

Fabrication additive CIM-like d'un noyau magnétique en ferrite de type MnZn

Ghali SQALLI¹, Vincent MARTIN¹, Ulrich SOUPREMANIEN², Frédéric GILLON¹, Denis NAJJAR³, Abdelkader BENABOU¹, Jean-François WITZ³, Michel HECQUET¹

¹ Univ. Lille, Arts et Metiers Institute of Technology, Centrale Lille, Junia, ULR 2697 - L2EP, F-59000 Lille, France.

² CEA Grenoble, CEA/LITEN/DTNM/SA3D/LMCM, Université Grenoble Alpes, 38054 Grenoble, France

³ Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, UMR 9013 - LaMcube - Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multiéchelle, Lille, France.

RESUME – La fabrication additive offre une flexibilité de fabrication au niveau des formes et permet actuellement l'impression de matériaux variés pour le génie électrique. Cet article présente la caractérisation magnétique d'un tore en ferrite doux de type MnZn réalisé par fabrication additive. Le procédé utilisé est le CIM-like, qui met en forme la pièce par extrusion de granulés chargés. Après une étape de déliantage et de frittage, un tore dense et présentant de bonnes performances magnétiques est obtenu. Le procédé est original pour la réalisation de pièces en ferrite douce. Des caractérisations magnétiques sont réalisées avec ce tore, permettant d'obtenir ses limites magnétiques, ses cycles d'hystérésis ainsi que ses pertes en fonction de l'induction et de la fréquence. L'évolution du comportement en température du ferrite est également présentée.

Mots-clés—*Fabrication additive, matériaux magnétiques, ferrite douce, CIM-like, ferrite de type Manganèse-Zinc (MnZn), caractérisation magnétique, cycle d'hystérésis, pertes magnétiques*

1. INTRODUCTION

La fabrication additive est un procédé intéressant du fait de sa flexibilité et de la complexité géométrique des pièces qu'elle permet de fabriquer [1]. Dans ce domaine en forte évolution, l'impression 3D permet un prototypage peu coûteux en temps et en moyens par rapport aux procédés usuels. De plus, une gamme de mélanges-maîtres de plus en plus vaste est à disposition [2]. En exploitant les possibilités offertes par l'impression 3D dans le domaine du génie électrique, de nouvelles opportunités émergent pour améliorer les performances des dispositifs électriques tels que les capteurs, les inductances et les transformateurs HF.

Les ferrites de type MnZn sont les ferrites doux les plus utilisés, avec de nombreuses applications en l'électronique de puissance. L'intérêt principal de l'utilisation de ces ferrites est leur rapport coût/performance, avec une perméabilité magnétique élevée, une faible coercivité, une excellente stabilité thermique et de faibles pertes à hautes fréquences [3], [4]. Classiquement, les ferrites sont obtenus par pressage dans un moule puis frittés à haute température. Dans ce travail, les pièces ont été obtenues par un procédé de fabrication additive.

Un grand nombre de procédés de fabrication additive existe [5]. Parmi les plus développés, on trouve notamment l'impression par fusion sur lit de poudre avec un faisceau laser (SLA). Dans leurs travaux, Urbanek et al. [6] ont fabriqué une partie d'un rotor en ferrite douce pour un moteur synchrone à aimant permanent par SLA. Bayaniahangar et al. [7] ont exploité les capacités d'impression de formes complexes par une

autre approche, basée sur la technique de dépôt de fil fondu (FFF), avec leurs travaux sur l'impression d'actionneurs magnétiques souples à bobine hélicoïdale en oxyde de fer. Une autre procédé de fabrication additive est l'impression par projection de liant polymérique. Celle-ci consiste à déposer des couches successives de poudre et de liant polymérique, qui servira d'adhésif (Binder Jetting) [8].

Le procédé que nous avons retenu pour l'impression de ferrite est le PIM-like. Ce procédé reprend une partie des étapes du procédé classique du PIM « Powder Injection Moulding ». Celui-ci consiste à mélanger de la poudre métallique ou céramique à un liant polymère pour obtenir un mélange-maître [9]. Ce procédé combine les principes de la mise en forme des poudres et de l'injection de polymères. Les propriétés finales de la pièce sont ensuite obtenues suite à des étapes de déliantage et de frittage permettant de densifier la pièce [10]. Pour les ferrites, le frittage se fait sous atmosphère contrôlée en oxygène [11]. Lorsque la poudre est une céramique, comme le ferrite de type MnZn, le procédé usuel s'appelle le Ceramic Injection Moulding (CIM) [12] [13].

Le procédé PIM-like est une solution innovante pour la réalisation de ferrite douce et lisse envisager la réalisation de formes ne pouvant pas être obtenues par moulage. Le mélange des poudres avec un liant est fait sous forme de granulés comme le PIM, mais avec des propriétés rhéologiques adaptées. L'utilisation de granulé permet d'avoir un taux de charge élevé. Les granulés sont mis en forme par un procédé additif de dépôt de matière. Pour cela, les granulés passent dans une extrudeuse miniaturisée qui pousse la matière dans une buse [14]. L'extrudeuse se place au niveau de la tête d'impression d'une imprimante 3D classique. La matière est déposée par couches successives pour former l'objet désiré. La pièce obtenue en sortie d'impression, appelée pièce verte, est donc un composite polymère qui nécessite des étapes de déliantage et de frittage afin d'être densifié.

