



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

---

**Présentée et soutenue par :**

**LE Trong Trung**

**le** Jeudi 01 Juillet 2016

**Titre :**

Etude du procédé de fabrication de noyaux ferrimagnétiques complexes par mise en forme isostatique: application aux transformateurs intercellulaires

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED GEET : Génie Electrique

**Unité de recherche :**

Laboratoire Plasma et Conversion d'Energie - LAPLACE

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

LEBEY Thierry

MAZALEYRAT Frédéric

**Jury :**

FOREST François	Professeur, Université de Montpellier II	Rapporteur
BUTTAY Cyril	Chargé de recherche au CNRS, Laboratoire AMPERE	Rapporteur
LEBEY Thierry	Directeur de recherche au CNRS, Laboratoire LAPLACE	Directeur
MAZALEYRAT Frédéric	Professeur, ENS Cachan	Co-directeur
LEBOURGEOIS Richard	Ingénieur de recherche, Thales R&T	Examineur
VALDEZ NAVA Zarel	Chargé de recherche au CNRS, Laboratoire LAPLACE	Encadrant



## Remerciement

*Ces travaux de thèse présentés ont été réalisés au Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (LAPLACE) à Toulouse, au sein de l'équipe MDCE. Je tiens à remercier en premier lieu, Thierry LEBEY, directeur de LAPLACE et aussi mon directeur de thèse, d'avoir accepté l'encadrement de mes travaux. Je le remercie également de m'avoir donné la possibilité de travailler dans l'excellente condition et dans une ambiance toujours sympathique. J'ai eu la chance d'travailler ensemble avec un grand chercheur, ses compétences scientifiques, son dynamisme de travaille m'ont donné des impressions inoubliables.*

*Mes remerciements vont effectivement à Frédéric MAZALEYRAT, Professeur d'ENS Cachan, mon co-directeur de thèse. Les échanges que nous avons eus, ses réflexions, ses précieux conseils scientifiques et ses connaissances du domaine magnétique m'aurons permis de bien suivre ce sujet et contribué beaucoup à l'avancement des travaux.*

*Je ne remercierai jamais assez mon encadrant Zarel VALDEZ NAVA. Merci beaucoup Zarel, ton dynamisme, ton soutien tout au long de ces travaux et aussi ton sens de l'humour quotidiens ont rendu ces trois ans particulièrement agréables.*

*Je tiens à remercier chaleureusement aux membres du jury Monsieur François FOREST, Monsieur Cyril BUTTAY et Monsieur Richard LEBOURGEOIS d'avoir accepté la charge de rapporteurs de ce travail.*

*Mon sujet de thèse est fait une partie de projet 3DPhi. J'ai eu la chance de travailler au sein d'équipement de plateforme 3DPhi. Un grand merci à Vincent Bley, Céline Combettes, Didier Flumian pour leur disponibilité, leurs aides au niveau des expériences et ainsi que leur amicalement dans toute la durée de trois ans.*

*Je voudrais adressé un grand merci aux mes collègues de l'équipe MDCE pour leur présence amicale, l'ambiance très chaleureuse, leur grande aide et ainsi pour les bons moments passés ensembles, mention particulièrement Jean-Pascal Cambronne, Lionel Laudebat, Simon Dario, Francois Saysouk, Guillaume Benlijar, Thomas Pérel, Chenjiang Yu,...Je tiens à remerciement à tous les laplaciens qui ont contribué à la bonne ambiance du labo.*

*Je remercie particulièrement à l'équipe MME du laboratoire SATIE de m'avoir accueilli chez eux, spécialement Adrien Mercier. J'exprime spécialement ma gratitude à Madame Any Daverede pour son soutien de la rédaction de ce mémoire et ainsi ses cours français.*

*Mes remerciements s'adressent aussi à tous mes amis vietnamiens pour nos moments agréables ensembles. Je pense notamment à Pham Van Nhat, Hien Nguyen Alice, Le Nguyen Tuan Thanh, Pham Minh Quan, ...*

*Je souhaite enfin dire un grand merci à ma famille : mes parents Le Trong Hung et Le Thi Nga, mon frere Le Trong Kien, mon épouse Le Nguyen Lan Phuong, et spécialement ma petite Mon Mon. Merci mon amour, Phuong, pour ton soutien, ton encouragement et ton assistance morale qui m'ont permis de passer des moments difficiles. Je te merci, ma petite Mon Mon, pour ton écoute et ta patience dans la dernière ligne droite.*

## Titre de la thèse

Étude du procédé de fabrication de noyaux ferrimagnétiques complexes par mise en forme isostatique : application aux transformateurs intercellulaires.

## Résumé.

Les besoins actuels en électronique de puissance concernent principalement la fiabilité et l'augmentation de la densité de puissance. Dans les deux cas, ce qu'il est convenu d'appeler l'intégration de puissance constitue une solution. Les problèmes de fiabilité peuvent être résolus par la diminution du nombre d'interconnexions et par la maîtrise complète de la réalisation des convertisseurs et, ceux liés à la densité de puissance, par la réduction des dimensions et par la mutualisation d'un certain nombre de fonctions : intégration des passifs, substrats fonctionnalisés, composants de couplage...

Ceci passe nécessairement par une stratégie de choix de structures de conversion permettant de répondre à ces questions. Les convertisseurs multi-niveaux, multicellulaires entrelacés sont un exemple de structure permettant de réduire la taille et le volume des composants magnétiques.

Le point clé de ces structures réside dans le partage des flux magnétiques entre les différentes phases du convertisseur via un transformateur intercellulaire (ICT). Ce type de composant permet l'entrelacement de nombreuses cellules de commutation. Il consiste en un noyau magnétique de forme spécifique et souvent complexe.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse concernent le développement de technologies permettant la réalisation de composants magnétiques de type ICT en vue de leur intégration.

Les principales propriétés du matériau (magnétiques et diélectriques) nécessaires à la réalisation de ce type de composant nous ont conduits à choisir une ferrite de type  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  susceptible de s'adapter tant aux fréquences de fonctionnement qu'à la gamme de puissance envisagée.

Différents procédés de mise en œuvre (et les paramètres qui leur sont associés) ont été étudiés. Il s'agit soit du formage, via l'utilisation de moules souples ou encore du pressage isostatique, et de l'usinage soit à cru soit après frittage. Concernant l'usinage, deux systèmes distincts nous ont permis la mise en forme des noyaux complexes soit en 2 D soit en 3D.

Les résultats de cette démarche tant en termes d'objet que de propriétés du composant, sont présentés. L'influence des différents paramètres utilisés lors de la réalisation (température de frittage, pression,...) sur les caractéristiques finales est aussi étudiée

## Titre

Study of the manufacturing process of complex ferrimagnetic cores by isostatic forming: application to intercellular transformers.

## Summary.

Current issues in power electronics are mainly related to the reliability and the increase in the power density. In both cases, what is called power integration is proposed as the solution. Reliability issues can be solved by reducing the number of interconnections and by the full design and elaboration of converters; and those related to the power density are addressed by reducing the dimensions and the mutualization of a number of functions: integration of passive components, embedded substrates, coupling components...

This necessarily involves the choice of a strategy for converting structures. Multilevel converters, interleaved multicellular converters are an example of structures that reduce the size and volume of magnetic components.

The key point of these structures is the sharing of magnetic flux between the different phases of the converter via an intercellular transformer (ICT). This type of component allows interleaving many switching cells. It consists of a magnetic core of specific, often complex and shape.

The work done in this thesis concerns the development of technologies for the realization of ICT magnetic components for their integration.

The main material properties (magnetic and dielectric) necessary for the implementation of this type of component oriented us towards a ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  able to work at the proposed operating frequencies and power range.

Various elaboration processes (and the parameters associated with them) were studied. It is either forming, through the use of flexible molds or by isostatic pressing, and machining either raw or after sintering. By machining, two separate systems have enabled us obtaining complex magnetic cores either in 2D or in 3D.

The results of this approach in terms of object and component properties are presented. The influence of various parameters used during the production (sintering temperature, pressure,...) on the final characteristics is also investigated.

# Table des matières

Résumé.....	5
<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 : Etat de l'art</b> .....	<b>3</b>
<b>1.1. Place de l'électronique de puissance d'aujourd'hui :</b> .....	<b>3</b>
<b>1.2. Les convertisseurs de puissance.</b> .....	<b>4</b>
<b>1.3. Besoins d'intégration 3D et technologies associées :</b> .....	<b>5</b>
<b>1.4. Choix des structures à intégrer :</b> .....	<b>8</b>
1.4.1. Applications des faibles puissances: .....	9
1.4.2. Applications des moyennes puissances: .....	12
1.4.3. Applications des fortes puissances : .....	16
<b>1.5. Composants passifs magnétiques : type ICT.</b> .....	<b>17</b>
1.5.1. Convertisseurs multi-niveaux : .....	17
1.5.2. Composant de type ICT.....	21
<b>1.6. Objectif de la thèse</b> .....	<b>25</b>
Référence .....	27

## **Chapitre 2: Propriétés des matériaux magnétiques destinés à l'intégration**

<b>3D</b> .....	<b>31</b>
<b>2.1. Ferrites magnétiques : composition structure cristallographique</b> .....	<b>31</b>
<b>2.2. Propriétés magnétiques</b> .....	<b>34</b>
<b>2.3. Mécanisme d'aimantation</b> .....	<b>36</b>
2.3.1. Domaines magnétiques et parois de Bloch: .....	36
2.3.2. Cycle d'hystérésis : .....	37
<b>2.4. Propriétés principales du ferrite</b> .....	<b>40</b>
2.4.1. Perméabilité magnétique : .....	40
2.4.2. Pertes ferromagnétiques : .....	42
A. Pertes quasi-statiques dites par hystérésis : .....	42
B. Pertes par courants de Foucault : .....	43
C. Pertes supplémentaires : .....	44
2.4.3. Résistivité électrique : .....	44
2.4.4. Permittivité diélectrique : .....	44
<b>2.5. Méthode de mise en forme du noyau magnétique à partir de la poudre</b> .....	<b>45</b>
2.5.1. Préparation de la poudre .....	46
2.5.2. Les méthodes de mise en forme : .....	47
A. Méthode de mise en forme par compression uni-axiale .....	48
B. Méthode de mise en forme par compression isostatique à froid: .....	49
C. Méthode de mise en forme par compression à chaud: .....	50
D. Laminage. Extrusion .....	50
E. Méthode de mise en forme sans compression de moulage par une injection de poudres .....	50
F. Méthode de mise en forme multicouche.....	51
<b>2.6. Choix du pressage isostatique</b> .....	<b>52</b>

<b>Référence .....</b>	<b>54</b>
------------------------	-----------

**Chapitre 3 : Réalisation de composant ICT ..... 57**

<b>3.1. Optimisation des paramètres du procédé de mise en œuvre.....</b>	<b>57</b>
3.1.1. Préparation des poudres : .....	57
A. Synthèse.....	57
B. Enrobage .....	59
3.1.2. Etape de mise en forme .....	59
3.1.3. Palier de frittage .....	62
<b>3.2. Moulage direct de formes complexes : .....</b>	<b>66</b>
3.2.1. Moule souple complexe : .....	66
3.2.2. Moule souple simple intégré à une partie rigide .....	70
3.2.3. Moulage direct de formes complexes : discussion des résultats .....	73
<b>3.3. Impact dans la microstructure et propriétés : choix des paramètres du procédé de frittage .....</b>	<b>74</b>
3.3.1. Dispositif de frittage.....	74
3.3.2. Optimisation du palier de frittage : .....	78
<b>3.4. Caractérisation des matériaux réalisés par procédé isostatique et usinage, en comparaison avec pressage uni-axial.....</b>	<b>85</b>
3.4.1. L'impact de la pression sur les propriétés magnétiques: .....	85
3.4.2. Comparaison des propriétés magnétiques sous faibles puissances entre deux techniques de pressage .....	86
3.4.3. Comparaison des propriétés magnétiques aux fortes puissances entre les deux techniques de pressage .....	87
3.4.4. Caractérisation diélectrique du matériau $Ni_{0,30}Zn_{0,57}Cu_{0,15}Fe_2O_4$ réalisée par une compression isostatique 250 MPa et fritté à 1080°C.....	93
<b>3.5. Pistes d'usinage explorées vers un ICT .....</b>	<b>96</b>
3.5.1. Noyaux d'ICT réalisés par un usinage après le frittage : .....	96
3.5.2. Essais manuels d'usinage à «cru ».....	97
3.5.3. Essais de fraisage numérique d'usinage à cru : .....	102

<b>Référence .....</b>	<b>105</b>
------------------------	------------

**CONCLUSION ..... 107**

**ANNEXE 1:..... 111**

Setup de mesure sous faibles signaux .....	
--	--

**ANNEXE 2 ..... 114**

Setup de mesure sous des grands signaux .....	
---	--



# INTRODUCTION

---

Les besoins en Electronique de Puissance s'orientent, depuis plusieurs années, vers l'augmentation des densités de puissance. Celle-ci est d'autant plus nécessaire que les applications embarquées se multiplient et que les cahiers des charges qu'elles imposent sont de plus en plus sévères concernant la masse et/ou le volume et/ou l'encombrement. L'intégration de puissance est une réponse possible à cette problématique. Elle part soit du choix de la structure à intégrer compte-tenu de l'application visée, soit des composants et des technologies pour les réaliser. Un exemple typique de solution consiste à utiliser des structures de types multicellulaires entrelacées via des composants spécifiques de type Transformateur Inter Cellulaire (ICT) permettant le partage des flux magnétiques entre les différentes phases du convertisseur. Ce type de composant ne peut être réalisé qu'en utilisant un noyau magnétique de forme spécifique complexe.

Les travaux détaillés dans ce mémoire concernent le choix des technologies et des procédés nécessaires au développement de ce type de composants. La gamme de fréquence et de puissance visées conduisent à choisir des matériaux céramiques. Malheureusement, tant la nature que les formes des matériaux disponibles ne permettent pas l'obtention des propriétés et des géométries nécessaires. C'est dans ce contexte que se situent les travaux présentés dans cette thèse visant au développement d'une nouvelle voie pour la mise en œuvre de matériaux magnétiques dont tant les propriétés que les procédés de mise en forme doivent être optimisés.

Le matériau choisi est un ferrite de Ni-Zn-Cu dont la composition –optimisée dans le cadre de la thèse de Athony Lucas est  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Parmi les nombreuses techniques pour réaliser un composant passif à partir de poudres (comme le pressage à froid, le pressage à chaud, l'injection à chaud, le laminage de mélanges,...) nous avons choisi, dès le début de nos travaux, la technique de pressage à froid. Elle présente l'avantage, compte-tenu des valeurs des pressions utilisées (de 50 à 250 MPa) d'obtenir une densité à cru la plus élevée. La mise en œuvre nécessaire à la réalisation d'un coupleur magnétique de forme complexe passe ensuite par le développement soit de techniques de formage (utilisant des moules lors du pressage isostatique par exemple) ou des techniques d'usinage avant ou après frittage...

Dans le cadre de cette thèse, nous montrerons l'impact des principaux paramètres du procédé sur les propriétés magnétiques du matériau ferrite Ni-Zn-Cu sélectionné. Nous évaluerons ensuite et proposerons des voies d'amélioration du procédé sélectionné afin de réaliser un noyau magnétique à partir des poudres ferrite Ni-Zn-Cu ayant une forme complexe.

Ce mémoire se décompose en trois chapitres.

Le premier chapitre consiste en un état de l'art présentant l'importance de l'électronique de puissance ainsi qu'une de ses orientations majeures : l'intégration tridimensionnelle des systèmes de puissance. Focalisée sur les composants passifs magnétiques cette section montre les avantages ainsi que les inconvénients et limites des différentes approches actuellement disponibles. Notre but est d'apporter une solution technologique pour la mise en forme et la réalisation de noyaux magnétiques de formes complexes et de volume important pour la fabrication de composants de type ICT.

Dans le deuxième chapitre, l'étude bibliographique présente les principales propriétés magnétiques, électriques et mécaniques des matériaux ferrites, plus précisément du type Mn-Zn, Ni-Zn et Ni-Zn-Cu destinés à des applications hautes fréquences (100 kHz – quelques MHz). Les comportements électromagnétiques dépendant bien évidemment des procédés de mise en œuvre, cette étude nous permet de choisir la méthode de mise en forme qui nous semble la mieux appropriée et qui sera évaluée par la suite.

Le troisième chapitre se décompose en deux grandes parties. Nous présentons tout d'abord le matériau utilisé et l'influence des paramètres les plus importants de notre procédé de mise en œuvre sur ses propriétés seront détaillés. Dans la deuxième partie, nous nous intéressons plus particulièrement aux différents procédés technologiques et à leur optimisation afin de réaliser le composant de notre choix.

Enfin, nous présentons dans une dernière partie nos principales conclusions et les perspectives que nous envisageons à nos travaux.

# Chapitre 1

## Etat de l'art

Ce chapitre présente à quel point de l'électronique de puissance est importante aujourd'hui. Les efforts se concentrent essentiellement sur les développements de convertisseurs statiques. On s'intéresse aussi à leur intégration tridimensionnelle qui passe par celle des composants qu'ils soient actifs ou passifs et aux technologies associées. Une présentation des diverses applications rencontrées dans la littérature est effectuée.

Utilisant cette approche, pour les applications allant de la moyenne puissance à la forte puissance, l'intérêt de composants magnétiques du type transformateur intercellulaire (ICT) est présenté. Ceci nous permettra d'atteindre notre objectif de thèse qui est d'apporter une solution technologique à la mise en forme du noyau magnétique du type ICT.

### 1.1. Place de l'électronique de puissance d'aujourd'hui :

L'histoire de l'humanité est associée avec la demande de l'énergie. Aujourd'hui, l'augmentation de l'énergie représente aussi le développement de la civilisation. Par contre, la limitation des ressources et les problèmes d'écologie sont les raisons pour lesquelles la demande de quantité d'énergie a été remplacée par une demande d'utilisation efficace de celle-ci. Donc, la création de la technologie actuelle est en train de se concentrer, en priorité, sur des solutions capables de réduire la consommation d'énergie.

Auparavant, on utilisait l'énergie venant directement des formes primaires telles que le charbon, le pétrole solide et liquide, le solaire,... Désormais, l'énergie est souvent transformée de sa forme primaire à l'énergie électrique (conversion électromécanique, conversion électrothermique, conversion électrochimique, etc). Pour transformer efficacement l'énergie de la source à la consommation, la conversion de puissance est nécessaire, d'où la naissance de l'électronique de puissance.

Les besoins de l'électronique de puissance sont marqués, dès les années 1950, par la production de plusieurs composants à semi-conducteur (transistor bipolaire, thyristor, diode PiN, transistors FET, MOSFET, IGBT, etc). La recherche en électronique de puissance est toujours très active. En parallèle du développement des composants, les ingénieurs explorent les architectures des convertisseurs statiques qui tirent le meilleur parti des composants. La figure 1.1 ci-dessous représente quelques domaines scientifiques nécessaires à l'électronique de puissance [1].

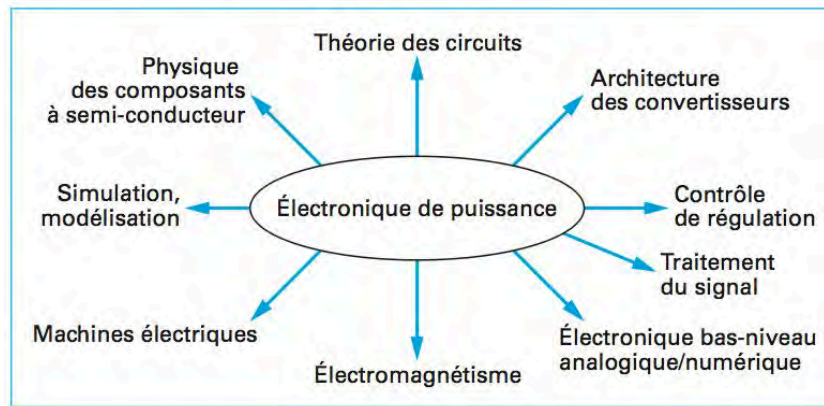


Figure 1-1 : Domaines scientifiques nécessaires à la discipline "électronique de puissance"

De plus, l'énergie électrique est présente dans tous les systèmes et elle le sera encore plus dans les décennies à venir : moteurs électriques, moyens de transport (voitures, avions, trains, etc) embarquant plus de puissance électrique. L'électronique de puissance jouera donc un rôle de plus en plus important. Actuellement, les convertisseurs de puissance sont un choix incontournable dans la plupart des systèmes embarqués, de petites puissances comme les téléphones portables, les tablettes électroniques, etc, jusqu'aux fortes puissances comme les générateurs, les éoliennes, le TGV, etc. Et un accroissement considérable de l'utilisation des convertisseurs de puissance est effectivement attendu. La recherche sur les convertisseurs de puissance est donc toujours très active.

## 1.2. Les convertisseurs de puissance.

Un convertisseur statique est un dispositif à base de semi-conducteur de puissance qui permet la liaison entre deux réseaux électriques parcourus par des courants de natures différentes (figure 1.2). Le développement des technologies des semi-conducteurs permet le développement de l'électronique de puissance de manière rapide. Le convertisseur statique, qui est aussi connu sous le nom de convertisseur de puissance en est la brique de base. Le convertisseur statique élimine tout mouvement dans le processus de conversion et évite donc une usure mécanique. Cet aspect permet d'éviter la procédure de maintenance et de prolonger la durée de vie du convertisseur. Par ailleurs, le convertisseur statique est plus petit, plus léger, moins cher, moins bruyant qu'un convertisseur mécanique.

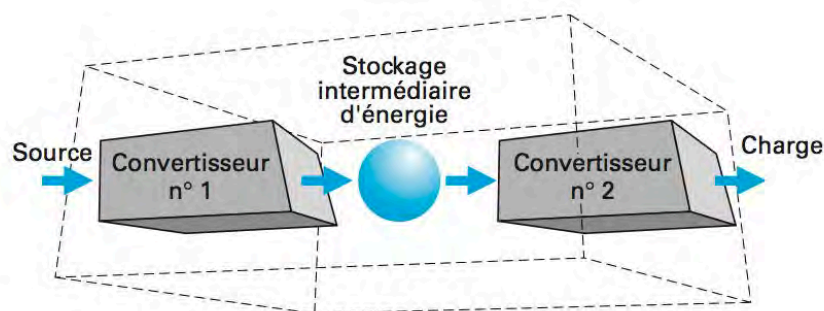


Figure 1-2 : Schéma d'un bloc d'un processeur de puissance fait d'un assemblage de convertisseurs [1]

Le convertisseur de puissance assure non seulement la transformation : génération d'une tension alternative à partir d'une source continue et vice versa, mais apporte aussi la régulation : l'alimentation constante d'une charge à partir d'une source variable, et l'adaptation ; l'alimentation d'une charge basse tension à partir d'une source haute tension. On trouve ainsi des convertisseurs : continu  $\rightarrow$  continu (DC-DC), alternatif  $\rightarrow$  continu (AC-DC), continu  $\rightarrow$  alternatif (AC-DC) et alternatif  $\rightarrow$  alternatif (AC-AC avec ou sans changement de fréquence) et en plus de ces dénominations purement fonctionnelles de nombreux types de convertisseurs existants : hacheurs (DC-DC), redresseurs, alimentations à découpage (AC-DC), onduleurs (DC-AC), alimentations sans interruptions (ASI), gradateurs (AC-AC), etc (figure 1.3). L'énergie électrique associée à des convertisseurs statiques est plus facile à maîtriser que les autres types d'énergie et, donc, permet un réglage plus fin et une réduction des coûts de maintenance [1].

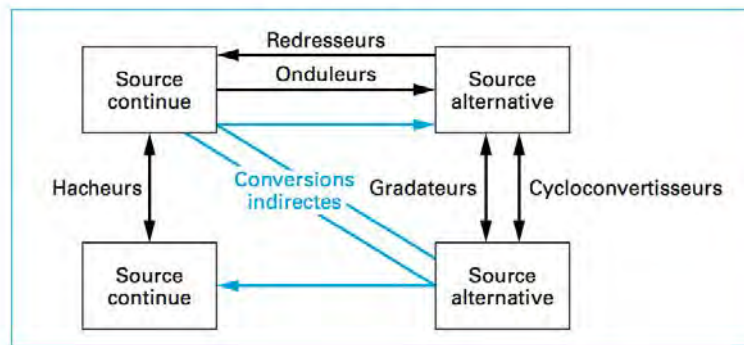


Figure 1-3: Matrice simple des convertisseurs d'énergie en fonction de la nature des sources et récepteurs

Généralement, un convertisseur de puissance consiste en l'assemblage de composants actifs : MOSFET, IGBT, diodes,... et de composants passifs : condensateurs, bobines, transformateurs, résistances. Le dimensionnement du convertisseur doit prendre en compte une conception optimale. Pour certains concepteurs, le critère d'optimalité sera le coût, pour d'autres ce sera le rendement ou encore la masse et le volume ou même la fiabilité. Un volet possible pour atteindre cet objectif est la miniaturisation des composants d'EP via par exemple l'intégration tridimensionnelle des composants de puissance. Dans ce qui suit, nous vous présentons les besoins de cette technique.

### 1.3. Besoins d'intégration 3D et technologies associées :

La recherche de solutions capables d'augmenter les densités volumiques pour réduire la taille et le nombre des composants du convertisseur est un enjeu majeur de l'EP. Un grand intérêt est porté actuellement à l'intégration des systèmes de puissance que ce soit pour les composants passifs ou les composants actifs. Le but est d'optimiser leur compacité et leur coût de fabrication d'une part et d'améliorer la fiabilité et les performances des fonctions de conversion d'énergie d'autre part.

Ces dernières années, les composants se présentent essentiellement sous forme de composants discrets montés sur un même substrat que les composants actifs. Les inconvénients de cette technologie sont :

- Des centaines de composants sont présents dans un circuit et leur assemblage discret occupe un espace important conduisant à une taille du convertisseur relativement grande.

- La présence de centaines de points de brasure est susceptible d'engendrer des problèmes cruciaux de fiabilité.

Une stratégie pour réaliser le convertisseur et réduire le nombre de composants repose sur l'intégration des composants actifs et des composants passifs. De nombreuses recherches explorent le domaine de leur miniaturisation, ce qui conduit à l'élaboration de concepts de composants passifs intégrés fabriqués de manière dans ou sur un substrat commun, au lieu de les réaliser de manière individuelle.

Généralement, l'intégration classique des différents composants est réalisée en 2-dimensions X-Y (2D). Les lois « de Moore » et « *More than Moore* » montrent le développement de manière très rapide des composants actifs à semi-conducteur. Mais ces avancées majeures sont suivies par l'intégration des composants passifs plus lente à se mettre en place. Les technologies de l'intégration 2D ne sont plus suffisantes pour le développement de ces composants.

En 3D, ces composants peuvent s'assembler verticalement et séparément dans différentes couches en parallèle. Celles-ci sont reliées par des interconnexions verticales. Grâce à l'intégration 3D, les systèmes d'électronique de puissance classiques voient leur taille réduite de façon significative. Les points suivants présentent les avantages de l'intégration 3D [2]:

- i. Diminution de la masse, du volume et de la surface : la structure 3D favorise l'assemblage des composants actifs et passifs permettant de miniaturiser les modules et les interconnexions simultanément. C'est aussi la réduction de la longueur des interconnexions entre les différentes parties en fonctionnement dans le convertisseur.
- ii. Intégration hybride des différentes technologies : l'intégration de plusieurs technologies différentes dans un *System-On-Chip* est très difficile. La technique de l'intégration 3D permet une intégration de n'importe quelle technologie d'abord en la réalisant individuellement, puis en la combinant ou l'empilant en 3D. Avec cette perspective, l'intégration 3D semble mieux adaptée pour une grande variété d'applications d'électronique de puissance.
- iii. Amélioration des performances électriques : la diminution des interconnexions est un paramètre très important. En effet, une interconnexion plus courte permet non seulement de réduire les pertes liées aux inductances parasites. La figure 1.4 ci-dessous illustre de manière schématique que la longueur totale des interconnexions de convertisseur 2D est plus grande que celle en 3D.

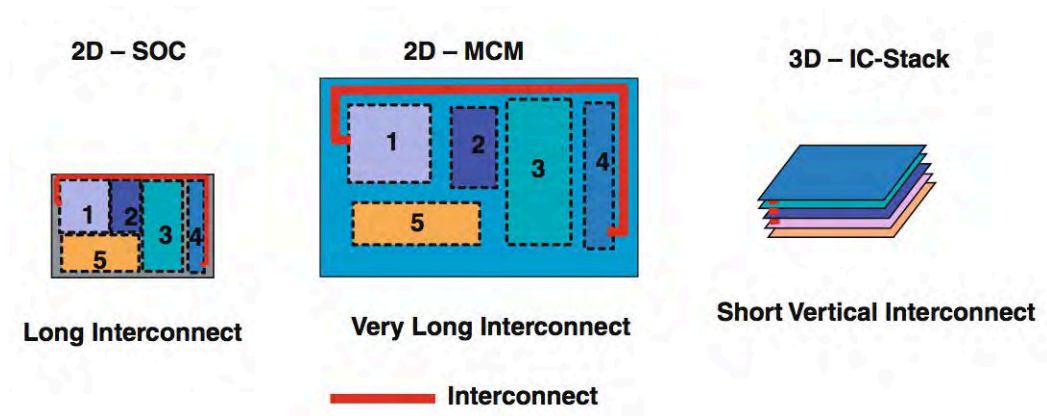


Figure 1-4 : Comparaison de longueur totale des interconnexions de convertisseur 2D et 3D [2]

- iv. Amélioration de la fiabilité : durant les cycles de fonctionnement, des puces de puissance, les fils de câblage subissent des excursions thermiques importantes causées par des phases transitoires d'injection de puissance et par l'environnement extérieur.

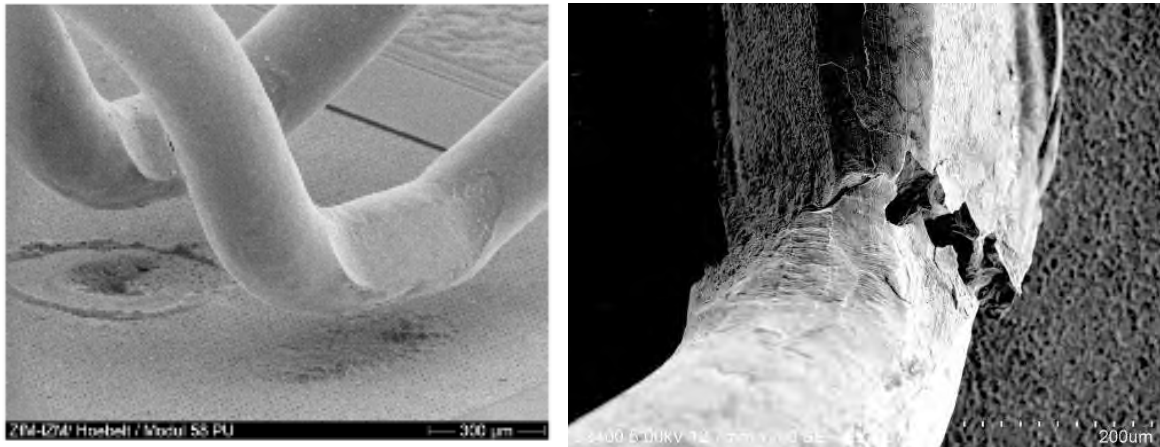


Figure 1-5: Deux modes de défaillance des fils de câblage  
a, levée d'un fil de câblage [3], b, fracture d'un pied de fil de câblage (de la fissuration puis le rupture)[4]

Cela conduit au vieillissement du fil d'interconnexion mais aussi de la métallisation de l'interface au pied du fil de câblage. Cette défaillance se manifeste typiquement par une levée du fil de câblage et même une rupture dans la zone de courbure (figure 1-5) [3], [4]. L'utilisation d'une approche 3D permet de limiter le nombre de brasures et donc de diminuer la longueur des interconnexions. C'est la raison pour laquelle l'intégration 3D peut améliorer la fiabilité du convertisseur.

Les raisons d'utiliser l'intégration 3D sont convaincantes pour faire face aux limitations de la technologie de conception actuelle. La future génération de convertisseurs d'électronique de puissance impose, en conséquence, de nouvelles technologies d'intégration 3D au sein du convertisseur.

Pour mieux illustrer notre propos, rappelons que la taille des convertisseurs est principalement définie par l'encombrement des éléments passifs constitués d'inductances, de transformateurs et de condensateurs qui sont encore des composants

discrets, montés en surface [5]. Par exemple, dans un convertisseur DC-DC type Buck, une bobine et deux condensateurs sont nécessaires. La dimension de ces composants passifs peut occuper jusqu'à 2/3 du volume total du convertisseur.

Bien que l'intégration des composants actifs ait conduit à de nombreuses innovations dans l'amélioration des performances et dans la réduction de leur encombrement, l'intégration des composants passifs doit faire face à des inconvénients similaires à ceux connus pour l'intégration des composants actifs depuis un demi-siècle :

- Indétermination sur la nature des matériaux et des technologies : les recherches se poursuivent sur plusieurs types de matériaux résistifs et magnétiques ainsi que sur les matériaux diélectriques.
- Le manque d'outils de conception : à la fois pour le dimensionnement des composants et leur positionnement.
- Le besoin d'intégration « verticale » : le même fabricant doit être capable de concevoir à la fois les substrats et les composants passifs
- Le problème de tolérance au rendement de fabrication : si un composant est défaillant, tout le substrat doit être remplacé
- Le problème de tolérance aux pannes
- L'absence de standardisation : il n'existe pas encore de standardisation commune entre les différents segments de l'industrie des composants passifs pour leur intégration.
- La technologie du montage en surface s'améliore constamment
- Le manque d'un modèle de coût : la plupart des recherches se concentre sur la validation de la performance et la réduction de la taille des composants passifs intégrés.

Il est donc difficile de savoir quand et comment l'utilisation des composants passifs intégrés peut être intéressante tant techniquement qu'économiquement [6]. Toutefois, les universités et les instituts de recherche aux Etats-Unis, en Europe et en Asie, ont concentré leurs efforts sur le développement des technologies d'intégration 3D des composants passifs. Le travail que nous présentons dans ce qui suit se focalisera sur les composants magnétiques et sur leur intégration.

#### 1.4. Choix des structures à intégrer :

Dans les convertisseurs de puissance, des composants passifs avec une fonction inductive se révèlent indispensables pour leur fonctionnement. Ceci amène à l'utilisation des matériaux magnétiques, notamment pour les applications de moyennes et fortes puissances. L'augmentation des fréquences de fonctionnement jusqu'au MHz, pour certaines applications, incite à développer plusieurs nouveaux matériaux magnétiques. Cependant, les composants magnétiques constituent encore le point d'achoppement important pour l'intégration en général et, spécialement, l'intégration 3D.

Pour ce type de composants, plusieurs facteurs, comme les propriétés magnétiques intrinsèques des matériaux de même que les méthodes mises en œuvre pour les réaliser, posent problème. En effet, les caractéristiques des matériaux magnétiques se définissent à la fois par le choix d'une composition et par les traitements que ceux-ci subissent. Les procédés de découpe et de mise en forme du noyau modifient leurs propriétés et déterminent, *in fine*, les performances des composants magnétiques. En conséquence, le



procédé de réalisation qui permet de tirer profit au maximum de leurs propriétés magnétiques dans les composants est très important.

Pour appréhender l'intégration des systèmes d'électronique de puissance, nous classerons les convertisseurs suivant les puissances électriques à transférer : les applications de très faibles puissances comme les alimentations de téléphones portables jusqu'aux fortes puissances comme les alimentations de réseaux HT. Pour chacune des gammes de puissance, les solutions technologiques spécifiques aux intégrations 3D des composants magnétiques seront détaillées dans cette partie.

#### 1.4.1. Applications des faibles puissances:

Dans la gamme de faibles puissances, de l'ordre d'une dizaine de watts, les convertisseurs de puissance s'appuient sur les micro-convertisseurs de la micro électronique. Dans la perspective d'augmenter la densité de puissance et de rendement, la montée en fréquence du fonctionnement des systèmes est nécessaire car elle permet l'utilisation de composants passifs de plus faible valeur et donc de taille réduite. Les composants fonctionnant à très haute fréquence (de l'ordre de quelques MHz jusqu'aux GHz) sont très importants. En effet, la microélectronique s'appuie sur des procédés technologiques maîtrisés et standardisés qui profitent aux prototypages et à la fiabilité des systèmes. Deux approches distinctes d'intégration cohabitent : l'intégration monolithique, lorsque tous les composants sont réalisés sur silicium, et l'intégration hybride lorsque ces composants sont reportés au plus près de la puce.

Concernant les composants magnétiques, une des méthodes d'intégration 3D sur puce consiste à déposer des pistes conductrices épaisses à forts rapports de forme et le dépôt en couches minces de matériaux magnétique performants. Une inductance créée par les bobines à air sans matériaux magnétiques [7] [8] donne une inductance de l'ordre d'une dizaine de nH, pouvant fonctionner à de très hautes fréquences (quelques GHz).

