

複合配向化した微粒子コンポジット材の磁気特性に関する研究

若林 和志、村田 啓太、宮崎 孝道、増本 博、遠藤 恭 (東北大学)

Study on magnetic properties of mixed and oriented soft magnetic particles composites

Kazushi Wakabayashi, Keita Murata, Takamichi Miyazaki, Hiroshi Masumoto, Yasushi Endo
(Tohoku Univ.)

はじめに

次世代パワーエレクトロニクス技術の一つであるトランスやインダクタといった受動素子では、既存の軟磁性材料に替わる新たな材料が必要とされている。軟磁性微粒子コンポジット材は、高飽和磁束密度かつ低損失といった特長を有することから、これらの素子を構成する軟磁性材料の有力な候補である。その一方で、充填率に限界があり、透磁率が低いことが課題である。この課題を解決するためには、ミクロンおよびサブミクロン径の異なる二種類以上の磁性微粒子を複合配向化させて反磁界の低減による透磁率の向上が重要である。我々はこれまでに、1 μm 径の Fe 微粒子と 10 nm 径の Fe_3O_4 微粒子を複合配向させて透磁率を向上させることに成功した^[1]。また、二種類の微粒子における飽和磁束密度の差が大きく、初透磁率領域のみしか適応できないことを明確にした。本研究では、サブミクロン径のアモルファス Fe-B 微粒子と、さまざまな飽和磁化 σ_s を有するミクロン径の軟磁性微粒子を複合して磁界配向させたコンポジット材を合成し、それらの磁気特性について検討した。

実験方法

合成した試料は、水溶液還元法で合成したサブミクロン径のアモルファス Fe-B 微粒子^[2](実測値 σ_s : 140 emu/g)とミクロン径微粒子(Fe, FeNi, Fe-Si-Cr-B, Fe-Al-Si, 実測値 σ_s : 220, 149, 145, 115 emu/g)の重量比を変えた状態で 30 vol.%として樹脂中に分散させ、最大磁界 3 kOe の電磁石を用いて配向処理をしたコンポジット材である。

合成した試料の形状評価には SEM を、また、それらの磁気特性評価には VSM, フェライトヨークを利用した透磁率測定法を用いた。

実験結果

図 1 は重量比 4 : 1 で複合配向化させた Fe-Al-Si/Fe-B 複合微粒子コンポジット材の表面形状像である。Fe-Al-Si 微粒子の隙間に Fe-B 微粒子が詰められている様子が観察された。この傾向は他のコンポジット材でも確認された。これらの結果は、ミクロン径微粒子の σ_s によらず、Fe-B 微粒子がミクロン径微粒子からの漏れ磁束によって配向したものと考えられる。

図 2 は Fe-Al-Si/Fe-B 複合微粒子コンポジット材における比透磁率 μ_r の重量比による変化である。 μ_r は、Fe-B 微粒子の割合が増加するとともに減少した。これは Fe-Al-Si 微粒子に比べて Fe-B 微粒子の透磁率が低いことによるものと考えられる。また、各重量比での磁界配向処理の有無による差に着目すると、いずれも磁界配向処理を行うと μ_r の増加した。なかでも、Fe-Si-Al と Fe-B の重量比が 4 : 1 のとき、 μ_r は 1.5 倍程度に増大した。これらの結果は Fe-B と他の微粒子からなるコンポジット材でも同様の傾向となった。

以上の結果から、ミクロン径微粒子に最適な比率で Fe-B 微粒子との複合化を試みると、ミクロン径微粒子の反磁界を効率的に低減し、高透磁率化させることが可能であることを示唆している。

謝辞

本研究の一部は、文部科学省革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研究開発事業 JP00977 のもとで行われました。また、東北大学国際集積エレクトロニクス開発センター(CIES)および東北大学先端スピントロニクス研究開発センター(CSIS)の支援のもとで行われました。

参考文献

- [1] Y. Shimada et al., J. Appl. Phys. 101, 09M505(2007).
- [2] K. Murata et al., T. Magn. Soc. Jpn. (Special Issues), 5, 1-5 (2021)