L'objectif de ce travail est de caractériser magnétiquement un tore de ferrite de type MnZn réalisé par fabrication additive avec le procédé PIM-like. Des caractérisations magnétiques sont réalisées afin d'obtenir : les cycles d'hystérésis, la perméabilité magnétique relative ainsi que les densités de pertes magnétiques du matériau imprimé en fonction de la fréquence et de l'induction. Le comportement thermique est aussi évalué.

2. FABRICATION D'UN TORE EN FERRITE MN-ZN

2.1. Procédé CIM-like

Un tore de diamètres intérieur de 13,3 mm et extérieur de 22,7 mm sur une hauteur de 5 mm est imprimé à partir de granulés. Le ferrite imprimé est obtenu à partir d'un mélange-maitre de granulés polymères chargés à 56,9% de volume en poudre MnZn de chez Japan Metal and Chemicals (JMC) [15] de référence Z70-L2G. Le mélange a été mis au point à partir de précédents travaux pour le procédé PIM [3]. L'impression est réalisée à l'aide d'une extrudeuse granulés miniaturisée de la société "Mahor.XYZ" [14], [16], qui est équipée d'une résistance chauffante et d'une vis d'extrusion. Lorsque ces particules sont poussées vers la buse d'extrusion, la partie polymère de la matière première est fondue et comprimée sous l'effet de la pression accrue, permettant ainsi une extrusion précise de l'ensemble du mélange [17]. Le plateau est chauffé à 70°C et la température de buse est réglée à 180°C. Lors de l'impression, le matériau a un comportement plus visqueux que les mélange-maitres habituels, ce qui rend son impression plus délicate et requiert la mise en place de stratégies d'impression dédiées. Les étapes de déliantage et de frittage sont réalisées selon les programmes déjà définis dans [3]. A noter que le frittage doit être effectué sous atmosphère contrôlée en oxygène.

La Fig.1 (a) présente un tore en cours d'impression et la Fig.1 (b) le tore obtenu après frittage. Les dimensions du tore après frittage présentent un diamètre intérieur de 10,9 mm et un diamètre extérieur de 18,7 mm pour une hauteur de 4,3mm, ce qui correspond à un coefficient de retrait de 16,7%. La pièce après frittage a une densité de 4,72 g/cm³.

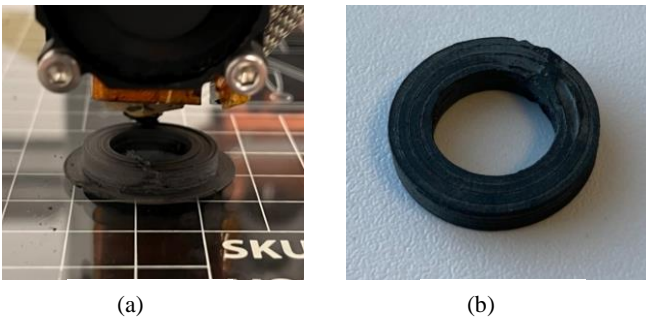


Fig. 1. Tore en Ferrite MnZn : (a) en cours d'impression et (b) après frittage.

2.2. Caractérisations magnétiques

2.2.1. Mesure des performances magnétiques du matériau

Afin de valider la fabrication de notre ferrite, des caractérisations magnétiques sont effectuées pour comparer les différents résultats obtenus à ceux de ferrites industriels. Les caractérisations sont réalisées sur un banc Brockhaus MPG200D [18] pour plusieurs fréquences allant de 100 Hz à 25 kHz, à température ambiante dans un premier temps. Le bobinage primaire du tore est constitué de 31 spires et celui du secondaire de 40 spires.

La Fig. 2 trace une partie d'un cycle d'hystérésis du ferrite imprimé comparée à la datasheet. Le cycle est mesuré à une fréquence de 100 Hz. Une induction crête de 455 mT est obtenue pour un champ de 975 A/m. La datasheet fournit un cycle d'hystérésis à fréquence statique, que nous assimilons à une fréquence de 100 Hz pour ce ferrite. A ces basses fréquences, le cycle ne se modifie pas. En comparant les deux cycles, on constate que le tore présente des caractéristiques proches de la datasheet : l'induction maximale est proche, se situant autour de

0,46 T, et les champs coercitifs sont de 77 A/m pour notre tore contre 40 A/m dans la datasheet.

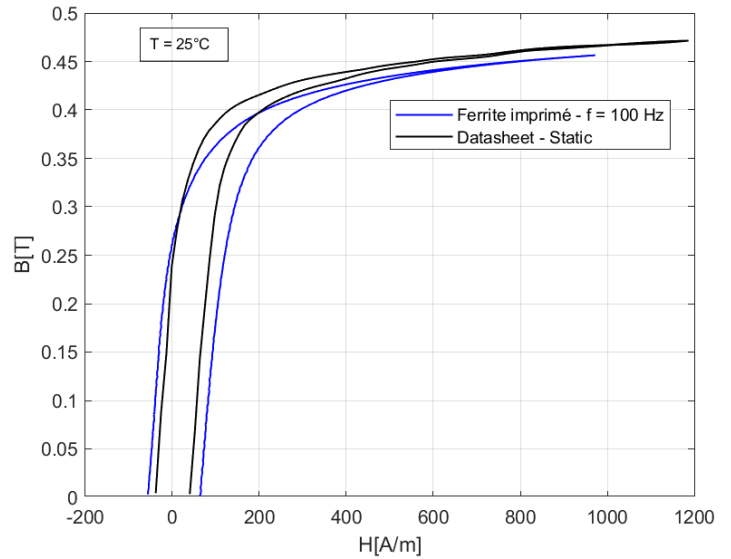


Fig. 2. Cycle d'hystérésis du ferrite imprimé à une fréquence de 100 Hz.