Dans les applications où une valeur d'inductance plus importante est exigée, le matériau pour les bobines de puissance doit être un matériau magnétique qui présente de faibles pertes à la fréquence de fonctionnement et à l'amplitude d'excitation utilisée. La micro bobine à base de matériau magnétique existe depuis environ une trentaine d'années. Les matériaux magnétiques utilisés pour réaliser ces micros bobines concernent : la plupart des matériaux ferromagnétiques à forte aimantation à base de fer, de cobalt ou de nickel ; des ferrites ou des matériaux nanogranulaires (nanoparticules de métal magnétique dans une matrice céramique). La solution technologique peut donc être soit dans une approche monolithique soit hybride.

En ce qui concerne l'intégration monolithique, il existe nombre de technologies de réalisation : les matériaux ferromagnétiques feuilletés déposés soit par électrodéposition soit par pulvérisation cathodique ; les ferrites par sérigraphie ou les techniques alternatives comme le spin spray, la pulvérisation cathodique, l'électrophorèse sur un substrat silicium.

Pour les matériaux ferromagnétiques, la méthode d'électrodéposition est la plus utilisée ; elle a commencé à être employée par I.W.Wolf de General Electric Company [9]. Pour la réalisation des micro bobines, une inductance feuilletée de  $0,25 \mu\text{m}$  est formée par un noyau de forme « 0 » [10] celle-ci est réalisée avec du  $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{20}$ . (Fig.1.6).

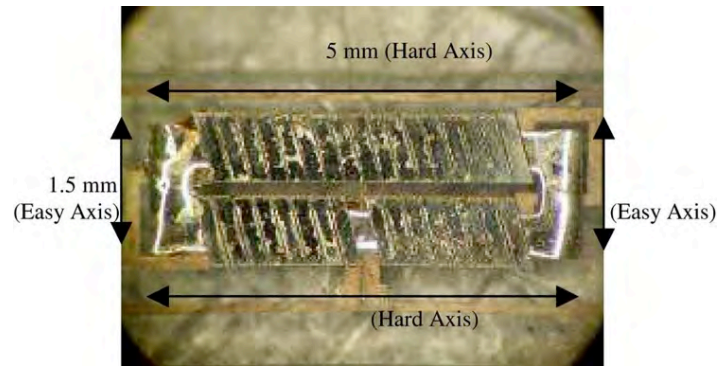


Figure 1-6: inductance de  $Fe_{80}Ni_{20}$  réalisée par le dépôt électrolytique [10]

Une électrodéposition de matériau nano granulaire  $ZrCoO$  dans des structures en « V » pour des applications à fortes densités de puissance est proposée par Sullivan et al. [11]. La bobine et le dépôt électrolytique sont ainsi réalisés par cuivre épais pour le bobinage et aussi par des matériaux magnétiques doux feuilletés. Dans ces applications, le noyau magnétique présente donc un intérêt car il possède une densité de puissance très élevée ( $1000 \text{ W/cm}^2$ ) et une augmentation d'efficacité (94%). La figure 1.7 montre une inductance à base de Ni-Fe feuilleté réalisée par la méthode de dépôt PVD (*physical vapor deposition*)[12].

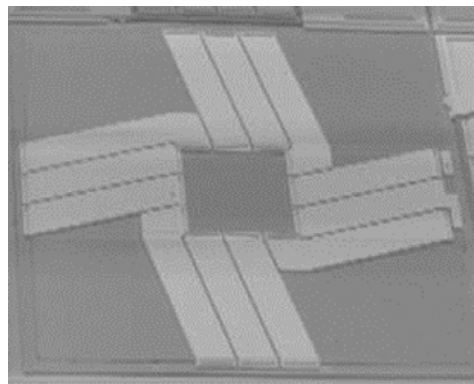


Figure 1-7: Inductance réalisée par une électrodéposition de cuivre pour le bobinage et un dépôt PVD de matériaux magnétiques doux  $Fe_{80}Ni_{20}$  feuilleté pour le noyau magnétique [12].

Les ferrites Ni-Zn et Mn-Zn sont les meilleurs matériaux adaptés pour des applications dont les fréquences sont supérieures à 100 kHz. Par contre, la réalisation de composants magnétiques est difficile du fait de la nécessité d'un frittage à haute température (minimum  $900^\circ\text{C}$ ) non compatible avec les procédés standards sur silicium. La solution consiste soit à utiliser les ferrites sous la forme de composites (polymère/poudre de ferrite) non frittés soit à effectuer le frittage avant le dépôt des conducteurs.

En utilisant des ferrites non frittés, une inductance planaire avec un noyau magnétique feuilleté de  $200\mu\text{m}$  est réalisée avec le composite ferrite Mn-Zn par Kowase et al.[13]. Dans le cas où une étape de frittage est effectuée, la couche de ferrite est sérigraphiée puis seule la couche inférieure est frittée dans une gamme de température de  $900-1000^\circ\text{C}$ ; la couche supérieure est seulement recuite, ses propriétés magnétiques sont donc dégradées [14]. La bobine spirale planaire se fait après le frittage du noyau.

Autour de cet axe, les autres méthodes de dépôt de couches de ferrite Ni-Zn-Cu sont explorées avec la technique d'électrophorèse [15] et la pulvérisation cathodique [16]. Ces deux méthodes permettent de déposer une multicouche d'oxydes métalliques ( $CuO$ ,  $ZnO$ ,  $NiO$ , etc) et une température de  $800^\circ\text{C}$  est utilisée pour former le ferrite à la

bonne composition  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,3}\text{Cu}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . La bobine est réalisée ensuite au-dessous du noyau de ferrite feuilleté.

Les températures élevées de frittage pour un matériau ferrite peuvent poser un problème d'inter-diffusion ou de non compatibilité avec les procédés CMOS. L'intégration monolithique d'un matériau ferrite est difficilement compatible technologiquement avec le procédé de fabrication des CMOS. Dans cette gamme de puissance, l'intégration hybride de ce type de matériau magnétique est également en train de se développer au LAAS [5][17]. Par cette voie d'intégration, le noyau magnétique de ferrite est réalisé séparément par découpe de feuille de ferrite commerciale ou de dépôt par sérigraphie puis complètement fritté. Ensuite, le micronoyau est assemblé sur silicium. Cela permet de finaliser la micro-bobine conductrice comme sur la figure 1.8 au-dessous :

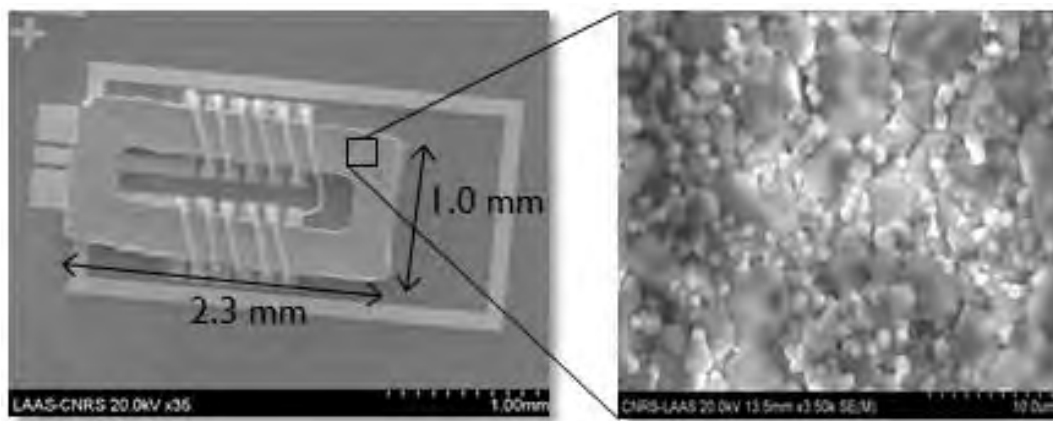


Figure 1-8: Photographie MEB d'une micro-bobine assemblée avec noyau en ferrite ESL 40010 de  $140\mu\text{m}$  d'épaisseur qui a été réalisée par une l'intégration hybride [17]

Cette méthode permet, d'une part, d'éviter des contraintes thermiques trop élevées pour des composants sur silicium et, d'autre part, de profiter de la fréquence de fonctionnement des matériaux magnétiques utilisés. Par ailleurs, le report direct du circuit magnétique en ferrite au travers de la tranche dans le silicium semble être une alternative intéressante.

Une autre méthode très intéressante est l'épitaxie en phase liquide pour le ferrite [18]; elle ne requiert pas une phase de haute température et permet de conserver les propriétés magnétiques du matériau.

Dans le cadre d'une intégration monolithique complète, des études concernant les condensateurs intégrés haute densité (ou de surface), ainsi que les micro-bobines intégrées ont été exploitées dans la mise en place des filtres tout intégrés (L+C) [5]. Le filtre proposé de  $3\text{mm} \times 3\text{mm}$  contient un condensateur 3D feuilleté ( $C=560\text{ nF}$ ) et une bobine spirale à piste de cuivre épais ( $50\ \mu\text{m}$ ,  $L=110\text{ nH}$ ). Mais il est aussi possible de réaliser la bobine par un matériau magnétique Co-Ni-Fe qui est lui-même, soit plan, soit feuilleté verticalement. Cette couche magnétique doit servir de blindage et ainsi prévenir les effets parasites entre le condensateur et la micro-bobine (Fig.1.9).

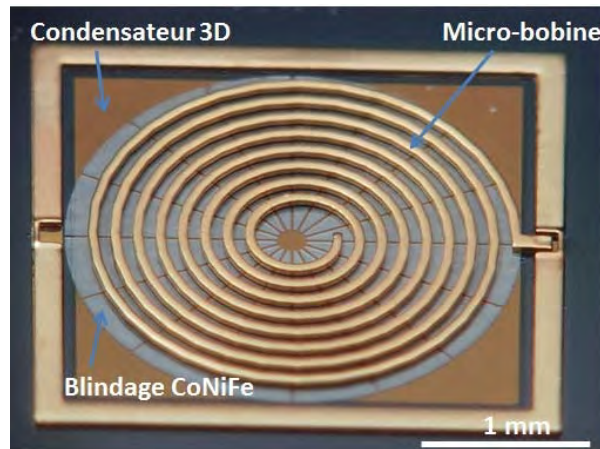


Figure 1-9: Un filtre LC réalisé avec une intégration monolithique complète avec blindage magnétique feuilleté [5]

#### 1.4.2. Applications des moyennes puissances:

Pour la gamme de puissance de l'ordre de quelques dizaines de Watt au Kilowatt, Les applications d'électronique de puissance sont très variées (multimédia, télécom, les conversions de puissance au réseau électrique, etc). Le but principal est d'optimiser le rendement et d'augmenter la densité de puissance. Deux axes de recherches sont développés. Le premier développe la synthèse des convertisseurs et la recherche de topologies entrelacées multicellulaires. Le second porte sur l'intégration fonctionnelle des composants.

L'axe de « l'intégration fonctionnelle » des composants consiste à intégrer séparément chacune des fonctions passives qui concernent: le transfert d'énergie via un transformateur (T), le stockage d'énergie via une inductance (L) et une capacité (C) et, ensuite, à les empiler de manière à former un seul bloc comprenant plusieurs fonctions, soit à les regrouper au sein d'une fonction. Cette technique a déjà permis d'obtenir un filtre de couplage électromagnétique intégré. Elle a été étendue ensuite au convertisseur complet.

En fait, toute inductance et tout condensateur dans un convertisseur stockent l'énergie électrique, à la fois sous forme de champ magnétique et électrique. Mais chaque inductance possède une capacité parasite et vice versa. En vue d'améliorer les propriétés d'inductance vers la réalisation d'une inductance pure, une idée majeure est l'amélioration de l'aspect capacitif de l'inductance, ce qui conduit finalement à un composant L-C résonant, intégré dans le même module. Ainsi, on peut utiliser des éléments parasites comme les variables de dimensionnement du composant. Ce type de nouveau composant résonant est peut-être l'inductance-capacité intégrées (LC), l'inductance-capacité-transformateur intégrés (LCT), l'inductance-inductance-capacité-transformateur intégrés (LLCT), l'inductance-capacité-inductance-capacité (LCLC), etc.

Par ailleurs, un problème important des convertisseurs intégrés est leur management thermique. Diminuer le volume des composants et mutualiser les fonctions imposent une forte densité de flux de chaleur à évacuer, spécialement dans la gamme de moyenne puissance et de grande puissance. La conductivité thermique d'un matériau magnétique ferrite est très faible (5 W/mK pour un ferrite Mn-Zn en comparaison avec les

400W/mK du cuivre). Par conséquent, le problème de refroidissement des composants magnétiques prend de l'importance et les températures de fonctionnement s'avèrent limitatives pour le système.

Dans ce type de recherche, la solution de refroidissement par une utilisation de composant magnétique planaire présente l'avantage d'utiliser une géométrie maîtrisée et parfaitement reproductible, permettant de garantir, avec une très bonne précision, ses caractéristiques. En plus, on peut ajouter aussi à cette particularité le fait que ce type de composant est mieux refroidi grâce à son profil plan plus simple à réaliser. Cette approche d'intégration des composants magnétiques planaires est principalement développée pour les convertisseurs d'alimentation à découplage résonant.

Concernant le composant du type LLCT dans les systèmes d'alimentation modernes, la structure d'intégration de LLCT utilisant un transformateur planaire classique présente les avantages de réduire le volume, les pertes et d'augmenter la performance en raison d'une intégration de la capacité dans le noyau magnétique via la technique nommée IPEC (*Integrated Power Electronics Modules*), en remplaçant des noyaux magnétiques discrets-symétriques par des noyaux intégrés-asymétriques comme sur la figure 1.10 [19]. Cette dernière approche a été développée au CPES (*Centre for Power Electronics Systems*).

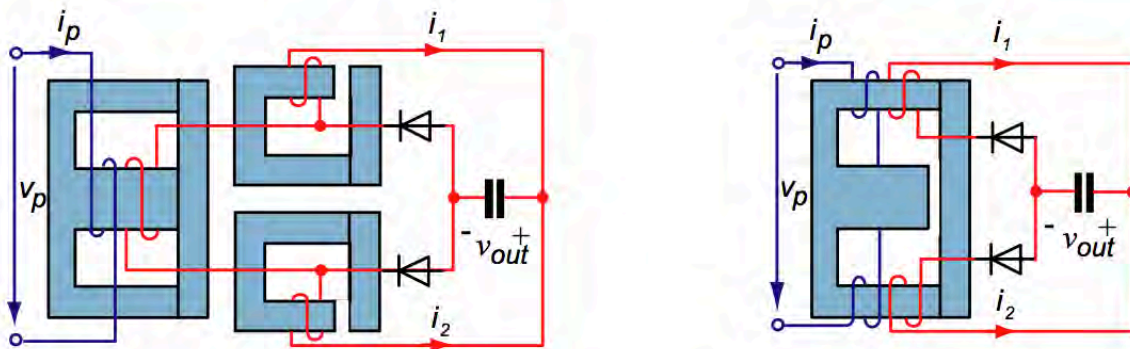


Figure 1-10: Comparaison de la structure magnétique par des noyaux magnétiques discrets et le noyau magnétique intégré [19]

Les propositions de Water et al. [20][21] consistent à utiliser l'intégration des deux noyaux magnétiques planaires en forme EE (figure 1.11). Ces études concernent l'amélioration de la structure du transformateur intégré planaire classique pour augmenter leurs propriétés et diminuer leur volume. Ces travaux proposent aussi le changement des conducteurs planaires par du fil de Litz pour réduire le coût total. L'utilisation d'un matériau magnétique (soit Ni-Zn soit Mn-Zn) réduit effectivement le volume des composants. Ce prototype de LLCT permet, en revanche, d'atteindre des puissances de 1,08kW, (tension d'entrée 216 V, de sortie 36 V, à une fréquence de 90 kHz pour des températures de fonctionnement comprises entre 60 et 80°C).

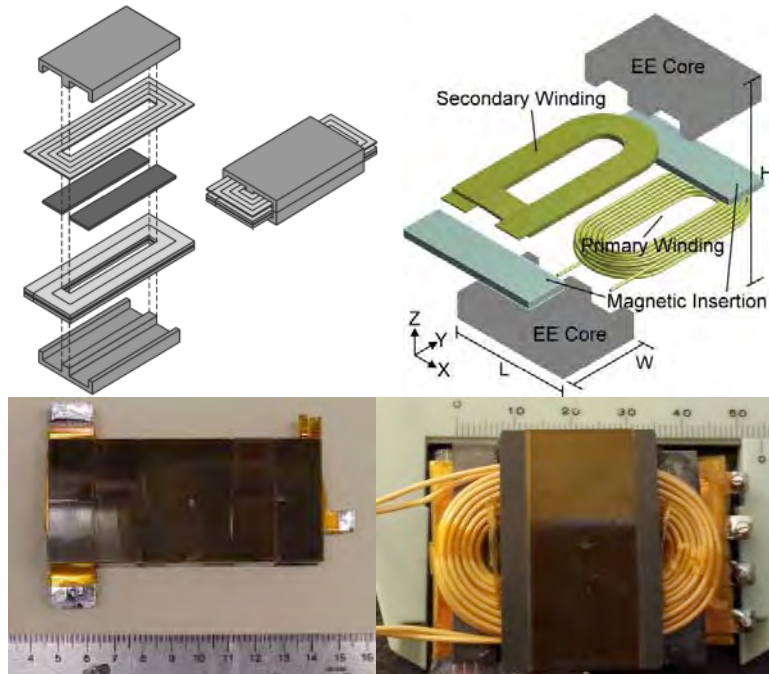


Figure 1-11: Les composants magnétiques type LTCC sont développés par CPES: à gauche avec structure de transformateur planaire classique [21] et à droite avec une amélioration de structure [20].

En France, des travaux de recherche particulièrement intéressants concernent l'intégration monolithique magnétique de composants de type LLT est développée au sein de G2ELab [22]. Le composant magnétique utilise un seul noyau magnétique planaire qui joue le même rôle qu'un transformateur et deux inductances (figure1.12).



Figure 1-12 : Composant magnétique type LLT utilisant un seul noyau magnétique intégré qui est réalisé au G2ELab [22].

Ce composant est intégré dans un convertisseur DC-DC Forward initialement conçu pour un point de fonctionnement nominal à 1 kW à 150 kHz avec le refroidissement passif en convection naturelle.

D'autres convertisseurs DC-DC à résonance de topologie séries-parallèles LCLC sont présentés par C. Worek et al [23]. La structure du composant magnétique est réalisée aussi par une intégration des noyaux magnétiques du ferrite Mn-Zn. L'amélioration importante consiste en un allongement de la jambe centrale du noyau pour augmenter la surface de bobinage. Le convertisseur est destiné à une alimentation à résonance de 2kW/48V, 160 kHz. Il inclut le composant magnétique à base de noyau intégré de type planaire, avec une surface de bobinage plus large qui permet d'utiliser une seule couche de bobinage ; cela pourrait conduire à une réduction des pertes cuivre de 30-40%.

Les différentes fonctions des composants passifs peuvent également être empilées. La figure 1.13 présente une approche visant l'intégration d'une structure complète, étudiée au laboratoire SATIE [24] en empilant chacune des fonctions intégrées individuellement. Celle-ci se nomme une structure PIAC (structure Passive Intégrée obtenue par Assemblage Complet) et permet notamment d'intégrer les éléments inductifs mais aussi capacitifs dans un circuit imprimé.

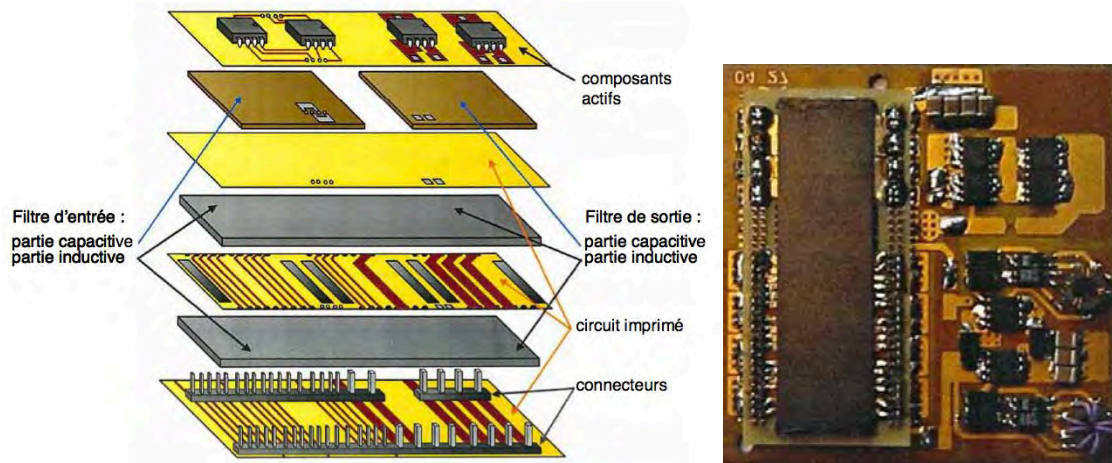


Figure 1-13 : concepts d'intégration d'une structure PIAC [24]

Cette intégration est composée de différentes couches des différents matériaux nécessaires à la réalisation des diverses fonctions. Il dispose de parties inductives remplissant le rôle d'éléments magnétiques autour desquels on peut retrouver des circuits imprimés disposant de pistes conductrices permettant la réalisation d'enroulements pour construire soit une inductance soit un transformateur. Le dispositif magnétique LT est implanté sur un circuit imprimé sur lequel se trouve la partie du composant de puissance et de la commande non intégrée. Cette structure PIAC est développée et réalisée en partie pour répondre à un cahier des charges de convertisseur DC/DC 60W 48V-5V/12A à 500 kHz.

Néanmoins, le coût de réalisation des circuits imprimés multicouches est très élevé en raison des matériaux utilisés et de leurs difficultés de mise en œuvre. En conséquence, cette technologie reste limitée aux applications à forte valeur ajoutée. Afin de limiter le coût de réalisation des composants planaires, de nombreux travaux ont présenté des moyens d'optimiser l'utilisation de circuits imprimés. C'est le cas d'une publication de E.C.W de Jong et al. [25] qui présente les différentes techniques de réalisation d'une intégration complète de composants magnétiques planaire sur PCB, soit par un pliage de circuits souples, soit par un empilement de couches par emPIC (*embedded passives integrated circuit*). D'autre part, il semble possible de diminuer le coût du circuit imprimé d'un convertisseur de puissance par la technique d'intégration 3D hybride avec un noyau magnétique planaire en mariant les deux technologies ; le flex et le rigide (à base de FR4, matériau classiquement utilisé dans les PCB) [26]. Les applications sont toujours celles utilisant des convertisseurs à résonance. La figure 1.14 présente la vue éclatée du convertisseur final avec un composant magnétique type LLT.

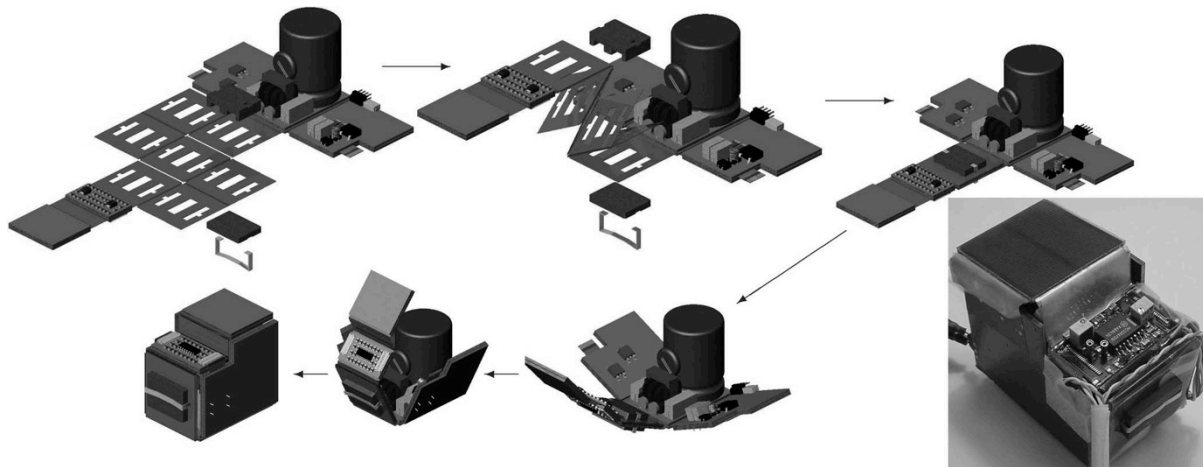


Figure 1-14: Principe et le convertisseur final développé à l'Université de Technologie, Delft, Hollande par l'équipe de J.A. Ferreira [26].

L'élément inductif est obtenu à partir des inductances de fuite du dispositif qui sont contrôlées par l'insertion des couches magnétiques au sein du circuit multicouche flexible. Le matériau magnétique utilisé est Ferroxcube 3F4 Mn-Zn ferrite. Et le convertisseur AC/DC à 20 W, 220/12 V fonctionne à 530 kHz.

Concernant le deuxième axe de recherche, le point clé de l'intégration est l'utilisation de composants magnétiques entrelacés conduisant au partage des flux magnétiques entre les différentes phases du convertisseur. En effet, une multiplication des structures de commutation permet, via des lois de commandes adaptées, de mutualiser avantageusement le circuit magnétique pour réaliser les fonctions de filtrage inductif. Ce type de composant magnétique est aussi nommé le transformateur intercellulaire (ICT). De nombreuses recherches sur ce type de composant sont développées par l'équipe de Thierry Meynard et François Forest en France au sein du GIS 3DPHI [3dphi.fr]. C'est aussi la structure intégrée que nous avons choisie comme objectif de nos travaux et qui sera présentée dans la partie 1.5.

#### 1.4.3. Applications des fortes puissances :

Les applications dans la gamme de fortes puissances concernent le domaine « industriel » ou le domaine « maritime » comme les systèmes d'alimentation de secours sans interruptions (UPS), les convertisseurs pour les applications embarquées, etc.

En raison des limitations liées au refroidissement et aux matériaux, l'axe de recherche consiste soit à développer des semi-conducteurs pour gérer des courants et des potentiels plus élevés (récemment 6 kV-8 kA [27]), soit à développer des topologies de convertisseurs multi-niveaux. Leur utilisation exige aussi une structure entrelacée de puissance moyenne que leurs variantes soient série soient parallèle, leur conception est faite à partir des cellules de commutations individuelles et permettent d'augmenter le courant et la tension en sortie. Il est aussi possible de créer de nouvelles architectures en combinant les différentes structures de base et les différentes familles de convertisseurs multi-niveaux [28]. Un convertisseur DC-DC avec le composant magnétique de type transformateur intercellulaire pour une puissance de 12 kW, une tension de 28 V-à-300 V est présenté dans [29].



## 1.5. Composants passifs magnétiques : type ICT.

Avant de mieux expliquer le rôle et l'impact potentiel des composants passifs magnétiques de type ICT, il est nécessaire de commencer par présenter la topologie des convertisseurs multi-niveaux et leur développement.

### 1.5.1. Convertisseurs multi-niveaux :

En fait, les convertisseurs multi-niveaux représentent des avantages qui peuvent répondre à certains objectifs de l'intégration.

L'histoire du convertisseur multi-niveaux est d'abord fondée sur la demande de solutions dans le domaine des variateurs de vitesse moyenne tension (type 1 à 10 kV<sub>DC</sub>). Une des premières structures utilisées a été l'onduleur « polygonal » qui, dans les années 70, utilisait des onduleurs pleine-onde découpant à 50 Hz, alimentant des transformateurs à basse fréquence dont les secondaires étaient connectés en série pour créer une forme d'onde en escalier s'approchant au mieux d'une sinusoïde.

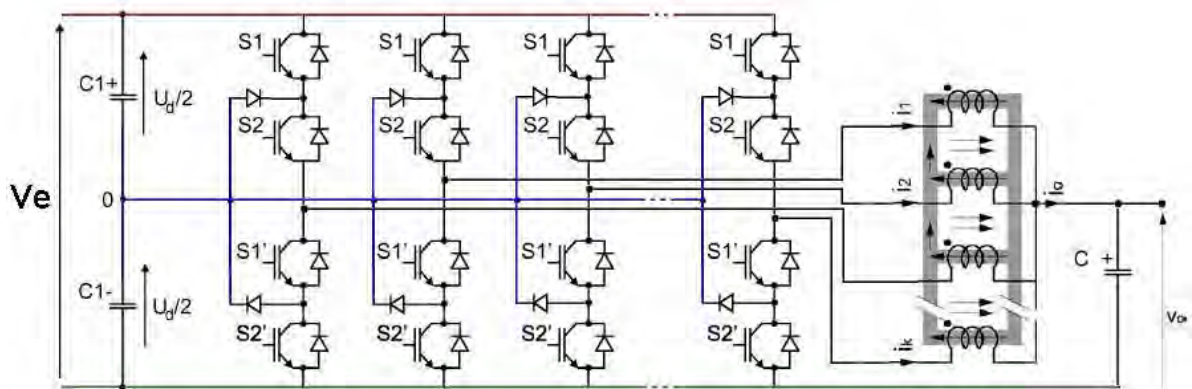


Figure 1-15: Exemple d'inductances couplées sur un convertisseur entrelacé multi-niveaux NPC [30].

Puis, à la fin des années 70, est apparu le convertisseur clampé de neutre (NPC). Cette structure est considérée comme le premier convertisseur multi-niveaux générant des formes d'ondes multi-niveaux sans transformateur pour des applications moyenne puissance [30] (figure 1.15). Ce convertisseur utilise la mise en série d'interrupteurs et la répartition de la tension aux bornes des interrupteurs à l'état bloqué est réalisée par deux diodes connectées au point milieu (le Neutre -N). La fréquence de découpage apparente en sortie est égale à la fréquence de découpage des interrupteurs. Néanmoins, ce convertisseur possède l'inconvénient majeur de nécessiter l'équilibrage du point milieu. De nombreuses études ont proposé des évolutions de cette structure.

Plus récemment, l'utilisation des semi-conducteurs basse tension permet de concevoir des convertisseurs à haut rendement, fonctionnant sous des tensions de l'ordre de 750 V ou même de 300 V dans le domaine des alimentations de secours et des énergies renouvelables. Dans ce cas, une nouvelle structure de convertisseur multi-niveaux série a été développée par Thierry Meynard sous le nom *Flying capacitor* (FC) [31].

L'association de trois cellules de commutation à basse tension en une seule cellule dite multicellulaire permet, en général, d'accéder à des vitesses de commutation supérieures et donc de réduire les pertes par commutation. Toutefois, une cellule de commutation est située entre deux sources et doit, en pratique, être associée à deux filtres. Il est donc

intéressant de développer des convertisseurs entrelacés qui ne sont rien d'autres que des convertisseurs multi-niveaux parallèles pour les applications des tensions et des puissances de plus en plus importantes.

Si les convertisseurs multicellulaires série permettent d'augmenter la tension du bus continu en entrée de l'onduleur, les convertisseurs parallèles permettent d'avoir des courants plus élevés en sortie pour les applications de « *voltage regulator modules* » (1,2V/80A), les applications automobile (42V/24A) ou les onduleurs de secours de forte puissance (400V/135A). Par ailleurs, les convertisseurs de type entrelacé possèdent aussi les mêmes avantages que les autres structures multi-niveaux en terme de dimensionnement des composants tels que: réduction des calibres des semi-conducteurs (de courant pour les structures multi-niveaux parallèles, et de tension pour les multi-niveaux séries), amélioration des formes d'ondes en l'entrée et en sortie et réduction de masse de certains composants ou, encore, la modularité du convertisseur qui permet de répondre rapidement à la modification du cahier des charges au niveau de la conception. Tout ceci conduit bien à une réduction du coût total du convertisseur multicellulaire entrelacé [32].

La figure 1.16 ci-dessous présente une topologie classique de convertisseur multicellulaire parallèle composé par une association de  $p$  cellules de commutation. Les cellules sont interconnectées par des inductances de liaison indépendantes soit en forme séparée soit en forme couplée.

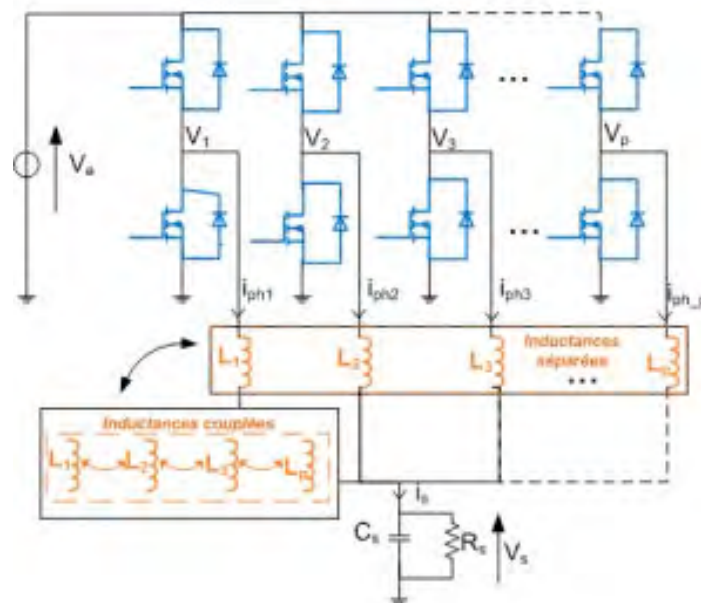


Figure 1-16: convertisseur multicellulaire parallèle à  $p$  cellules avec les inductances séparées et les inductances couplées [33]

Les tensions délivrées par les  $p$  cellules de commutation sont des tensions carrées de niveau  $0$  et  $+E$ , et déphasées de  $2\pi/p$ . Donc, les  $p$  tensions constituent un système de tension équilibré (tensions de même fréquence fondamentale et de même contenu harmonique). Les ordres de commande des cellules de commutation ont le même rapport cyclique ( $\alpha$ ).

Les inductances de liaison sont identiques sur chaque cellule ( $L_1=L_2=\dots=L_p=L$ ) et jouent le rôle d'absorber toutes les différences de tension instantanée entre les cellules. Celles-ci sont toutes parcourues par le même courant moyen ( $I_s/p$ ), ce qui offre un aspect modulaire de ce type de convertisseur.

Alors, le courant dans chaque inductance représente une ondulation triangulaire de valeur maximale (rapport cyclique 50%) égale à :

$$\Delta I_{ph(max)} = \frac{E \cdot T_{dec}}{4L}$$

Avec  $T_{dec}$  la période de découpage.

Les ondulations du courant de sortie sont déterminées en fonction d'un rapport cyclique relatif  $\alpha'$  défini comme suit [34] :

$$\forall i \in \{0, 1, \dots, p-1\}, \forall \alpha \in \left[ \frac{i}{p}; \frac{i+1}{p} \right], \alpha' = p \cdot \alpha - 1$$

L'ondulation de courant suit l'équation suivante :

$$\Delta I_s = \frac{\alpha' (1 - \alpha')}{p^2} \cdot \frac{E \cdot T_{dec}}{4 \cdot L}$$

Donc, une augmentation du nombre de cellules mises en parallèle permet de réduire l'ondulation du courant de sortie. La réduction du  $\Delta I_s$  représente alors une réduction du courant efficace  $I_{s(eff)}$  et a une capacité de sortie  $C_s$  plus faible. La réduction permet d'impliquer particulièrement une réduction des pertes dans le condensateur  $C_s$ .

De même, l'effet de l'entrelacement des courants de chaque phase est décrit par le rapport  $\Delta I_s / \Delta I_{ph(max)}$ . Une augmentation du nombre de cellules entraîne aussi la réduction du rapport  $\Delta I_s / \Delta I_{ph(max)}$  d'où l'augmentation de la densité de puissance du convertisseur (figure 1.17)

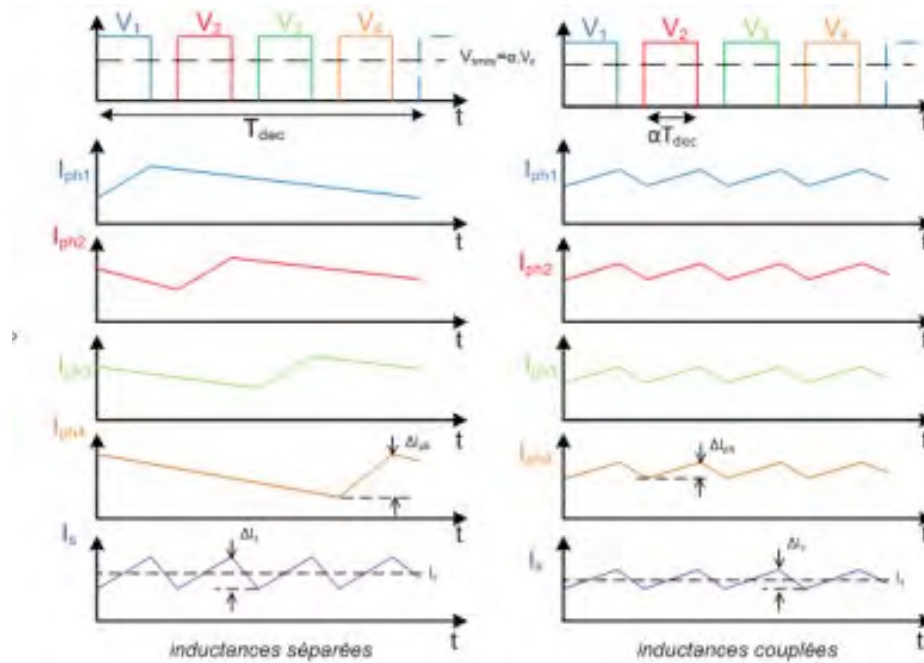


Figure 1-17: Comparaison d'une charge filtrée de convertisseur parallèle à p phases utilisant des inductances séparées et coupleur magnétique [33].