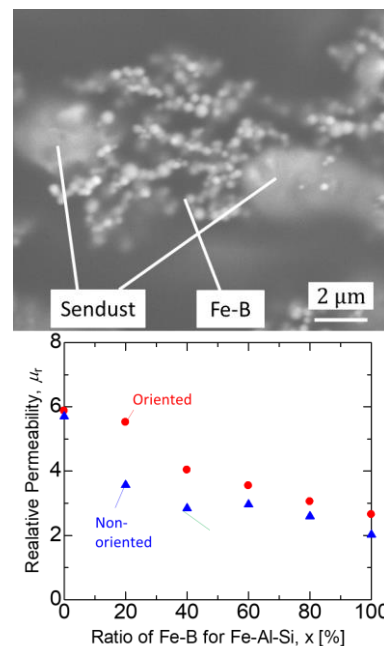


図 2. Fe-Al-Si/Fe-B 複合微粒子コンポジット材における μ_r の重量比による変化

新幹線電装品コンバータ・インバータシステム用

圧粉磁心リアクトルの開発

金谷 孝紀, 佐藤 敏郎, 曾根原誠 (信州大学)

Development of pressed magnetic core reactor
for converter/inverter system for shinkansen electric equipment
Takanori Kanaya, Toshiro Sato, Makoto Sonehara (Shinshu University)

はじめに

新幹線電装品用直流 100 V 入力-200 V 出力昇圧コンバータ/60 Hz・1.5 kW 出力インバータシステムへの適用を目的に、鉄系アモルファス合金球形粉末を用いた圧粉磁心、ならびに鉄系ナノ結晶合金球形粉末を用いた圧粉磁心を試作し、これらを用いたプレーナリアクトルのコンバータ/インバータシステムへの実装評価を進めている。Table.1 および Table.2 は昇圧コンバータ/インバータシステムの開発仕様を示したものであり、1 MHz スイッチング昇圧コンバータ用リアクトルおよび 700 kHz-PWM インバータ用出力 LC フィルタ用リアクトルの試作とコンバータ/インバータシステムへの実装評価の結果を報告する。

圧粉磁心

Fig.1 は鉄系アモルファス合金球形粉末を用いた圧粉磁心の比透磁率と鉄損の周波数特性の一例を示したものであり、比透磁率は約 36 で 5MHz までほぼ一定であった。鉄系ナノ結晶合金球形粉末を用いた圧粉磁心の磁気特性については学術講演会で報告する。

コンバータリアクトルの磁束密度分布の一例

Fig.2 に昇圧コンバータ用プレーナリアクトルの磁束密度分布の一例を示す。コンバータの定格直流電流と三角波リップル電流が重畳した最大ピーク時の磁束密度は、圧粉磁心の飽和磁束密度 (0.93 T) に対し約 10 % のおよそ 100 mT 程度であり、コンバータの定格動作時でも磁心の磁気飽和の影響はほとんどない。学術講演会では、鉄系アモルファスと鉄系ナノ結晶の 2 種類の合金球形粉末を用いた圧粉磁心のリアクトルの試作・評価を行った結果の比較と、コンバータ・インバータシステムに適用した結果を報告する。

Table.1 Specifications of GaN-FET boost converter

Input voltage	DC100 V
Output voltage・current	DC200 V・7.5 A
Switching frequency	1 MHz
DC choke reactor	10.9 μH

Table.2 Specifications of GaN-FET PWM inverter

Input voltage	DC200 V
Output voltage	AC100 V (60 Hz)・15 A
Carrier frequency	700 kHz
Reactor for LC filter	27 μH

[1] 藤倉律也, 他, 電学マグネティックス研資, MAG19-068, 2019 年 8 月.