Quatre valeurs caractéristiques sont reportées dans le Tableau 1 :

Tableau 1. Valeurs caractéristiques du ferrite imprimé.

	Ferrite imprimé	Données de la datasheet
Induction maximale B_m Static, $H_m = 1200$ A/m	0,46 T	0,47 T
Induction rémanente B_r Static, $H_m = 1200$ A/m	0,31 T	0,26 T
Champ coercitif H_c Static, $H_m = 1200$ A/m	77 A/m	40 A/m
Perméabilité relative maximale $\mu_{r,max} = B_m/H_m$ (estimé à partir du cycle d'hystérésis statique de la datasheet)	1840	$2130 \pm 20\%$

Les Fig. 3 et 4 représentent les cycles d'hystérésis mesurés respectivement à 10 kHz et 25 kHz pour différentes valeurs d'induction crête, ainsi que leurs courbes $B_{max}-H_{max}$ respectives. Une partie linéaire à basses excitations magnétiques H est visible puis la saturation apparaît entre 0,25 et 0,3 T.

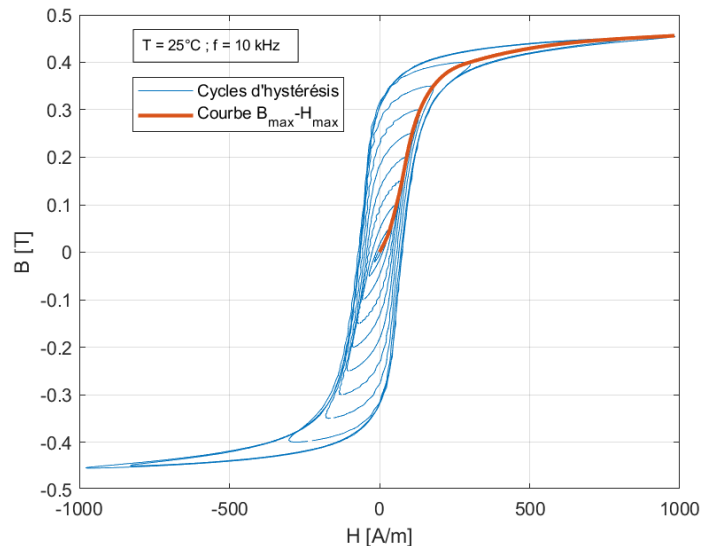


Fig. 3. Cycles d'hystérésis du ferrite à f=10kHz pour différentes inductions crête et courbe $B_{max}-H_{max}$.

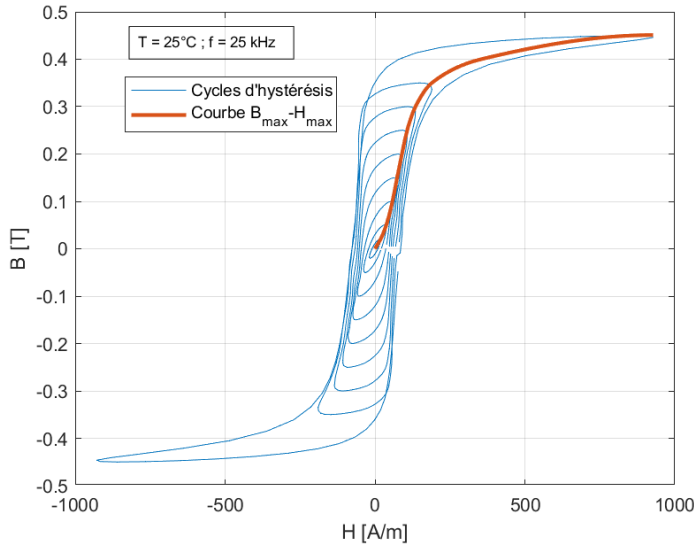


Fig. 4. Cycles d'hystérésis du tore à $f=25\text{kHz}$ pour différentes inductions crête et courbe $B_{\text{max}}-H_{\text{max}}$.

Dans la Fig. 5, l'évolution de la perméabilité magnétique relative du matériau en fonction de l'induction crête est représentée pour plusieurs fréquences, afin d'évaluer la stabilité du matériau en fréquence. Pour des fréquences allant de 1 kHz à 25 kHz, le maximum est stable à 1840 pour une induction crête de 255 mT. A ce niveau d'induction, l'inductance est de 0,82 mH.