Les avantages des convertisseurs multicellulaires parallèles sont d'autant plus évidents quand le nombre de cellules est élevé.

Par contre, ce type de convertisseur avec des inductances séparées met en évidence deux limitations. Premièrement, c'est le problème dû à l'ondulation relative aux courants dans les phases (à chaque cellule) qui est donnée par l'expression :

$$\frac{\Delta I_{phases}}{I_{phases}} = p^2 \cdot \frac{\Delta I_s}{I_s}$$

Cette relation fait apparaître une forte augmentation du rapport égal à p. Donc, dans un convertisseur à p cellules entrelacées avec des inductances indépendantes, plus on augmente le nombre de cellules, plus le volume occupé par les inductances augmente. Ceci se traduit par conséquent par une augmentation globale du volume et de la masse du convertisseur.

De plus, on se rend rapidement compte que la réduction de l'énergie stockée du côté basse tension, obtenue dans le cadre d'un dimensionnement à ondulation de courant total constant, conduit à des ondulations individuelles (l'ondulation relative des courants dans chaque cellule) inacceptables au-delà de 4 ou 5 cellules. Les valeurs élevées des ondulations de courants dans les phases sont l'origine de pertes supplémentaires en conduction dans les semi-conducteurs suivant une loi du type :  $P_{cond} \propto R_{on} \cdot ((I_s/p)^2 + \Delta I_{ph}^2/12)$  ( $R_{on}$  est la résistance à l'état passant du composant) et aussi des pertes cuivre à haute fréquence (liées aux ondulations) dans les bobinages des inductances de liaison.

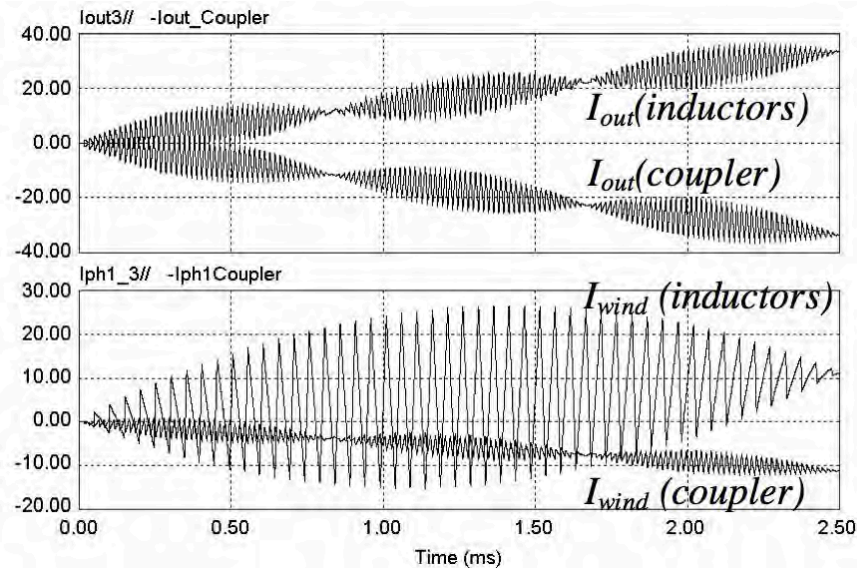


Figure 1-18: Ondulations des courants dans les inductances séparées et le coupleur magnétique en cas  $p=3$   
En haut: Courant output ; En bas: courant de phase [35].

Pour remédier à ces problèmes, une solution consiste à coupler ces inductances indépendantes sur un seul et même circuit magnétique. Ces composants sont généralement appelés « Transformateur Inter-cellules » (ICT). Les résultats de [35] montrent que le transformateur inter-cellules permet de réduire les ondulations des courants de phase dans un rapport égal à  $p^2$  (figure 1.18). L'utilisation d'un transformateur inter-cellules conduit aussi à une réduction des pertes globales (pertes cuivre et pertes fer). Le développement de ce type de composant est particulièrement intéressant afin d'améliorer les performances de convertisseur multi-niveaux.

### 1.5.2. Composant de type ICT.

Dans le paragraphe précédent, nous avons exposé les avantages et les inconvénients des convertisseurs de type multicellulaires parallèles en utilisant des inductances séparées mais aussi l'intérêt d'une solution par un coupleur magnétique. Nous présentons dans ce qui suit les études concernant ce type de composant. Différentes variantes de couplages sont possibles et un certain nombre de subtilités liées à la réalisation et à la commande de ces dispositifs existent.

Du point de vue analytique, les études de conception sont très importantes pour une structure aussi complexe que les transformateurs inter-cellules. Le dimensionnement d'un ICT repose sur le respect de certaines valeurs limites (induction, température, refroidissement, etc.) ce qui suppose une évaluation des différentes pertes et l'élaboration d'un modèle thermique. Dans ce cas, il existe une méthode de conception et d'optimisation des dimensionnements des ICTs, en considérant plusieurs topologies et différents procédés. Cette méthode consiste à optimiser les pertes cuivre, les pertes fer, la densité de flux de saturation et les aspects thermiques pour le type de composant ICT. Plusieurs designs d'ICT monolithique conçus sur la base de l'utilisation d'un seul noyau magnétique sont présentés dans la figure (1-19) :

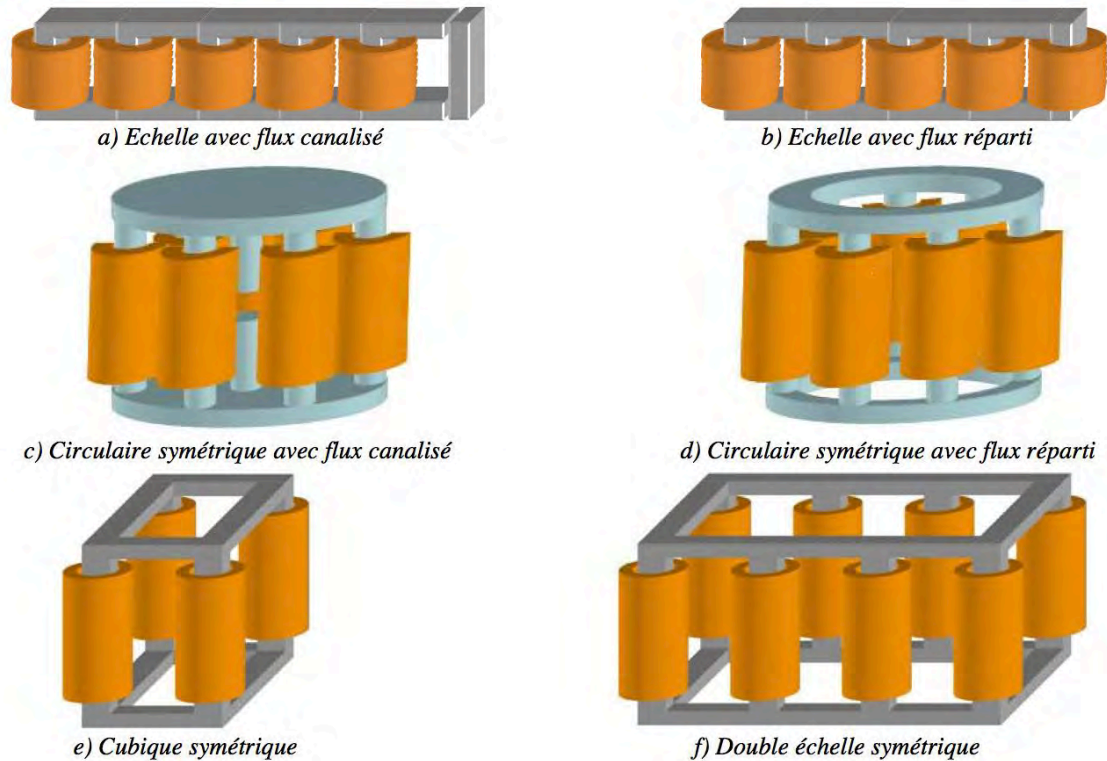


Figure 1-19 : les topologies de transformateurs inter-cellules. [36].

Dans son travail, V. Costan [36] a présenté une méthode de calcul qui permet de déterminer les expressions analytiques et de résoudre le problème commun de toutes ces structures lié à une forte concentration de flux dans certaines branches du circuit magnétique conduisant à un surdimensionnement. Dans ces travaux, deux procédés de permutation des phases d'alimentation sont proposés afin de minimiser les flux magnétiques. Une optimisation de coupleur magnétique est proposée en vue de réaliser un coupleur magnétique avec un nombre de cellules élevé [37].

Un autre problème des structures magnétiques de type ICT réside dans les déséquilibres des courants de phases, pouvant donc venir d'une imprécision de mesure. Ce déséquilibre peut être provoqué par une surcharge magnétique qui engendre un déplacement du point de fonctionnement magnétique pouvant saturer le noyau correspondant. Dans un cas plus extrême, cet effet peut arrêter une phase. Face à cette problématique, Sanchez et al. [33] ont développé une méthode de calcul pour le dimensionnement des noyaux et ainsi éviter l'effet de surcharge magnétique. La méthode de pré-dimensionnement et pré-optimisation permet de rendre plus robuste ce coupleur en mode de déséquilibre intrinsèque et en mode de déconnexion de phase sur défaut. L'insertion des entrefers « minces » peut être également réalisée dans le but de maîtriser spécifiquement les déséquilibres de courant interphase et d'assurer le fonctionnement du composant sur arrêt d'une phase.

Une autre recherche rappelle encore les avantages théoriques des structures ICT et de différentes topologies pour réaliser un ICT [38]. Un outil analytique a été utilisé pour bien comprendre et surmonter les inconvénients principaux de ce type de composant. La solution donnée consiste à modifier les déphasages pour réduire la densité de flux maximum qui influe sur les dimensions et les pertes du noyau magnétique. Un ICT

composé par 5 noyaux planaires « E » a été réalisé pour valider cette approche théorique.

Compte tenu de ces différentes caractéristiques, la structure des ICT permet de couvrir une très large gamme de puissance.

Pour l'approche basse puissance, les ICT sont généralement utilisés dans les régulateurs de tension (*Voltage Regulator Module* -VRM). Un convertisseur de type Buck a été réalisé pour alimenter les microprocesseurs de nouvelle génération avec un courant de 123 A sous une tension relativement faible de  $12V_{DC}$ - $1,45V_{DC}$  [39]. Ceci est rendu possible grâce aux avantages du convertisseur multicellulaire parallèle :

- i) L'aptitude à traiter des courants forts par la parallélisation.
- ii) Les performances dynamiques exceptionnelles de réduction des filtres, normalement, pour les ICT, avec un nombre de cellules de 2 à 5 phases qui fonctionnent à des fréquences élevées (de quelques centaines de kHz et en atteignant MHz).

Dans la gamme des puissances moyennes, les applications des ICT sont encore plus nombreuses que celles en faible puissance. Il existe de nombreuses applications avec des ICT de 4 à 12 phases couvrant de nombreux domaines.

Dans le cadre des travaux cités précédemment, [36], la conception d'un convertisseur 6x6 ou 12 cellules avec un composant ICT à symétrie horizontale est proposée. Dans cette topologie, l'ICT est composé par deux groupes de six transformateurs, qui sont situés des deux côtés de l'axe de symétrie, pouvant fonctionner indépendamment. Il s'agit de 12 cellules permettant de réaliser un bras d'onduleur à 12 cellules entrelacées ou la mise en opposition de deux bras à six cellules chacun (figure 1.20)

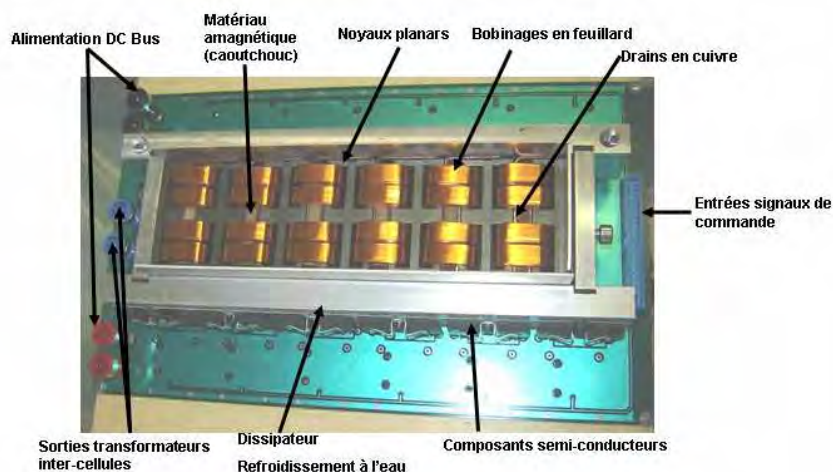


Figure 1-20: Topologie de transformateurs intercellulaires à symétrie horizontale avec deux bras indépendants [36].

Le convertisseur a été validé par des résultats expérimentaux pour des opérations à 300V/144A avec une fréquence de 50 kHz. Les mesures de pertes totales du convertisseur montrent une réduction des pertes globales.

Certaines applications de moyenne puissance sont typiquement industrielles, comme dans le domaine aéronautique. On peut citer ici [29], un convertisseur Flyback à 8 cellules 28V-300V, 12 kW utilisant un composant d'ICT (figure 1.21). La structure du convertisseur évite les problèmes d'une structure Flyback classique grâce à l'utilisation d'un dispositif d'inductance tenant le rôle d'isolateur et non de transformateur. Le remplacement des inductances discrètes par des ICTs a deux avantages : la mutualisation du réservoir d'énergie pour le premier écueil, et le fractionnement du courant pour le second. C'est ainsi qu'un Flyback de 12 kW compact et avec un bon rendement a pu être réalisé.

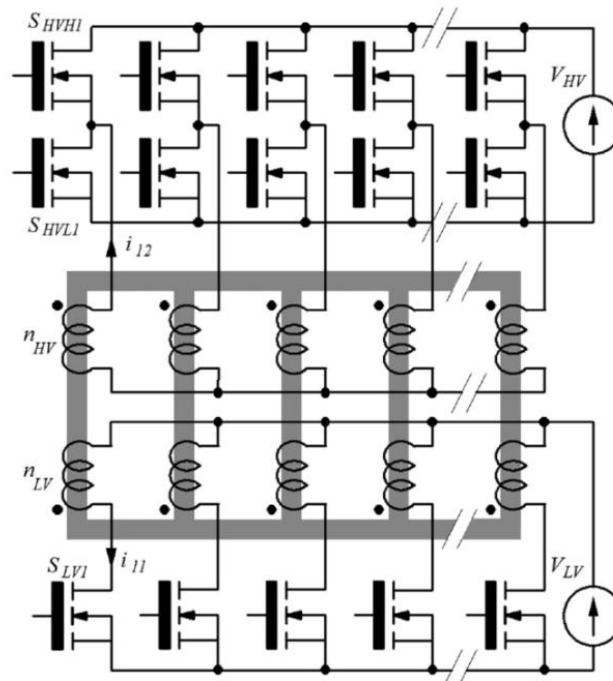


Figure 1-21: Convertisseur isolé multicellulaire parallèle à transfert direct en utilisant un Transformateur Inter-Cellules [29]

Pour la même topologie, une autre structure multicellulaire utilisant un composant magnétique ICT séparé est proposé [40] pour réaliser à la fois les 3 fonctions de filtrage du courant total, de couplage des courants des différentes cellules et l'isolation galvanique entre primaires et secondaires (Flyback, Book or Boost).

Une autre application est étudiée et réalisée avec le composant du type ICT pour injecter des impulsions de courant de quelques centaines d'ampères durant 2-3 secondes dans l'âme conductrice d'un câble HVDC dans le but d'étudier son vieillissement. Ce composant ICT est un prototype destiné à faire transiter des courants de l'ordre de 1200A à 80 kHz [41].

La performance des ICT permet aussi de les utiliser pour les très fortes puissances. Un convertisseur DC/DC de 60 MW pour l'alimentation du CERN est ainsi réalisé[42]. Ce dernier est un convertisseur entrelacé avec trois inductances couplées. Les performances de cette technique ont permis de réduire les pertes et le volume des parties magnétiques.

Une application de grande puissance (DC/DC 137 kW) est proposée par Forest et al. [43] pour un système d'Alimentation Sans Interruption (ASI - *Uninterruptible Power supply* ou



UPS en anglais). Le composant ICT de 8 cellules utilisé est composé par 8 noyaux « U » en ferrite. Des entrefers, estimés à environ 50 $\mu$ m, réduisent les valeurs des inductances finales.

Dans cette section, les études des composants de type ICT ont été présentées. La notion de transformateur inter-cellules a été décrite comme la solution pour couvrir les applications depuis les faibles puissances jusqu'à celles de très fortes puissances. Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont comme but de proposer de nouvelles solutions technologiques pour réaliser des noyaux magnétiques de type ICT. Les défis à relever et les objectifs sont présentés dans la section suivante.

### 1.6. Objectif de la thèse

Avec les développements de la technologie, l'intégration tridimensionnelle des systèmes de puissance devient une orientation majeure de l'EP. Cette technique concerne l'augmentation des densités de puissance via, entre autres, la miniaturisation des composants. Les recherches portent sur deux types de composants : les composants passifs (magnétiques et capacitifs) et les composants actifs. Dans la gamme des moyennes puissances, une approche d'intégration pour le composant magnétique consiste en l'utilisation d'une structure entrelacée reposant sur le partage des flux magnétiques entre les différentes phases du convertisseur. Ce type de composant est aussi nommé le « Transformateur intercellulaire ». De nombreuses propositions issues de la modélisation sur des composants magnétiques entrelacés posent alors deux grands problèmes :

- Premièrement, en raison de l'avantage lié à l'augmentation du nombre de cellules en gamme de moyenne puissance. Le composant type ICT est préférablement réalisé avec un nombre de cellules élevé. Par conséquent, la forme géométrique de l'ICT devient plus complexe avec un plus grand nombre de cellules. Pour les puissances les plus élevées, les dimensions du noyau magnétique d'ICT doivent être plus grandes et donc plus difficiles à réaliser à partir des noyaux standards commerciaux.
- Deuxièmement, avec l'arrivée de nouveaux semi-conducteurs comme le SiC [44], les fréquences de fonctionnement devront augmenter si les composants passifs et le packaging le permettent. Donc, le premier choix pour les matériaux des composants magnétiques et aussi les composants de type ICT, notamment pour les applications à forte puissance et à haute fréquence seront les ferrites sous la forme de céramiques massives. Bien que les ferrites puissent répondre au cahier des charges imposé par la conception des noyaux magnétiques entrelacés de type ICT, leur géométrie est particulièrement complexe à réaliser.

Vu la difficulté de la réalisation d'un noyau magnétique du type ICT pour des applications à moyenne puissance et grande puissance, l'objectif de notre thèse est le développement d'une nouvelle voie pour la mise en œuvre des noyaux magnétiques ICT, pour des géométries complexes. Nous proposons d'utiliser une voie propre aux technologies céramiques, en utilisant un pressage isostatique à froid pour favoriser l'obtention des densités élevées et homogènes, dans des pièces de grand volume.

Dans le prochain chapitre, nous vous présentons les propriétés des ferrites magnétiques que nous avons choisis ainsi que les techniques de mise en forme pouvant être utilisées pour la réalisation des noyaux ICT pour les applications à moyenne et forte puissance.

## Référence

- [1] B. Allard, "*L'électronique de puissance: Bases, perspectives, guide de lecture*" Techniques de l'ingénieur Génie électrique, 2006.
- [2] D. Lu and C. P. Wong, "*Materials for Advanced Packaging*". Boston, MA: Springer Science & Business Media, 2008.
- [3] R. A. Amro, "*Packaging and interconnection technologies of power devices, challenges and future trends*", World academy of science, vol. 3, pp. 569–572, 2009.
- [4] L. Dupont, S. Lefebvre, M. Bouaroudj, Z. Khatir, J.-C. Faugières, and F. Emorine, "*Ageing Test Results of low voltage MOSFET Modules for electrical vehicles*". IEEE, 2007, pp. 1–10.
- [5] M. Brunet, Rapport de HDR de l'Université Paul Sabatier - Toulouse III, "*Composants passifs intégrés dédiés à la conversion et au stockage de l'énergie,*" Jun. 2013.
- [6] T. B. Doan, Thèse de l'Université Paul Sabatier - Toulouse III, "*Contribution à l'intégration 3D de composants passifs pour l'électronique de puissance*", 2014.
- [7] H. Lakdawala, X. Zhu, H. Luo, S. Santhanam, L. R. Carley, and G. K. Fedder, "*Micromachined high-Q inductors in a 0.18- $\mu$ m copper interconnect low-k dielectric CMOS process*", IEEE Journal of Solid-State Circuits, vol. 37, no. 3, pp. 394–403, 2002.
- [8] P. Carazzetti, M.-A. Dubois, and N.-F. De Rooij, "*High-performance micromachined RF planar inductors*", vol. 1. IEEE, 2005, pp. 1084–1087 Vol. 1.
- [9] I. W. Wolf, "*Electrodeposition of magnetic materials*", J. Appl. Phys., vol. 33, no. 3, p. 1152, 1962.
- [10] D. Flynn, A. Toon, L. Allen, and R. Dhariwal, "*Characterization of core materials for microscale magnetic components operating in the megahertz frequency range*", IEEE Trans. Magn., vol. 43, no. 7, pp. 3171–3180, 2007.
- [11] C. R. Sullivan, "*Integrating magnetics for on-chip power: Challenges and opportunities*" presented at the Custom Integrated Circuits Conference, 2009. CICC '09. IEEE, 2009, pp. 291–298.
- [12] B. Orlando, R. Hida, R. Cuchet, and M. Audoin, "*Low-resistance integrated toroidal inductor for power management*", IEEE Trans. Magn., vol. 42, no. 10, pp. 3374–3376, 2006.
- [13] I. Kowase, T. Sato, and K. Yamasawa, "*A planar inductor using Mn-Zn ferrite/polyimide composite thick film for low-Voltage and large-current DC-DC converter*", IEEE Trans. Magn., vol. 41, no. 10, pp. 3991–3993, 2005.
- [14] Y. Fukuda, T. Inoue, T. Mizoguchi, S. Yatabe, and Y. Tachi, "*Planar inductor with ferrite layers for DC-DC converter*", IEEE Trans. Magn., vol. 39, no. 4, pp. 2057–2061, 2003.
- [15] S. Bae, Y. K. Hong, J. J. Lee, J. Jalli, and G. S. Abo, "*High Q Ni-Zn-Cu ferrite inductor for on-chip power module*", IEEE Trans. Magn., vol. 45, no. 10, pp. 4773–4776, 2009.
- [16] J.-J. Lee, Y.-K. Hong, S. Bae, J.-H. Park, J. Jalli, G. S. Abo, R. Syslo, B.-C. Choi, and G. W. Donohoe, "*High-Quality Factor Ni-Zn Ferrite Planar Inductor*", IEEE Trans. Magn., vol. 46, no. 6, pp. 2417–2420, May 2010.
- [17] T. Y. M. Nguyen, Thèse de l'Université Paul Sabatier - Toulouse III, "*Ferrite-based*

- micro-inductors for Power Systems on Chip: from material elaboration to inductor optimisation*”, 2014.
- [18] Z. Cai, T. L. Goodrich, B. Sun, Z. Chen, V. G. Harris, and K. S. Ziemer, “*Epitaxial growth of barium hexaferrite film on wide bandgap semiconductor 6H-SiC by molecular beam epitaxy*”, J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 43, no. 9, p. 095002, Feb. 2010.
- [19] H. Wetzel, A. Siegel, H. D. Njiende, N. Fröhleke, and J. Böcker, “*Low Voltage Asymmetrical Half-Bridge Converter with Integrated Magnetics*” Institute of Power Electronics and Electrical Drives, University of Paderborn; 2004.
- [20] W. water and J. Lu, “*Improved High-Frequency Planar Transformer for Line Level Control (LLC) Resonant Converters*”, Magnetics Letters, IEEE, vol. 4, pp. 1–4, 2013.
- [21] R. Chen, J. T. Strydom, and J. D. van Wyk, “*Design of planar integrated passive module for zero-voltage-switched asymmetrical half-bridge PWM converter*,” IEEE Trans. on Ind. Applicat., vol. 39, no. 6, pp. 1648–1655, 2003.
- [22] A. Kerim, Thèse de Université Joseph-Fourier - Grenoble I, “*Contribution à l’intégration moyenne puissance de composants magnétiques pour l’électronique de puissance*”, 2008.
- [23] C. Worek, R. Widorek, and S. Ligenza, “*Integrated magnetic component in a 2kW resonant power supply*”, presented at the Power Electronics and Applications (EPE), 2013 15th European Conference on, 2013, pp. 1–10.
- [24] F. Wilmot, Thèse de Ecole normale supérieure Cachan, “*Contribution à la conception et au dimensionnement de fonctions passives intégrées*”, 2004.
- [25] E. C. W. de Jong, J. A. Ferreira, and P. Bauer, “*3D integration with PCB technology*”, presented at the Applied Power Electronics Conference and Exposition, 2006. APEC '06. Twenty-First Annual IEEE, 2006, pp. 7 pp.–863.
- [26] E. de Jong and B. Ferreira, “*Toward the next level of PCB usage in power electronic converters*”, IEEE Trans. Power Electron., vol. 23, no. 6, pp. 3151–3163, 2008.
- [27] N. A. Moguilnaia, K. V. Vershinin, M. R. Sweet, O. I. Spulber, M. M. De Souza, and E. M. S. Narayanan, “*Innovation in power semiconductor industry: past and future*”, IEEE Transactions on Engineering Management, vol. 52, no. 4, pp. 429–439, 2005.
- [28] P. Barbosa, J. Steinke, P. Steimer, L. Meysend, and T. Meynard, “*Converter circuit for connecting a plurality of switching voltage levels*”, Brevet N° US20070025126 A1, 2007.
- [29] F. Forest, B. Gélis, J.-J. Huselstein, B. Cougo, E. Laboure, and T. Meynard, “*Design of a 28 V-to-300 V/12 kW Multicell Interleaved Flyback Converter Using Intercell Transformers*”, IEEE Trans. Power Electron., vol. 25, no. 8, pp. 1966–1974, Jun. 2010.
- [30] A. Nabae, I. Takahashi, and H. Akagi, “*A New Neutral-Point-Clamped PWM Inverter*”, IEEE Trans. on Ind. Applicat., vol. 17, no. 5, pp. 518–523, 1981.
- [31] T. Meynard and H. Foch, “*Dispositif électronique de conversion d’énergie électrique*”, International Journal of Electronics, vol. 87, no. 7, pp. 879–895, Feb. 1993.
- [32] A. Leredde, Thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, “*Etude, commande et mise en œuvre de nouvelles structures multiniveaux*,” 2011.
- [33] S. Sanchez, D. Risaletto, F. Richardeau, and T. Meynard, “*Méthodologie de pré-dimensionnement d’un coupleur magnétique robuste à structure monolithique pour convertisseur parallèle entrelacé*”, Journées Jeunes Chercheurs en Génie

- Electrique, Saint-Nazaire, 2013, p. 10.
- [34] P. Davancens, Thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, "*Étude de l'équilibrage naturel des courants dans les convertisseurs multicellulaires parallèle*", 1997.
- [35] F. Forest, T. Meynard, E. Laboure, V. Costan, E. Sarraute, A. Cuniere, and T. Martire, "*Optimization of the Supply Voltage System in Interleaved Converters Using Intercell Transformers*," IEEE Trans. Power Electron., vol. 22, no. 3, pp. 934–942, Apr. 2007.
- [36] V. Costan, Thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, "*Convertisseurs parallèles entrelacés : Etude des pertes fer dans les transformateurs inter-cellules*", Dec. 2007.
- [37] T. Meynard, F. Forest, E. Laboure, V. Costan, A. Cuniere, and E. Sarraute, "*Monolithic Magnetic Couplers for Interleaved Converters with a High Number of Cells*", Integrated Power Systems (CIPS), 2006 4th International Conference on, 2006, pp. 1–6.
- [38] E. Labouré, A. Cuniere, T. A. Meynard, F. Forest, and E. Sarraute, "*A Theoretical Approach to InterCell Transformers, Application to Interleaved Converters*", IEEE Trans. Power Electron., vol. 23, no. 1, pp. 464–474, 2008.
- [39] J. Li, C. R. Sullivan, and A. Schultz, "*Coupled-inductor design optimization for fast-response low-voltage DC-DC converters*", Applied Power Electronics Conference vol. 2, pp. 817–823 vol.2, 2002.
- [40] F. Forest, T. A. Meynard, E. Laboure, B. Gelis, J. J. Huselstein, and J. C. Brandelero, "*An Isolated Multicell Intercell Transformer Converter for Applications With a High Step-Up Ratio*", IEEE Transactions on Power Electronics, vol. 28, no. 3, pp. 1107–1119, Mar. 2013.
- [41] M. Petit, T. Martire, and A. Darkawi, "*Analyse du comportement magnétique et thermique d'un transformateur intercellulaire cyclique à 4 phases pour application impulsionnelle*", Symposium de Génie Electrique 2014, Cachan, France, Jul. 2014.
- [42] C. Fahrni, A. Rufer, F. Bordry, and J. P. Burnet, "*A novel 60 MW pulsed power system based on capacitive energy storage for particle accelerators*", IEEE, 2007, pp. 1–10.
- [43] F. Forest, T. A. Meynard, J. J. Huselstein, D. Flumian, C. Rizet, "*Design and Characterization of an Eight Phase- 137kW Intercell Transformer Dedicated to Multi-cell DC-DC Stages in a Modular UPS*", IEEE Transactions on Power Electronics, vol. 29, no. 1, pp. 45-55, Jan. 2014.
- [44] T. Ericson, N. Hingorani, and Y. Khersonsky, "*Power electronics and future marine electrical systems*", Industry Applications, IEEE Transactions on, vol. 42, no. 1, pp. 155–163, 2006.



## Chapitre 2:

### Propriétés des matériaux magnétiques destinés à l'intégration 3D

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté le principe des convertisseurs multicellulaires entrelacés ainsi que leurs applications, leurs avantages et leurs problèmes. Dans ce chapitre, nous allons détailler le choix des matériaux magnétiques pour réaliser le noyau magnétique de forme complexe permettant l'entrelacement ainsi que les procédés de synthèse et de mise en œuvre puis leurs propriétés.

#### 2.1. Ferrites magnétiques : composition structure cristallographique

D'un point de vue métallurgique, les matériaux magnétiques doux se classent en quatre groupes distinctifs :

- Les alliages cristallins utilisés en basse fréquence (FeSi, FeCo, FeNi) ;
- Les alliages amorphes (ou verres métalliques) ferromagnétiques doux à base de Fe ou de Co (par exemple le matériau amorphe 2714A Metglats ®)
- Les matériaux nanocristallins issus de précurseurs amorphes (par exemple le matériau FINEMET ®)
- Les oxydes ferrimagnétiques parmi lesquels on peut compter les ferrites Ni-Zn et Mn-Zn.

Le choix des matériaux magnétiques repose en premier lieu sur la fréquence pour laquelle ils sont le mieux adaptés et en second lieu leur mise en forme (ce dernier critère peut être important dans certains cas entre amorphe/nanocristallin/ferrite MnZn). Chaque type de matériau possède une plage de fréquence pour laquelle ses propriétés magnétiques sont stables et ses pertes les plus faibles possibles. La figure 2.1 ci-dessous représente différents types de matériaux magnétiques utilisables en électronique de puissance et la gamme de fréquence dans laquelle leur utilisation est optimale.

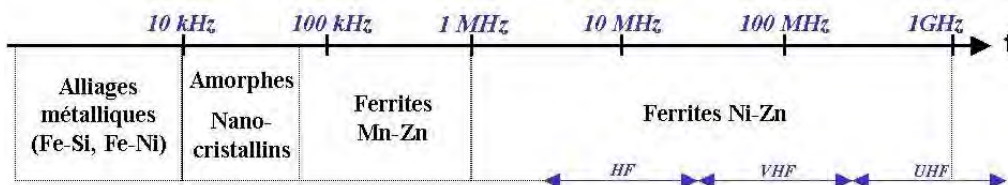


Figure 2-1: Quelques matériaux magnétiques de puissance avec leur gamme de fréquences optimales

Le convertisseur multicellulaire du type « *Flying Capacitor* » a été utilisé avec succès

dans le domaine où la fréquence de découpage est relativement basse (de 900 Hz à 2 kHz). Le convertisseur multicellulaire type ICT s'adresse plutôt à des applications à hautes fréquences (supérieures à 50 kHz) pour des moyennes ou fortes puissances. Or, les matériaux les mieux adaptés pour la réalisation de noyaux magnétiques d'ICT à haute et très haute fréquence n'existaient pas dans les catalogues des fabricants jusqu'au début des années 2000. L'optimisation des ferrites Mn-Zn vers le haut de leur bande habituelle (par exemple la série 3F4, 3F45, 3F5 chez Ferroxcube® ou N97, N49, N59 ou PC47 chez TDK®) et des ferrites Ni-Zn vers le bas de leur bande (4F1 chez Ferroxcube®), a permis leur recouvrement autour de 3 MHz et donc de combler ce manque.

Les ferrites sont des matériaux ferrimagnétiques à base d'oxyde de fer. Ils sont généralement produits à l'état polycristallin sous la forme de céramiques massives. On peut les diviser en deux grandes familles principales selon leurs propriétés magnétiques : les ferrites doux et les ferrites durs. Les ferrites durs sont utilisés comme aimants permanents. Les ferrites doux sont donc employés comme noyaux magnétiques avec de faibles pertes pour les applications en électronique de puissance et en radiofréquence. Les avantages des ferrites doux sont les suivants :

- une résistivité électrique élevée ( $>1 \Omega.m$ ) ;
- de bonnes propriétés magnétiques tels qu'une polarisation magnétique  $< 0,6 T$ , des champs coercitifs dont les plus faibles sont de  $10 A/m$  – soit 10 fois plus grands que ceux observés dans les alliages métalliques les plus doux – et, principalement, leurs performances à fréquence élevée qui sont effectivement supérieures à celles de tous les autres matériaux magnétiques ;
- un faible coût de fabrication.

Les ferrites doux regroupent trois sous-familles de matériaux en fonction de la fréquence à laquelle ils sont bien adaptés : les ferrites spinelles de manganèse-zinc (Mn-Zn) pour les fréquences allant de 10 kHz à 1 MHz, les ferrites spinelles de nickel-zinc (Ni-Zn) et nickel-zinc-cuivre (Ni-Zn-Cu) pour la gamme entre 1 et 500 MHz qui nous intéresse dans ce travail de thèse et les ferrites « hyperfréquence » de 0,1 à 100 GHz du type spinelle au lithium et du type grenat.

Les ferrites doux de type MnZn et NiZn ont une structure cristallographique cubique, semblable à celle du minéral nommé spinelle,  $MgAl_2O_4$ . La formule chimique des ferrites spinelles est  $MeFe_2O_4$ , où Me représente une association d'ions divalents. Dans le cas des ferrites dits « mixtes » comme Ni-Zn-Cu, Me représente plusieurs ions qui appartiennent généralement aux métaux divalents tels que  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ , etc., voire des combinaisons d'ions monovalents ( $Li^+$ ) et trivalents ( $Fe^{3+}$ ,  $Mn^{3+}$ ) ou tétravalents ( $Ti^{4+}$ ,  $Sn^{4+}$ ). L'ensemble des ions représenté par Me doit posséder une valence moyenne  $2+$ .

La formule chimique des ferrites Ni-Zn-Cu peut être représentée par  $Ni_xZn_yCu_zFe_2O_4$  avec  $x+y+z=1$ .

Dans la maille élémentaire du réseau spinelle, on retrouve une symétrie cubique qui contient huit molécules de  $Me_2+Fe_3+2O_2^{-4}$ . Les anions oxygènes forment un réseau cubique à faces centrées. Ce type d'empilement possède deux types différents de sites interstitiels : tétraédriques et octaédriques que l'on symbolise respectivement par deux



lettres **A** et **B**, entourées respectivement par 4 et 6 oxygènes. On peut compter dans une maille élémentaire 64 sites tétraédriques (A) , dont 8 sont occupés et 32 octaédriques [B] dont 16 sont occupés (Figure 2.2) [1]. Les ions métalliques viennent donc se placer dans les deux sites interstitiels disponibles.

