って ρ は大きくなっている。SnO₂添加が $\text{Fe}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+}$ による電荷の移動を抑えるのに十分効果があるといえる。また、このことより比抵抗の値は Fe^{2+} の絶対量によってのみ決定されるものではないこともわかる。

SnO₂添加によって比抵抗を大きくする効果があったので更に各損失値に及ぼす影響について調べてみた。SnO₂添加量を変えたときの80℃におけるパワーロス、ヒステリシス損失、渦電流損失の推移をFig.7に示す。渦電流損失はSnO₂添加量の増加と共に減少しており、これよりSnO₂添加により比抵抗を大きくして渦電流損失を効果的に改善できることがわかった。しかしながらヒステリシス損失は添加量2wt%以上で増加するため総合的には1wt%添加が最もパワーロスを小さくすることができた。ヒステリシス損失が増加した理由は現時点ではわからないが、 Fe^{2+} 量の変化が磁気異方性に影響を及ぼしたからではないかと考えられる。

以上SnO₂添加、焼成条件による結晶粒径の制御などを施した結果100kHz, 200mT, 80℃においてパワーロス203kW/m³という極めて低損失なMnZnフェライトが得られた。このサンプルのパワーロスの温度特性をFig.8に、また組成及び諸特性をTable 1, Table 2に示す。SnO₂置換量1wt%で飽和磁化やキュリー温度などを低下させることなく従来の材料に比べ約100kW/m³も損失を小さくすることができた。

4 ま と め

MnZnフェライトの組成及び焼成条件を検討し、パワーロスの低減を試みた。その結果以下の結論を得た。

- 1) 100kHz用MnZnフェライトにおいて周波数依存性に基づいてパワーロスを分離した結果、ヒステリシス損失、渦電流損失がほとんどを占めていることがわかった。
- 2) SnO₂置換を行うことにより渦電流の原因となる電荷の移動が抑えられ、渦電流損失を減少させることができた。
- 3) SnO₂置換量1wt%として組成、焼成条件等の最適化によりパワーロス $P_{cv}=203\text{kW/m}^3$ (100kHz, 200mT, 80℃)という極めて低損失なMnZnフェライトが得られた。

文 献

- 1) S.Krupicka: J. Magn. Magn. Mat., 19(1980), 88.
- 2) 太田恵造: 磁気工学の基礎2, 310(共立全書, 1973).
- 3) 明石雅夫: 応用物理, 30(1961), 708.
- 4) T.G.W. Stijntjes: Proc. I.C.F., 194(1970).
- 5) E. Ross, I. Hanke, and T.E. Moser: Z. Angew. Phys., 17(1964), 504.
- 6) T. Nomura, K. Okutani, and T. Ochiai: FINE CERAMICS, p254(1987).
- 7) C. Guillaud: Proc. Inst. Electr. Eng. (London), 104(Suppl. 5)(1957), 165.