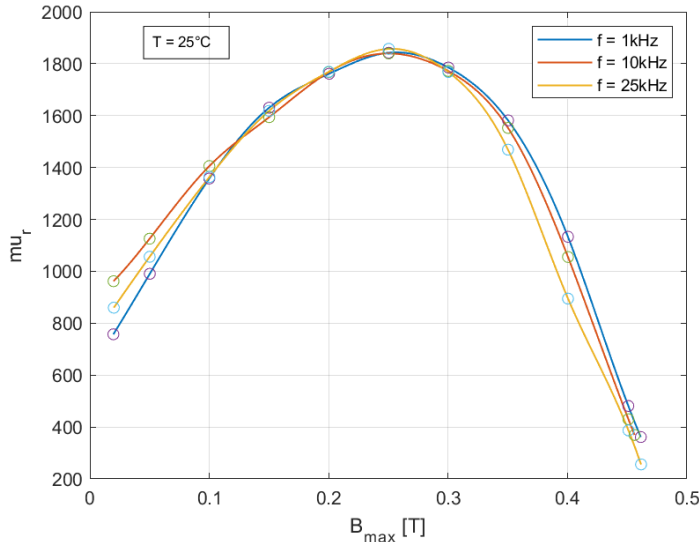


Fig. 5. Evolution de la perméabilité magnétique selon l'induction crête à différentes fréquences à 25°C.

2.2.2. Mesure des pertes fer

La Fig. 6 présente l'évolution des pertes volumiques en fonction de l'induction crête pour trois fréquences : 1, 10 et 25 kHz. Les courbes de pertes sont logarithmiques, et ont la même allure pour les trois fréquences. L'allure des pertes montre que le matériau a bien le comportement en pertes d'un ferrite.

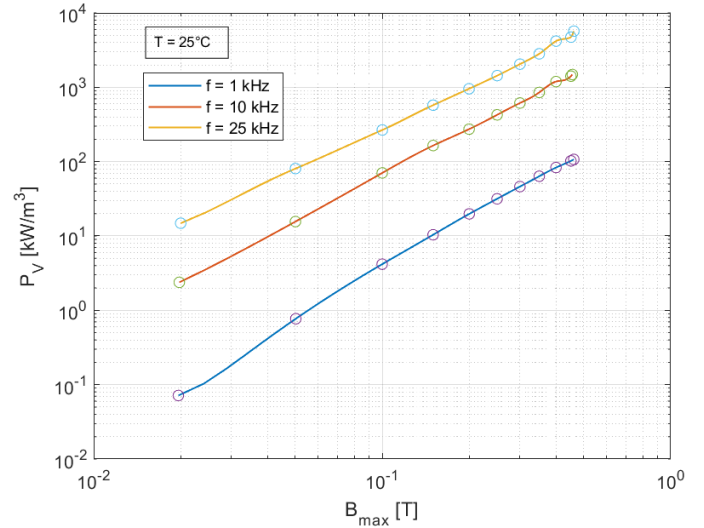


Fig. 6. Evolution de la densité de pertes du ferrite imprimé selon l'induction à différentes fréquences à 25°C.

Le banc de caractérisation utilisé ne permet pas des mesures à 100 kHz, qui est la plus petite fréquence à laquelle sont données les mesures de pertes dans la datasheet. Nos mesures s'arrêteront à une fréquence de 25 kHz. Afin de comparer notre matériau aux valeurs de la datasheet de manière pertinente, un modèle de type Steinmetz est utilisé :

$$P_V = K \cdot \left(\frac{f}{f_n}\right)^\alpha \cdot \left(\frac{B}{B_n}\right)^\beta \quad (1)$$

Avec P_V la densité de pertes magnétiques en W/m^3 .

Les coefficients K , α et β sont les coefficients de Steinmetz propres à chaque matériau, normalisés selon les fréquence et induction de référence $f_n = 100 \text{ kHz}$ et $B_n = 200 \text{ mT}$. Ainsi K correspond à la densité de pertes pour la fréquence et l'induction de référence.

A partir de données de mesures à différentes fréquences (10 kHz et 25 kHz) et inductions (de 0,05 à 0,45 T), un ajustement linéaire (Fig. 7) est effectué sur la relation (2) :

$$\ln(P_V) = \ln(K) + \alpha \cdot [\ln(f) - \ln(f_n)] + \beta \cdot [\ln(B) - \ln(B_n)] \quad (2)$$

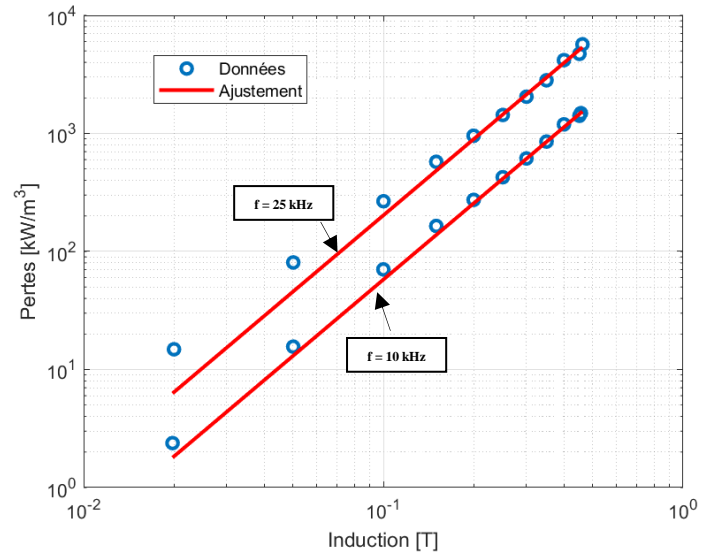


Fig. 7. Ajustement linéaire de la courbe des pertes de Steinmetz à $f = 25 \text{ kHz}$ et $f = 10 \text{ kHz}$.