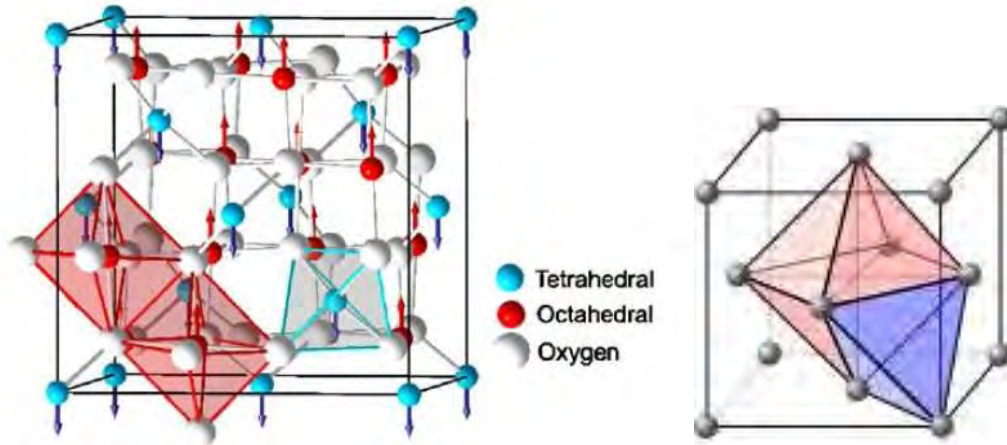


Figure 2-2: structure spinelle avec deux types de sites interstitiels

En vue de la réalisation de noyau magnétique de type ICT, le ferrite couramment utilisé en électronique de puissance, est de type Mn-Zn ( $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ). En effet, ce ferrite présente une valeur très élevée de perméabilité magnétique (de 600 à 15000). Il est donc très étudié et optimisé pour fonctionner à haute induction et à une température comprise entre 80°C et 100°C. Mais ce ferrite présente une chute de perméabilité à une fréquences qui dépend de l'inverse de la perméabilité (typiquement  $1,5 < \mu_R f_{max} < 3$  GHz). Les fréquences maximales d'utilisation de ce type de matériau sont autour de 1 à 2 MHz ; au-delà, la perméabilité réelle chute et les pertes magnétiques deviennent très élevées. Un autre inconvénient des ferrites Mn-Zn est que leur procédé de synthèse n'est pas compatible avec la technologie multicouche (*Low Temperature Cofired Ceramic- LTCC*) vu que leur température de frittage est supérieure à 1200°C [2] et demande un contrôle précis de la pression partielle d'oxygène pendant le traitement. C'est pourquoi les matériaux ferrites Mn-Zn ne sont pas bien adaptés aux procédés d'intégration existants.

Nous nous intéressons donc aux ferrites Ni-Zn-Cu dans le cadre de ces travaux. Leur perméabilité est plus faible que celle des ferrites Mn-Zn mais leur fréquence de résonance plus élevée élargit la gamme de fréquence de travail dans laquelle ces ferrites peuvent être utilisées. Leur perméabilité peut évidemment s'étendre de 10 à 1000 en fonction du rapport de Ni et Zn, mais surtout leur perméabilité reste constante jusqu'aux hautes fréquences [3] et la température de frittage peut être abaissée sous les 950°C.

Une valeur de  $B.f = 37,5$  MHz.mT a été obtenue aux hautes fréquences allant de 1,5 MHz à 500 MHz, pour un ferrite Ni-Zn-Cu dopé au cobalt, de perméabilité 150, et un ferrite Mn-Zn commercial de perméabilité de 1000 [1]. Ces mesures ont mis en évidence la supériorité des ferrites de Ni-Zn-Cu par rapport aux ferrites Mn-Zn pour les applications très hautes fréquences. (Figure 2-3).

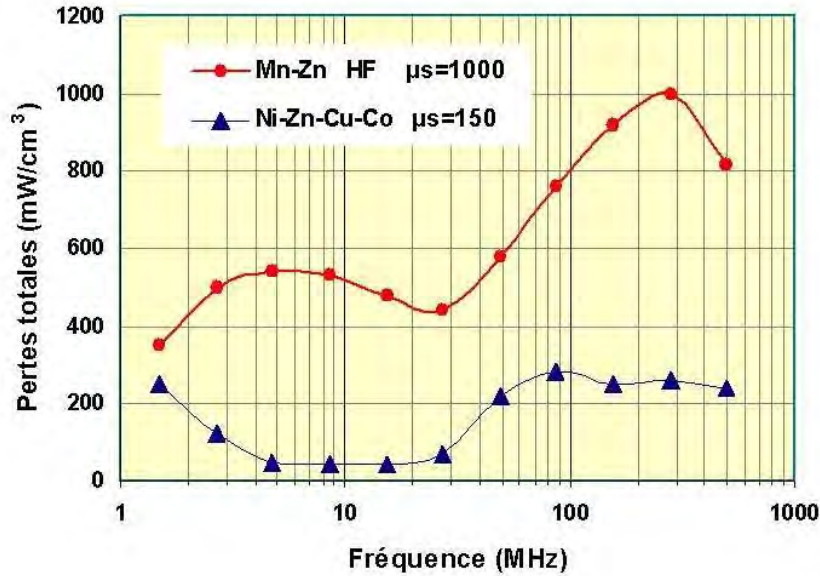


Figure 2-3: Comparaison de mesures de pertes totales entre 1,5 MHz et 500 MHz à produit  $Bxf$  constant entre les ferrites Mn-Zn et Ni-Zn-Cu-Co [1]

Ici, un dopage au cobalt entre 0,02 mol et 0,04 mol diminue sensiblement les pertes à haute fréquence. Donc, ces mesures permettent aussi de se rendre compte de la meilleure adaptation des ferrites Ni-Zn-Cu par rapport aux ferrites Mn-Zn pour les applications à hautes fréquences (supérieures à 1 MHz). Les pertes des ferrites Mn-Zn augmentent fortement dans les fréquences supérieures au mégahertz en raison de leur faible résistivité. Les matériaux ferrites Ni-Zn-Cu, ont des résistivités bien supérieures aux ferrites Mn-Zn, leurs pertes en hautes fréquences sont diminuées en conséquence [4].

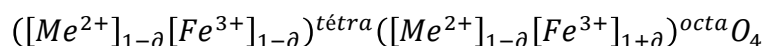
Les matériaux ferrites Ni-Zn-Cu peuvent apporter une solution dans le cadre de l'intégration grâce à leur compatibilité avec les technologies LTCC. Les ferrites Ni-Zn-Cu et leur intégration en électronique de puissance ont donc été l'objet de nombreux travaux de recherche au début des années 90. Cependant, il reste des voies d'amélioration des performances de ces ferrites et des méthodes de mise en forme pour réaliser un objet complexe. Cette thèse s'inscrit dans l'étude d'une nouvelle méthode de mise en forme afin d'intégrer l'utilisation de composants de type ICT.

Les paragraphes suivants rappellent les principales propriétés physico-chimiques et électromagnétiques des ferrites Ni-Zn-Cu, ainsi que les différentes méthodes de mise en forme de ce type de céramique.

## 2.2. Propriétés magnétiques

Pour mieux comprendre les propriétés magnétiques des matériaux ferrites Ni-Zn-Cu, il est nécessaire de considérer leurs caractéristiques physicochimiques, à l'échelle atomique ainsi que leur microstructure.

On peut écrire la formule du spinelle de la façon suivante afin de préciser la position des différents cations dans la maille spinelle :



On remarque alors que les ions métalliques (Me, Fe), entre crochets, sont situés dans les sites octaédriques et les ions, entre parenthèses, sont situés dans les sites tétraédriques. La structure spinelle est dite normale lorsque  $\delta = 1$ . Lorsque  $\delta = 0$ , la structure est dite inverse, et on trouve autant d'ions  $\text{Fe}^{3+}$  dans les sites tétraédriques que dans les sites octaédriques. C'est alors les ions divalents qui déterminent « l'état magnétique » du ferrite. Les propriétés magnétiques des ferrites dépendent alors fortement des ions métalliques situés dans les interstices mais également de leur répartition. C'est la raison pour laquelle le procédé de synthèse de ce type de matériau est une étape très importante qui influe sur ses propriétés magnétiques.

Les ferrites sont des matériaux ferrimagnétiques. La théorie de ces matériaux a été établie par L. Néel en 1948 afin de décrire les propriétés magnétiques principales [5] Les cations métalliques jouent le rôle de porteurs de moments magnétiques à raison d'un magnéton de Bohr par électron célibataire sur la couche 3d. Parmi toutes les énergies à prendre en compte pour décrire un état d'équilibre, l'énergie d'échange est la plus importante. Au sein de la structure spinelle, les ions métalliques ne peuvent pas échanger directement des électrons entre les ions des différents sites tétraédrique et octaédrique (AA, BB, AB). L'interaction d'échange se fait par la médiation des orbitales p des ions oxygènes  $\text{O}^{2-}$ ; on appelle ce type d'interaction « super-échange ». On montre que, dans les cristaux, l'énergie d'échange est maximale entre les cations des sites **A** et ceux des sites **B** et qu'elle est négative de sorte que l'énergie la plus basse est obtenue pour un alignement antiparallèle. Cela a conduit L. Néel à postuler, dans sa théorie du ferrimagnétisme, que l'aimantation résultante totale est effectivement la différence entre l'aimantation du réseau **A** et celle du réseau **B**. Ce postulat fut, par la suite, confirmé expérimentalement par diffraction de neutrons sur de nombreux ferrites. Pour un ferrite simple et inverse ( $\text{FeFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) les ions  $\text{Fe}^{3+}$  en site A et B se compensent et le moment est déterminé par le cation divalent  $\text{Me}^{2+}$  occupant le site octaédrique **B**.

L'amplitude de l'interaction d'échange entre les deux sous-réseaux dépend de la distance entre les ions métalliques en site **A** et **B**, ainsi que de l'angle formé entre ces ions et l'oxygène A-O-B. La figure 2.4 ci-dessous montre les angles et les distances possibles entre les différentes paires d'ions dans la structure spinelle.

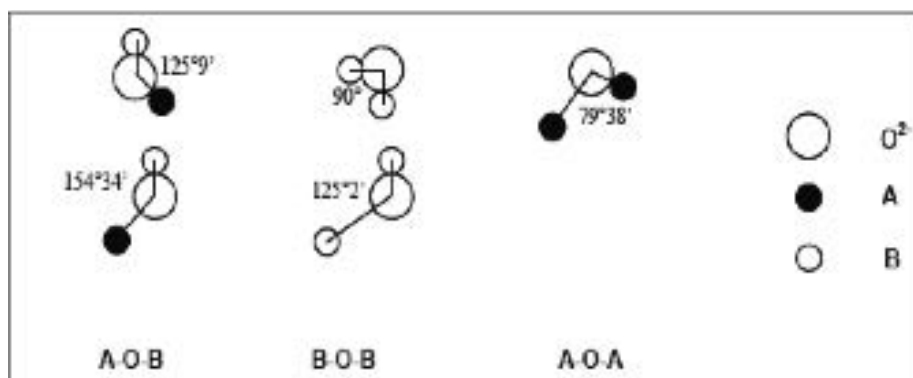


Figure 2-4: Angles entre les ions de la structure spinelle en fonction de leur site cristallographique tétraédrique (A) octaédrique (B).

L'interaction d'échange augmente à mesure que l'angle tend vers  $180^{\circ}$  et que la distance entre les atomes diminue. C'est pourquoi l'interaction antiferromagnétique AB

domine quand le site A est majoritairement occupé par des ions porteurs de moment magnétiques. Les interactions AA et BB, qui sont aussi antiferromagnétiques, sont frustrées.

Les interactions d'échange entre les deux sites disparaissent lorsqu'il n'y a pas d'ion divalent porteur de moment magnétique. C'est le cas du ferrite de zinc et du ferrite de cadmium qui sont paramagnétiques (et antiferromagnétiques à basse température). Cependant, un ferrite, pour lequel le zinc (ou le cadmium) est associé à des ions 2+ porteurs de moment magnétique, possède non seulement une polarisation magnétique non nulle mais aussi les propriétés magnétiques contrôlables qui en découlent, simplement en jouant sur le rapport « ions magnétiques/ions amagnétiques ». C'est la raison pour laquelle les ferrites doux de manganèse-zinc  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  et les ferrites de nickel-zinc  $Ni_xZn_yCu_zFe_2O_4$  sont les plus performants pour être utilisés dans la réalisation des noyaux magnétiques.

Afin de diminuer la température de frittage, on introduit du cuivre dans les ferrites Ni-Zn car l'ion cuivre divalent diffuse très bien. Par diffraction de neutrons sur les poudres de ferrite Ni-Zn-Cu, J. Ageron a confirmé que les ions nickel restaient en sites octaédriques tandis que les ions zinc se plaçaient très majoritairement sur les sites tétraédriques [6]. Il montre aussi que les ions cuivre sont répartis équitablement sur les deux sites dans le ferrite Ni-Zn-Cu avec 0,20 mol de cuivre. Par ailleurs, la structure de ce ferrite peut conserver la forme cubique avec un taux de cuivre pas trop élevé (le ferrite de cuivre est tétragonal). A. Lucas remarque que, pour obtenir les bonnes valeurs d'aimantation, il est nécessaire que tous les ions cuivre se déplacent en site octaédrique [2].

### 2.3. Mécanisme d'aimantation

#### 2.3.1. Domaines magnétiques et parois de Bloch:

Le ferrite Ni-Zn-Cu présente les particularités de tous les matériaux ferrimagnétiques. Il ne possède donc pas une aimantation uniforme. Ce matériau est divisé en domaines magnétiques appelés domaine de Weiss et séparé par des parois dites de Bloch. Dans ces domaines, leur aimantation est orientée selon différentes directions (figure 2.5) mais la somme des aimantations des différents domaines peut conduire à une aimantation nulle (état démagnétisé). Ceci permet au ferrite de posséder une énergie interne minimale. En général, les domaines sont confinés à l'intérieur des grains, même s'ils peuvent se coupler entre grains voisins par interaction dipolaire.

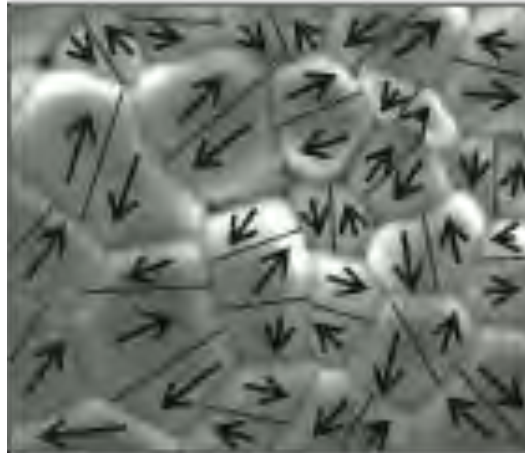


Figure 2-5: Répartition des domaines dans un cristal non-aimanté

L'aimantation à l'intérieur de chaque domaine change graduellement de direction au niveau des parois de Bloch, comme décrit sur la figure 2-6 :



Figure 2-6: Répartition des spins dans une paroi de Bloch

### 2.3.2. Cycle d'hystérésis :

Si le matériau est mis sous l'action d'un champ magnétique extérieur  $H$ , les domaines dont l'aimantation est orientée suivant la direction du champ appliqué, auront tendance à croître de manière plus importante, aux dépens des domaines opposés. En effet, l'échantillon va s'aimanter selon une courbe de première aimantation de l'induction  $B$  en fonction du champ  $H$ , comme montré sur la figure 2.7. L'induction à l'intérieur du ferrite suit la loi :

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M})$$

où l'aimantation  $\vec{M}$  dépend généralement non-linéairement de  $H$ . Au premier ordre on peut écrire :  $\vec{M} = \chi \vec{H}$

Avec :  $\mu_0$  la perméabilité du vide égale  $4.\pi. 10^{-7}$  H/m

$\chi$ : la susceptibilité magnétique sans dimension

$H$  : le champ magnétique en A/m

$B$  : l'inductance magnétique en T

Donc, on peut écrire également :

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \vec{H} = \mu \cdot \vec{H}$$

Avec :  $\mu_r = 1 + \chi$

$\mu_r$  est une grandeur sans unité représentant respectivement la perméabilité relative du matériau. En effet, la perméabilité magnétique  $\mu$  est définie comme le rapport entre l'induction magnétique  $B$  et le champ magnétique. Parmi les caractérisations magnétiques du ferrite, signalons que la perméabilité relative des matériaux permet de qualifier facilement la possibilité d'aimantation des matériaux par un champ extérieur. A partir des valeurs de ce paramètre  $\mu_r$  et  $\chi$ , on peut classer les grands groupes de matériaux magnétiques :

- Lorsque  $\mu_r < 1$  ou  $\chi_r < 0$ , le matériau est dit diamagnétique
- Lorsque  $\mu_r \approx 1$  ou  $0 < \chi_r < 10^{-3}$ , le matériau est dit paramagnétique
- Lorsque  $\mu_r$  est grand ou  $\chi_r$  très grand et varie avec  $H$ , il existe une aimantation spontanée et le matériau est alors soit ferromagnétique, soit ferrimagnétique.

Lorsque le matériau s'aimante, la caractéristique d'aimantation respecte une courbe de première aimantation présentée dans la figure 2.7 :

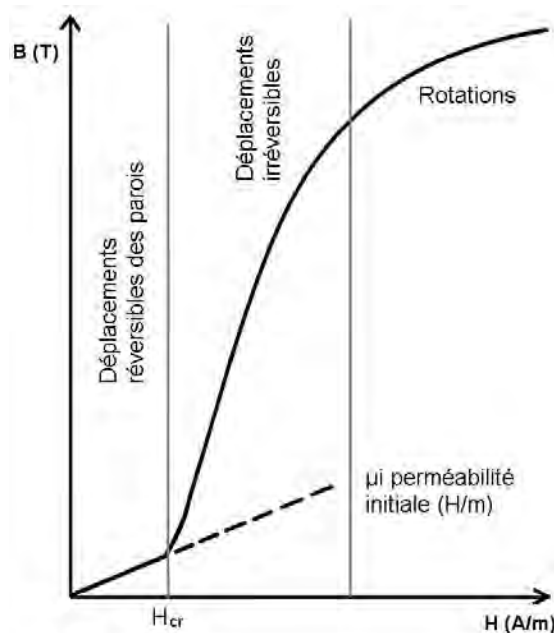


Figure 2-7: la courbe de première aimantation  $B(H)$

Cette courbe d'aimantation se compose de 3 parties en fonction du champ magnétique d'excitation  $H$ . Pour de faibles valeurs de champ magnétique, la courbe de première aimantation n'est jamais linéaire au départ mais quadratique, les mécanismes d'aimantation réversibles comportent des déformations de parois de Bloch. Cet effet est peut-être expliqué par le modèle de Globus-Guyot pour les microstructures des ferrites polycristallins [7]. Il considère que le matériau, étant constitué de grains sphériques, ne contient qu'une seule paroi de Bloch par grain. Cette paroi est « accrochée » au joint de grain en deux points diamétralement opposés. Sous un champ magnétique appliqué, la paroi se gonfle en faisant grossir le domaine dont l'aimantation est dans le même sens que  $H$ . Lorsque le champ magnétique augmente, la paroi de Bloch se décroche et quitte sa position initiale. Par conséquent, ce processus devient irréversible dans la deuxième partie et l'aimantation augmente rapidement. Pour les plus fortes valeurs du champ, il n'existe plus de déplacements des parois, les rotations de spin à l'intérieur des domaines

de Weiss constituent le principal mécanisme d'aimantation.

Ces deux mécanismes d'aimantation (déplacements de parois de Bloch et rotations de spin magnétique) dépendent principalement de quelques paramètres de la microstructure tels que la porosité, la taille des grains, l'homogénéité de la composition granulaire et le rapport Ni/Zn [1]. En 1962, Globus [8] a confirmé que la perméabilité initiale complexe diminue lorsque le taux de porosité augmente dans le ferrite de nickel polycristallin [9]. S'il existe une seule paroi dans un grain, comme l'explique Globus, la taille des grains influe directement sur la mobilité des parois de Bloch. Par ailleurs, Globus a distingué deux mécanismes dans les spectres de perméabilité, la relaxation et la résonance. Dans un matériau, une distribution de tailles de grains importante va montrer un étalement des relaxations en fonction de la fréquence.

Les déplacements irréversibles se traduisent sur la courbe  $B(H)$  par un phénomène d'hystérésis dit le cycle d'hystérésis, décrit sur la figure 2.8 :

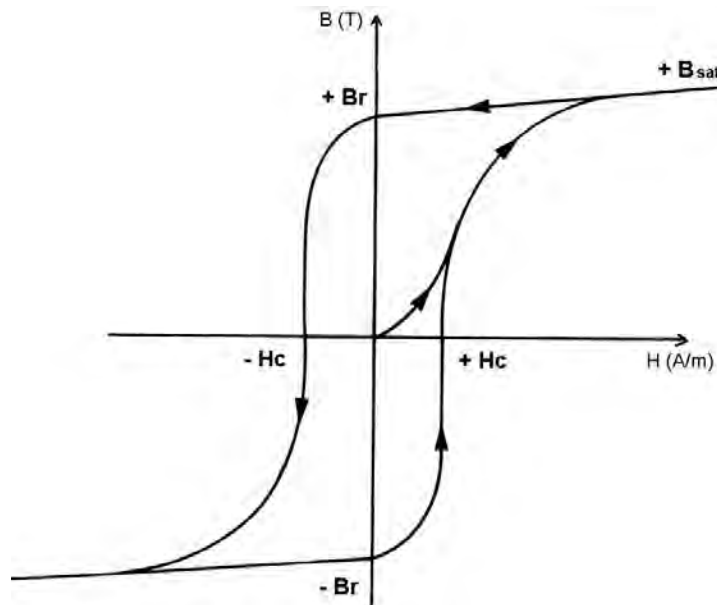


Figure 2-8: Cycle d'hystérésis  $B(H)$

Au-delà de  $H_c$ , la courbe de première aimantation est passée dans la partie irréversible ; ainsi, si le champ magnétique  $H$  est supprimé, l'aimantation du matériau ne pourra pas revenir à zéro. Le matériau présente la particularité de l'état rémanent caractérisé par une induction rémanente  $B_r$ . Une fois que l'aimantation a atteint sa valeur de saturation, la densité de flux de saturation évolue peu (la pente est proche de  $\mu_0$ ) : c'est pourquoi on parle souvent improprement d'induction à saturation ( $B_{sat}$ ) pour les matériaux doux. Si le champ magnétique est inversé, comme dans la phase de retour du cycle d'hystérésis, l'induction rémanente  $B_r$  est due au fait que les domaines de Weiss ne sont pas encore revenus à leur état d'origine ; ils restent majoritairement orientés dans le sens du champ appliqué précédemment. Par conséquent, il est nécessaire d'appliquer un champ magnétique inverse, appelé champ coercitif  $H_c$ , afin d'annuler cette induction rémanente et de revenir à une aimantation nulle.

Parmi les ferrites, les ferrites doux possèdent des champs coercitifs faibles (de l'ordre de quelques dizaines d'A/m). L'application d'un faible champ magnétique  $H$  s'accompagne

d'une augmentation rapide de l'induction du matériau conduisant à des perméabilités élevées. Par contre, le ferrite dur a, contrairement au matériau doux, un champ coercitif élevé, de l'ordre de 100 kA/m ou plus. Il possède des inductions rémanentes de quelques centaines de mT. Il est donc plus difficile d'annuler son aimantation que pour un matériau doux.

## 2.4. Propriétés principales du ferrite

### 2.4.1. Perméabilité magnétique :

La perméabilité n'est évidemment pas linéaire et varie beaucoup si le champ magnétique est supérieur au champ coercitif ( $H_C$ ). Selon les différentes applications, on désigne différemment les types de perméabilité : la perméabilité initiale relative, la perméabilité initiale relative complexe, la perméabilité d'amplitude et la perméabilité réversible.

- La perméabilité « initiale » relative  $\mu_i$  est le rapport entre l'induction magnétique B appliquée et le champ magnétique H dans le matériau pour des champs et des inductions faibles ( $B < 1$  mT). Elle correspond à la pente à l'origine de la courbe B(H) dite de première aimantation. Sur la figure 2.7, on peut bien distinguer une zone quadratique pour les valeurs de B et de H faibles, avec la pente à l'origine qui correspond à la perméabilité initiale. Ce facteur est très important pour les applications à faible puissance (puissance volumique  $< 1$  mW/cm<sup>3</sup>). La perméabilité initiale relative est décrite par la relation ci-dessous :

$$\mu_i = \frac{1}{\mu_0} \left( \frac{\partial B}{\partial H} \right)_{H=0}$$

- La perméabilité initiale relative complexe est la représentation complexe de la perméabilité initiale relative en fonction de la fréquence, f, lorsque le matériau est soumis à une excitation magnétique du type  $H = H_0 e^{j\omega t}$  où  $\omega$  est la pulsation et t le temps (soit  $\omega = 2\pi f$ ) :

$$\vec{\mu}(f) = \mu'(f) - j\mu''(f)$$

Le déphasage  $\delta$  entre l'induction B et le champ magnétique H conduit donc à :

$$\mu'(f) = \frac{B_0}{H_0} \cos \delta$$

$$\mu''(f) = \frac{B_0}{H_0} \sin \delta$$

La partie réelle  $\mu'(f)$  représente la partie réactive de la perméabilité et la partie imaginaire  $\mu''(f)$  représente la partie dissipative à une fréquence donnée et sous un champ magnétique faible. Les pertes magnétiques vont pouvoir être caractérisées par la tangente de l'angle de perte  $\delta$  que l'on peut exprimer comme le rapport de la partie dissipative sur la partie réactive :

$$tg(\delta) = \frac{\mu''(f)}{\mu'(f)}$$



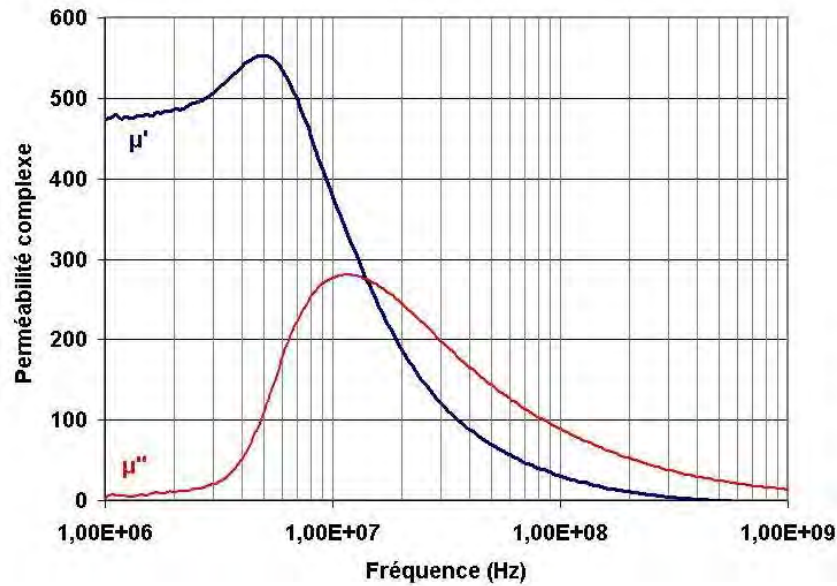


Figure 2-9: Perméabilité initiale statique en fonction de la fréquence pour un ferrite Ni-Zn-Cu [2]

La perméabilité magnétique initiale complexe à basse fréquence est appelée « perméabilité initiale statique »,  $\mu_s$ , la partie réelle ne dépend plus de la fréquence et la partie imaginaire tend vers zéro.

La fréquence correspondant au maximum de la partie imaginaire est appelée fréquence de résonance ou de relaxation,  $f_R$ .

Sous un faible champ magnétique, la perméabilité initiale complexe dépend de :

- l'aimantation à saturation  $M_s$  du matériau ;
- l'énergie d'anisotropie magnétique totale qui comporte les anisotropies magnéto cristalline et magnéto élastique ;
- la taille des grains et la porosité du matériau.

On peut utiliser le facteur  $\mu_s \times f_R$  comme un facteur de mérite. Il est limité par l'aimantation à saturation et la constance d'anisotropie mais dépend peu de la microstructure du matériau. La valeur de  $\mu_s \times f_R$  est comprise entre 2 et 10 GHz [10].

- La perméabilité d'amplitude relative est définie comme le rapport de l'induction sur le champ magnétique en valeur crête sous de grandes excitations sinusoïdales ( $0 < B < 400 \text{ mT}$ ). Elle est donc décrite par l'équation suivante :

$$\mu_a = \frac{B_{\text{crête}}}{\mu_0 H_{\text{crête}}}$$

La perméabilité d'amplitude est une caractéristique importante des matériaux en dehors du domaine linéaire de la perméabilité. En général, cette perméabilité augmente rapidement lorsque le champ magnétique extérieur augmente pour atteindre le maximum. Après avoir passé le niveau maximum, elle décroît notablement pour tendre vers 1 quand le matériau s'approche de l'état de saturation (figure 2.10).

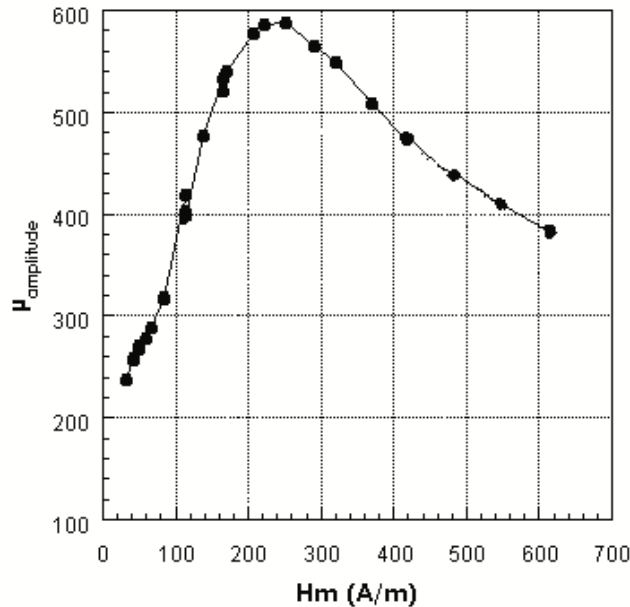


Figure 2-10: Exemple de perméabilité d'amplitude en fonction du champ magnétique appliqué pour un ferrite de composition  $\text{Ni}_{0,40}\text{Zn}_{0,40}\text{Cu}_{0,20}\text{Fe}_2\text{O}_4$  [11]

La mesure de perméabilité répond aux besoins de caractériser le fonctionnement d'un ferrite soumis à des inductions magnétiques de forte amplitude; celle-ci est notamment supérieure à 200 mT à basse fréquence, entre 150-200 mT à moyenne fréquence de 10 à 100 kHz et dépasse rarement les 50 mT à haute fréquence au-delà de 1 MHz.

#### 2.4.2. Pertes ferromagnétiques :

Dans le paragraphe précédent, nous avons présenté les caractéristiques des pertes magnétiques sous de très basses inductions (inférieures à 1 mT) que l'on peut exprimer par l'intermédiaire de  $\mu''(f)$ . Lorsque le matériau ferrimagnétique est placé sous un champ magnétique de fort niveau, les pertes magnétiques seront dues à des variations de l'aimantation provoquées par l'excitation  $H$ . Certains ferrites sont proposés sur le marché pour des applications de moyenne puissance et haute puissance, spécialement pour des noyaux magnétiques type ICT. Ils vont donc être utilisés à une induction élevée et présenter des pertes importantes. Une introduction aux pertes magnétiques dans les ferrites doux est donc nécessaire pour bien évaluer nos mesures.

Lorsque le niveau d'induction est croissant, plusieurs phénomènes physiques entrent en jeu dans le matériau ; on décrit alors les pertes ferromagnétiques totales pour les tôles métalliques comme pour les ferrites en appliquant le principe de séparation des pertes. Ces pertes totales comportent des pertes par hystérésis notées  $P_h$ , des pertes par courants de Foucault, notées  $P_{cf}$ , et des pertes supplémentaires, notées  $P_{sup}$ .

##### A. Pertes quasi-statiques dites par hystérésis :

Provoquées par un champ magnétique externe alternatif  $H = H_0 e^{j\omega t}$ , les pertes par hystérésis correspondent à l'énergie dissipée au cours d'un cycle d'hystérésis  $B(H)$  quand la fréquence tend vers zéro. La présence d'impuretés dans le matériau ou de défauts dans la maille cristalline empêche le mouvement libre des parois de Bloch et donc provoque des pertes par hystérésis. On peut dire que les pertes sont analogues à

un frottement sec. Exprimées en densité d'énergie, elles sont définies par la surface du cycle, comme expliqué dans la figure 2.11 suivante :

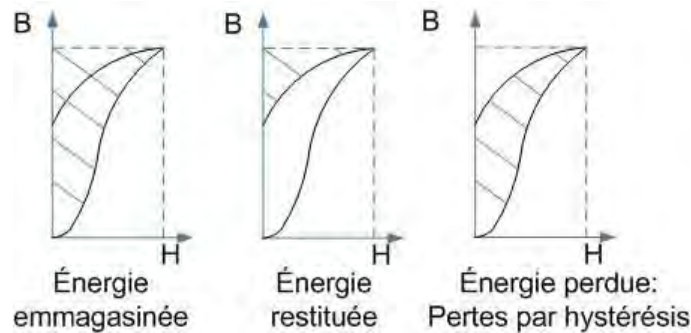


Figure 2-11: Schéma explicatif des pertes par hystérésis

Sous forme mathématique, ces pertes volumiques peuvent être exprimées par l'équation ci-dessous :

$$W_h = \int H \cdot dB \text{ [J/m}^3\text{]}$$

Exprimées en termes de puissance volumique, on a alors

$$P = W_h f \text{ [W/m}^3\text{]}$$

Afin de diminuer ces pertes, il est possible de jouer sur beaucoup de paramètres différents du matériau tels que :

- une forte aimantation à saturation qui permet d'augmenter le niveau d'induction de saturation en limitant les pertes engendrées ;
- une faible anisotropie magnétique qui permet de limiter les phénomènes physiques entraînant des pertes magnétiques ;
- des grains de plus grande taille qui améliore la mobilité des parois de Bloch, la température de frittage de ce type de matériau est évidemment critique pour l'optimisation ;
- une diminution des défauts dans le matériau tels des défauts non magnétiques et des défauts cristallins, ceci dépend forcément du procédé de synthèse des ferrites.

#### B. Pertes par courants de Foucault :

Dans tout matériau magnétique, les pertes par courants de Foucault sont une des composantes des pertes totales en puissance. Les courants de Foucault apparaissent dans le matériau soumis à une variation au cours du temps du champ magnétique extérieur le traversant. Le matériau magnétique (ou non-magnétique) ayant des propriétés de conduction électrique, sera le siège des dits courants qui provoqueront son échauffement. Les pertes associées sont exprimées en fonction de la fréquence comme dans l'expression suivante:

$$P_{CF} = C_F \cdot \frac{B^2 f^2}{\rho} [W \cdot m^{-3}]$$

Avec :

- $C_F$  : le coefficient de pertes par courants de Foucault dépendant de la géométrie du matériau ainsi que de la forme du signal alternatif (W/kg)
- $\rho$  : la résistivité du matériau ( $\Omega \cdot m$ )
- $f$  : la fréquence (Hz)
- $B$  : le champ d'induction magnétique

Cette équation montre que les pertes par courants de Foucault dépendent de la fréquence et sont inversement proportionnelles à la résistivité électrique du ferrite. Donc, ces pertes seront négligeables face aux pertes par hystérésis et aux pertes supplémentaires pour les ferrites Ni-Zn-Cu en raison de leur résistivité électrique très élevée ( $\rho > 10^5 \Omega \cdot cm$ ).

### C. Pertes supplémentaires :

Les pertes supplémentaires sont liées principalement à la dynamique des parois. Dans les ferrites, elles sont liées à la résonance-relaxation des parois de domaines. Elles peuvent être dominantes à haute fréquence. Par conséquent, la fréquence limite pour le bon fonctionnement d'un ferrite est celle correspondant au début de la chute de  $\mu'(f)$  et la fréquence idéale pour travailler est donc inférieure à celle du pic de  $\mu''(f)$ .

#### 2.4.3. Résistivité électrique :

Les ferrites sont constitués d'ions oxygènes et de cations métalliques comme nous l'avons expliqué dans le paragraphe 2.1. Leur résistivité dépend évidemment de leur composition chimique ; la nature des ions métalliques ainsi que leurs valences sont déterminantes. Les faibles valeurs de résistivité sont généralement obtenues pour des matériaux possédant à la fois des ions bivalents et trivalents d'un même élément, placés dans des sites cristallographiques équivalents. Les ferrites Ni-Zn et Ni-Zn-Cu comportent majoritairement des ions ferriques ( $Fe^{3+}$ ) et très peu d'ions ferreux ( $Fe^{2+}$ ). La condition du passage d'un ion à un autre est très limitée dans le cas de ces ferrites. Leur résistivité électrique est donc très élevée.

Dans la pratique, la résistivité est modifiable par un traitement thermique qui peut changer la répartition cationique et donc la résistivité. Pour les ferrites réalisés par frittage, une cuisson sous atmosphère oxydante contrôlée permet d'augmenter la résistivité. Au contraire, le frittage sous atmosphère neutre d'azote ou d'argon va avoir tendance à réduire le matériau et donc à diminuer sa résistivité. La répartition cationique du ferrite permet ainsi le contrôle de permittivité diélectrique du matériau, un autre facteur important du ferrite.