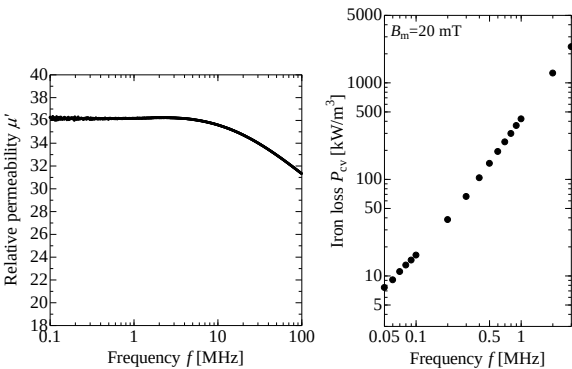


Fig.1 Frequency versus relative permeability and iron loss of pressed magnetic powder core using two kinds of Fe-based amorphous sphere powder with D_{50} of 3.5 μm and 10 μm.

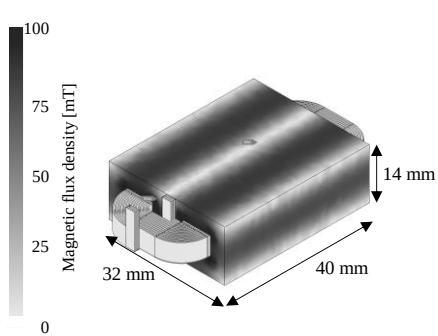


Fig.2 Magnetic flux density distribution of planer reactor for 100 V input/200 V-1.5 kW output, 1 MHz switching boost converter.

2 コイル法と共振法の併用によるセンダスト圧粉コアのブロードバンド鉄損測定

小野 暢久¹、上原 裕二²、遠藤 恭^{3,4}、吉田 栄吉¹、及川 英彦⁵、菊池 伸明¹、岡本 聡^{1,4,6}

(¹東北大多元研、²磁気デバイス研究所、³東北大院工、⁴東北大 CSIS、⁵トーキン、⁶NIMS)

Broadband iron loss measurements in a Sendust dust core using 2-coil and capacitance cancellation methods

N. Ono¹, Y. Uehara², Y. Endo^{3,4}, S. Yoshida¹, H. Oikawa⁵, N. Kikuchi¹, S. Okamoto^{1,4,6}

(¹IMRAM, Tohoku Univ., ²Magnetic Device Laboratory, ³Graduate School of Eng. Tohoku Univ.,

⁴CSIS, Tohoku Univ., ⁵TOKIN, ⁶NIMS)

はじめに

高効率パワーエレクトロニクスの実現に向けて、磁性素子の低損失化への要求が高まっている。そのためには鉄損起源を明らかにすることが重要であるが、広く用いられている Steinmetz 式による解析は現象論的な解釈に留まっている。この課題に対して、Fiorillo らはフェライトコアに対して磁化過程に基づく鉄損要因解析手法を提案しており[1]、我々は本手法を圧粉コア等の金属系材料への拡張を検討している。本手法の特徴はブロードバンド鉄損測定を行う点にあるが、標準的な鉄損測定である 2 コイル法では数 MHz が上限である[2]。本研究では、2 コイル法と共振法[3]を組み合わせることで圧粉コアのブロードバンド鉄損測定を行った。さらにコア厚みの薄い試料も併用し、100 Hz ~ 55 MHz の広い帯域で高精度な鉄損測定を実施した結果を報告する。

実験方法

試料はトロイダル形状のセンダスト圧粉磁性コア(外径 13 mm、内径 8 mm、粉末粒径 11.2 μm) であり、厚みは 5 mm ならびに 1 mm の 2 種類を用いた。2 コイル法の測定は BH アナライザ(IWATSU SY-8218)を使用した。共振法の測定系については文献[4]を参考されたい。

実験結果

2 種類の異なる測定手法での鉄損測定データの整合性を得るため、コイルの結合係数は 0.85 以上であることを確認し、さらにインピーダンスや透磁率なども一致を確認しながらデータ取得を行った。そのようにして測定した 2 コイル法ならびに共振法のセンダスト圧粉コアの各励磁振幅における鉄損の周波数依存性を Fig.1 に示す。塗りつぶしならびに白抜きマークは 2 コイル法、共振法の結果であり、さらに黒マークならびに赤マークが 5 mm、1 mm 厚試料の結果である。2 コイル法と共振法それぞれの測定結果が良好に接続しており、ブロードバンドでの鉄損測定が実現できたことが分かる。さらに 1 mm 厚試料では自己共振周波数が高周波側にシフトするため、測定周波数上限が 55 MHz にまで高められる。本測定結果より、今回用いたセンダスト圧粉コアでは 1 MHz 付近から鉄損が顕著に増加しており、鉄損要因が変化していると予想される。今後、本ブロードバンド鉄損計測を各種コア材料に適用し、鉄損要因解析を進める予定である。