Les valeurs des coefficients de Steinmetz de notre matériau sont reportées dans le Tableau 2 :

Tableau 2. Coefficients de Steinmetz du ferrite imprimé.

K [kW/m³]	α	β
5952	1,37	2,14

La formule de Steinmetz nous permet d’extrapoler pour la suite les mesures aux gammes de fréquence de la datasheet. Par exemple, si l’on se place aux conditions de référence ($f_n = 100$ kHz et $B_n = 200$ mT), les pertes sont égales à la valeur de K , à savoir 5,9 kW/m³.

La Fig. 8 représente le modèle des pertes extrapolées pour différentes fréquences (10, 25, 100, 400 et 500 kHz) avec l’équation (1) et des coefficients trouvés dans le Tableau 2. Les étoiles correspondent à la donnée de pertes volumiques extraite de la datasheet à la fréquence correspondant à sa couleur dans la légende, et pour une induction de 0,2 T. Pour cette valeur d’induction, le ferrite imprimé présente des pertes de 6415 kW/m³ contre 1090 kW/m³ dans la datasheet. La différence est importante est mérite d’être confirmée par des mesures à 100 kHz.

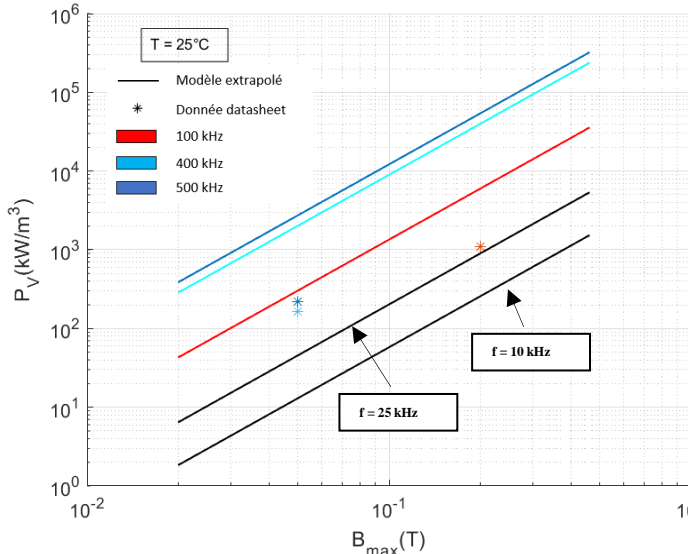


Fig. 8. Modèle de pertes de ferrite à 10, 25, 100, 400 et 500 kHz en fonction de l’induction crête.

Les Fig. 9 et 10 tracent l’évolution des cycles d’hystérésis en fonction de la fréquence à des inductions crête constantes, respectivement 450 mT et 200 mT. On observe sur ces cycles un gonflement du cycle à partir de 10 kHz. Cela suggère la présence de pertes dynamiques, en plus des pertes statiques, à partir de cette gamme de fréquences. La Fig. 9 montre que la surface des cycles a un gonflement de 10% entre 10 et 25 kHz, pour une induction crête de 200 mT. La Fig. 10 montre que la surface des cycles a un gonflement de 45% entre 10 et 25 kHz, pour une induction crête de 200 mT. Cela suggère que les pertes dynamiques sont moins élevées lorsque le matériau est saturé.

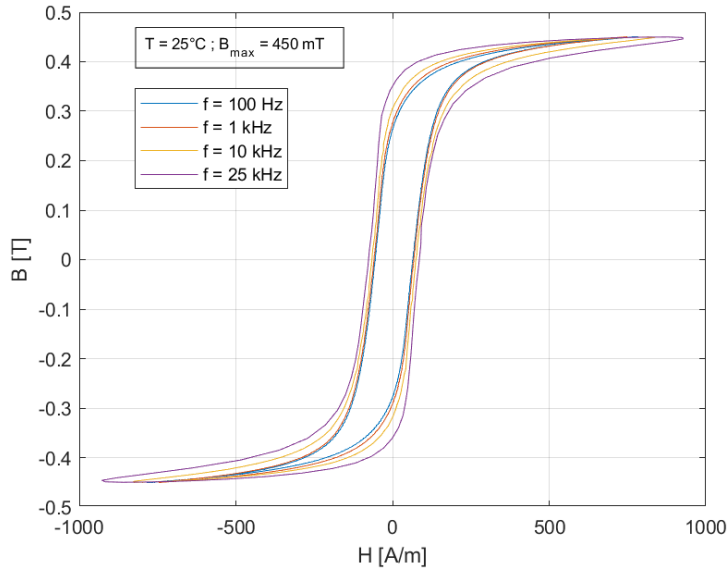


Fig 9. Evolution du cycle d’hystérésis en fonction de la fréquence à une induction crête de 450 mT.