#### 2.4.4. Permittivité diélectrique :

Les ferrites présentent des caractéristiques comme des diélectriques isolants ou comme des semi-conducteurs. Donc, la permittivité  $\epsilon$  est exprimée par la formule :

$$\varepsilon = \frac{\vec{D}}{\vec{E}} = \varepsilon_r \varepsilon_0$$

où  $\varepsilon_0$  : la permittivité du vide vaut  $8,854.10^{-12}$  (F/m)

$\varepsilon_r$  : la permittivité relative du matériau

E : le champ électrique extérieur

D : le déplacement électrique

Comme pour la perméabilité initiale, on mesure la permittivité des ferrites en fonction de la fréquence sous un champ électrique faible, inférieur à 100 V/m. Elle est décrite en utilisant la notation complexe rendant compte du déphasage entre D et E :

$$\varepsilon(f) = \varepsilon'(f) - j\varepsilon''(f)$$

On mesure l'angle de pertes par :

$$\operatorname{tg} \delta_\varepsilon = \frac{\varepsilon''(f)}{\varepsilon'(f)}$$

Les pertes diélectriques sont représentées par la partie imaginaire de permittivité  $\varepsilon''(f)$ . En effet, ces pertes diélectriques peuvent s'écrire en relation avec la conductivité  $\sigma(f)$

$$\varepsilon''(\omega) = \frac{\sigma(\omega)}{\omega \varepsilon_0}$$

En fait, la composition chimique ainsi que la répartition cationique influent sur la permittivité d'un matériau, tout comme sur la résistivité électrique. Par conséquent, le procédé de synthèse des ferrites spinelles a un effet important sur toutes leurs propriétés.

## 2.5. Méthode de mise en forme du noyau magnétique à partir de la poudre

La méthode de synthèse des céramiques ferrites peut être subdivisée en trois étapes principales. Premièrement, l'étape de préparation se compose d'un mélange, d'un broyage puis d'un traitement thermique des oxydes métalliques afin de produire la phase  $\text{MeFe}_2\text{O}_4$ . Deuxièmement, la méthode de mise en forme de noyaux à partir de la poudre obtenue doit être considérée. Pour les grandes dimensions (comme dans les applications d'ICT), les méthodes existantes sont très limitées. Enfin, pour densifier la pièce, le traitement thermique réalisé permet d'obtenir une pièce de matériau céramique dense.

Ces trois étapes sont décrites sur la figure 2.12 au-dessous :

### 1. Préparation de la poudre :



- Pesée des matières premières
- Premier broyage en milieu humide, puis séchage et tamisage
- Chamottage pour mise en forme de la phase
- Rebroyage en milieu humide et puis séchage et tamisage
- Ajout des liants pour augmenter la cohésion.

### 2. Mise en forme de la pièce (l'exemple dans l'image est un tore qui est réalisé par une compression hydraulique)



### 3. Traitement thermique final



- Déliantage afin d'éliminer les liants
- Frittage à haute température pour densifier la pièce

Figure 2-12: Description des principales étapes de la synthèse des matériaux céramiques

#### 2.5.1. Préparation de la poudre

Cette étape a pour objectif de mélanger différents oxydes métalliques précurseurs. La pureté des oxydes, ainsi que leur granulométrie, jouent un rôle déterminant dans la densification et les performances des ferrites.

Tout d'abord, la pureté des matières premières est choisie en fonction des performances électromagnétiques souhaitées et pour la facilité à réaliser la mise en forme. Des oxydes métalliques tels que NiO, ZnO, CuO et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont pesés précisément suivant les proportions stoechiométriques du matériau final. La répartition granulométrique de chaque poudre d'oxyde joue évidemment un rôle important. En général, l'utilisation des oxydes avec des grains fins (autour du µm) et une dispersion granulométrique réduite est préférée pour toutes les compositions.

Ensuite, le mélange-broyage est effectué dans un mortier en acier avec des billes zircons de broyage. Le mélange-broyage est réalisé par la machine à broyer par attrition (figure 2.13). L'utilisation des billes zircons rend obligatoire la prise en compte de leur usure afin de réaliser précisément les proportions du ferrite final.



Figure 2-13: Mélange des poudres avec des billes zircone et de l'eau dans la jarre et la machine de broyage-mélange par attrition.

Ce broyage répond aux besoins d'affinage des grains et d'homogénéisation du mélange. Cette opération est donc une des étapes essentielles pour effectuer des réactions chimiques. En effet, elle permet de mélanger intimement des oxydes indispensables pour une bonne homogénéité chimique après la réaction à haute température dite chamottage.

La barbotine récupérée au mortier est rincée à l'eau désionisée. Puis le mélange est mis à 80°C en étuve pour évaporer l'eau avant de passer au chamottage. Le chamottage est destiné à effectuer une réaction en phase solide afin de former des poudres en phase spinelle ferrimagnétique. La température de chamottage est assez élevée pour former la phase magnétique par inter-diffusion. Pour cela, le mélange est porté à haute température (800°C sous air pendant 2 heures) pour obtenir la poudre la plus homogène possible chimiquement. Dans cette étape, la taille des grains ne joue pas un rôle trop important pour conserver une bonne réactivité.

Afin de diminuer la taille des grains et augmenter ainsi leur réactivité, on réalise l'étape de rebroyage. Elle est effectuée afin de casser les agglomérats formés lors du chamottage. Le rebroyage est réalisé pendant 30 minutes. Les poudres sont ensuite séchées et tamisées. Après cette étape, les poudres sont prêtes pour constituer la forme définitive avant le frittage.

### 2.5.2. Les méthodes de mise en forme :

Les formes des noyaux magnétiques du ferrite sont très variées, et très complexes dans le cas de noyaux ICT. La réalisation de ces noyaux à partir des poudres est effectuée par une méthode de mise en forme. Cette opération a pour premier but de compacter la poudre en la maintenant en place par un liant organique. Elle a pour objectif de former un agglomérat de microstructure parfaitement défini dont sera issu celle de la céramique après le frittage. Le deuxième but est de former la géométrie du noyau magnétique.

Les méthodes les plus souvent utilisées pour la mise en forme des céramiques sont énumérées ci-dessous :

- Méthodes de formage par compression tels que :
  - Compression uni-axiale
  - Compression isostatique à froid
  - Compression isostatique à chaud
  - Compression par impulsion
  - Laminage, extrusion
- Méthode de formage sans compression comme :
  - Moulage sec
  - Moulage en barbotine
  - Projection

Nous présentons dans ce qui suit les principes généraux de ces méthodes en vue de réaliser un noyau magnétique du type ICT ainsi que leurs avantages, leurs inconvénients.

#### *A. Méthode de mise en forme par compression uni-axiale*

Pour assurer la cohésion des grains entre eux jusqu'au frittage, il est nécessaire d'incorporer un produit organique qui servira de liant pour les méthodes de mise en forme par compression. Le liant organique qui enrobe les grains sera éliminé par décomposition à une température inférieure à la température de frittage. La quantité de liant dépend de la tenue mécanique exigée. Dans nos études, nous avons utilisé un liant organique de base : le Butvar B-79 (polyvinyle butyral) et le dibutylephtalate avec un pourcentage classique de 1,478% (0,15g de liant organique pour 10g de poudres). La solution d'enrobage est préparée par un mélange de 90% éthanol, 5% Butvar et 5% Dibutylephtalate puis est mixée avec des poudres à l'aide d'une spatule (donc : 1,5 g de solution d'enrobage pour 10 g de poudres d'un cas classique). Il ne faut pas ajouter tout l'enrobant en une seule fois pour assurer l'homogénéisation. Le mélange est ensuite séché à l'étuve pour en évaporer l'excès d'alcool et est enfin tamisé à 400  $\mu\text{m}$  avant la compression.

Le principe de la compression uni-axiale à froid peut être décrit par les trois phases suivantes :

- i. Remplissage d'un moule en métal de poudres puis fermeture du moule ;
- ii. Application d'une pression horizontale dans une seule direction (pressage dit à action simple) ou dans deux directions opposées (pressage dit à double action) sur le moule par des pistons supérieurs ;
- iii. Démoulage de la pièce crue de ferrite.

Nous utilisons un moule nous permettant de réaliser des cylindres ou des tores. La poudre est située entre deux cylindres à partir desquels on peut appliquer la pression maximale de 1,5 Tonne/cm<sup>2</sup> ( $\approx 150$  MPa). Le matériau dans lequel est fait le moule métallique limite la pression appliquée (maximum 300 ou 400 MPa [12]). De plus, une valeur de pression trop élevée engendrerait des contraintes résiduelles qui se traduiraient par des fissures lors du démoulage de la pièce crue. C'est évidemment un inconvénient du pressage uni-axial par rapport aux autres méthodes. Avec cette méthode de compression, la pièce crue peut atteindre un taux de compactage d'environ 60% de la densité théorique.

Cette méthode de mise en forme répond aux besoins de réalisation de pièces de petites dimensions et de formes simples avec une bonne densification. Mais la compression uni-axiale n'est pas suffisante pour assurer une bonne densification lorsque la hauteur de la



pièce est grande par rapport au volume ; la pression transmise étant réduite pratiquement par un facteur deux pour le pressage à double action [12]. Les fissures peuvent se produire à cause des inégalités locales de taux de compression dans des outillages complexes ou, plus fréquemment, à cause des détentes élastiques différentielles lors de l'éjection. Pour ces raisons, il est difficile d'utiliser cette technique pour la réalisation de noyaux magnétiques complexes tels que ceux des ICT. D'autres méthodes de compression sont donc nécessaires pour répondre aux besoins de réaliser ce genre de pièces.

### *B. Méthode de mise en forme par compression isostatique à froid:*

Le pressage isostatique à froid (*Cold Isostatic Pressure, CIP* en anglais) met en œuvre un moule souple rempli de la poudre à presser. La forme du moule est définie en fonction de la forme désirée du noyau magnétique. Ce moule est ensuite disposé dans une enceinte dans laquelle la pression est appliquée par l'intermédiaire d'un liquide ou d'un gaz. La pression peut augmenter jusqu'à une valeur comprise entre 100 et 500 MPa.

Cette méthode est très utilisée pour la réalisation des pièces avec une forme allongée (comme des cylindres ou des prismes.) Pour réaliser une forme plus complexe, on peut comprimer la poudre extérieurement dans un moule en élastomère en plaçant au centre un noyau métallique, par exemple une tige d'acier, pour réaliser des tubes. La généralisation de ce type d'insert n'est pas facile et les formes possibles sont donc alors très limitées. Les pièces de grand volume présentent une homogénéité de répartition de la pression beaucoup plus importante que celles réalisées lors d'un pressage uni-axial [12]. Cet avantage est particulièrement intéressant pour notre sujet. Avec l'équipement disponible sur la Plateforme 3DPhi, on peut réaliser une pièce de dimension maximale de  $20 \times 20 \times 20 \text{ cm}^3$ .

Cette méthode de compression isostatique à froid n'est pas encore développée pour réaliser du prototypage de noyaux magnétiques multicellulaires intégrés dans les applications de moyenne puissance. La compression isostatique à froid est une approche technologique intéressante pour réaliser un noyau magnétique de grande taille, tout en restant homogène dans la distribution de densité de la pièce ainsi formée.

Le pressage isostatique à froid, dit à moule sec, s'effectue avec des moules souples fixés dans l'enceinte du fluide de pression ; ils comportent un noyau central métallique entouré par le moule souple et séparé de celui-ci par la matière première à presser. Le moule plastique est ouvert au moins d'un côté pour le remplir et le vider. Cette méthode permet de réaliser facilement 500 pièces par heure dans un procédé industriel [13].

Par ailleurs, un usinage est souvent effectué pour contrôler la qualité de la surface finale et pour finir de former une pièce plus complexe. L'usinage des céramiques peut être effectué, soit avant, soit après le frittage. Dans le cas où le matériau est déjà fritté, cette opération est délicate car la céramique est très dure et cassante. L'usinage d'une céramique frittée requiert des outils également durs, comme les outils en diamant et, si la contrainte mécanique est trop élevée, la pièce peut se fissurer[14].

Une autre méthode consiste donc à usiner à « cru » la céramique, avant le frittage. Les avantages de l'usinage à cru sont divers. Il permet de réduire beaucoup les coûts liés aux outils nécessaires car ils ne sont plus nécessairement faits en diamant. En raison de sa

faible résistance mécanique, le fait d'usiner une pièce à cru transmet moins de contraintes mécaniques que l'usinage d'une céramique déjà frittée et limite l'apparition de fissures et défauts lors de cette étape. Les pièces ainsi obtenues peuvent être de très bonne qualité, homogènes avec une déformation réduite [15]. La matière usinée sur les pièces crues peut être recyclée.

Néanmoins l'usinage à cru présente également des inconvénients : i) des tolérances étroites de dimensions sont difficiles à tenir car il faut tenir compte du retrait lors du frittage ; ii) le maintien et la fixation sont très compliqués pour des pièces crues qui restent friables ; iii) la récupération des poussières produites lors de l'usinage requiert une attention particulière afin de protéger l'utilisateur ainsi que les machines d'usinage.

La compression isostatique à froid, suivie d'un usinage à cru, se prête particulièrement bien à la réalisation des noyaux magnétiques complexes tels que ceux du type d'ICT.

#### *C. Méthode de mise en forme par compression à chaud:*

La compression « à chaud » requiert un chauffage du moule en même temps que l'on applique la pression. Pour les céramiques, cela permet un abaissement de la température de frittage. Pour des températures élevées, la pression peut être appliquée soit de manière uni-axiale avec des moules réfractaires (graphite, céramique), soit de façon isostatique avec un gaz inerte (Ar) et un moule souple (en métal réfractaire).

Le pressage isostatique à chaud permet d'obtenir une densification proche de 100% de la densité théorique, mais nécessite des moyens plus importants qu'une compression à froid suivi d'un frittage.

#### *D. Laminage. Extrusion*

Le laminage est généralement une compression uni-axiale. Une trémie approvisionne la poudre sur une bande d'acier dur dans un laminoir. La poudre est ensuite comprimée entre le cylindre inférieur du laminoir et un rouleau placé au-dessus. L'extrusion à chaud ou à froid a le même principe que le laminage mais la compression appliquée est de type isostatique. Une barbotine contenant les poudres est préalablement formée pour réaliser le laminage ou l'extrusion.

L'avantage de ces méthodes tient à la diminution des pertes de matière et à l'augmentation de l'automatisation. Par contre, la forme de compression doit être très simple. Pour réaliser des formes complexes, des étapes d'usinage sont nécessaires.

#### *E. Méthode de mise en forme sans compression de moulage par une injection de poudres*

Il est possible de réaliser des pièces sans compression. Pour l'intégration 3D d'électronique de puissance, cette méthode n'est pas très utilisée. Par contre, le procédé de moulage par l'injection de poudre (*powder injection moulding*, PIM) permet de produire de petites pièces relativement complexes, difficilement réalisables par usinage à un faible coût. Cela peut être compatible pour la réalisation des noyaux complexes comme l'ICT avec de nombreuses cellules de faibles tailles. Une barbotine contenant la poudre est projetée dans un mandrin qui confère la forme aux pièces minces et complexes. Ce procédé a pris une certaine importance pour des revêtements superficiels

mais n'a pas de débouchés actuels dans la réalisation de composants passifs.

#### F. Méthode de mise en forme multicouche

Le procédé dit de « multicouches » a été développé pour réaliser des composants céramiques par empilement de couches successives de céramiques et/ou métaux. Les couches individuelles sont réalisées par coulage en bande ou par sérigraphie. Chaque couche peut avoir une épaisseur de l'ordre de quelques micromètres. La réalisation des composants par la voie multicouches a été largement abordée par la communauté en Electronique de Puissance pour réaliser l'intégration de passifs. [16]-[18].

Une des perspectives de cette technologie vise à rassembler plusieurs fonctions passives au sein du même composant avec un empilage de matériaux diélectriques et magnétiques, avec des conducteurs métalliques pour l'interconnexion.

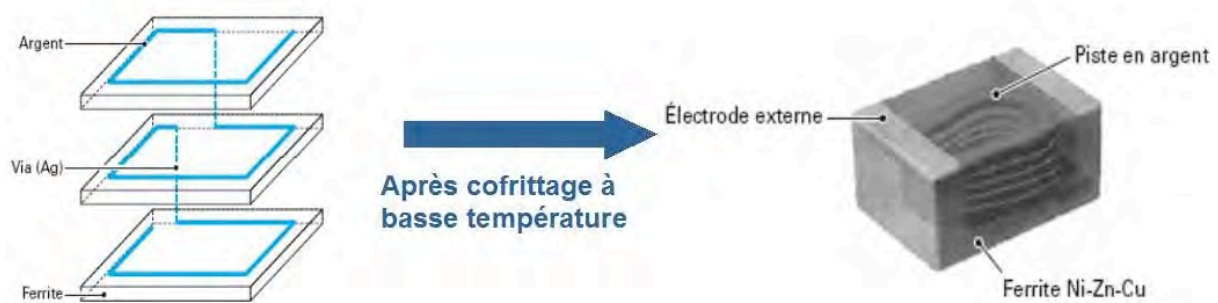


Figure 2-14: Schéma de fabrication d'une micro-inductance de ferrite Ni-Zn-Cu par technologie multicouche.

Par contre, cette méthode ne peut pas actuellement être employée à la mise en forme de noyau ferrite de grandes dimensions et de pièces de forme complexe comme les ICT, en raison des risques de délamination pendant le frittage.

Un procédé se basant sur des multicouches céramiques est apparu vers le début des années 1950 dites *Low Temperature Cofired Ceramic* (LTCC) et *High Temperature Cofired Ceramic* (HTCC). Il consiste à empiler des couches céramiques pour réaliser des fonctions de résistances, de capacités et d'inductances, avec des interconnexions via des trous métallisés (appelés « via ») et/ou des couches métalliques. Par convention, on parle de procédé LTCC en dessous de 1000°C et de procédé HTCC pour des températures supérieures à 1000°C. Une barbotine de céramique crue avec un plastifiant est tout d'abord coulée en bande. Celle-ci est ensuite découpée. Après la perforation des bandes céramiques crues, les vias d'interconnexion sont poinçonnés et remplis avec une pâte composée d'un liant et d'une charge métallique conductrice (généralement Ag ou Ag-Pd pour le LTCC). Les interconnexions sont ensuite sérigraphiées sur la surface des bandes. Plusieurs bandes peuvent être empilées, laminées et alignées avant d'être cofrittées dans un même cycle thermique. Ce procédé permet d'envisager la réalisation de composants plus complexes ayant à la fois des fonctions capacitatives et inductives. Avec le développement de cette technique, la densité de puissance du convertisseur a pu augmenter [16], [17], [19]. Néanmoins, pour les applications de moyenne et de forte puissance, la technologie de multicouches est limitée par la disponibilité des outils de conception et réalisation, ainsi que par le développement de matériaux adaptés au procédé.

Dans les sections précédentes, nous avons présenté un aperçu général des procédés de mise en œuvre de céramiques pour les composants magnétiques. Dans la section suivante, nous nous focaliserons sur le pressage isostatique comme une méthode possible afin de réaliser des noyaux magnétiques d'ICT.

## 2.6. Choix du pressage isostatique.

Depuis longtemps, le pressage isostatique est une méthode classique pour fabriquer des céramiques. Mais il existe peu de développement de ce procédé au service des ferrites comme Ni-Zn, Mn-Zn et Ni-Zn-Cu. Les investigations actuelles sur les ferrites sont orientées vers la diminution de la température de frittage, vers la recherche de nouvelles solutions compatibles avec les CMOS ou vers les technologies d'intégration LTCC ou HTCC [16], [17]. Dans ce but, T. Nakamura a réalisé un frittage à 800°C d'une ferrite Ni-Zn-Cu en utilisant une compression uni-axiale [20]. A. Lucas a étudié l'influence du cuivre dans la température du frittage des ferrites également en compression uni-axiale [2]. De même, au laboratoire SATIE, K. Zehani a présenté un nouveau procédé de Spark Plasma Sintering pour le ferrite Ni-Zn-Cu [1]. Par ailleurs, M. Sagawa et H. Nagata ont développé une méthode de mise en forme pour les matériaux magnétiques durs dit *Rubber Isostatic Pressing (RIP)* [21]. Cette technique utilise un pressage uni-axial, combiné avec un moule souple en silicone, qui transfère la pression de façon quasi-isostatique à la poudre mise en compression.

Dans le but de réaliser des noyaux magnétiques d'ICT massifs avec des formes complexes et afin d'éviter les inconvénients du pressage uni-axial, nous avons choisi la méthode de pressage isostatique pour obtenir des préformes de céramiques crues, qui seront ensuite usinées, afin de créer des noyaux ICT ayant la forme désirée avant le frittage.

La compression isostatique à froid est effectuée au sein de la plateforme 3DPHI avec des moules souples en polyuréthane dans la machine de pressage isostatique EPSI (figure 2.15).

Pour réaliser le moule souple, les étapes du procédé sont :

- i. Réalisation d'un modèle de même forme que l'objet souhaité à l'aide de l'imprimante 3D EDEN 250.
- ii. Réalisation, grâce à ce modèle, d'un moule-mère en silicone par coulage sous vide.
- iii. préparation de la résine de polyuréthane et coulage sous vide de la résine pour fabriquer le moule avec la machine de coulage sous vide.
- iv. Démoulage et vérification du moule.

La compression par pressage isostatique à froid nous permet d'obtenir une pièce de grandes dimensions avec une bonne densification et une bonne résistance mécanique à cru. Une phase d'optimisation nous a permis de montrer qu'un pressage isostatique à 250 MPa de la poudre permet d'obtenir une masse volumique de l'ordre de 3,122 g/cm<sup>3</sup>, soit environ 58% de la densité théorique du ferrite Ni-Zn-Cu. Et la résistance mécanique répond bien aux besoins de l'étape d'usinage.

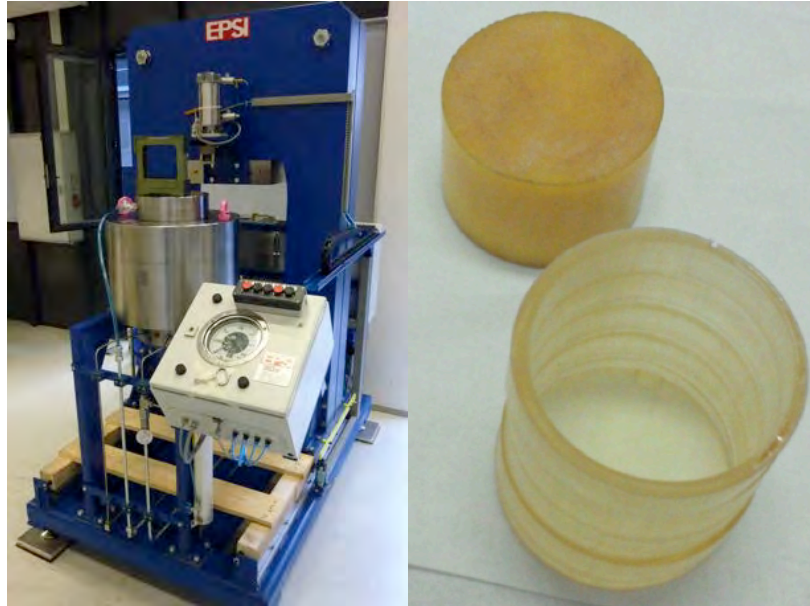


Figure 2-15: Pressage isostatique (EPSI) et moule souple en polyuréthane

Les noyaux magnétiques d'ICT utilisés par T.Meynard et F. Forest ont été usinés après que le matériau a été densifié par frittage. La méthode d'usinage la plus souvent utilisée pour ce type de matériaux est le meulage avec des outils en diamant ; cette méthode est longue et coûteuse, elle requiert un opérateur très qualifié et engendre souvent des dommages sur les pièces.

Pour toutes ces raisons, nous proposons, dans le cadre de cette thèse, d'utiliser la méthode d'usinage « à cru » plus facile et permettant d'éviter les fissures sur le noyau magnétique. L'étape d'usinage réalisée à l'aide de la machine de fraisage CHARLY ROBOT 4U 2D donne des pièces de très bonne qualité et montre que le procédé CIP + usinage à cru robotisé est parfaitement adapté à la réalisation de noyaux complexes.

## Référence

- [1] K. Zehani, Thèse de l'Ecole normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, "*Etude du ferrite NiZnCu nanostructuré produit par SPS : des propriétés physiques à la réalisation de composants monolithiques intégrés*", 2011.
- [2] A. Lucas, Thèse de l'Ecole normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, "*Etude et mise au point de transformateurs large bande radiofréquence*", 2010.
- [3] R. Lebourgeois, "*Ferrites Faibles Pertes Pour Applications Fréquentielles*", Ed. Techniques Ingénieur, Référence V1760 v2, 10.févr.2014
- [4] E. Brun, Thèse de Université Paris Sud - Paris XI, "*Etude et mise au point de composants magnétiques multicouches pour intégration en électronique de puissance*", Oct. 2014.
- [5] Y. Yafet and C. Kittel, "*Antiferromagnetic Arrangements in Ferrites*", *Phys. Rev.*, vol. 87, no. 2, pp. 290–294, Jul. 1952.
- [6] J. Ageron, Thèse de l'Institut national polytechnique de Grenoble, "*Ferrites NiZnCu à basse température de frittage pour composants H-VHF intégrés = Low temperature sintered NiZnCu ferrites for H-VHF integrated components*", 1999.
- [7] A. Globus, Thèse de l'Univ. Paris, "*Influence de la structure granulaire sur la dispersion de la perméabilité des ferrites*", 1963.
- [8] A. Globus, "*Influence des dimensions de parois sur la perméabilité initiale*", *Compte rendu hebdomadaire séance de l'Académie des Sciences* 255, 1709, 1962.
- [9] F. Brown and C. L. Gravel, "*Domain Rotation in Nickel Ferrite*", *Phys. Rev*, Vol. 97, Iss. 1, pp. 55-59, January 1955
- [10] R. Lebourgeois, "*Ferrites doux pour l'électronique de puissance*", Ed. Techniques Ingénieur, Référence N3260 v1, 10 oct. 2005
- [11] J. Ageron, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, "*Ferrites NiZnCu a basse température de frittage pour composants H-VHF intégrés*", 1999.
- [12] J.-M. Haussonne, "*Traité des matériaux volume 16: Céramiques et verres*", 2005.
- [13] M. Eudier, "*Fabrication des Produits Frittes*", Ed. Techniques Ingénieur, Référence M866 v2, 10. avr. 1995
- [14] F. Klocke, "*Modern approaches for the production of ceramic components*", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 17, no. 2, pp. 457–465, 1997.
- [15] R. Westerheide, K. A. Drusedau, T. Hollstein, T. Schwickert, and H. Zipse, "*Advances in characterisation of machined green compacts*", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 17, no. 2, pp. 467–472, 1997.
- [16] C. Q. Scramton and J. C. Lawson, "*LTCC technology: where we are and where we're going*", *IEEE Technologies for Wireless Applications*, 1999. *IEEE MTT-S Symposium on*, pp. 193–200, Digest. 1999
- [17] J. D. van Wyk and F. C. Lee, "*On a Future for Power Electronics*", *IEEE Journal of Emerging and Selected Topics in Power Electronics*, vol. 1, no. 2, pp. 59–72, 2013.
- [18] T. B. Doan, Thèse de l'Université Paul Sabatier - Toulouse III, "*Contribution à l'intégration 3D de composants passifs pour l'électronique de puissance*", 2014.
- [19] J. D. van Wyk, "*Power electronics technology at the dawn of a new century-past achievements and future expectations*", *Power Electronics and Motion Control Conference*, 2000, *Proceedings. IPEMC 2000. The Third International*, vol. 1, pp. 9–20 vol.1, 2000

- [20] T. Nakamura, "*Low-temperature sintering of Ni-Zn-Cu ferrite and its permeability spectra*", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 168, no. 3, pp. 285–291, Apr. 1997.
- [21] M. Sagawa and H. Nataga, "*Novel Processing Technology for Permanent-Magnets*", IEEE Transactions on Magnetics, vol. 29, no. 6, pp. 2747–2751, Nov. 1993.





## Chapitre 3

### Réalisation de composant ICT

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté le principe de fonctionnement des convertisseurs multicellulaires entrelacés ainsi que leurs applications, avantages et inconvénients. Dans ce chapitre, nous allons détailler le choix du matériau magnétique utilisé pour réaliser le noyau magnétique entrelacé de forme complexe ainsi que son procédé et ses propriétés. Des caractérisations vont ensuite nous permettre d'évaluer le matériau magnétique et l'impact des paramètres clés du procédé sur les dites propriétés. Enfin, un cahier des charges sera présenté afin de réaliser des noyaux magnétiques de type ICT.

#### 3.1. Optimisation des paramètres du procédé de mise en œuvre

Dans cette section, une évaluation des paramètres de notre procédé sera exposée pour clarifier les impacts et paramètres importants.

La méthode de mise en œuvre par compression isostatique des céramiques consiste en plusieurs étapes ayant toutes un impact sur les propriétés finales du matériau. La réalisation de noyaux magnétiques de type ICT représente un défi supplémentaire car on doit optimiser à la fois les propriétés des matériaux et leur géométrie. En général, trois grandes étapes sont nécessaires pour fabriquer un noyau magnétique : la préparation des poudres, mise en forme du noyau magnétique et frittage.

##### 3.1.1. Préparation des poudres :

###### A. Synthèse

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de réaliser un ICT pour des applications moyenne puissance de quelques dizaines de watts au kilowatt avec un ferrite de perméabilité assez élevée mais relativement constante pour fonctionner entre 100kHz et 1MHz. Les propriétés magnétiques des ferrites spinelle du type Ni-Zn ou Ni-Zn-Cu sont directement dépendantes du rapport Ni/Zn qui peut être décrit par la relation suivante :

$$\mu \propto \frac{M_s}{K_{eff}}$$

Où  $M_s$  est l'aimantation à saturation (dépendant de Ni/Zn)

Et  $K_{eff}$  est l'anisotropie magnétique effective (dépendant également de Ni/Zn)

Nous nous sommes basés sur les travaux de A. Lucas [1] pour proposer une formulation avec un rapport Ni/Zn de 0,53 afin d'obtenir une perméabilité magnétique entre 400 et 600. L'ajout de cuivre permet de diminuer la température de frittage. La formulation choisie est :  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ .

Pour réaliser un noyau de grand volume à partir des poudres, les poudres doivent dans un premier temps être plus homogène possible. Les propriétés du matériau seront ensuite impactées par tous les paramètres de la synthèse, à savoir : la qualité des oxydes précurseurs, la température et l'atmosphère de synthèse, la méthode de broyage, etc. Une première estimation des masses nécessaire à la fabrication des ICT visés (environ 500 grammes) nous a orientés sur une synthèse de poudres à échelle industrielle ou à l'échelle pilote, car les petites quantités effectuées à l'échelle laboratoire (10 gr) rendent difficile l'obtention des poudres homogènes. La poudre a donc été élaborée par Marion Technologies. La distribution granulométrique des particules et la mesure de diagramme de diffraction X sont présentées dans les images 3.1 et 3.2 ci-dessous :

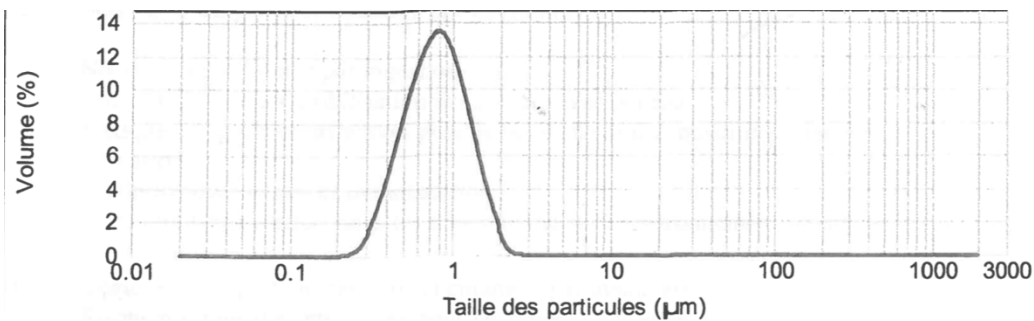


Figure 3-1: Distribution granulométrique des particules du matériau

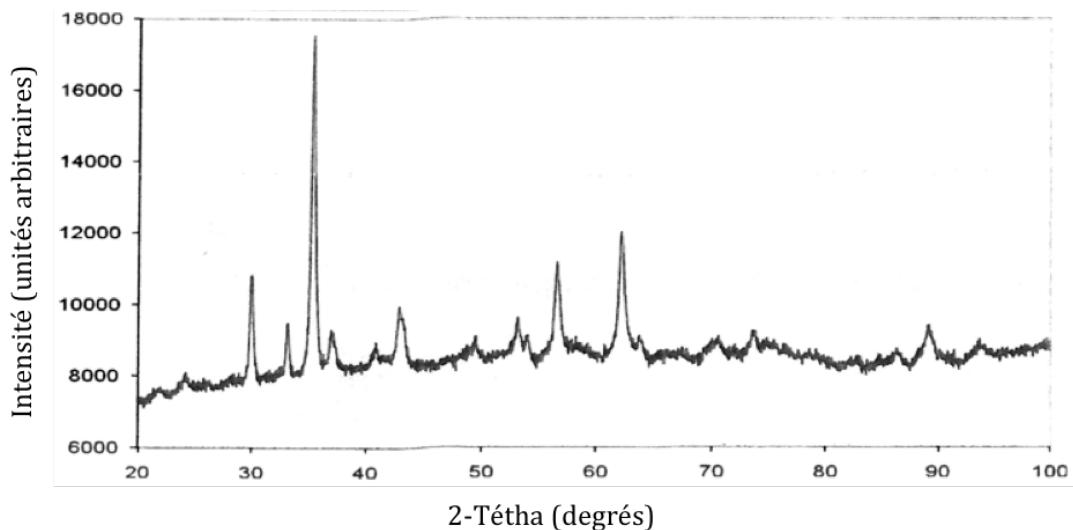


Figure 3-2: Diagramme de diffraction X du matériau

La taille moyenne des particules de la poudre est d'environ 0,8 µm. Ce matériau présente une surface spécifique égale à 5,6 m<sup>2</sup>/g mesurée par la méthode de BET (Brunauer-Emmett-Teller). Et, grâce à la valeur du paramètre de maille théorique [2], il est possible de calculer la masse volumique théorique du ferrite exprimée en g/cm<sup>3</sup> par la formule suivante:

$$\rho_{théorique} = \frac{8 \cdot M}{N_a \cdot a^3}$$

Où  $M$  est la masse molaire (g/mol)

$N_a$  est le nombre d'Avogadro ( $6,02 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ )

$a$  est le paramètre de maille ( $\text{cm}^3$ )

On en déduit la masse volumique théorique du ferrite,  $5,35 \text{ g/cm}^3$ . Cette valeur théorique sert de référence pour comparer à la valeur mesurée sur l'échantillon fritté, par exemple par la méthode d'Archimède.

### B. Enrobage

Permettant d'augmenter l'adhésion au sein de la poudre, l'étape d'enrobage a un impact également sur la qualité de la pièce finale. Un enrobage classique s'effectue en ajoutant 1,5g d'une solution contenant un liant organique, pour 10 g de poudre céramique. Le taux d'enrobant a été aussi augmenté pour certains essais de compression afin d'augmenter la cohésion de la poudre (ajout de 3 g à 7,33 g de solution d'enrobage pour 10g de poudre).

#### 3.1.2. Etape de mise en forme

Le pressage isostatique à froid nécessite un moule rempli de poudre, puis celui-ci est soumis à une pression élevée, transmise par un liquide ou par un gaz, afin de produire une céramique crue compactée.

Pour l'obtention d'une pièce céramique crue ayant la forme d'un ICT, nous avons envisagé trois voies possibles :

- Pressage isostatique à froid « direct » grâce à un moule souple avec la forme correspondant au noyau final ICT afin d'éliminer toute étape d'usinage.
- Pressage isostatique à froid avec l'utilisation de moules souples et durs : un moule dur est placé dans un moule souple simple afin de créer une empreinte par le biais du moule dur.
- Pressage isostatique à froid avec un moule souple simple suivi par une étape d'usinage à cru.

Les fonctions du moule souple sont donc de permettre le transfert de matière de la presse vers l'empreinte et de mettre en forme la poudre. La dureté du moule souple ainsi que l'épaisseur de ses parois sont les principaux paramètres de la préparation du moule. Le moule pourrait être réalisé avec un matériau ayant différents degrés de rigidité. Un moule dur gardera sa forme pendant le pressage, mais se déformera peu sous l'action de la pression. En revanche, un moule souple pourra se déformer facilement sous de faibles pressions appliquées, mais il ne gardera pas sa forme originale. Nous proposons un moule en polyuréthane qui est réalisé par une réaction entre l'isocyanate et le polyol ou un moule en latex à faible épaisseur de paroi.

Pour les moules en polyuréthane, le changement du rapport isocyanate/polyol permet de modifier la dureté finale du moule de 40 Shore A (plus souple) à 55 Shore D (plus rigide). La dureté du moule est contrôlée après la réalisation par un duromètre Shore (LTL Shore Hardness Durometer 59-500-000/111).

D'autre part, l'adhérence par friction entre le moule et la poudre influe également sur la qualité de la pièce finale. L'adhésion à l'interface est affectée par la zone de contact, la rugosité de surface, les propriétés mécaniques des matériels et la pression appliquée. Il peut arriver que la force d'adhérence à l'interface soit à l'origine des fissurations dans le compact lors de la descente en pression. Pour réduire l'adhérence et le frottement, il est possible, soit de lubrifier l'intérieur du moule avec de la poudre de graphite[3], soit d'utiliser un moule plus fin (moule latex) qui réduirait effectivement la principale contrainte mécanique sur le compact [4].

