SnO₂ を添加した MnZn フェライトの電力損失について

Core Loss of MnZn Ferrite with Added SnO₂

皆川 保・佐藤直義・野村武史

TDK(株)基礎材料研究所, 千葉県成田市南羽鳥字松ヶ下 570-2 (☎286)

T. Minakawa, N. Sato, and T. Nomura

TDK Materials Research Center, 570-2 Aza-Matsugashita, Minami-hatori, Narita, Chiba 286

The effect of SnO₂ addition on the loss characteristics of MnZn ferrites for use at 100 to 200 kHz was studied with special reference to the factors for core loss. Superior loss characteristics of 199 kW/m³ at 80°C, 100 kHz, and 200 mT, were achieved by SnO₂ addition. The core loss at 100 kHz consists of hysteresis and eddy current losses. Addition of SnO₂ is effective in reducing both hysteresis and eddy current losses. This improvement can be correlated with a uniformly sized grain microstructure and high resistivity of the grain boundaries.

Key words: MnZn ferrite, core loss, hysteresis loss, eddy current loss, SnO₂

1. 緒 言

近年, 電子機器の小型化, 軽量化に伴い, 電子部品にはより高周波での高効率化が要求されている。スイッチング電源の駆動周波数が高くなるに従い, トランスに用いられる MnZn フェライトにおいても電力損失の低減のための研究開発が盛んに進められている。一般的に 100 kHz 前後で用いられている MnZn フェライトにおいても, 主成分組成や添加物, 粉体特性, および焼成条件の検討により, よりいっそうの低損失材料の開発が行われている^{1)~4)}。また, 損失の解析も活発に行われている^{5), 6)}。損失の古典的な解析では, 周波数の一次成分をヒステリシス損失, 周波数の二次成分を渦電流損失および周波数の二次以上の成分を残留損失に分離しているが, 高周波における損失を十分に説明するには至っていない。最近では電磁気学的解析により, 損失をヒステリシス損失, 渦電流損失, 誘電損失, 残留損失に分離する手法も提案されている^{7), 8)}。

著者は, MnZn フェライトに SnO₂ を添加し, 一部の Fe を Sn で置換することを目的とした。Sn の置換により, Fe²⁺ ⇌ Fe³⁺ 間の電子の移動を抑制し, 粒内抵抗を高くすることで渦電流損失を低減して電力損失の改善を進めてきた。その結果, 80°C, 200 mT, 100 kHz において 199 kW/m³ という低損失な材料が得られた。この材料について, 古典的手法により電力損失を周波数の一次に比例する損失 (Loss 1) と周波数の二次に比例する損失 (Loss 2) に分離して, 古典的手法の検証を行った。また, SnO₂ の添加による, 結晶組織や磁気特性および電気特性への影響について調べたので報告する。

2. 実験方法

工業用原料の Fe₂O₃, MnO, ZnO, および SnO₂ を所定の組成に秤量し, ボールミルで 16 時間の湿式混合した後, 空気中 850°C で 3 時間の仮焼成を行った。得られた仮焼粉に添加物として SiO₂, CaCO₃, Nb₂O₅, ZrO₂ を所定量添加し, 再度ボールミルで湿式粉碎しフェライト粉末を作製した。この粉末にバインダーとして PVA を 0.8 wt% 加えて造粒した後, トロイダル (外形 24 mm×内径 12 mm×厚さ 5.5 mm) 形状に 1 ton/cm² の圧力で成形した。成形体は, N₂-O₂ 混合ガスで酸素分圧を制御した雰囲気下で 1300°C で焼成した。得られたトロイダル形状の試料を用いて, 交流 BH アナライザ (IWATSU8232) により励磁磁束密度 B_m=50~200 mT, 周波数 f=50~250 kHz で電力損失を測定した。この測定器では, 電力損失/周波数-周波数プロットから一次回帰直線を計算し, f=0 におけるヒステリシス損失と, 一次回帰直線からヒステリシス損失を差し引いた渦電流損失に自動で分離する。直流 BH アナライザ (YEW 4192) では, B_m=200 mT の条件によりチャート紙に描かれるヒステリシスループの紙重量から, 一周周期当たりのヒステリシス面積を算出した。初透磁率 μ_i は, LCR メータ (HP4192A) により 100 kHz でのインダクタンスを測定して算出した。電気抵抗の測定は, 試料端面に Ga-In 合金を塗布し銅板電極に密

Fig. 1 Temperature dependence of the core loss.