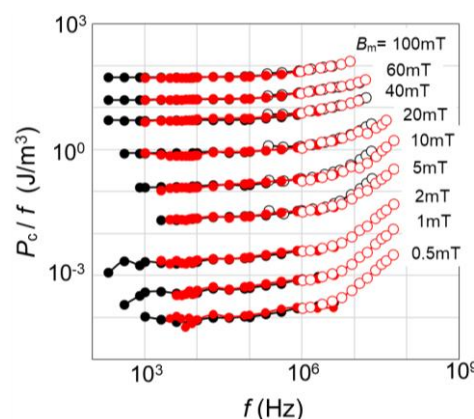


Fig.1 Broad band iron loss measurements of a Sendust dust core by means of two-coil (solid marks) and capacitive cancellation methods (open marks). Black and red marks are the 5 mm and 1 mm-thick cores, respectively.

謝辞

本研究は文科省革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研究開発事業 JPJ009777 の支援の下で行われた。

参考文献

- 1) C. Beatrice et al., J. Magn. Magn. Mater. **429**, 129 (2017)
- 2) F. Dong Tan et al., IEEE Trans. Power Electro. **10**, 124 (1995)
- 3) M. Mu et al., IEEE Trans. Power Electro. **29**, 4374 (2014)
- 4) 上原 裕二 ほか：, 電気学会静止器・回転機合同研究会資料, SA-22-012/RM-22-012(2022)

熱処理を施した高純度 Fe 薄帯における構造と磁気特性

馬小童¹, 梅津理恵¹, 宮崎孝道¹, 三上慎太郎², 平城智博², 遠藤恭¹ (¹ 東北大, ² 東邦亜鉛(株))

Study on Structure and Magnetic Properties of Pure Fe Ribbons with Annealing Treatment

X. Ma¹, R. Umetsu¹, T. Miyazaki¹, S. Mikami², T. Hiraki², Y. Endo¹ (¹Tohoku Univ., ²TOHO ZINC Co., Ltd.)

はじめに

近年、エネルギー高効率パワーエレクトロニクスデバイスへの展開を目指し、デバイスの一部を担う軟磁性材料の開発が盛んに行われている。なかでも、軟磁性アモルファス薄帯は、高飽和磁束密度かつ低損失といった優れた特性を有することから、有力な材料候補の一つとされている。その一方で、今後の更なる省エネ化・高周波化を目指す上では、従来の薄帯では特性を満足できず、新規軟磁性薄帯の開発が必要不可欠である。我々のグループでは、これまでに高飽和磁束密度を有する高純度 Fe 薄帯に着目し、1273 K 以上の高い熱処理温度で結晶配向が変化し軟磁気特性が改善することを報告した[1]。本研究では、より低い熱処理温度範囲での高純度 Fe 薄帯における磁気特性の熱処理による効果を明確にするため、それらの熱処理前後での構造と磁気特性について検討した。

実験方法

作製した試料は熱処理を施した高純度 Fe 薄帯である。薄帯厚は 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm である。また、熱処理条件は真空中で 873, 973, 1073, 1173 K の一定温度とし、保持時間は 3 時間とした。

作製した試料の結晶構造評価には XRD 及び EBSD。また、それらの磁気特性の評価には VSM, フェライトヨークによる複素透磁率法、BH アナライザ、自作の磁歪測定装置を用いた。

結果および考察

逆極点図マップ(図 1)に示すように、圧延組織の優先配向は熱処理を施すと(100)–(111)配向から(111)優先配向へと変化した。また、結晶粒径は熱処理により粗大化した。