Le compactage des poudres dépend de la distribution des tailles de celles-ci. L'homogénéité des poudres est un facteur très important qui a un impact sur la compacité finale de la pièce. Si la distribution de taille n'est pas homogène, lors du remplissage du moule, la densité pourra varier d'un point à un autre dans celui-ci. Ce dernier phénomène est plus marqué avec des pièces de grandes dimensions. Au niveau industriel, pour palier ce problème, les poudres sont mélangées aux liants organiques par atomisation. L'atomisation permet de former des agrégats de poudres sphériques, qui se répartissent mieux au sein du moule. Egalement, au niveau industriel, la poudre est injectée dans le moule avec une pression de 3 à 4 bars par air comprimé afin d'assurer un bon réarrangement et un bon remplissage des poudres.

Pour l'étape de remplissage des moules, la quantité de poudres ajoutée sera optimisée grâce au retrait de compression et aux dimensions de la pièce pressée.

La méthode de compression isostatique à froid présente également des avantages pour la mise en forme de la céramique. Cependant, des fissures du composant céramique se produisent souvent dans la matrice lors du pressage isostatique. Certaines peuvent être détectées, conduisant à un rejet de la pièce, mais celles qui ne sont pas peuvent nuire à la tenue du composant final, ce qui est spécialement dangereux pour le noyau magnétique. Pour cette raison, le palier de compression est très important surtout pour les paramètres des étapes suivantes : augmentation de pression, valeur de la pression appliquée, durée de compression, réduction de la pression et éjection de la pièce compacte [5].

La variation de densité de la pièce comprimée avec la pression appliquée suit généralement les trois étapes ci-dessous :

- Réarrangement des poudres
- Déformation des poudres
- Densification et fracture des granulés.

Le réarrangement des poudres de leur état d'empilement non tassé vers une densité tassée, lors de la première étape de compaction, se déroule généralement pour des pressions appliquées inférieures à 0,5 MPa. La seconde étape de compaction élimine la

majorité de la porosité inter-granulaire grâce à la déformation plastique des poudres en raison de la présence des liants organiques. L'étape finale de remplissage de la petite porosité inter granulaire et de densification des poudres a lieu à des pressions élevées.

Dans la phase de compaction, une augmentation lente, inférieure à 2 MPa/s [5] est utilisée afin de réduire les porosités inter-granulaires ainsi que l'effet de l'air piégé dans la pièce compactée. En limite d'équipement, la rampe de montée de la pression est fixée à 0,83 MPa/s.

Lorsque l'on fissure une pièce compactée à faible pression, les profils de rupture sont inter-granulaires, car les liaisons entre grains sont très faibles. En augmentant la pression de compaction, le mécanisme de rupture change en raison de la cohésion plus grande entre particules, et on observe ainsi une rupture trans-granulaire. Néanmoins, l'augmentation de la pression de compaction sur les pièces conduit à une augmentation pratiquement linéaire de la résistance mécanique à crue en raison de l'amélioration de la cohésion inter-granulaire. Cette résistance influe également sur l'usinabilité de la pièce compacte. L'augmentation de la résistance mécanique sera ensuite limitée par l'apparition des fissures lors de la phase d'éjection de la pièce hors de la matrice. Ainsi, il existe une pression optimum pour obtenir la résistance mécanique maximale [6].

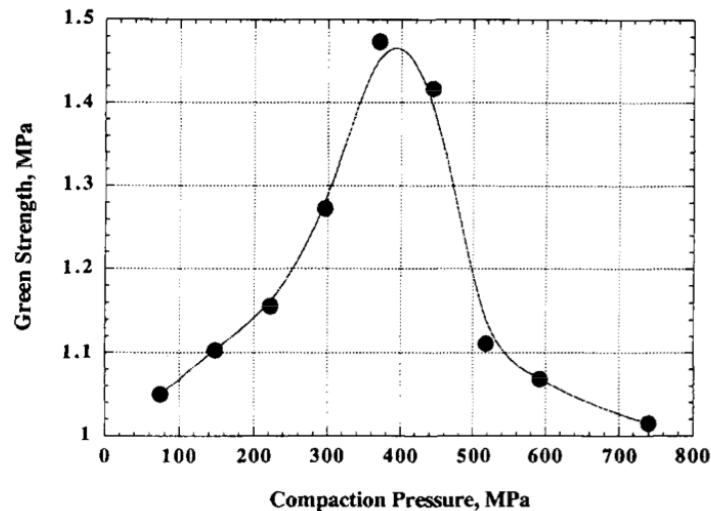


Figure 3-3 : Résistance mécanique du crue de compactage en fonction de la pression [6].

À la fin du procédé de compaction, il faut faire attention à l'étape de réduction de la pression et d'éjection de la pièce. La vitesse de descente en pression doit être limitée. Au laboratoire, nous avons effectué la plus faible diminution de pression possible avec la machine ESPI NV inférieure à 0,83 MPa/s pour tous les essais. Les contraintes d'apparition de gradients venant de ces différences de densités créent des déformations pouvant mener à la rupture de ses extrémités si la résistance du noyau cru n'est pas suffisante lors du détachement du moule durant l'étape de diminution de pression. Des lubrifiants, dits agents de démoulage, sont souvent utilisés pour minimiser ces effets.

Une validation de la méthode d'usinage sera présentée dans les sections 3.2 et 3.3. Nous pouvons noter ici quelques paramètres importants comme : le choix des outils d'usinage puis le système de fixation ainsi que le système de protection, la vitesse de découpe, la vitesse d'avancement.

Après l'étape de mise en forme, la pièce dite crue n'a pas une solidité suffisante ni les propriétés magnétiques requises. Il est nécessaire de la porter à haute température pour réaliser son cycle thermique de frittage.

### 3.1.3. Palier de frittage

Au cœur de la technologie céramique, le frittage est l'étape de densification du matériau céramique dans laquelle pièce crue suit un cycle thermique qui va apporter l'énergie nécessaire afin de diminuer la porosité du matériau.

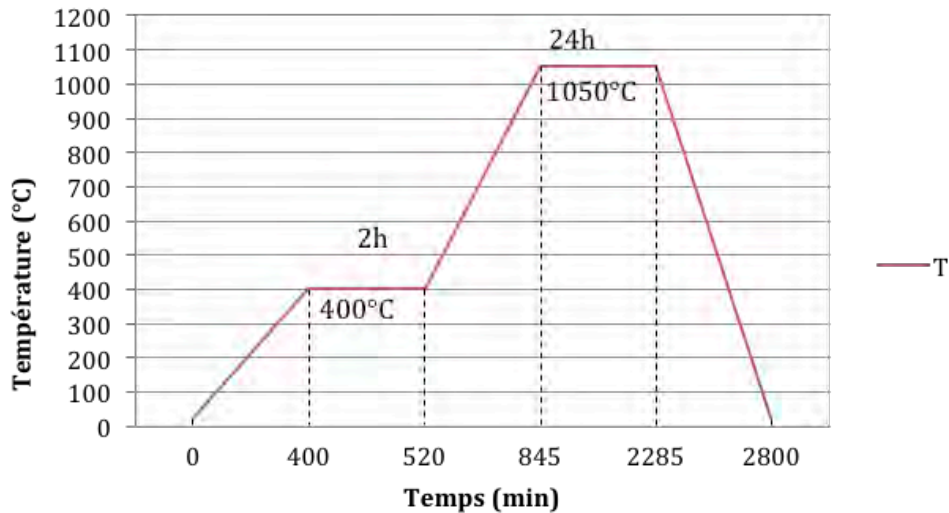


Figure 3-4: Cycle thermique utilisé pour le frittage

La figure 3-4 montre le cycle thermique utilisé pour le frittage. Il commence par une étape de déliantage. Cette montée lente jusqu'à la température (relativement peu élevée) de déliantage permet d'éliminer les plastifiants utilisés pour l'enrobage des poudres. Cela concerne le liant organique qui s'évapore par diffusion, ou perméation, à travers les espaces inter particulaires. Le déliantage dépend donc :

- du taux de liants utilisés dans l'enrobage ; c'est le facteur le plus important. L'utilisation d'une quantité minimale de liant est donc favorable ;
- du carré de l'épaisseur de la pièce céramique, associé à la distance de déplacement des gaz vers la surface. Pour réaliser un noyau de grande dimension comme c'est le cas dans le cadre de notre étude, le procédé de déliantage doit donc se dérouler assez lentement (et longuement) afin que l'évaporation de ces produits organiques ne crée pas de fissures dans le noyau ;
- du diamètre des particules. Plus le diamètre des particules est petit, plus la durée de déliantage doit se prolonger.

En pratique, la température de déliantage est obtenue par la mesure d'ATG de chaque matériau et pour chaque taux de liants organiques. La durée de ce procédé doit être optimisée pour chaque dimension, spécialement dans le cas de la réalisation des noyaux d'ICT. Nous présentons dans ce qui suit la mesure d'ATG pour le matériau Ni-Zn-Cu avec un taux de liants organiques de 1.5 %. Le liant organique se compose de 95% de solvant

d’Ethanol, 5% de plastifiant de Dibutyle Phtalate (VWR, réf 8.00919.1000) et 5% de liant BUTVAR B-79 (ABEMUS). Une augmentation de taux de liants organiques ne demande pas une température de déliantage plus élevée mais une durée de déliantage plus longue.

Après que les produits organiques sont complètement évaporés, on peut effectuer ensuite une augmentation de la température suivant une montée plus rapide jusqu’ au palier de frittage. Ce procédé permet à la fois la densification du matériau ainsi que l’ajustement de la composition chimique, si nécessaire, pour obtenir une céramique dense avec la microstructure souhaitée. Il s’agit de faire croître les liaisons entre les grains, ce qui entraîne du matériau la consolidation et une diminution de sa porosité et son volume. Nous rappellerons ici qu’un des avantages du matériau Ni-Zn-Cu choisi par rapport à d’autres matériaux magnétiques comme les ferrites Mn-Zn, concerne la possibilité d’effectuer le frittage sous air. Le frittage se déroule en trois étapes comme décrit sur la figure 3.5:

- i. Dans une première étape, des ponts entre les grains se forment à la jonction des grains des poudres. La pièce commence à gagner une certaine tenue mécanique, mais elle ne présente pas encore de retrait macroscopique.
- ii. Ensuite, ces ponts inter-granulaires croissent et les grains se « soudent » les uns aux autres. Ils se « coalisent » et les porosités ouvertes sont éliminées.
- iii. Enfin, les joints des grains se déplacent et le volume des grains précédemment formés augmente.

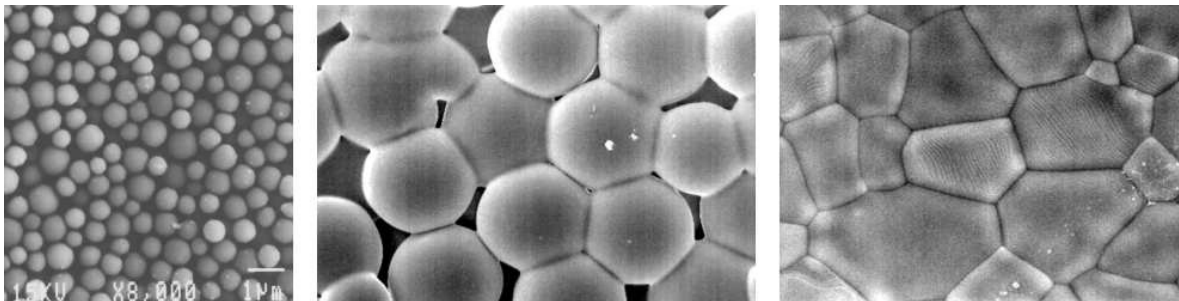


Figure 3-5: Les mécanismes de densification du processus de frittage [1].

Les mécanismes présents au cours de ce procédé sont nombreux et complexes. Ils font intervenir des phénomènes de diffusion volumique et surfacique qui donnent lieu au déplacement de matière du cœur vers la surface des grains. On peut prendre en compte ici les facteurs suivants :

- Une bonne température de frittage assure une alimentation suffisante en énergie pour ce procédé.
- La vitesse de déplacement des joints des grains est très importante car, si elle est trop rapide, les porosités peuvent rester piégées.
- Le ferrite est un matériau sensible à la température de frittage. Une température plus élevée présentera une perméabilité magnétique plus élevée, grâce à la croissance des grains, mais aura des pertes magnétiques plus importantes [7]. En conclusion, la

température de frittage doit être déterminée selon les propriétés recherchées.

- Le choix approprié de la vitesse de descente de la température limite les contraintes thermiques qui pourraient induire une anisotropie du matériau ou, encore pire, générer des fissures. Nous avons effectué une descente lente de 60°C/heure pour ce procédé.

Une première approche pour déterminer la température de frittage, est de suivre la densification du matériau avec une rampe de température fixe, afin d'identifier la plage de température pour laquelle la vitesse de densification est la plus élevée. Pour cela, nous utilisons une mesure de dilatométrie à chaud dite également analyse thermomécanique. Ensuite il faut optimiser le cycle thermique complet. Enfin, nous présenterons l'optimisation du cycle thermique dans la section 3.3.

Nous venons de décrire les paramètres importants qui influencent notre procédé de fabrication et nous indiquons dans le tableau 3.1 ceux qui feront l'objet de notre étude.



Tableau 3-1 : Des paramètres importants seront étudiés dans la cadre de la thèse

Etape	Paramètre	Paramètre à étudier
Préparation des poudres	La composition de matériau tels que rapport Ni/Zn, taux de Cu, ...	La composition est fixée par $Ni_{0,30}Zn_{0,57}Cu_{0,15}Fe_2O_4$ .
	La synthèse des poudres tels que : mélange des oxydes, broyage, chamotage, rebroyage,	La synthèse est faite à échelle industrielle (1 synthèse = 10kg)
	Enrobage des poudres : le liant organique, le rapport de liant organique, la méthode d'enrobage lors de la préparation d'une grande quantité de poudre	Le liant organique est fixé.  <b>Rapport de liants organiques.</b>
Mise en forme	Préparation du moule : la dureté du moule souple, le matériau du moule, la forme du moule, l'épaisseur du moule	Moule souple de polyuréthane ou de latex <b>Dureté du moule</b> <b>Epaisseur du moule</b>
	Pressage isostatique : la vitesse d'augmentation de pression, la pression appliquée, la durée de palier, la vitesse de diminution.	Augmentation et diminution de pression 0,8 MPa/s <b>La pression appliquée</b> de 50 MPa à 350 MPa
	Usinage : usinage à cru ou usinage après frittage, les outils d'usinage, le système de fixation, la vitesse de découpe, la vitesse d'avancement	<b>La méthode d'usinage</b>
Palier de frittage	Déliantage : la vitesse d'augmentation de température, la température de déliantage, la durée de déliantage	La rampe de montée en température = 1 K/min La durée de déliantage = 120 min
	Frittage : la vitesse de chauffage, la température de frittage, la durée de palier, la vitesse de refroidissement.	<b>La température de frittage</b> <b>La durée de palier de frittage</b>

### 3.2. Moulage direct de formes complexes :

Afin de réduire ou d'éliminer complètement l'étape d'usinage pour obtenir directement les pièces à crue à l'issue du pressage isostatique, nous présenterons, dans cette section, les essais menés suivant par deux voies :

- essais d'utilisation des moules souples ayant la forme correspondant au noyau final complexe (obtention directe) ;
- essais d'utilisation d'un moule souple avec une forme simple avec un insert rigide, dit moule dur, afin de créer une empreinte (obtention indirecte) ;

#### 3.2.1. Moule souple complexe :

Le moulage de pièces complexes par pressage isostatique est très courant pour des poudres métalliques dont la déformation, lors de la compaction, confère une résistance mécanique très élevée comparée à celle du moule. En revanche, lorsque l'on presse des poudres céramiques, la poudre ne pourra pas subir une déformation plastique et, en conséquence, la résistance mécanique sera toujours moindre par rapport à une pièce métallique. Dans ce cas, la formulation (avec les liants organiques), la taille et la distribution de poudres, le coefficient de friction entre le moule et la pièce, la dureté du moule, seront des paramètres qui détermineront l'interaction mécanique entre la pièce moulée et le moule. Si, lors des phases de moulage et démoulage, les contraintes qui sont transférées entre le moule et la pièce sont trop importantes, cette dernière présentera des défauts qui peuvent aller jusqu'à la fissuration totale de la pièce à cru.

Nous n'avons pas trouvé de références dans la littérature concernant le pressage isostatique de pièces complexes de ce type de ferrite. Le but des essais de réalisation d'une pièce complexe par moulage direct est, au minimum, d'identifier des règles de dimensionnement des moules pour presser les ferrites Ni-Zn-Cu.

Tout d'abord, les essais pour réaliser des moules relativement simples sont effectués pour compresser la poudre en forme de pastilles. Le moule comporte une empreinte ainsi que des éléments de centrage qui serviront au positionnement entre les 2 parties du moule. Il est nécessaire d'y placer un détrompeur afin de s'assurer d'une bonne mise en position des différentes parties du moule entre elles. Le moule est réalisé manuellement suivant le procédé décrit dans ce qui suit :

- Premièrement, un contre modèle dit « moule-mère », est dessiné et ensuite réalisé par des couches de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) qui sont découpées par le laser et sont ensuite assemblées. La découpe a été effectuée par la machine Gravograoh LS100. Ensuite, les couches sont collées ensemble avec une résine époxy adhésif multi-usages à durcissement rapide (Araldite® 2012). Cette colle nous permet d'assembler les couches PMMA avec une très fine couche transparente. Ensuite, le moule-mère est resté 24 heures à la température ambiante ou 4-5h à 40°C sous air pour que la colle polymérise. La matière enlevée aux couches du PMMA, correspond ainsi à l'espace qui sera occupé par le moule souple en résine de polyuréthane. La résine de polyuréthane sera coulée afin d'obtenir le moule. Le choix de PMMA transparent nous permet de contrôler le coulage de polyuréthane. L'agent de démoulage (démoulant aérosol DEM 33-1 chez DIL France) est employé pour

enrober le moule-mère afin de démouler le moule plus facilement. Le moule est ensuite fermé et mis dans une étuve à 70°C pendant 2h, étape dite préchauffage.

- La résine de polyuréthane (PUR) est mise en œuvre à partir d'une solution commerciale à deux composants. Le composant 'A' est un hydroxyle polymère (ou polyol) avec des additifs catalytiques, et le composant 'B' est un type de di-isocyanate. La formulation peut être réalisée pour différentes proportions, 'A' et 'B' offrant la possibilité de faire varier la dureté, la résistance et la flexibilité du PUR finale. Aussi, une combinaison entre 'A' de Polyol et 'B' d'Isocyanate (chez DIL France) permet de changer la dureté finale du moule de 40 à 80 Shore A (souple) ou de 28 à 55 Shore D (dur).

**Tableau 3-2: Combinaison de Polyol et Isocyanate pour changer la dureté finale du moule**

Dureté du PUR final	Dilpur 40A Polyol (g)	Dilpur 80A Polyol (g)	Dilpur 40-80Isocyanate (g)	Dilpur 55 Isocyanate (g)	Viscosité à 25°C(mPa.s)
Ref	SH 240000	SH285000	SH000105	SH240000	
40 A	100	0	100	0	2200
68A	40	15	100	0	3800
80A=28-30D	0	25	100	0	4500
55D	0	70	0	100	1600

Le mélange des deux produits 'A' et 'B' présente une viscosité élevée, normalement supérieure à 2200 mPa.s. Les produits 'A', 'B' sont donc préchauffés avant d'être mélangés à 60°C. Le mélange est mis en place dans une enceinte sous vide pour le dégazer pendant 10 min pour éviter que des bulles d'air apparaissent dans le PUR final.

- On utilise une seringue pour injecter la résine de PUR liquide dans le moule. Une légère surpression de la seringue est nécessaire vu compte tenu de la viscosité du PUR. La phase d'injection ne doit pas être trop longue afin d'éviter des défauts. Ensuite, le moule est laissé à température ambiante pendant 24h pour la polymérisation du polyol et de l'isocyanate avant le démoulage.

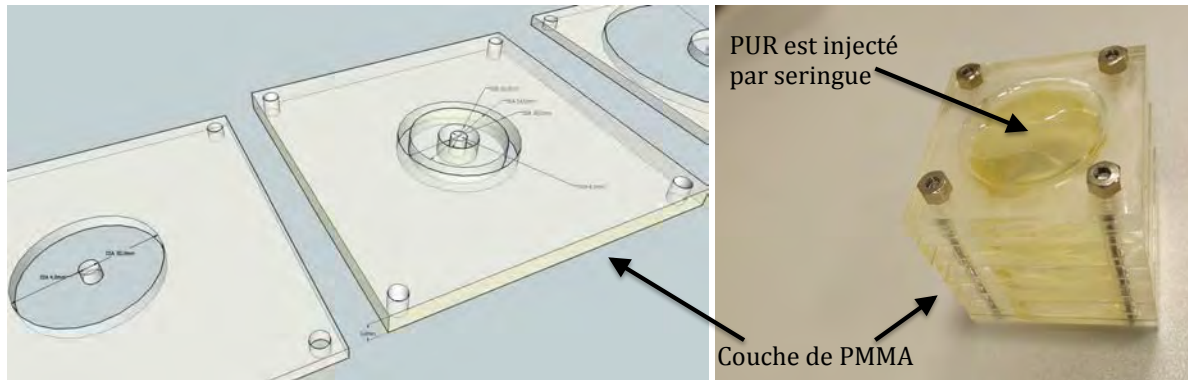


Figure 3-6 : Couches de PMMA sont dessinées, puis découpées et assemblées.

Le moule de PUR peut être employé plusieurs fois. L'épaisseur du moule réalisé est de 1 à 3 mm. Le moule est constitué de 2 parties (figure 3.6). Les deux parties forment plus facilement une interface étanche grâce à l'adhésion entre PUR avec la dureté 40 Shore A.

La durée totale pour l'obtention d'un moule, en y incluant l'élaboration d'un moule-mère, est d'environ 2 jours.

Afin d'utiliser seulement un moule souple pour la compression isostatique, nous avons réalisé deux types de moule PUR en forme de disque (pastille) et un autre, pour réaliser des tores. Les essais de disques sont très concluants avec un taux de liants de 1,5% de poudre de ferrite: un moule de dureté 40 Shore A, d'un diamètre de 3mm et d'une épaisseur de 2mm. Une série de disques a été réalisée et est ensuite utilisée pour les mesures dilatométriques (figure 3.7).

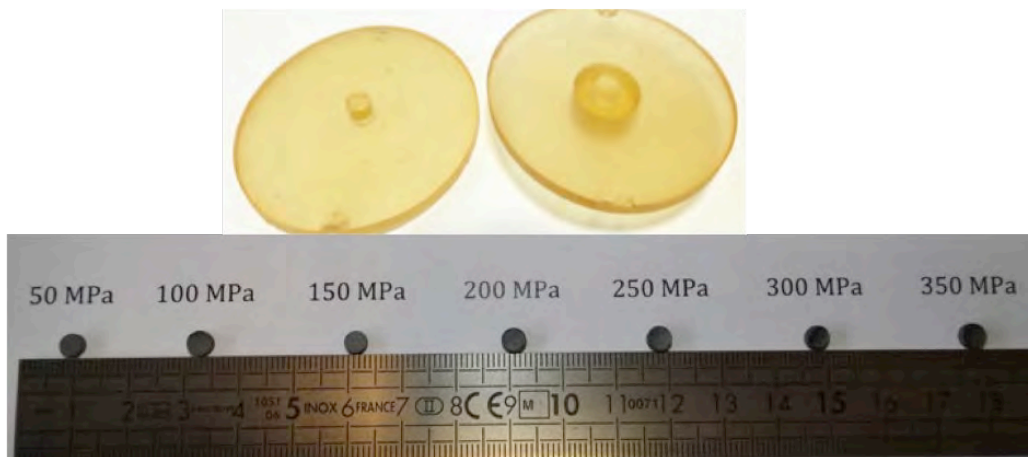


Figure 3-7 : Moule souple en polyuréthane et les disques effectués pour différentes pressions de 50MPa jusqu'à 350 MPa.

En revanche, la réalisation d'un moule plus complexe n'est pas encore résolue. Les essais ont été effectués dans tous les cas par compression de 250 MPa pendant 5 minutes, ont ainsi été effectués :

- La modification de la résistance de la pièce compacte par le taux de liants, nous avons utilisé aussi un matériau avec 2 et 5 fois plus de liants (taux de liants mixtes : 3% et 7%).

- La diminution de l'effet de détachement du moule par une augmentation de la dureté du PUR. En pratique, les duretés de 40 Shore A, 68 Shore A, 80 Shore A et 55 Shore D ont été essayées. Le moule souple avec les duretés les plus élevées rend difficile la fermeture du moule, avec une perte d'étanchéité.
- La réalisation de moules les plus fins possibles. Il n'a pas été possible d'obtenir des moules de 1 mm d'épaisseur, car les bulles ne peuvent pas être chassées lors du coulage. Ce problème est plus marqué avec des viscosités de résine PUR élevées. (figure 3.8)

Le Tableau 3.3 présente un récapitulatif des essais réalisés pour obtenir un moule souple pour un tore.

**Tableau 3-3 : Essais de moule souple pour la réalisation d'un tore**

Essai	Rapport de liant organique	Dureté du moule	Epaisseur du moule	Description du résultat
1	1,5%	40 Shore A	2mm	La pièce compactée est cassée
2	Augmentation à 3% et 7,5%	40 Shore A	2mm	La pièce compactée est cassée
3	1,5%	68 Shore A	2mm	La pièce compactée est cassée
4	1,5%	Type dureté dur : 30 Shore D, 55 Shore D	2mm	Difficulté à fermer le moule. L'eau rentre souvent dans le moule, pendant le pressage.
5	1,5%	40 Shore A,	1 mm	Difficulté à réaliser. Apparition de bulles d'air dans le moule final. De plus, la pièce est cassée.
6	1,5%	80 Shore A	1mm	Difficulté à réaliser. Apparition de bulles d'air dans le moule final. De plus, la pièce est cassée.



**Figure 3-8 : Une série de moules souples de pressage isostatique pour la réalisation d'un noyau torique**

Il est difficile de trouver la raison des défauts sans faire une modélisation complexe. Après beaucoup d'essais de moules "directs", les résultats obtenus ne nous permettent pas de réaliser un moule souple complexe direct de compression pour le type de noyau d'ICT.

### 3.2.2. Moule souple simple intégré à une partie rigide

Toujours dans le but de réaliser directement un noyau massif de forme complexe, nous présentons des essais d'utilisation d'un moule souple simple intégré un moule rigide. Le but est de réaliser un noyau magnétique dont la forme est donnée ci-dessous (figure 3.9).

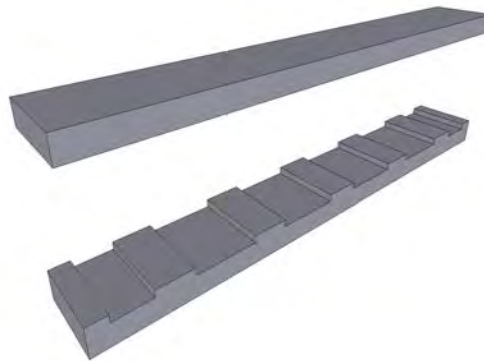


Figure 3-9 : Le noyau magnétique complexe souhaité

Profitant des outils technologiques au sein de la plateforme 3DPhi, nous développons une méthode permettant d'optimiser les étapes clés pour fabriquer un moule souple ayant avec une paroi fine entre 1 à 2 mm. La forme du moule souple est relativement simple mais ses dimensions importantes rendent impossible sa réalisation manuelle. La réalisation de ce moule complexe suit les étapes suivantes (figure 3.10) :

- i. réalisation d'un modèle de même forme que l'objet souhaité avec des événements de coulée ;
- ii. préparation de la résine de silicone;
- iii. réalisation d'un moule-mère grâce à ce modèle (couler le silicone) autour de ce modèle) ;
- iv. préparation de la résine ;
- v. coulage de la résine pour fabriquer le moule ;
- vi. démoulage et vérification du moule ;

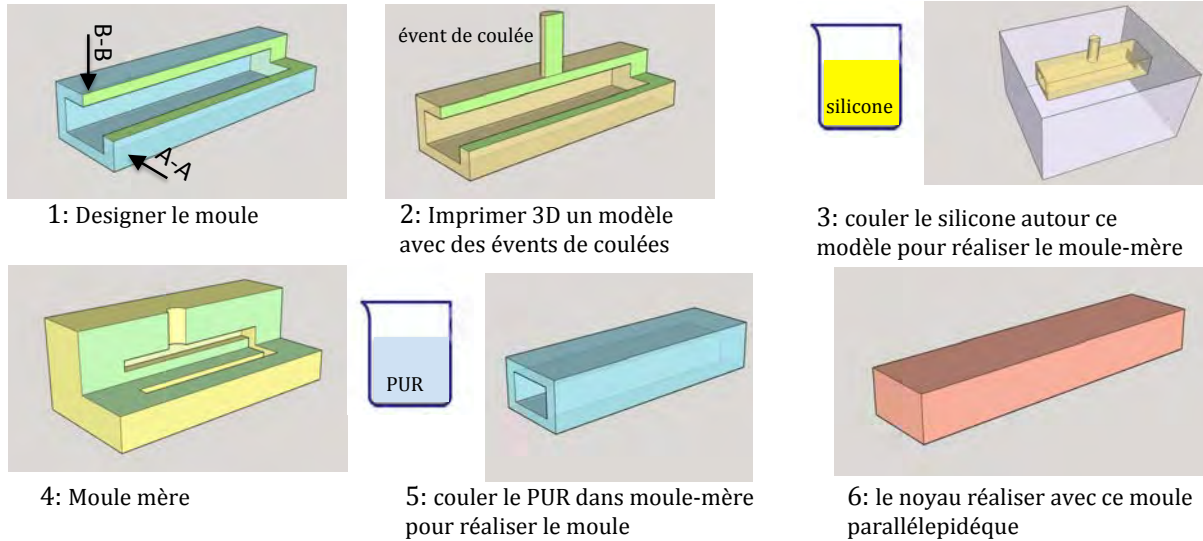


Figure 3-10 : Etapes clés de fabrication d'un moule souple.

Le modèle a été dessiné sous le logiciel de dessin 3D Inventor (Autodesk®) puis imprimé avec l'imprimante 3D EDEN 250 (ARKETYP 3D®). Ici, le modèle à répliquer est un moule parallélépipédique dont les dimensions sont les suivantes : longueur 17 cm, largeur 2,5 cm, profondeur 2,5 cm, et épaisseur de paroi de 2 mm. Cinq événements de coulage ont été intégrés au modèle pour faciliter la réalisation du moule en silicone.

Ce modèle est ensuite suspendu dans une boîte de PMMA à une distance minimale des bords de la boîte de 3cm. Puis, des petites tiges métalliques fines sont collées pour réaliser des événements. (figure 3.11)

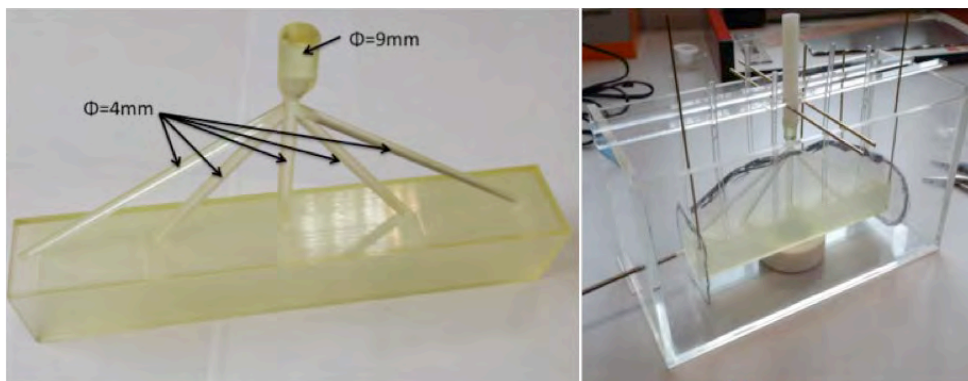


Figure 3-11. Le modèle avec 5 événements de coulée est suspendu dans la boîte.

Une résine à base de silicone de dureté 40 shore A est préparée avec un Silicone VTV 800 mélangé avec un durcisseur CAT 800 avec une proportion 10 :1 (Renishaw®). Le mélange est suivi d'un dégazage dans la machine de coulage sous vide pendant 10 min. Le volume de la résine augmente alors des manières significatives de (2 fois) et nécessite une durée d'environ 15 minutes avant le retour à pression atmosphérique. Ensuite, on coule doucement pendant 10 min la résine de silicone dans la boîte pour réaliser le moule-mère qui pourra être utilisé après que sa polymérisation soit complétée (40°C pendant 12h). Le moule-mère de silicone est récupéré et ouvert avec un scalpel. Le modèle est retiré, puis le moule-mère est refermé et préchauffé.

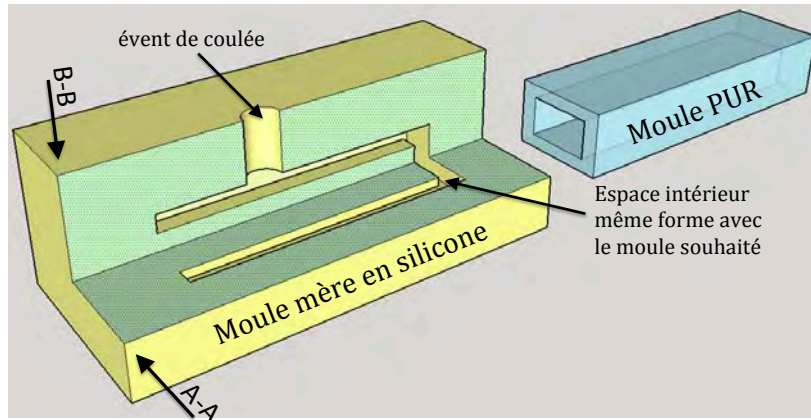


Figure 3-12 : Moule-mère de silicone qui nous permet de réaliser le moule par un coulage

La préparation de la résine polyuréthane est effectuée par la machine de coulage sous vide et est coulée dans le moule-mère préchauffé à 70°C avec la même méthode que celle utilisée pour le moule mère. La résine polyuréthane est un liquide très visqueux. Elle demande une technique de coulage en surpression. Ce type de coulage est réalisé grâce aux deux chambres de la machine de coulage sous vide qui ont deux pressions différentes de 60 mbar (figure 3.13). Après coulage, le moule en polyuréthane est placé à température ambiante pendant 24h pour sa polymérisation.

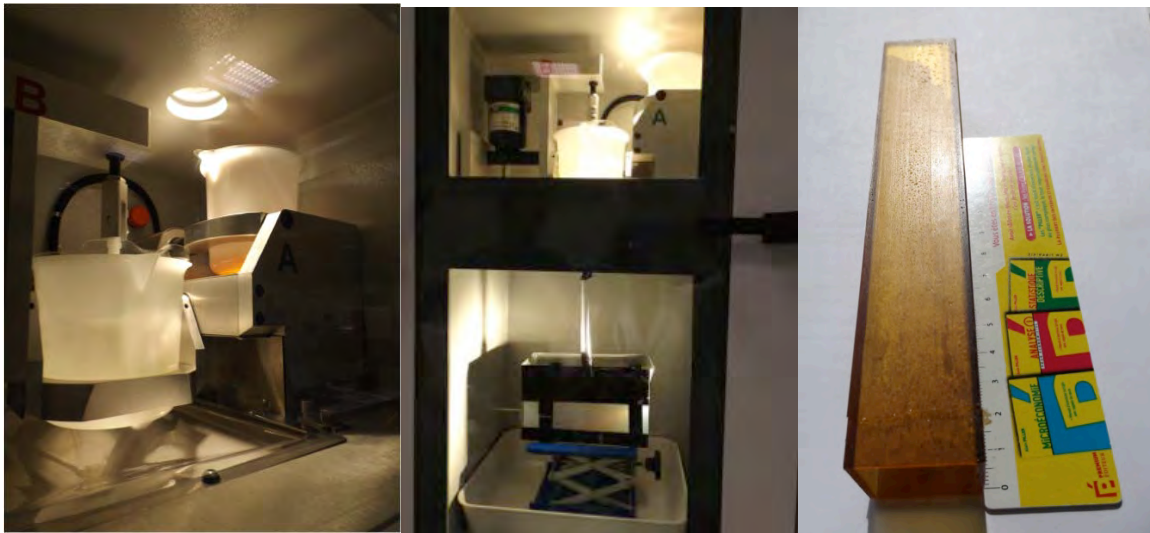


Figure 3-13: A, Chambre de mélange automatique des deux résines ; B, Machine de coulage sous vide à deux chambres ; C, Le moule parallélépipédique en polyuréthane est réalisé

Cette méthode nous permet de réaliser un moule souple en PUR avec n'importe quelle forme.

Parallèlement, le moule « dur » est réalisé à l'imprimante 3D, avec une surface présentant un profil en négatif par rapport au noyau magnétique souhaité (figure 3.14). Pour diminuer le transfert de la contrainte mécanique entre le moule et le compact en ferrite, nous avons utilisé un moule en latex commercial d'épaisseur 1mm. Le moule « dur » est placé dans le moule souple, afin de l'entourer par la poudre. Le but est de créer une empreinte par le biais du moule dur. Lorsque le moule souple est complètement rempli par des poudres, on le ferme à l'aide d'un bouchon pour le rendre étanche.