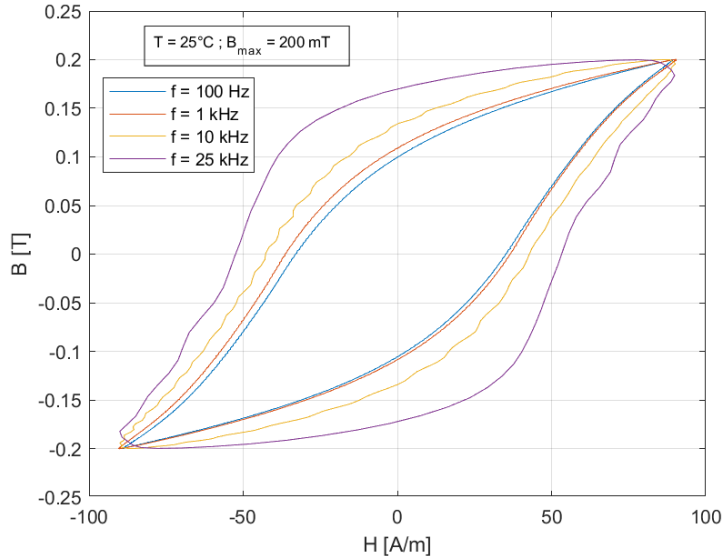


Fig 10. Evolution du cycle d’hystérésis en fonction de la fréquence à une induction crête de 200 mT.

2.2.3. Mesures thermiques

Des mesures ont été réalisées en prenant en compte le paramètre thermique. Pour ce faire, la caractérisation a été réalisée sur le même banc que précédemment, en plaçant le tore dans une étuve BINDER M-53 (Fig. 11-a) pour le mettre dans les conditions thermiques voulues. Un thermocouple a été fixé sur la surface du tore pour surveiller précisément la température du noyau.

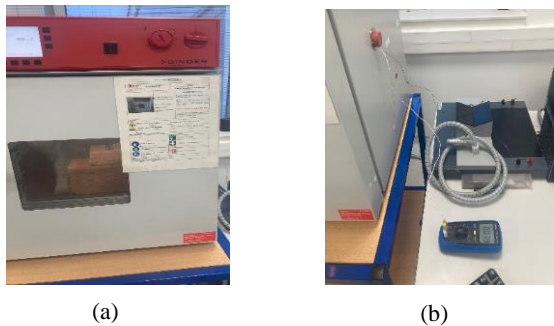


Fig. 11. Montage de mesures thermiques : (a) étuve avec le tore à l’intérieur et (b) connexion avec le banc de caractérisation.

Toutes les mesures thermiques qui suivent ont été réalisées pour des températures de surface du noyau magnétique allant de 25°C à 140°C par paliers de 20°C. La Fig. 12 présente l'évolution de l'induction maximale en fonction de la température. Les mesures ont été réalisées à une fréquence de 10 kHz et une excitation magnétique de 1200 A/m, pour se placer dans les mêmes conditions que dans la datasheet. L'induction baisse à raison de 1,1 mT/°C, ce qui indique qu'elle est sensible à la température et que les cycles d'hystérésis auront tendance à s'affaïssir.

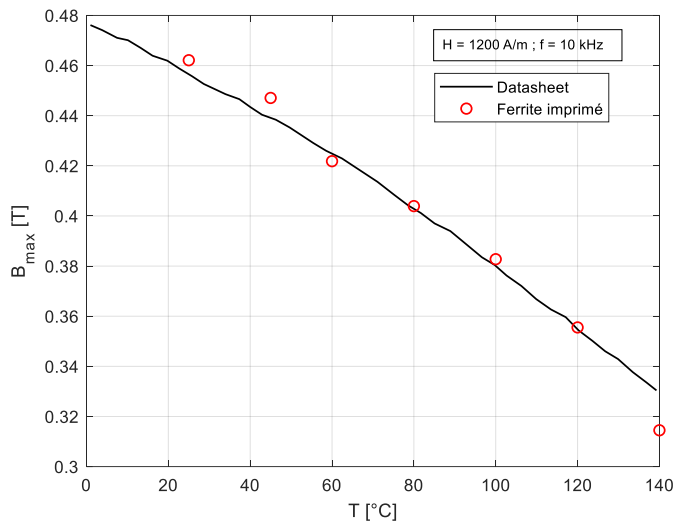


Fig. 12. Evolution de l'induction maximale en fonction de la température.

La Fig. 13 représente la densité de pertes du ferrite imprimé en fonction de la température. Ces mesures sont réalisées à 10 kHz à une induction crête de 200 mT. Le minimum de pertes se situe entre 75 et 95°C. La température optimale d'utilisation précisée par le fabricant est de 80°C, elle se situe donc dans l'intervalle du minimum de pertes du ferrite imprimé. Le matériau s'améliore donc au niveau des pertes avec l'augmentation de la température, jusqu'au plateau minimal, puis augmente.