図 2 は熱処理温度の異なる 20 μm 厚の高純度 Fe 薄帯における複素透磁率の周波数特性である。透磁率は熱処理温度により変化した。すなわち、熱処理温度増加にともない透磁率が増加し、より低周波帯から減少した。この挙動は熱処理温度の増加にともない結晶粒が粗大化し、渦損が増加したことによる。

コアロス(図 3)は熱処理の有無に関係なく周波数の増加にともない増加した。また、コアロス値は熱処理を施すと減少した。この原因は圧延による歪みの緩和によるものと考えられる。これらの結果から、低い温度での熱処理においても高純度 Fe 薄帯の軟磁気特性が向上することがわかった。

謝辞

本研究の一部は、文科省革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研究開発事業 JPJ009777, 東北大学 CSIS および CIES の支援のもとで行われた。

参考文献

[1] Y.Endo, et al., DIGESTS of 45th Conf. Magn. 177(2021)

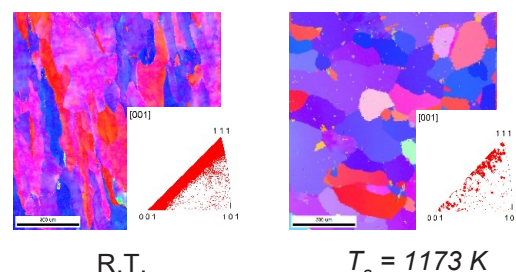


FIG. 1. Inverse pole figure map of 20- μm thick mairon UHP ribbons before and after annealing.

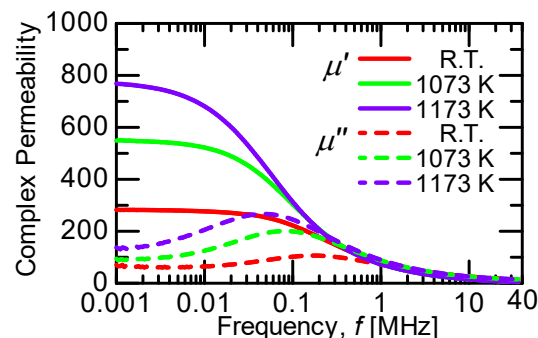


FIG. 2. Frequency dependence of complex permeability for 20- μm thick Fe ribbons with various annealing temp..

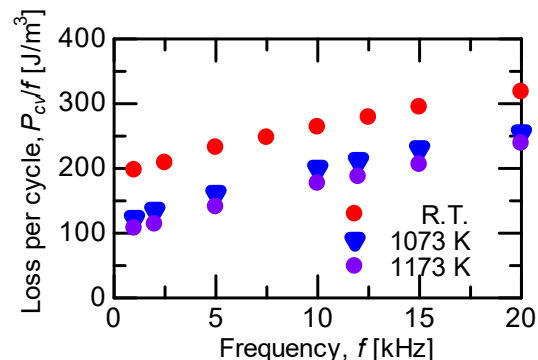


FIG. 3. Frequency dependence of core loss per cycle at $B_m = 0.5$ T for 20- μm thick Fe ribbons with or without annealing.

反応性対向ターゲット式スパッタ法で作製した CoZrO 薄膜における酸素導入量が磁気特性に与える影響

金子忠幸, 仁田帆南, 高村陽太, 中川茂樹
(東京工業大学)

Effects of oxygen gas flow on magnetic property of CoZrO films formed by reactive facing target sputtering
T. Kaneko, H. Nitta, Y. Takamura, S. Nakagawa
(Tokyo Institute of Technology)

はじめに

強磁性微粒子が酸化物マトリクス内に析出したナノグラニューラ構造を作る薄膜は、比較的高い飽和磁化と、高い電気抵抗率が得られ、パワーエレクトロニクス回路用の高周波磁性材料として有望である。CoZrO 薄膜は低磁歪特性に基づく軟磁気特性が得られることが知られており^{1,2)}、これに高い一軸磁気異方性を付与することができれば、さらなる低損失な高周波動作インダクタ用のコア材が実現できる。対向ターゲット式スパッタリング法(FTS)は、スパッタ粒子の斜方入射により CoZrO 薄膜に面内一軸磁気異方性を付与できる³⁾。本研究では、成膜時の酸素流量が膜構造や磁気異方性に与える影響について考察した。