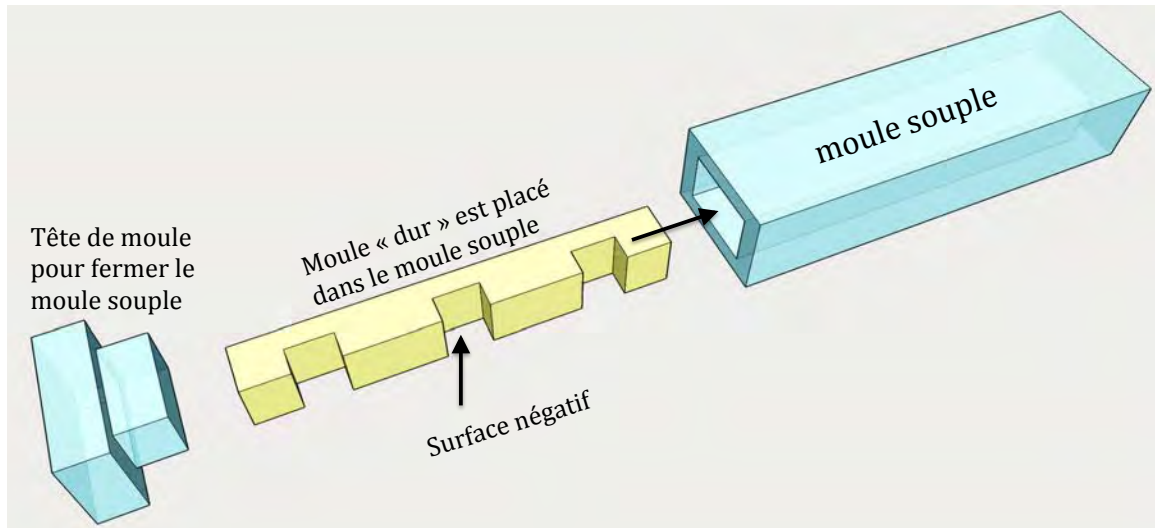


Figure 3-14 : Moule souple est intégré par un moule dur

Un essai est réalisé à 250 MPa pendant 5 minutes avec un rapport de liants classique de 1,5 %. Le noyau, après le démoulage, était malheureusement cassé en plusieurs morceaux. En fait, les parties les plus anguleuses du moule dur créent des contraintes mécaniques qui lors de la descente en pression, entraînent l'apparition des fissures. Pour diminuer cet effet, nous avons essayé avec des pressions les plus faibles ont été appliquées (100 MPa et 50 MPa). A ces pressions, si la forme du noyau est effectivement maintenue après démoulage du moule souple, la pièce se casse lors du démoulage du moule dur.



Figure 3-15: Un noyau pressé avec des fissures

Par contre, nous avons constaté que les fissures étaient toujours créées sur les flancs des créneaux du moule dur (par exemple un noyau dans figure 3.15).

### 3.2.3. Moulage direct de formes complexes : discussion des résultats

Le moulage direct des pièces complexes nécessite l'étude de différents paramètres qui auront tous une influence sur le moulage et le démoulage du compact. C'est souvent dans cette dernière étape que les fissures peuvent être créées. Des défauts particuliers peuvent être introduits, citons :

- Une déformation hétérogène de la pièce. Un moule ayant des duretés ou des épaisseurs de paroi très différentes, ou encore mal remplis. La contrainte totale est transférée sur la pièce, et la forme finale ne sera pas celle souhaitée.
- Une fissuration de la pièce. Un piégeage de l'air au sein de la pièce lors de la phase de compression se traduira inévitablement par la création de fissures, si la vitesse de descente en pression est trop élevée.
- Une fissuration ou un sectionnement de la pièce. Le transfert de contraintes lors de la descente en pression dépend fortement des coefficients de friction entre la pièce et le moule. La pièce peut se fissurer si la contrainte est trop élevée. Une façon de palier ce problème est de modifier la géométrie des compacts pour réduire le facteur d'aspect, ainsi que de réduire les épaisseurs des moules pour diminuer la contrainte mécanique totale lors de la phase de descente en pression.

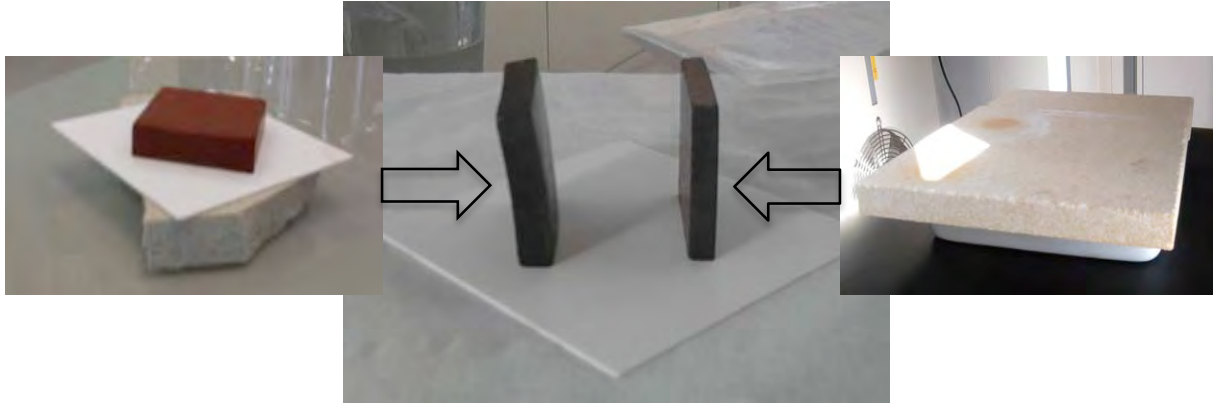
En somme, pour concevoir un moule complexe, il faut prendre en compte tous les paramètres mécaniques des matériaux, des moules, et des compacts lors des étapes de moulage et démoulage. Ceci nécessite une modélisation mécanique complexe qui est en dehors du spectre de notre étude, et qui sera très dépendante de la nature des poudres à compacter. En vue de proposer une démarche plus générale et moins dépendante de la nature de la poudre, nous avons proposé et poursuivi une troisième voie de mise en forme: utiliser un moule souple pour réaliser une préforme du compact simple et intégrer une étape d'usinage. Ceci sera décrit dans la section 3.4, après que nous ayons abordé l'optimisation du cycle de frittage des poudres.

### 3.3. Impact dans la microstructure et propriétés : choix des paramètres du procédé de frittage

Dans cette section, nous proposons d'optimiser l'étape de frittage. Nous présenterons tout d'abord l'équipement utilisé pour le frittage disponible sur la plateforme de 3DPhi. Ensuite, nous étudierons l'influence du palier de frittage et son impact sur la microstructure et sur les propriétés magnétiques du matériau. Ceci nous permettra de proposer un cycle de frittage.

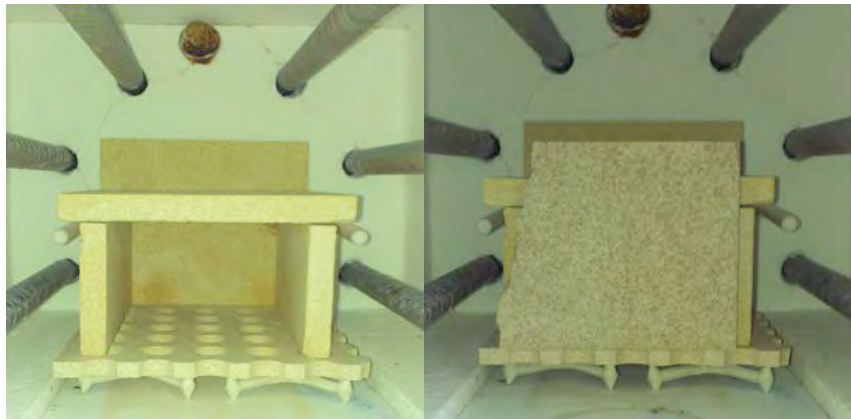
#### 3.3.1. Dispositif de frittage

Pour le frittage de noyaux de petites dimensions, les problèmes liés au retrait après frittage sont beaucoup moins importants. Néanmoins, la nature du chauffage (rayonnement thermique) provenant du dessus du four (Carbolite HTC 150) est trop important et avait conduit à des déformations de pièce de grandes dimensions pendant le frittage. A. Lucas a proposé d'utiliser un couvercle aluminé placé dans le four afin de réduire le rayonnement du four. La figure 3.16 montre que la déformation observée lors de l'utilisation d'un couvercle, est beaucoup moins importante quand elle est comparée au cas sans couvercle.



**Figure 3-16 : Comparaison de deux noyaux magnétiques frittés sans et avec couvercle. Le noyau fritté sans couvercle présente une déformation plus importante.**

Dans notre étude, un caisson céramique, placé dans le four, est utilisé pour éviter l'effet du rayonnement direct des résistances de chauffe (figure 3.17). Le support présente des aérations afin de permettre le dégagement des gaz formés pendant la phase de déliantage. L'échantillon est posé sur une plaque d'alumine dans le caisson céramique.



**Figure 3-17 : Support de frittage pour éviter les rayonnements thermiques directs du four.**

La température à l'intérieur du caisson est vérifiée à l'aide d'un thermocouple pendant un cycle thermique à 1100°C. Un écart, de l'ordre du degré est constaté à la fin d'un palier de 15 minutes (figure 3.18).

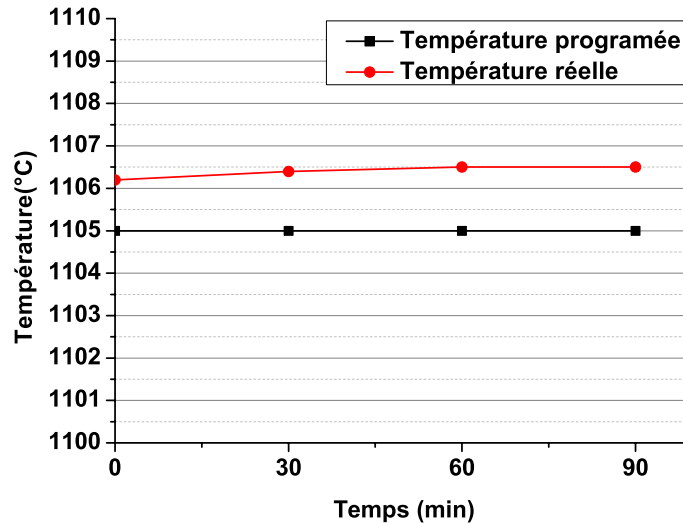


Figure 3-18: Comparaison entre la température affichée par le contrôleur et la température réelle à l'intérieur du four Carbolite HTC 1500 pour un palier programmée à 1100°C

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a pour objectif de caractériser les matériaux en suivant l'évolution de leur masse en fonction de la température et du temps. La poudre avec le liant organique présente une perte de masse importante pendant le déliantage. Un cycle thermique jusqu'à 800°C permet de trouver la température nécessaire pour compléter le déliantage.

Le résultat d'ATG du matériau, avec une proportion de liant organique classique (1,5%), est donné dans ce qui suit (figure 3.19) :

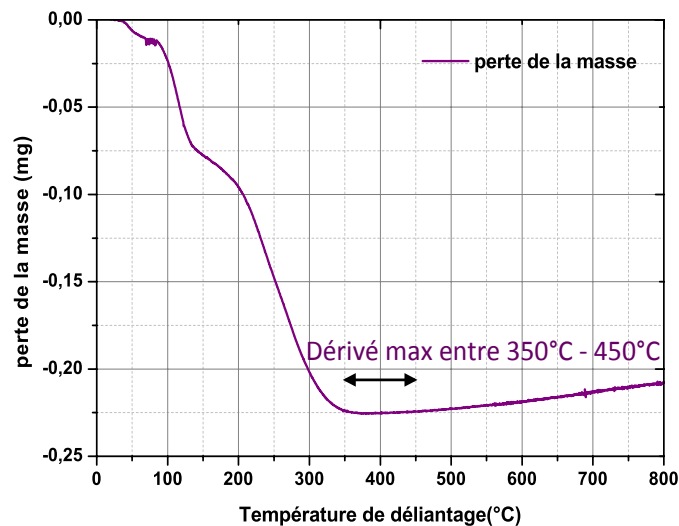
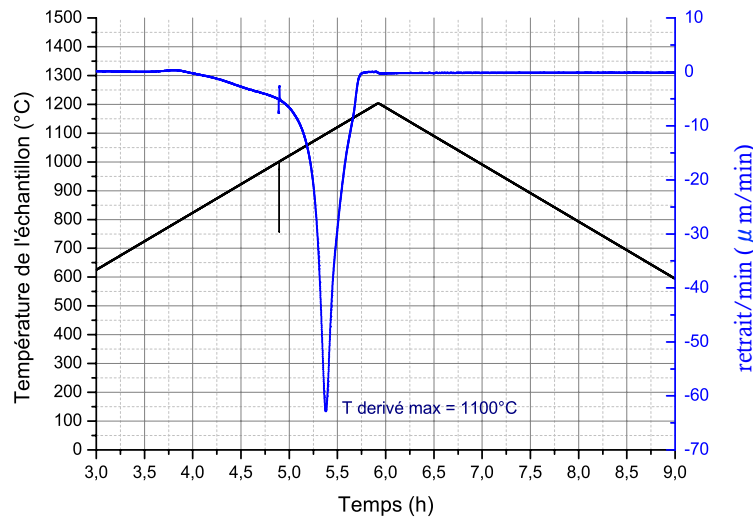


Figure 3-19: Mesure d'ATG de ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ayant une proportion de liant organique de 1,5%.

Suite à cette mesure, on peut observer que la masse est stable à partir de 400°C. Cela nous permet de choisir une température de déliantage de 400°C. La durée nécessaire au déliantage dépendra de la taille de la pièce à fritter. Pour un noyau de petite dimension ( $12\text{cm}^3$  est le volume maximum que l'on a réalisé dans la cadre de cette thèse), 2h sont suffisantes. Pour un noyau de dimension plus importante, il sera nécessaire d'augmenter la durée du cycle de déliantage pour éviter des défauts.

Après les mesures d'ATG, des mesures dilatométriques sont réalisées. En effet, durant le frittage, divers phénomènes se produisent souvent simultanément : liaison entre particules, développement des plages de contact entre grains, diminution des espaces entre grains, arrondissement des pores et élimination des pores les plus fins. Ces phénomènes conduisent à un retrait dimensionnel de la céramique. De ce fait, la dilatométrie, couplée à une analyse thermique, peut fournir des indications sur le processus de frittage. Nous avons réalisé une analyse dilatométrique pour estimer la température de frittage de la poudre.

La courbe suivante présente le résultat de la dérivée du retrait avec le temps de frittage, après une compression isostatique à 250MPa.



**Figure 3-20: Mesure de dilatométrie du ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  avec un rapport de liant organique 1,5% après une compression isostatique de 250MPa**

Une série de pastilles est réalisée à des pressions isostatiques allant de 50 MPa jusqu'à 350 MPa. La figure 3.21 présente les températures estimées (dérivée du retrait avec le temps maximal) de frittage pour différentes pressions isostatiques :

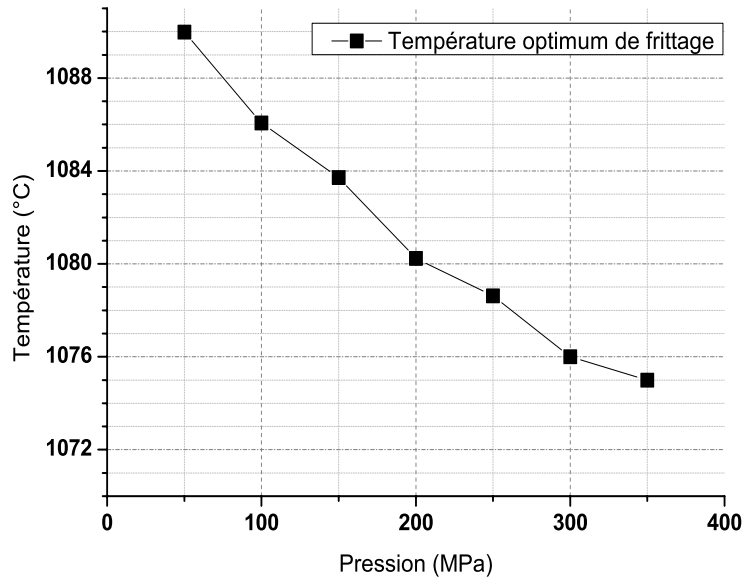


Figure 3-21 : Diminution de la température optimale de frittage en fonction de la pression isostatique (par obtenue mesure dilatométrique)

La température de frittage est légèrement diminuée l'augmentation de la pression appliquée à la poudre. Cette diminution peut être expliquée par la diminution de porosité initiale du compact, ce qui augmente l'interaction entre les particules. Pour un noyau magnétique de grandes dimensions, la compression uni-axiale n'assure pas un compactage homogène dans toute la pièce. Elle présente ainsi différentes densités au sein de la même pièce. Ce type d'hétérogénéités aura un impact sur la densification et le frittage dans le volume de la céramique. Le compactage isostatique est la meilleure méthode pour favoriser la densification à cru la plus homogène possible.

### 3.3.2. Optimisation du palier de frittage :

Pour des noyaux magnétiques de grandes dimensions, le temps de frittage pourrait être beaucoup plus long que pour ceux des petites dimensions. C'est la raison pour laquelle la caractérisation de l'impact du temps de frittage est nécessaire. Une série de noyaux toriques (Dimensions :  $\Phi_{ext}=18$  mm,  $\phi_{int}=6$  mm,  $e = 1,5-3$  mm) est réalisée par une compression uniaxiale de 150 MPa. Ensuite, les tores subissent un déliantage à 400°C pendant 2h et un frittage pendant 2h, 24h, 48h et 72h. Enfin, des caractérisations électriques (de perméabilité magnétique et pertes), sous faible signal, sont effectuées afin de comparer les propriétés des matériaux obtenus.

Les caractérisations électriques sous faibles signaux sont réalisées à l'aide d'un impédancemètre HP 4194A fonctionnant entre 100 Hz et 40 MHz. Des échantillons toriques sont bobinés par un fil mince. Une calibration avec un tore plastique non magnétique est nécessaire afin de compenser les résultats des mesures parasites de l'inductance série ( $L_s$ ) et de la résistance série ( $R_s$ ). Cette méthode de calibration sur une évaluation par le support HP Hewlett Packard Impédance test adapter 41951-61001. Le détail de la méthode de mesure est présenté et illustré dans l'ANNEXE 1. La perméabilité initiale complexe est donnée par les équations suivantes par un signal sinusoïdal de formule  $H = H_0 \cdot \exp(j\omega t)$

$$\mu' = \frac{\pi \cdot L_s \cdot (\phi_{ext} - \phi_{int})}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot A \cdot \ln\left(\frac{\phi_{ext}}{\phi_{int}}\right)}$$

$$\mu'' = \frac{\pi \cdot R_s \cdot (\phi_{ext} - \phi_{int})}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot \omega \cdot A \cdot \ln\left(\frac{\phi_{ext}}{\phi_{int}}\right)}$$

Avec  $\mu_0$  la perméabilité du vide ( $4\pi \cdot 10^{-7}$  H/m),

$N$  le nombre de spires,

$A$  la section magnétique du tore en  $m^2$ ,

$L_s$  l'inductance série mesurée (H),

$R_s$  la résistance série mesurée ( $\Omega$ ),

$\phi_{ext}$  et  $\phi_{int}$  les diamètres extérieur et intérieur du tore en m.

La figure 3.22 présente des courbes de perméabilité initiale complexe en fonction de la fréquence du ferrite Ni Zn Cu fritté à  $1050^\circ\text{C}$  pour des durées différentes de 2h, 24h et 72h.

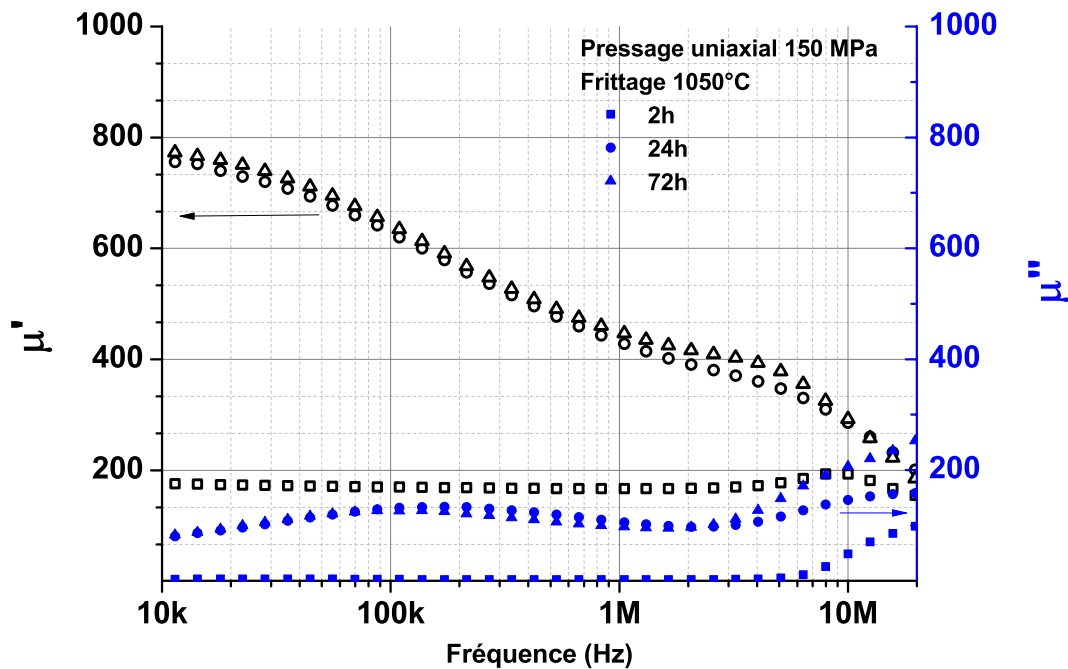


Figure 3-22: Courbes de perméabilité initiale complexe en fonction de la fréquence du ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  fritté à même température de  $1050^\circ\text{C}$ , pour des durées différentes 2h, 24h, 72h.

La comparaison des valeurs de perméabilité du matériau après 2h, 24h et 72h de frittage pour une même température de frittage de  $1050^\circ\text{C}$ , montre que la perméabilité initiale obtenue du matériau de 2h de frittage est plus faible, sa valeur est mesurée de 180 environ et est très stable jusqu'à 4 MHz. La partie imaginaire de la perméabilité du matériau fritté pendant 2h est également faible ( $\tan \delta$  de 0,015-0,02) et présente une

fréquence de résonance à environ 20 MHz. Il s'agit bien ici d'une résonance, puisqu'on note un maximum de  $\mu'$  à 10 MHz (8% de dépassement environ). Elle peut être interprétée comme la marque d'une très bonne homogénéité du matériau en termes de densité et de distribution de taille de grains.

En revanche, la perméabilité initiale obtenue des matériaux frittés à 24h et 72h présente deux fréquences de résonances, ou plutôt de relaxation, dans la gamme de fréquences étudiées (10 kHz-10 MHz). La première relaxation est large et centrée vers 160 kHz ce qui signifie que le matériau aura des pertes importantes au-delà de 10 kHz. Néanmoins, la perméabilité à basse fréquence s'en trouve beaucoup plus élevée.

La seconde relaxation (16-20 MHz) se situe près de la fréquence de résonance du matériau fritté 2 h. Du point de vue structural, cette double relaxation pourrait être due à une distribution bimodale de la taille de grain. Une partie des grains aurait une taille comparable à celle du ferrite fritté 2h et une partie, subirait une croissance exagérée.

Si l'on regarde le facteur de mérite de ces ferrites, on constate que le produit  $\mu_S \times f_R$  passe de 3.6 GHz pour le frittage 2 h à 120 Mhz pour des temps de frittage supérieurs ou égaux à 24h.

La figure 3.23 montre une comparaison de la perméabilité initiale statique et des pertes magnétiques à faible signal. Une augmentation importante des pertes ( $\tan \delta$ ) est observée. Elles sont multipliées par 5 fois pour des durées de frittage supérieures à 2h. Les pertes des matériaux frittés pour des durées supérieures à sont trop élevées pour les applications de haute fréquence. En conséquence, des durées de frittage de 24h et plus ne seront pas utilisées pour la réalisation de noyaux ICT.

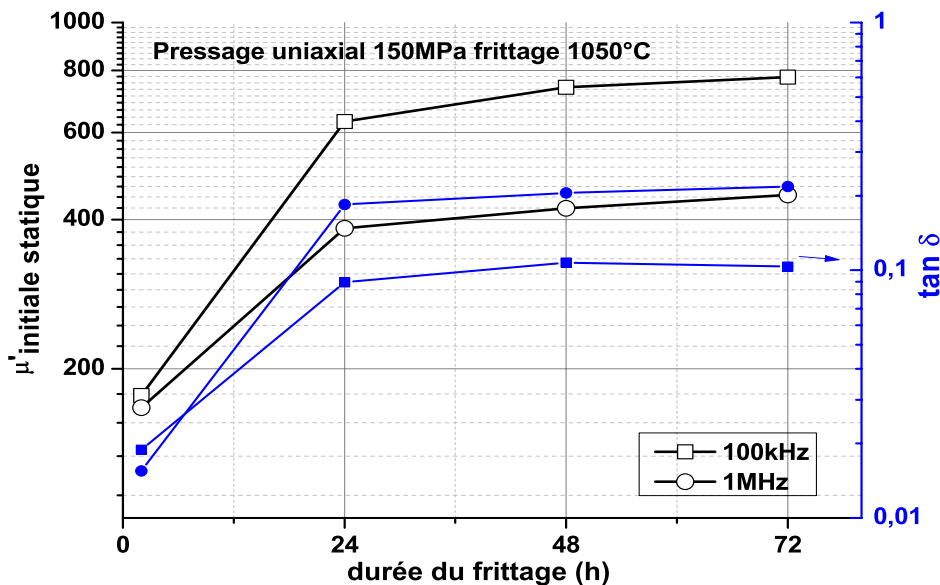


Figure 3-23: Comparaison de perméabilité initiale statique et de pertes magnétiques en fonction de la durée de frittage

L'observation de la microstructure par Microscope Electronique à Balayage (MEB) est effectuée pour analyser les raisons de l'augmentation des pertes magnétiques en fonction de la durée de frittage. Les images MEB des matériaux frittés à 2h et 24h sont présentées dans la figure 3.24. Le matériau fritté pendant 2h présente une porosité



importante ; par contre la taille de ses grains est homogène (de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$ ). Le matériau fritté pendant 24h présente peu de porosité, avec une population de taille de grains très hétérogène.

Lors du frittage, les mécanismes de diffusion vont d'abord diminuer la porosité puis faire grossir les grains. Les petits grains se regroupent par coalescence et la taille moyenne des grains est augmentée d'un facteur de plus de 100. L'augmentation du temps de frittage favorise l'apparition de très gros grains présentant des diamètres supérieurs à quelques dizaines de microns. Dans d'autres parties, la morphologie des grains est similaire à celle du frittage 2h. Ces observations corroborent les interprétations des spectres de perméabilité. Une microstructure dont taille de grains est multimodale a donc un fort impact sur les pertes et la perméabilité magnétiques.

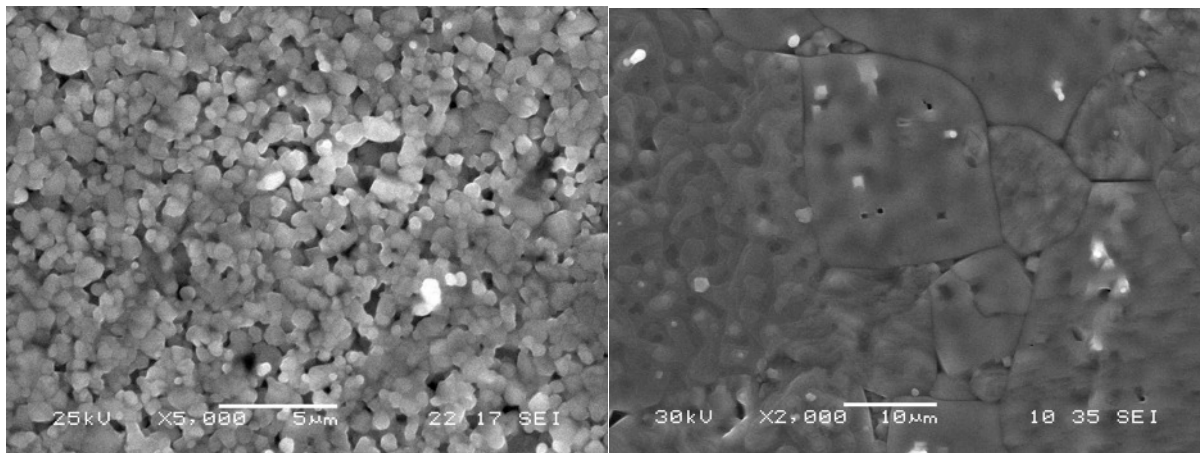


Figure 3-24: Micrographies MEB des frittages à 1050°C pendant 2h (à gauche) et 24h (à droite).

Dans une céramique ferrimagnétique, un temps de frittage court ou une température de frittage insuffisante conduisent à une porosité qui agit comme un entrefer entre les grains qui aura comme conséquence de diminuer les valeurs de perméabilité magnétique. Ceci a été confirmé par l'étude de Globus selon laquelle la perméabilité initiale complexe diminuait lorsque le taux de porosité augmentait dans le ferrite[8]. A haute fréquence, des propriétés magnétiques du matériau sont principalement déterminées par la relaxation des parois des domaines magnétiques et la résonance gyromagnétique des spins. Les pores et les joints de grains vont faire barrage au déplacement de la paroi des domaines et donc les matériaux poreux et à petits grains seront peu relaxants et plutôt résonnants. Les matériaux ayant une taille de grains plus faible présenteront des pertes plus faibles et une résonance à haute fréquence. Hua Su et al. ont montré des résultats identiques avec le matériau  $\text{Ni}_{0,35}\text{Zn}_{0,55}\text{Cu}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$  en comparant deux échantillons ayant des tailles de grains différentes. [9].

Un temps de frittage long ou une température plus élevée conduisent à l'apparition d'une microstructure à taille de grain bimodale, avec des gros grains qui ont un comportement relaxant à basse fréquence. Cela augmentera les pertes à haute fréquence, réduira la bande passante du matériau et réduira donc la fiabilité du matériau. Donc, le matériau perdra de bonnes propriétés lors d'un cycle de frittage non optimal [1]. Néanmoins, ce type de comportement magnétique peut être intéressant dans des applications de filtrage de mode commun dans lesquelles on a besoin d'absorber les perturbations hautes fréquences sur une large bande. Il existe d'ailleurs de tels matériaux avec cette microstructure dans le commerce.

Pour conclure, afin de fixer la durée du palier de frittage, un compromis doit être trouvé entre la réduction de la porosité en vue d'augmenter la perméabilité et une microstructure multimodale. Le temps de frittage proposé est fixé à 2h afin d'obtenir de bonnes caractéristiques.

Afin d'optimiser le cycle thermique de notre matériau, une série de tores a été réalisée par pressage uni axial à 150 MPa. Les tores sont ensuite placés à 400°C (température de déliantage pendant 2h) puis sont frittés à 900°C, 1000°C, 1050°C, 1080°C, 1110°C, 1140°C avec un palier de 2h (figure 3.25).

Les tores frittés à 900°C et 1050°C présentent un faible retrait (moins de 4% pour 1000°C). Les tores frittés à partir de 1050°C présentent des retraits plus importants (de l'ordre 13% pour le matériau fritté à 1050°C). Le ferrite n'est pas assez réactif pour densifier à moins de 1050°C. Les caractérisations électriques ne pas sont effectuées avec les tores frittés à moins de 1050°C.



Figure 3-25 : Tores obtenus à différentes températures de frittage

La figure 3.26 donne les courbes de perméabilité initiale statique en fonction de la fréquence du ferrite pour différentes températures de frittage. La valeur de la perméabilité augmente proportionnellement à la température de frittage. Pour une température de frittage entre 1050°C et 1080°C, on remarque l'apparition d'une relaxation à basse fréquence et la résonance de  $\mu'$  vers 5 MHz, mais la perméabilité est plus que doublée par rapport au frittage à 1050°C. En revanche, les matériaux frittés entre 1110°C et 1140°C présentent les valeurs de perméabilités les plus élevées mais elles diminuent fortement avec la fréquence.

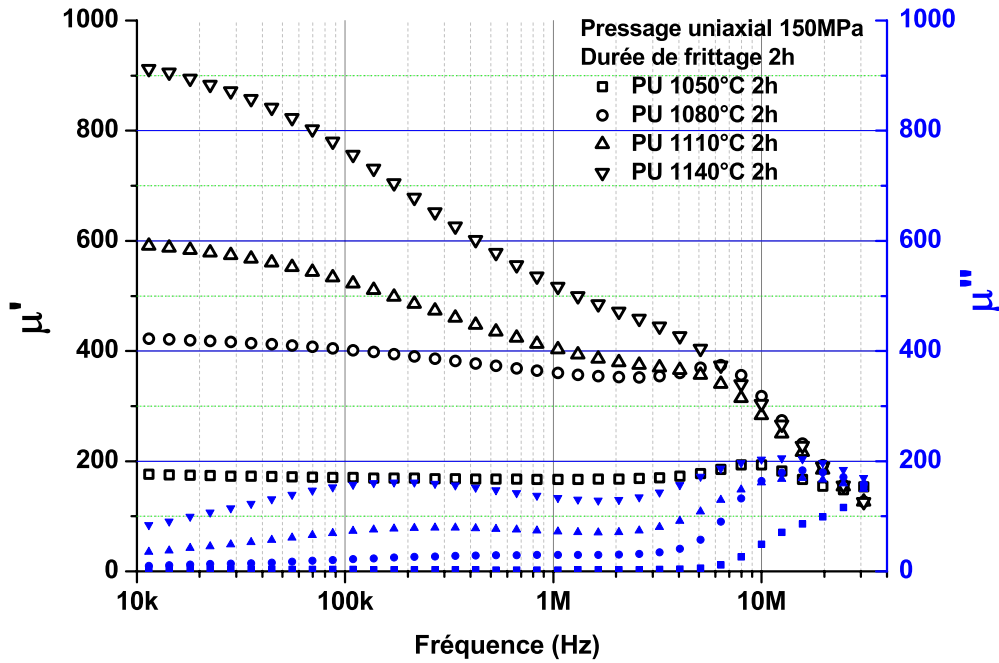


Figure 3-26. Courbes de perméabilité initiale complexe en fonction de la fréquence du matériau ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  compressé par PU 150 MPa pour différentes valeurs de température de frittage

Les ferrites mesurés ici sont des matériaux polycristallins. Leur microstructure hétérogène est composée de grains ayant des formes et des tailles très différentes. C'est la raison pour laquelle le matériau ne va pas résonner à la même fréquence. La conséquence de tailles de grain multimodale pourrait être une succession de plusieurs résonances, chacune correspondant à des tailles de grains différentes. Chaque pic de la partie imaginaire de la perméabilité représente une population de taille de grains.

Entre 100 kHz et 1 MHz, les pertes magnétiques augmentent et sont multipliées par 5 pour des températures de frittage à partir de 1080°C (pour une fréquence de 1 MHz). Par ailleurs, la perméabilité est multipliée par, au moins, un facteur 2 (figure 3.27). La perméabilité la plus élevée est obtenue avec une température de frittage de 1140°C.

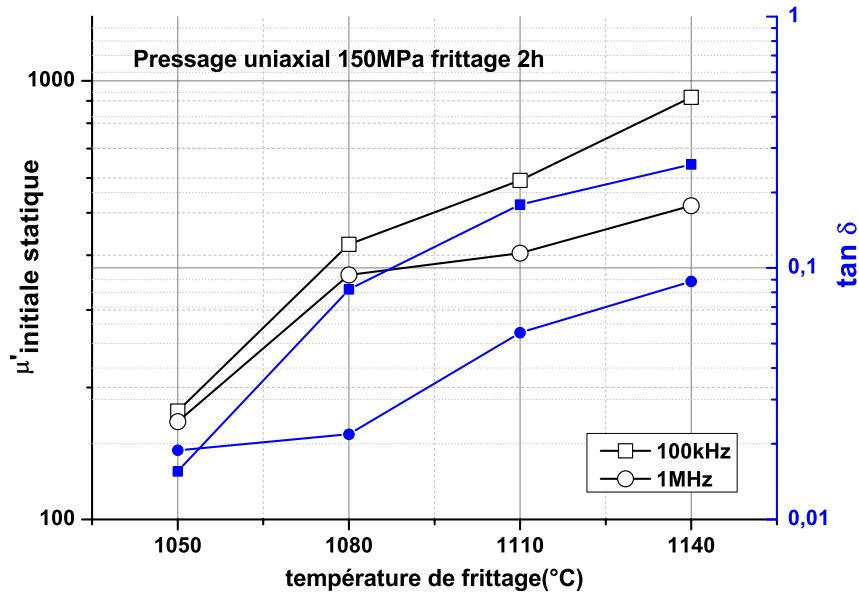


Figure 3-27 : Propriétés magnétiques sous faibles signaux à 100 kHz et 1 MHz du matériau ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  compressé par PU 150 MPa en fonction de la température de frittage

Les microstructures des tores frittés 2h à différentes températures sont présentées dans la figure 3.28. Les échantillons présentent des porosités et la taille des grains augmente avec la température de frittage. L'augmentation de la taille des grains est liée à l'augmentation de l'énergie fournie par une température plus élevée de frittage.