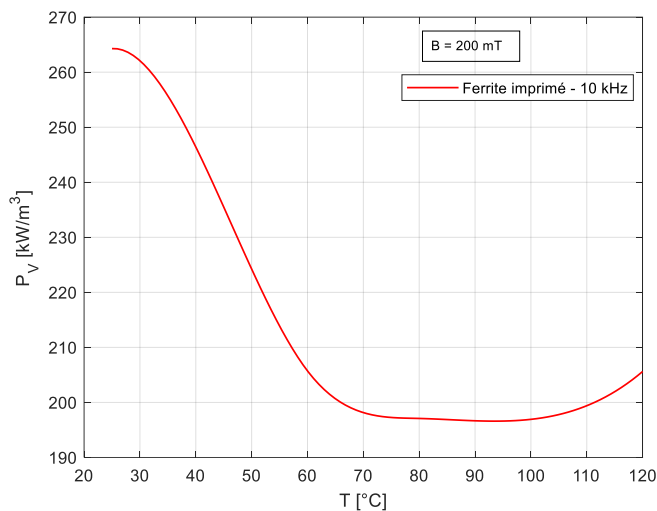


Fig. 13. Evolution de la densité de pertes magnétiques en fonction de la température.

La Fig. 14 représente l'évolution de la perméabilité magnétique relative en fonction de la température à une induction crête de 200 mT et une fréquence de 10 kHz. La

perméabilité relative des ferrites augmente en fonction de la température. Le matériau s'améliore magnétiquement avec l'augmentation de la température, avec une augmentation de 5,6 -/°C de la perméabilité magnétique relative.

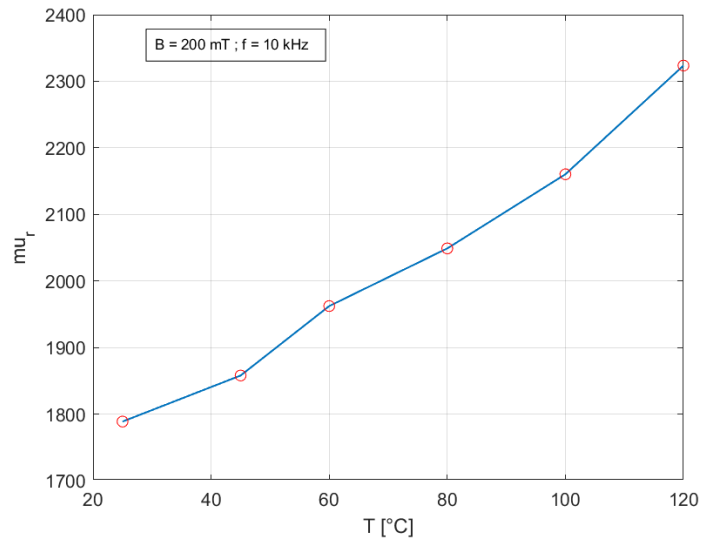


Fig. 14. Evolution de la perméabilité magnétique relative en fonction de la température.

La Fig. 15 représente les cycles d'hystérésis du ferrite imprimé à une excitation magnétique crête de 1200 A/m et une fréquence de 10 kHz pour trois températures de surface du noyau magnétique différentes : 25°C, 80°C et 140°C. Les champs coercitifs pour les trois températures sont compris entre 50 et 77 A/m, les inductions crête sont comprises entre 0,31 et 0,46 T. La faible variation des champs coercitifs couplée à l'écart non négligeable entre les inductions crête confirme l'analyse de la Fig. 12, c'est-à-dire que les cycles s'affaïssent lorsque la température augmente sans pour autant s'élargir.

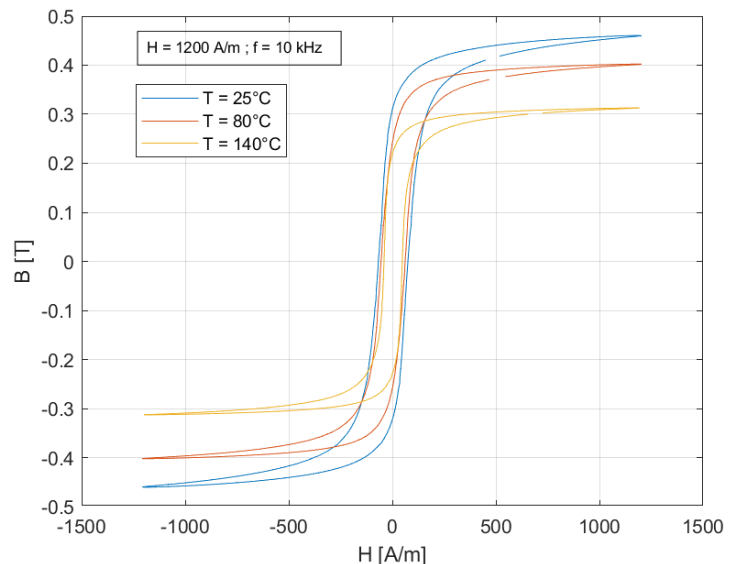


Figure 15. Evolution des cycles d'hystérésis à excitation magnétique et fréquence constantes en fonction de la température.

3. CONCLUSIONS

Cet article présente la caractérisation magnétique d'un tore en ferrite MnZn fabriqué additivement avec le procédé PIM-like. Le tore testé a des performances magnétiques proche d'un tore fabriqué avec le procédé classique de pressage. Toutefois, à partir d'une extrapolation, on constate sur l'échantillon des densités de pertes magnétiques plus élevées que celle annoncée

par le fabricant. Des mesures complémentaires à fréquence élevée (100 kHz) seront réalisées. Le comportement thermique des tores imprimés suit ce qui est attendu.