実験方法

Co ターゲットと Zr チップによる複合ターゲットを用いて、FTS により、ガラス基板上に CoZrO 薄膜を室温で成膜した。Zr チップ数により Co/Zr 組成比が 85/15 および 82/18 となるように調整した。成膜ガスには Ar と O₂ の混合ガスを用い、全ガス圧は 0.5 Pa、酸素流量は 0 - 0.9 sccm の範囲で変化させた。

実験結果

今回の酸素流量の範囲でアモルファス構造であることを X 線回折により確認した。

Fig. 1 に CoZrO 薄膜(膜厚 90 nm)の電気抵抗率 ρ と飽和磁化 I_s の酸素流量依存性を示す。どちらの組成でも酸素導入により I_s は上昇し始める。これは Co に固溶していた Zr が選択的に酸化され、Co-Zr 合金粒の組成が Co リッチに変化する事によるものと考えられる。Co/Zr 比が 85/15 の膜で酸素導入量が 0.7 sccm 以上で減少するのは、Co 自身の酸化が顕著となることによる I_s の減少と考えられる。 ρ はどちらの組成でも酸素導入による Zr 酸化物の形成により増加する。Co/Zr 比が 85/15 の膜では酸素流量が 0.4 sccm 程度で酸素導入量の増加により ρ が上昇し、飽和磁化が極大を示す酸素範囲と一致する。Co の酸化が顕著になると考えられる 0.9 sccm 以上では急激に ρ が上昇する。Zr 組成が高い 82/18 の場合ではその変化が緩やかに表れているといえる。

Fig.2 は、Co/Zr 比が 82/18 の CoZrO 薄膜の異方性磁界 H_k の酸素流量依存性である。酸素流量 0.5 sccm 程度で極大を取る傾向が見え、その磁化特性を図中に示す。酸素導入によって ρ の高い状態で H_k の制御ができる可能性があると考えられる。

謝辞

4 探針法による電気抵抗率は東京工業大学の山田・宮島研究室のご協力で測定した。本研究の一部は、パワーアカデミーの支援を受けて実施した。

参考文献

- 1) S. Ohnuma et al., J. Magn. Magn. Mater., **310**, 2503 (2007).
- 2) Y. Sun et al., IEEE, Trans. Magn., **43**, 4060 (2007).
- 3) K. Kawahara et al., 日本磁気学会学術講演会, o2pC-4 (2021).

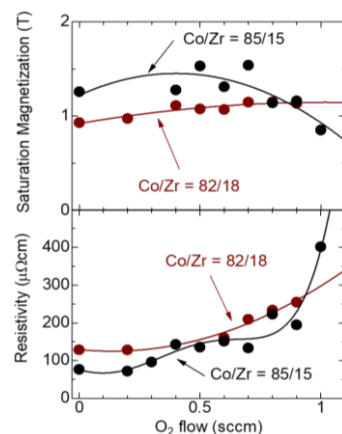


Fig. 1 I_s and ρ for CoZrO thin films as a function of oxygen flow.

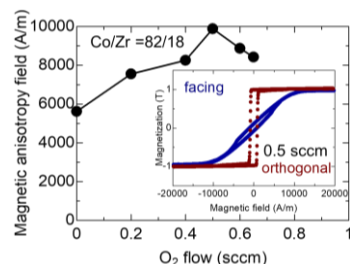


Fig. 2 O₂ flow dependence on H_k of CoZrO thin films.

Development of Fe₂B powders as noise suppression materials for 5G communications

H. Sepehri-Amin¹, P. Tozman¹, Xin Tang¹, S. Tamaru², T. Igarashi³, S. Okamoto⁴, T. Ohkubo¹ and K. Hono¹

¹ Research Center for Magnetic and Spintronic Materials, National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047, Japan

² Research Center for Emerging Computing Technologies (RCECT), National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Tsukuba, Japan

³ TOKIN Corporation, 7-1, Koriyama 6-chome, Taihaku-ku, Sendai, Miyagi 982-8510, Japan

⁴ Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials (IMRAM), Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-Ku, Sendai 980-8577, Japan