着させて、直流抵抗はテストにより測定、交流抵抗はインピーダンスアナライザ (HP4194A) により測定した。結晶組織は、試料を鏡面加工後フッ酸にてエッチングを行い、光学顕微鏡により観察および画像解析により結晶粒子の円相当径を調べた。

3. 実験結果および考察

実験材と従来材の主組成および添加物を Table 1 に示す。SnO₂ を 1 wt% 添加した実験材と従来材の $B_m = 200$ mT, $f = 100$ kHz における電力損失の温度特性を Fig. 1 に示す。実験材は、80°C で極小となり 100 kHz, 200 mT で 199 kW/m³ と低損失な材料であることがわかる。この材料と比較のため従来材について、損失を分離して解析した。電力損失を周波数の一次に比例する損失 (Loss 1) と周波数の二次に比例する損失 (Loss 2) に分離した。なお、本報告で用いた試料では、電力損失の測定周波数において周波数の二次以上に比例する損失成分が微少であるため、周波数の一次と二次に比例する損失の二つに分離ができた。

古典的手法によるとヒステリシス損失は直流ヒステリシス面積×周波数と考えられる。そこで、Loss 1/周波数と直流ヒステリシス面積の温度特性を調べた。結果を、Fig. 2 に示す。Loss 1/周波数の温度特性と直流ヒステリシス面積がおおよそ一致していることがわかる。このことから Loss 1 は、ヒステリシス損失であり、ヒステリシス損失が直流ヒステリシス面積×周波数であることを確認した。実験材と従来材それぞれのセカンダリーピーク温度 (異方性が負から正となり透磁率が第 2 極大になる温度のこと) における Loss 1/周波数および直流ヒステリシス面積の値は、どちらも実験材がより小さい値になっている。現段階でその原因は明確になっていないが、SnO₂ 添加により次のような効果を確認した。SnO₂ の添加量に対する結晶粒子径のばらつきを画像解析により調べた結果を Fig. 3 に示す。SnO₂ を添加することにより結晶粒子径のばらつきが小さくなることがわかる。このことから各結晶粒子におけるセカンダリーピーク温度のばらつきが小さくなり、コアとしてのセカンダリーピーク温度における保持力が小さくなると考えられる。実際、Fig. 4 に示す SnO₂ の添加量に対する直流ヒステリシスの保磁力 H_c の変化をみると、SnO₂ を 1 wt% 添加において保磁力 H_c が最小になる。

次に、Loss 2 の解析を行った。実験材料と従来材の Loss 2 の最小値を Table 2 に示す。実験材の Loss 2 は、従来材の Loss 2 よりも大幅に低減していることがわかる。古典的手法によると周波数の二次に比例する渦電流損失は、次式で表される。

Fig. 2 Temperature dependence of Loss 1/frequency, and the square of the BH loop at dc.

Fig. 3 Relationship between the standard deviation, grain size, and SnO₂ addition.

Fig. 4 Relationship between H_c at dc and SnO₂ addition.

Table 1 Composition of laboratory and conventional materials

	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	SnO ₂	SiO ₂	CaCO ₃	Nb ₂ O ₅	ZrO ₂
	mol%	mol%	mol%	wt%	ppm	ppm	ppm	ppm
Lab. material	53.3	36.5	10.2	1.00	100	800	300	250
Conventional	53.5	36.3	10.2	0.25	120	800	300	250

Table 2 Loss 2 minimum of laboratory and conventional materials

	Loss2 minimum
Lab. material	138 kW/m ³
Conventional	177 kW/m ³

Fig. 5 Relationship between Loss 2/frequency and $f \cdot B_m^2$.

Fig. 6 Relationship between Loss 2/frequency and the electrical resistivity $1/\rho$ at the secondary peak maximum temperature.

$$P_{ev} = \frac{S \times f^2 \times B_m^2}{\rho}$$

ここで、 P_{ev} は渦電流損失、 S は渦電流の流れる面積、 f は周波数、 B_m は励磁磁束密度である。この式に基づいて、実験材の $\text{Loss } 2/f$ と $B_m^2 \cdot f$ の関係を調べた。結果を Fig. 5 に示す。今回測定した 25~120°C の範囲において $\text{Loss } 2/f$ は $B_m^2 \cdot f$ に明らかに比例関係が見られる。また、異方性の影響が小さいセカンダリーピーク温度での $\text{Loss } 2/f$ と直流比抵抗 $1/\rho$ の関係につ

Fig. 7 Temperature dependence of R_{dc} , R_g , and R_b .

Fig. 8 Temperature dependence of Loss 2/frequency.