A terme, ce type d'impression pourrait permettre de fabriquer des noyaux magnétiques de formes plus complexes. On peut aller plus loin dans l'exploitation des capacités de la fabrication additive en imprimant des formes plus complexes obtenues par optimisation topologique. Une caractérisation mécanique est également à faire, afin d'évaluer le comportement mécanique du matériau imprimé.

4. REFERENCES

- [1] A. Paolini, S. Kollmannsberger, and E. Rank, "Additive manufacturing in construction: A review on processes, applications, and digital planning methods," *Addit. Manuf.*, vol. 30, p. 100894, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100894.
- [2] Z. Snow, R. Martukanitz, and S. Joshi, "On the development of powder spreadability metrics and feedstock requirements for powder bed fusion additive manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 28, pp. 78–86, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.04.017.
- [3] U. Soupremanien, J.-S. Ngoua-Teu, P. Sallot, C. Delafosse, and G. Delette, "Soft Ferrite Material by Powder Injection Molding Process for Power Electronics," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 56, no. 12, pp. 1–7, Dec. 2020, doi: 10.1109/TMAG.2020.3027248.
- [4] C. L. Cramer *et al.*, "Additive manufacturing of ceramic materials for energy applications: Road map and opportunities," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 42, no. 7, pp. 3049–3088, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.01.058.
- [5] A. Vafadar, F. Guzzomi, A. Rassau, and K. Hayward, "Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges," *Appl. Sci.*, vol. 11, no. 3, Art. no. 3, Jan. 2021, doi: 10.3390/app11031213.
- [6] S. Urbanek *et al.*, "Additive Manufacturing of a Soft Magnetic Rotor Active Part and Shaft for a Permanent Magnet Synchronous Machine," in *2018 IEEE Transportation Electrification Conference and Expo (ITEC)*, Jun. 2018, pp. 668–674. doi: 10.1109/ITEC.2018.8450250.
- [7] R. Bayaniahangar, S. Bayani Ahangar, Z. Zhang, B. P. Lee, and J. M. Pearce, "3-D printed soft magnetic helical coil actuators of iron oxide embedded polydimethylsiloxane," *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 326, p. 128781, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.128781.
- [8] M. Ziaee and N. B. Crane, "Binder jetting: A review of process, materials, and methods," *Addit. Manuf.*, vol. 28, pp. 781–801, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.05.031.
- [9] R. Ma *et al.*, "Magnetic properties of soft magnetic composites fabricated by injection molding of bimodal amorphous Fe₇₃Si₁₁B₁₁C₃Cr₂ and crystalline Fe₅₀Co₅₀ powders," *Powder Technol.*, vol. 397, p. 116986, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.powtec.2021.11.030.
- [10] M. I. Ramli, A. B. Sulong, N. Muhamad, A. Muchtar, and M. Y. Zakaria, "Effect of sintering on the microstructure and mechanical properties of alloy titanium-wollastonite composite fabricated by powder injection moulding process," *Ceram. Int.*, vol. 45, no. 9, pp. 11648–11653, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.ceramint.2019.03.038.
- [11] J. M. Blank, "Equilibrium Atmosphere Schedules for the Cooling of Ferrites," *J. Appl. Phys.*, vol. 32, no. 3, pp. S378–S379, Aug. 2009, doi: 10.1063/1.2000479.
- [12] M. F. Bianchi, A. A. Gameros, D. A. Axinte, S. Lowth, A. M. Cendrowicz, and S. T. Welch, "Regional temperature control in ceramic injection moulding: An approach based on cooling rate optimisation," *J. Manuf. Process.*, vol. 68, pp. 1767–1783, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.06.069.
- [13] R. Wick-Joliat, M. Schroffenegger, and D. Penner, "Multi-material ceramic material extrusion 3D printing with granulated injection molding feedstocks," *Ceram. Int.*, vol. 49, no. 4, pp. 6361–6367, Feb. 2023, doi: 10.1016/j.ceramint.2022.10.170.
- [14] V. Martin *et al.*, "Low cost 3D printing of metals using filled polymer pellets," *HardwareX*, vol. 11, p. e00292, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.ohx.2022.e00292.
- [15] "Japan Metals & Chemicals Co., Ltd. | 日本重化学工業株式会社." <https://www.jmc.co.jp/en.html> (accessed May 23, 2023).
- [16] "mahor:xyz – Imagine Additive Manufacturing." <https://mahor.xyz/> (accessed May 23, 2023).
- [17] V. Martin *et al.*, "MIM-like additive manufacturing of Fe₃%Si magnetic materials," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 564, p. 170104, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.jmmm.2022.170104.
- [18] "Electrical Steel Tester MPG 200 – BROCKHAUS." <https://www.brockhaus.com/measurements/products/softmagnetic/est-series/mpg-200/?lang=en> (accessed May 23, 2023).
- [19] L. Liu *et al.*, "Design and additive manufacturing of multi-permeability magnetic cores," in *2017 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, Oct. 2017, pp. 881–886. doi: 10.1109/ECCE.2017.8095878.