The role of high frequency electronic devices in the world is increasing due to the emergence of information societies and the prospects toward further implementation of artificial intelligence and use of big data. However, evolution of high frequency electronic devices accompanies with a rise of electromagnetic (EM) noises which should be suppressed. One way to overcome this problem is the development of noise suppression materials which can absorb the EM noises above 20 GHz range. Although various ferromagnetic materials have been used as noise suppression materials for different frequency regions [1-4], there is no practical materials to suppress the noises at the frequency range of above 20 GHz required for 5G communications. In this work, we developed Fe₂B ferromagnetic powders that can suppress EM noise at the frequency range of 10-35 GHz.

Fe₂B alloy ingot was prepared by induction melting. Spherical shaped powders were prepared by the jet-milling process. The size of the particles varies depending on grinding gasses such as N₂ and He with different inlet pressure during jet-milling. Based on XRD analysis, the main phase in the as-cast and after jet-milling process was found to have the CuAl₂ type crystal structure. Figure 1 (a) shows secondary electron (SE)-SEM image of the jet-milled powders. The average particle size of the powder is ~3 μ m. Figure 1(b) shows bright-field (BF)-TEM image obtained from a single jet-milled Fe₂B particle indicating that the powders are single crystalline. Based on XRD on magnetically aligned particles and M-H curve

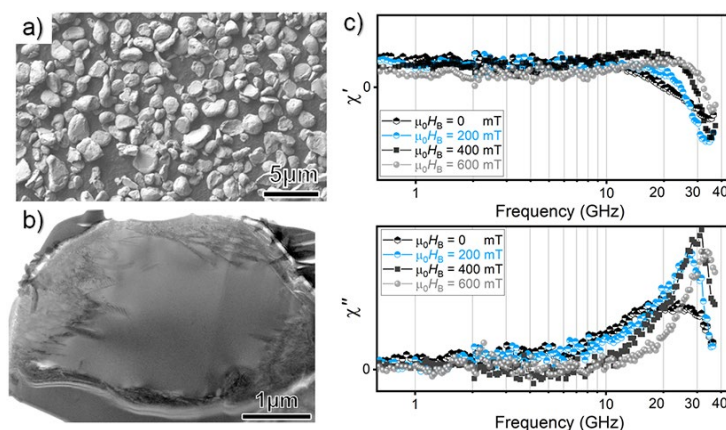


Figure 1: (a) SE- SEM showing morphology of the developed jet-milled Fe₂B powders. (b) BF-TEM image obtained from inside of a single Fe₂B particle showing single crystalline nature of the particle. (c) Real (χ') and imaginary (χ'') part of the magnetic susceptibility under 0, 200, 400, and 600 mT bias magnetic field.

measurements, we have found the developed Fe₂B powders show basal anisotropy. The single crystalline powders were magnetically aligned and fixed in an epoxy resin. The magnetic susceptibility of the aligned powders was measured using transformer coupled permeameter (TC-Perm) [5]. Figure 1(c) shows real (χ') and imaginary (χ'') part of the magnetic susceptibility as a function of frequency under bias magnetic field ($\mu_0 H_B$) of 0-600 mT. The developed Fe₂B powder give a broad ferromagnetic resonance peak covering the frequency range of 12-35 GHz under $\mu_0 H_B = 0$ T. Upon increasing $\mu_0 H_B$, FMR peak shifts to a larger frequency range. We will discuss how selection of appropriate particle size and their single crystallinity are important factors to realize FMR peaks above 20 GHz desired for EM noise suppression for 5G communications.

Acknowledgement: This work was in-part supported by MIC/SCOPE grant number 195003002.

References: [1] H. Y. Yang *et al.* J. Alloys Compd. 493 (2010) 549-552. [2] C. Yu *et al.* Dalton Trans. 41 (2012) 723-726. [3] X. Liu *et al.* J. All. Comp. 765 (2018) 943-950. [4] M. Green, *et al.* Mater. Chem. Front. 2 (2018) 1119. [5] S. Tamaru *et al.* J. Magn. Magn. Mater. 501 (2020) 166434.