いて様々なサンプルを用いてプロットした結果を Fig. 6 に示す。 $\text{Loss } 2/f$ は、 $\log(1/\rho)$ に比例的な関係にあることがわかる。(ただし、 $\log \rho$ に対する Loss 2 は、ばらつきが大きいため、あくまでも目安程度でしかないと思われる。) 実験材と従来材の直流抵抗の温度依存性を Fig. 7 (左図) に示す。両者とも各温度における直流抵抗値はおおよそ一致しており、温度上昇に伴い一様に小さくなる傾向を示す。そのため、両者のセカンダリーピーク温度における比抵抗値を比較した場合に、セカンダリーピーク温度が低温 (80°C) にシフトしている実験材がより大きな比抵抗値を有することになる。(実験材は従来材の約 2 倍の比抵抗値がある。) また、交流抵抗の実数部と虚数部を用いてコールコールプロットを行い粒内抵抗、粒界抵抗に分離した。結果を Fig. 7 (右図) に示す。粒内の抵抗を高くする目的で SnO_2 を置換した。TEM-EDS の結果より、 SnO_2 は粒内にほとんど存在していた。また、滴定法で Fe^{2+} 量の測定より、 SnO_2 の添加量に応じて Fe^{2+} 量が増加していたことから、Sn は Fe を置換していると考えられる。しかし、目的とは異なる結果になった。粒界抵抗値に着目すると各温度における抵抗値は実験材が 10% 程度大きく、セカンダリーピーク温度が低温にシフトしている実験材は、より大きな粒界抵抗を有することになる。このことにより、渦電流が結晶粒子内を流れ、粒界を突き抜け広範囲で流れることを抑制することも考えられる。これらのことから、セカンダリーピーク温度における $\text{Loss } 2/f$ 値が

Fig. 9 Temperature dependence of R_{ac} .

Fig. 10 Comparison of the measured loss with the calculated value of Loss 2/frequency.

低減したものと考えられる。

次に、Loss 2 の温度依存性と抵抗値の温度依存性について解析した。Loss 2/f の温度依存性を Fig. 8 に示す。セカンダリーピーク温度近傍において最小となりそれ以上の温度で急増していることがわかる。これに対して Fig. 7 (左図) の直流抵抗や Fig. 7 (右図) の粒内、粒界抵抗の温度依存性は、温度上昇に伴い一様に小さくなる傾向を示す。このことから Loss 2/f の温度依存性と直流抵抗の温度依存性は、傾向が一致しないことが

わかる。次に、100 kHz における交流抵抗の温度依存性を調べた結果を Fig. 9 に示す。セカンダリーピーク温度で交流抵抗が最大値になることがわかる。このことから、直流抵抗より交流抵抗を用いるのが適当と思われる。この交流抵抗値を用いて、トロイダル断面全体に渦電流が流れるものと仮定して、渦電流損失の温度特性を算出した結果を Fig. 10 に示す。算出した渦電流損失値は、温度の変化に対してほぼ一定であることがわかる。その値は、実測値である Loss 2/f の 1/3 以下である。異方性による影響を考慮することや、今回用いた式および交流抵抗値が渦電流損失の算出に適切なものか、今後詳細な検討が必要である。

4. 結 論

- (1) SnO_2 を 1 wt% 添加した MnZn フェライトにおいて、電力損失 199 kW/m^3 の低損失な材料を得た。
- (2) 周波数の一次に比例する損失は、ヒステリシス損失であり、直流ヒステリシスの面積に周波数を乗じた値であることを確認した。
- (3) 周波数の二次に比例する損失に関して今回検討した範囲では、励磁磁束密度の二次に比例し、セカンダリーピーク温度における直流比抵抗に反比例的な関係にあることを確認した。
- (4) SnO_2 を添加することによる効果として、焼結体の結晶粒子径の分布は狭くなる。また、直流ヒステリシスの保磁力 H_c が減少することがわかった。電気抵抗は、粒界抵抗が大きくなった。

文 献

- 1) 成木伸也, 佐々木教真, 伊藤 薫, 渡邊宏二, 奥村直樹: 粉体粉末冶金協会講演概要集, p. 172 (1995).
- 2) 稲場秀明, 阿部輝宣, 北野葉子, 下村順一: 第 17 回日本応用磁気学会学術講演概要集, p. 306 (1993).
- 3) 横山雅春, 山本 豊, 牧野彰宏: 第 17 回日本応用磁気学会学術講演概要集, p. 310 (1993).
- 4) T. Mochizuki: Ferrites (ICF6), p. 53 (1992).
- 5) E. Ohtsuki: Ferrites (ICF6), p. 59 (1992).
- 6) 大概悦夫, 山田盛一: 日本応用磁気学会誌, 19, 421 (1995).
- 7) 早乙女英夫, 榊 陽: 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-95-44 (1995).
- 8) 河井武志, 早乙女英夫, 榊 陽: 第 19 回日本応用磁気学会学術講演概要集, p. 271 (1995).

1995 年 10 月 17 日受理, 1996 年 1 月 12 日採録