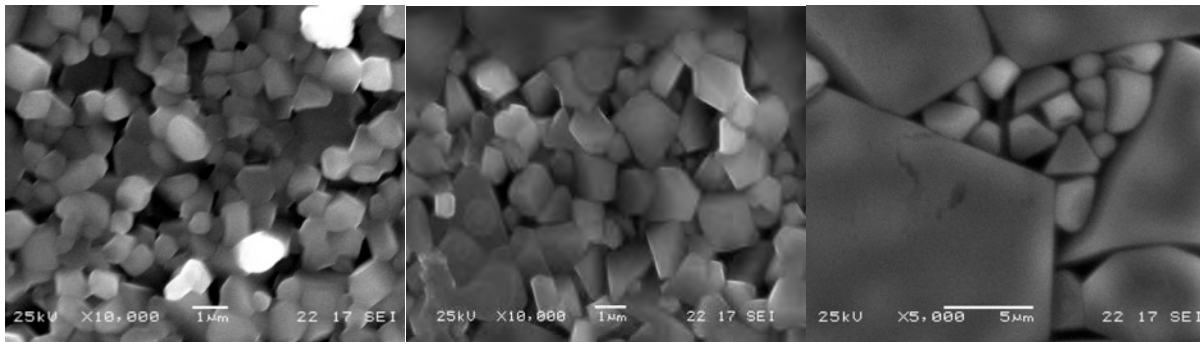


Figure 3-28 : Microstructures observées du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  avec des températures de frittage de 1080°C, 1110 °C et 1140°C.

D'autre part, nous observons une taille de grains multimodale pour les températures de frittage compris entre 1110°C et 1140°C. Ce résultat est corrélé à la réponse magnétique qui présente des spectres ayant de multiples résonances.

La présence de très gros cristaux va favoriser la formation de grands domaines qui vont faire augmenter la perméabilité en basse fréquence et augmenter les pertes en haute fréquence. Le mouvement de la paroi de domaine est un mécanisme d'aimantation irréversible à cause du piégeage des parois sur les défauts des cristaux. Il produit une augmentation des pertes par hystérésis et des pertes dynamiques. Les pertes magnétiques dépendent directement de l'énergie de la paroi du domaine magnétique qui est proportionnelle à sa surface donc au carré de la taille de grain. En conséquence, les pertes du matériau devraient être augmentées pour une structure multimodale avec des tailles de grains importantes [10], [11].

En somme, l'analyse microstructurale et les mesures électriques nous permettent de caractériser les effets du temps et de la température de frittage sur la microstructure du  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . En utilisant ces résultats, nous avons proposé une durée de frittage de 2h. Des températures de frittage entre 1050°C et 1080°C pendant 2h permettent d'éviter une taille de grain multimodale.

### 3.4. Caractérisation des matériaux réalisés par procédé isostatique et usinage, en comparaison avec pressage uni-axial

Les mesures présentées dans cette sous-section ont été effectuées pour comparer l'impact de la méthode de compactage, isostatique et uni-axiale, sur les propriétés électriques. La comparaison est faite pour deux niveaux d'excitation magnétique : en petits signaux (régime linéaire) et en grands signaux (régime non linéaire).

#### 3.4.1. L'impact de la pression sur les propriétés magnétiques:

Une compression isostatique présente une densité de matériau à cru plus élevée que la technique de compression uniaxiale. L'influence de la technique de pressage sur le type de matériau magnétique Ni-Zn-Cu n'est pas connue. Pour évaluer l'impact de la pression dans les propriétés magnétiques, nous avons réalisé deux noyaux toriques pour deux valeurs de pressions isostatiques différentes : 150 MPa et 250 MPa. Les échantillons subissent ensuite un même cycle thermique de frittage à 1080°C pendant 2h.

La figure 3.29 présente les propriétés magnétiques de ces échantillons sous faibles signaux en fonction de la fréquence (de 10 kHz à 40 MHz), les valeurs de perméabilité magnétique et les pertes pour ces deux pressions sont très proches. La différence observée à basse fréquence sur  $\tan \delta$  n'est pas significative, elle est due à une erreur de compensation. L'impact de la pression durant l'étape de compactage semble faible sur les propriétés magnétiques du ferrite pour de faibles signaux.

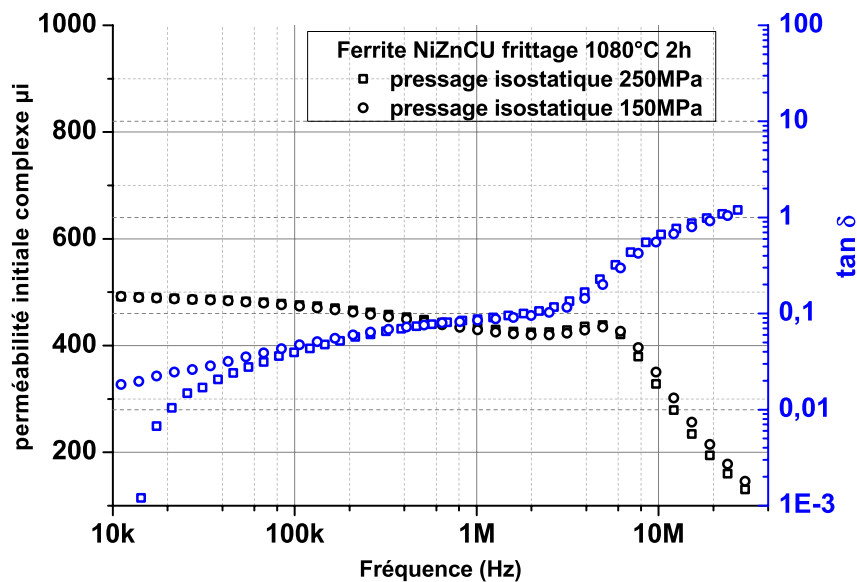


Figure 3-29: Courbes de perméabilité initiale complexe du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  compressé par pressage isostatique pour deux pressions différentes (150 MPa et 250 MPa).

Suite à ces résultats, il semble que la compression isostatique puisse être effectuée à 250

MPa (voire plus) afin d'assurer une bonne résistance mécanique de la pièce crue, sans modifier les propriétés magnétiques.

Par ailleurs, la pression uniaxiale maximale est limitée à 150 MPa en raison de la résistance du moule métallique. Ceci limitera la comparaison entre les deux méthodes de pressage uniquement à 150 MPa.

### 3.4.2. Comparaison des propriétés magnétiques sous faibles puissances entre deux techniques de pressage

La figure 3.30 représente les courbes de perméabilité initiale complexe et les pertes magnétiques en fonction de la fréquence de matériaux réalisés par deux techniques de pressage différentes.

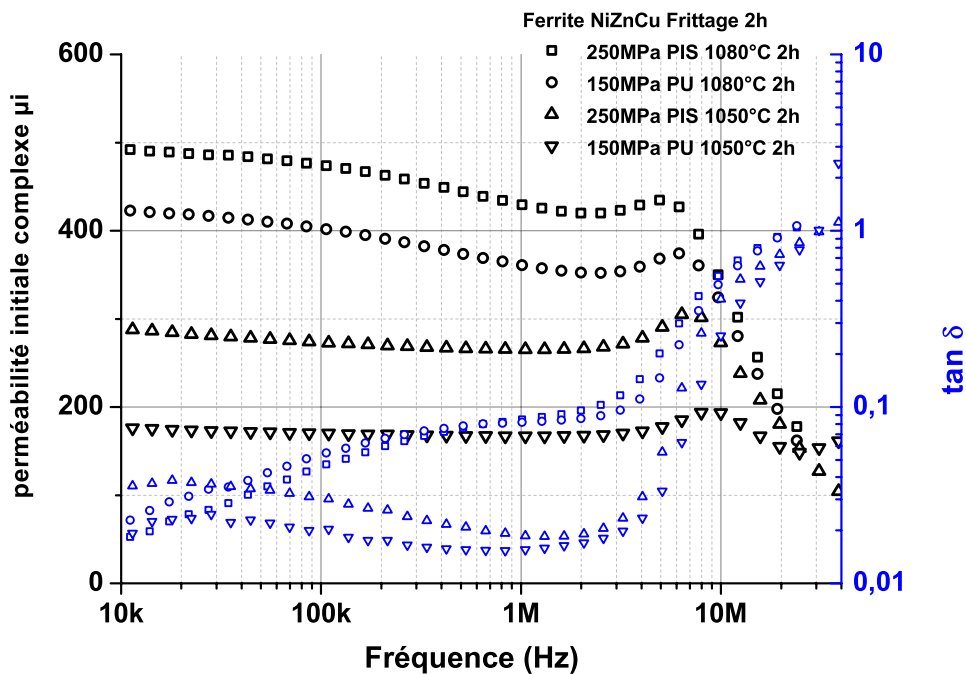


Figure 3-30 : Comparaison des propriétés magnétiques du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  compressé par deux techniques de pressage isostatique et de uniaxial

Les valeurs de perméabilité du matériau réalisé par Pressage Isostatique (PIS) sont plus élevées dans toute la gamme de fréquence caractérisée. Le matériau pressé par voie isostatique présente des perméabilités plus grandes que celles obtenus par pressage uniaxial (PIS a  $\mu_i=360-400$  à comparer à PU  $1080^\circ\text{C}$   $\mu_i=160-180$ ). Ce résultat est bien lié à une densité plus élevée du matériau grâce à compression isostatique. Pour une même température de frittage, la taille des grains sera la même pour les deux méthodes de mise en forme. Par ailleurs, la densité élevée liée au pressage isostatique va produire une diminution de la porosité du matériau. Ceci explique bien l'amélioration des propriétés magnétiques du matériau avec une utilisation de la compression isostatique.

En ce qui concerne l'effet de la température de frittage, deux fréquences de résonance soit observées par une température de frittage de  $1080^\circ\text{C}$  à comparer à une seule fréquence de résonance pour la température de  $1050^\circ\text{C}$ . Les matériaux frittés à  $1050^\circ\text{C}$  présentent des pertes magnétiques plus faibles ainsi qu'une fréquence de résonance au dessus de 1 MHz.

Pour déterminer le meilleur couple (température de frittage et pression appliquée), il est nécessaire de faire une analyse des propriétés magnétiques à forte puissance. Ces mesures sont présentées dans la section suivante.

### 3.4.3. Comparaison des propriétés magnétiques aux fortes puissances entre les deux techniques de pressage

En fait, les noyaux d'ICT en moyenne puissance visée sont destinés à des applications de l'ordre de quelques dizaines de watts au kilowatt. Pour cette gamme de puissance, le ferrite va être utilisé à une induction élevée. L'amplitude de l'induction est souvent de l'ordre de quelques centaines de mT. Par exemple, l'ICT d'un convertisseur employé à 28 V- 300 V 12 kW fonctionne à une induction amplitude AC ( $\Delta B_M$ ) de 220 mT [12]. Une caractérisation aux fortes puissances est évidemment nécessaire pour évaluer notre procédé, spécialement la mesure des pertes du matériau.

Des échantillons toriques sont utilisés et N spires sont bobinées de  $n_1$  et  $n_2$  spires au primaire et secondaire respectivement. On applique au primaire une tension sinusoïdale de la forme :  $U = U_0 \cdot I_0 \cdot \cos(\omega t)$

La loi de Faraday donne la tension secondaire :

$$v_2 = \frac{\partial \Phi}{\partial t} = n_2 \cdot S \cdot \frac{dB}{dt}$$

$n_2$  : nombre de spires secondaires

$S$  : la section du tore en  $m^2$  ( $S = (d_{ext} - d_{int}) \cdot e$ )

Donc :

$$B = \frac{1}{n_2 \cdot S} \int v_s \cdot dt$$

Le théorème d'Ampère se simplifie si le champ magnétique soit uniforme dans le matériau :

$$\oint \vec{H} \cdot \vec{dl} = H \cdot l_m = n_1 \cdot i_1$$

Avec  $l_m$  la longueur moyenne du circuit magnétique,  $i_1$  le courant parcouru dans le primaire

$$\text{(Pour un tore } l_m = \frac{\pi(d_e - d_i)}{\ln(\frac{d_e}{d_i})})$$

Par application du principe de conservation d'énergie, l'énergie dissipée par le matériau est égale à l'énergie électromagnétique transférée. La puissance injectée du primaire correspond à la somme de la puissance magnétique dissipée dans le matériau et des pertes Joule dans le bobinage primaire. Pour s'affranchir des pertes Joule, on applique la méthode d'Epstein, qui consiste à mesurer directement la puissance électromagnétique :

$$p = v_2 \cdot i_1 = \frac{l_m}{n_1} \cdot n_2 \cdot S \cdot \frac{dB}{dt} = V \cdot H \cdot \frac{dB}{dt}$$

En prenant  $n_1 = n_2 = n$

$V$  le volume du matériau magnétique

L'énergie volumique est donc :

$$dw = \frac{dW}{V} = \frac{p \cdot dt}{V} = H \cdot dB$$

Si on se contente de calculer l'énergie dissipée sur une période électrique, ce qui correspond à l'énergie dissipée sur un cycle :

$$w_{cycle} = \oint_{cycle} dw = \oint_{cycle} H dB \text{ [J} \cdot \text{m}^{-3}\text{]}$$

$$w_{totale} = w_{cycle} \cdot f \text{ [W} \cdot \text{m}^{-3}\text{]} \text{ [mW/cm}^3\text{]}$$

On peut donc calculer les pertes magnétiques à partir des mesures de grandeurs électriques.

Le principe de la méthode de mesure des pertes est représenté dans la figure 3.31. Le schéma du montage utilisé pour cette mesure est présenté dans l'ANNEXE 2.

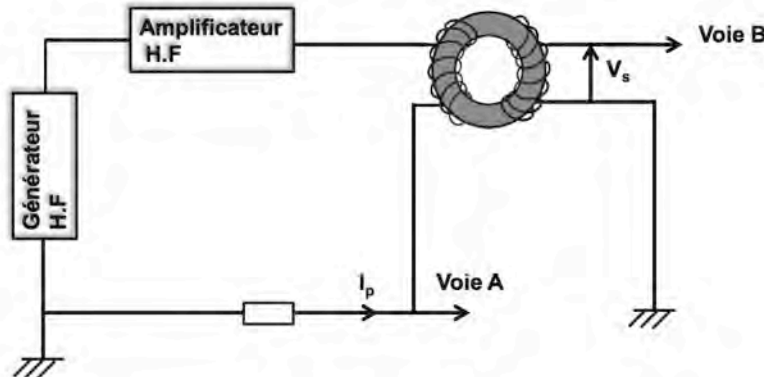


Figure 3-31: Schéma principe de la méthode classique de mesure des pertes totales du tore magnétique.

Enfin, les cycles  $B(H)$  vont être tracés à partir de ce protocole de mesures

La perméabilité d'impédance, appelée aussi perméabilité d'amplitude, se calcule à température et tension primaire fixées par :

$$\mu_z = \frac{B_{max}}{\mu_0 H_{max}}$$

La mesure du cycle d'hystérésis a été réalisée à basse fréquence entre 100 Hz et 5 kHz, ce qui correspond à un régime quasi-statique pour ces matériaux (surface minimale du cycle).



Pour obtenir la saturation sur le noyau torique, il faut avoir un nombre de spires suffisant, ici  $n_1 = n_2 = 20$ . Pour les hautes fréquences au contraire on diminuera le nombre de spires pour limiter la tension.

Les échantillons suivants sont mesurés (dans tous les cas le matériau est  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ):

- 1 tore réalisé par PU 150MPa et fritté à 1080°C pendant 2h (PU-1080)
- 1 tore réalisé par PU 150MPa et fritté à 1050°C pendant 2h (PU-1050)
- 1 tore réalisé par PIS 250MPa et fritté à 1080°C pendant 2h (PIS-1080)
- 1 tore réalisé par PIS 250MPa et fritté à 1050°C pendant 2h (PIS-1050)

Les courbes d'hystérésis (réalisées à 200 Hz) sont particulièrement intéressantes pour connaître les propriétés magnétiques de notre matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  (figure 3.32).

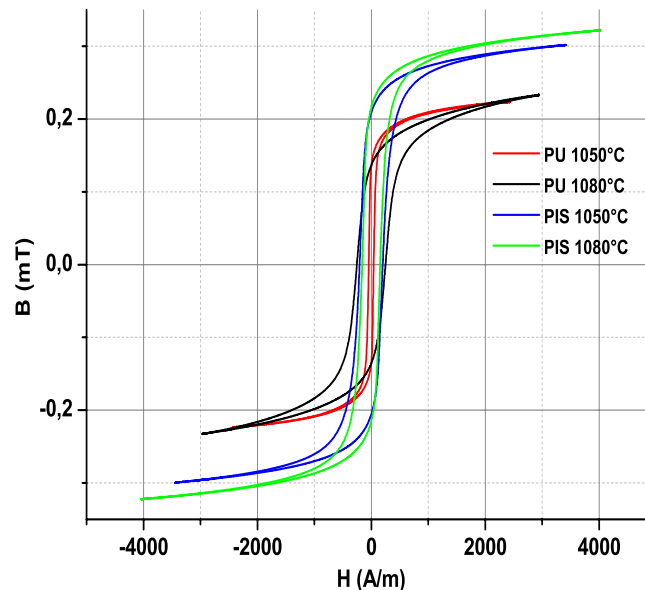


Figure 3-32 : Courbes d'hystérésis du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Ces courbes d'hystérésis du ferrite ont des champs coercitifs relativement élevés pour des matériaux doux,  $H_c \sim 150$  A/m, mais équivalant aux ferrites NiZn commerciaux. Seul le tore réalisé par pressage uni-axial à 1050°C présente un champ coercitif faible pour ce type de matériaux, de moins de 50 A/m. Cela peut être mis en relation avec la structure très homogène et relativement fine de cet échantillon. Par ailleurs, les matériaux réalisés par une compression isostatique montrent nettement une aimantation à saturation supérieure à ceux réalisés par une compression uni-axiale. On peut considérer que l'échantillon PIS 1080 pratiquement saturé avec une  $B_{sat}$  de l'ordre de 0.3 teslas. L'augmentation de l'aimantation est probablement liée à une augmentation de la densité du matériau et correspond donc à une diminution des porosités liée l'utilisation du pressage isostatique par rapport au pressage uniaxial. L'aimantation à saturation augmente pour les températures de frittage supérieures à 1080°C. Le champ coercitif baisse un peu lorsque la température de frittage augmente. Ceci est aussi lié à la diminution de la porosité et à l'augmentation de la taille des grains pour un frittage à 1080°C [10].

Pour compléter les mesures de caractérisation du matériau et l'influence du procédé de fabrication, des évaluations sous grands signaux de 25 mT, 50 mT et 100 mT ont été effectuées dans la gamme de fréquence allant de 20 kHz jusqu'à 1 MHz. Les pertes volumiques pour ces grandes excitations sont présentées dans la figure 3.33 :

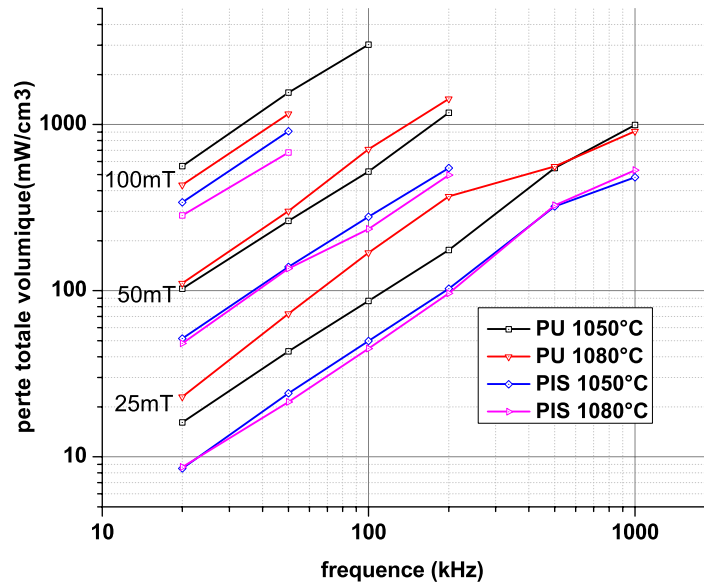


Figure 3-33. Pertes totales volumiques aux grands signaux de 25mT, 50mT, 100mT en fonction de la fréquence pour le ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  comprimé par PIS et PU.

Le matériau réalisé par PIS et fritté à 1080°C présente des pertes magnétiques les plus faibles dans la bande de fréquence mesurée. Pour des champs magnétiques de 25 mT et 50 mT, des échantillons réalisés par la même méthode de compression présentent des résultats relativement proches. Même pour le champ magnétique le plus élevé (à 100 mT), les échantillons obtenus par PIS présentent une diminution des pertes totales par rapport aux autres. Les pertes totales plus faibles sont trouvées pour des échantillons PIS à 1080°C. Ce résultat confirme d'abord que la température de frittage idéale de notre matériau est de 1080°C. La température optimale de frittage améliore effectivement les propriétés magnétiques du matériau tant sous grands signaux et ainsi que sous faibles signaux.

En comparant les deux techniques de pressage, les pertes totales à 25 mT et 1 MHz pour PIS fritté à 1080°C étaient de 470 mW/cm<sup>3</sup>, soit 1/2 des pertes totales du matériau PU fritté à 1080°C. On peut donc en conclure que les échantillons de PIS présentent des pertes totales plus faibles à grande puissance. La méthode de compression isostatique diminue les pertes de notre matériau à grande puissance et aussi à faible puissance.

La perméabilité d'amplitude est un facteur important des matériaux utilisés en électronique de puissance comme le ferrite employé pour réaliser le noyau d'ICT. Ce type de matériau fonctionne souvent à une excitation magnétique de forte amplitude, supérieure de quelques centaines de A/m. La figure 3.34 montre une comparaison des perméabilités d'amplitudes en fonction de l'induction magnétique pour 4 échantillons.

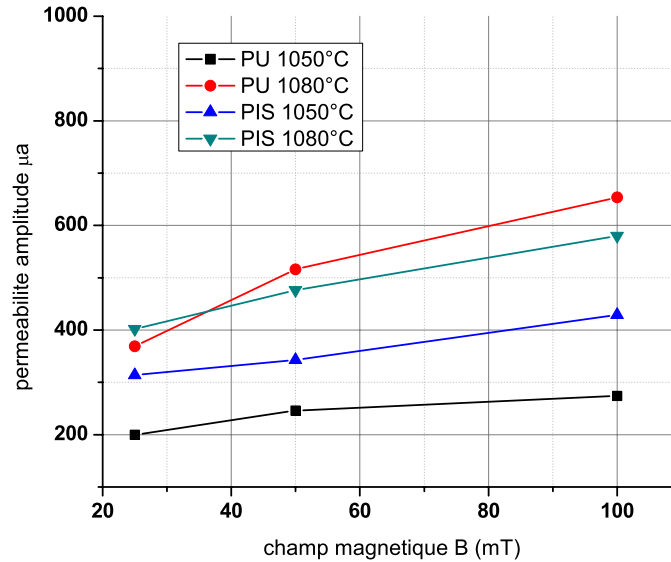


Figure 3-34 : Perméabilité d'amplitude du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  en fonction du champ magnétique appliqué à la fréquence de 25 kHz

La température de frittage de 1080°C permet d'obtenir ici aussi la perméabilité d'amplitude la plus élevée en grands signaux. L'effet de la méthode de compression est important à 1050°C, car le pressage isostatique permet d'obtenir une densité plus élevée, donc une porosité plus faible et finalement une perméabilité plus élevée. A 1080°C, la température est suffisante pour bien densifier le matériau indépendamment de la méthode de compression. C'est alors la taille de grain – qui ne dépend que de la température de frittage – qui est le paramètre microstructural dominant sur les propriétés magnétiques. Par ailleurs, pour des applications à haute fréquence, les inductions employées sont rarement supérieures à 50 mT. On note que les valeurs de perméabilité d'amplitude de notre matériau sont relativement élevées, spécialement pour le matériau réalisé par PIS et fritté à 1080°C (supérieure à 400).

Pour vérifier le lien entre les propriétés magnétiques avec la densité du matériau ainsi que l'impact de compression isostatique, nous avons effectué des mesures de densité des tores frittés par la méthode d'Archimède. Le résultat est présenté dans le tableau 3.4 :

Tableau 3-4: Densités relatives mesurées par méthode d'Archimède

Méthode	Pression	Température	Masse vol mesurée	Densité relative	Porosité
PU	150 MPa	1050°C	4641 mg/cm <sup>3</sup>	87%	ouverte
PU	150 MPa	1080°C	5066 mg/cm <sup>3</sup>	95%	fermée
PIS	150 MPa	1080°C	5010 mg/cm <sup>3</sup>	94%	fermée
PIS	250 MPa	1050°C	4822 mg/cm <sup>3</sup>	90%	ouverte
PIS	250 MPa	1080°C	5024 mg/cm <sup>3</sup>	94%	fermée

La masse volumique des échantillons a été mesurée par la méthode d'Archimède dans de l'eau distillée avec une goutte de tensioactif sur une balance analytique (Sartorius précision 10 µg). La densité relative est calculée à partir de la densité théorique déduite des paramètres de maille mesurés par diffraction de rayons X (5350 kg/m<sup>3</sup>). La porosité est considérée fermée quand le poids de l'échantillon dans l'eau est stable. Quand le poids de l'échantillon dans l'eau augmente en fonction du temps, la porosité est considérée ouverte et le poids de référence pour le calcul de la densité est celui pris après immersion de l'échantillon. L'échantillon PU-1050°C a été laissé une heure dans l'eau jusqu'à ce que le poids soit stabilisé et sa densité relative mesurée a été alors de 94 %.

Tous les ferrites frittés à 1080°C présentent une densification supérieure à 94 % indépendamment des conditions de pressage (PU, PIS, 150 ou 250 MPa) alors que celle du ferrite fritté à 1050°C ne dépasse pas 90 %. L'échantillon de PU 1080°C a la densité relative la plus élevée (95%), mais très proche des échantillons réalisés par PIS. Si cet écart peut être significatif, il s'explique par un rapport d'aspect (longueur/diamètre) beaucoup plus faible pour les tores réalisés en PU (ils sont très plats donc la pression est plus homogène et il y a très peu de pertes de charges sur les parois latérales du moule).

Pour un frittage à 1050°C, l'impact du pressage est plus important : l'échantillon PIS 1050°C présente une densité plus élevée que celle du PU 1050°C.

En comparant avec la Fig. 3.31, on remarque que la perméabilité est très influencée par la densité: lorsque la densité passe de 87 à 95%, la perméabilité double.

Si l'on considère que l'induction mesurée sous un champ  $H=3$  kA/m ( $B_{3k}$ ) correspond à la saturation du matériau, on peut estimer la polarisation magnétique à saturation connaissant la densité relative de l'échantillon ( $d$ ):

$$J_s \simeq B_{3k}/d$$

Pour les tores réalisés par PIS, on constate que les différences d'induction mesurées sont uniquement dues à la différence de porosité. La polarisation magnétique à saturation, qui est une propriété intrinsèque au ferrite et qui dépend essentiellement de la composition chimique, est donc bien indépendante du procédé.

Pour les tores réalisés par PIS, on constate que les différences d'induction mesurées sont uniquement dues à la différence de porosité. La polarisation magnétique à saturation, qui est une propriété intrinsèque au ferrite et qui dépend essentiellement de la composition chimique, est donc bien indépendante du procédé (tableau 3.5).

**Tableau 3-5 : Résumé des propriétés des échantillons réalisés par PIS**

Méthode	Pression (MPa)	Température (°C)	d %	B <sub>3k</sub> (T)	J <sub>s</sub> (T)
PIS	250	1050	90	0,298	0,331
PIS	150	1080	94	0,319	0,340
PIS	250	1080	94	0,314	0,334

Ce résultat nous permet de conclure que :

- la densité la plus importante donnera des inductions plus fortes (perméabilité plus élevée et moins de pertes) ;
- la compression isostatique augmente effectivement la densité du matériau ferrite par rapport de la compression uni-axiale, spécialement aux basses températures de frittage.

Cet effet est important à évaluer pour prendre en compte l'impact de la compression isostatique dans le procédé de réalisation d'ICT sur les propriétés du noyau magnétique.

En conclusion, on a choisi le matériau réalisé par une compression isostatique à 250 MPa et fritté à 1080°C qui présente :

- ✓ une perméabilité initiale statique élevée  $\mu_s$  entre 430 et 470 sous une faible excitation magnétique dans la gamme 100 kHz-1 MHz ;
- ✓ une aimantation à saturation de l'ordre de 0,3 Tesla ;
- ✓ une perméabilité amplitude entre 400 et 480 sous fort champ magnétique ;
- ✓ de faible perte totale volumique (50 mW/cm<sup>3</sup> sous une excitation de 25 mT 100kHz).

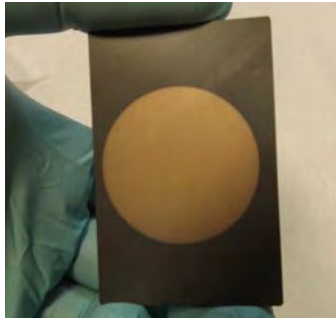
La caractérisation diélectrique sera présentée dans la section suivante.

#### **3.4.4. Caractérisation diélectrique du matériau $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ réalisée par une compression isostatique 250 MPa et fritté à 1080°C**

La connaissance de deux grandeurs physiques complémentaires est nécessaire pour compléter la caractérisation électrique des ferrites : il s'agit de la permittivité et la résistivité. Ces grandeurs complèteront les mesures magnétiques et permettront aux concepteurs des noyaux de mieux définir les géométries.

Les échantillons pour ces deux mesures ont des formes différentes de celles utilisées pour les mesures magnétiques. Les deux mesures peuvent s'effectuer avec un échantillon coplanaire enfermé entre deux armatures métalliques. Les poudres sont pressées par PIS de 250 MPa en forme de cylindre, puis découpées en forme de disques avant le frittage à 1080°C. Pour des mesures diélectriques, on effectue un dépôt d'une couche d'or de 80nm sur les deux facettes du disque fritté de diamètre  $\Phi 20$  mm par sputtering (Scancoat Six EDWARDS) (figure 3.35).

La mesure de résistivité est réalisée à l'aide un multimètre de précision 7 digits (Keithley 2410) permettant de déterminer directement la résistance  $R$  du matériau.



Epcos N87

 $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 

Figure 3-35 : Echantillon avec une couche 80 nm d'or déposée par pulvérisation cathodique

La conductivité est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$\rho = \frac{S \cdot R}{e}$$

Où:  $e$  : l'épaisseur d'échantillon en mètre;

$S$  : surface d'électrode déposée au  $\text{m}^2$ ;

$R$  : résistance du matériau calculé en divisant la tension par le courant DC ( $\Omega$ ).

Le matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  a une résistance de  $\rho_{\text{NiZnCu}} = 3487 \Omega\text{m}$ , à comparer à celle du matériau (Epcos N87) de  $\sigma_{\text{N87}} = 9,52 \Omega\text{m}$  qui est un ferrite de type MnZn, donc naturellement semiconducteur. La résistivité de notre matériau est assez faible par rapport au NiZn commerciaux dans lesquels on a toujours un défaut de fer (typiquement 1,95 Fe au lieu de 2).

La permittivité diélectrique en fonction de la fréquence est mesurée à l'aide d'un analyseur d'impédances (Novocontrol Alpha A8 ou Hewlett Packard HP 4284A) pour des fréquences comprises entre 20 kHz et 1 MHz.

La capacité est estimée à partir de l'impédance complexe  $Z_c = \frac{1}{j\omega C}$ , puis la permittivité est déterminée à partir de la géométrie de l'échantillon :

$$C(\omega) = \frac{\epsilon_0 \cdot [\epsilon'(\omega) - j\epsilon''(\omega)] \cdot S}{e}$$

Où:  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide, égale de  $8,854 \cdot 10^{-12}$  F/m

La courbe de permittivité  $\epsilon_r$  du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  et sa comparaison avec celle obtenue pour le ferrite MnZn Epcos N87 est donnée la figure 3.36.

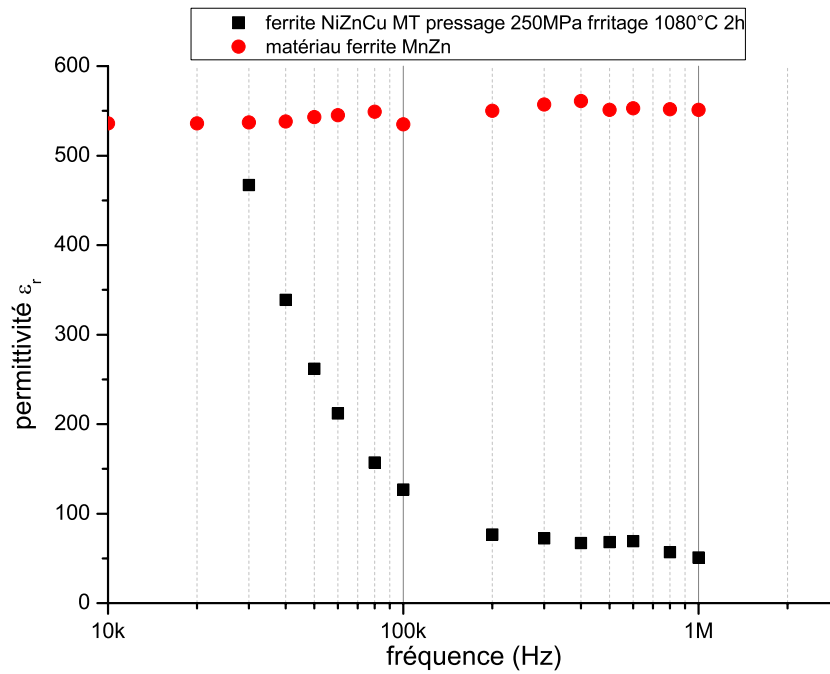


Figure 3-36 : Résultats des mesures de permittivité en fonction de la fréquence du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  en comparaison avec le matériau Epcos N87

Comparativement avec d'autres matériaux (tableau 3.6), le matériau réalisé par PIS 1080°C semble adapté pour réaliser des noyaux magnétiques d'ICT pour des applications de moyenne puissance.

Tableau 3-6 : Comparaison de notre matériau avec les autres travaux de recherches

Matériau	Fréquence optimum (MHz)	$\mu_s$ à 25°C	$B_{\text{sat}}$ (mT)	$\rho$ ( $\Omega\text{m}$ )	Pertes totales ( $\text{mW}/\text{cm}^3$ ) à 25 mT 25°C 1MHz
$\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (PIS 1080°C de cette étude)	0,1-4	360-400	320	3487	470
Epcos ® N87 [13]	0,025-0,5	2200	480	9,5	260
Epcos ® K10 [13]	0,1-1	800	320	$10^5$	
Mo-dopé FeNi Flake [14]	<10 MHz	40			$>10^3$ (0,8 MHz 20mT)
$\text{Ni}_{0,195}\text{Zn}_{0,6}\text{Cu}_{0,2}\text{Co}_{0,006}\text{Fe}_2\text{O}_4$ [7]	<3 MHz	60			$>2.10^3$
$\text{Ni}_{0,34}\text{Zn}_{0,56}\text{Cu}_{0,1}\text{Co}_{0,02}\text{Fe}_2\text{O}_4$ [1]	<50 MHz	220			280 (à 1,5 MHz)

### 3.5. Pistes d'usinage explorées vers un ICT

Enfin, nous proposons une troisième méthode de mise en forme du ferrite Ni-Zn-Cu utilisant de la compression isostatique couplée à un usinage de la pièce. L'usinage du ferrite peut être appliqué avant la phase de frittage sur la pièce crue ou après le frittage sur la céramique dense. Tout d'abord, nous présenterons des réalisations de noyau d'ICT à partir de l'usinage des noyaux commerciaux et les inconvénients de cette méthode. Ensuite, les expériences d'usinage de pièce crue seront exposées. Enfin, les noyaux réalisés durant travaux seront présentés dans la dernière partie.

#### 3.5.1. Noyaux d'ICT réalisés par un usinage après le frittage :

Dans cette partie, nous présenterons précisément les inconvénients liés à la réalisation d'un noyau magnétique type d'ICT à partir des noyaux frittés.

Les noyaux d'ICT sont actuellement réalisés à partir de noyaux frittés commerciaux présentant des formes très limitées (figure 3.37). Les architectures des ICT à explorer doivent rentrer dans les dimensions des noyaux commerciaux disponibles, ou dans leur association. Cela limite le développement des convertisseurs multi-niveaux, plus particulièrement dans la gamme de moyenne et grande puissance.



Figure 3-37 : Formes disponibles dans le commerce pour les ferrites à forte puissance (Ferroxcube ®)

En outre, le matériau ferrite céramique (après frittage) a une dureté mécanique très élevée. Pour son usinage, des contraintes supplémentaires apparaissent, en raison de :

- l'utilisation intensive obligatoire de lubrifiants de refroidissement.
- le besoin d'outils à base de diamant ou carbures.
- la faible qualité de la zone de l'entaille qui peut produire des micros ruptures et des aspérités.



- la limitation de la taille des pièces.
- la matière usinée est non recyclable.

Ces problèmes peuvent être estimés à 80% du coût total de fabrication d'une pièce céramique [6]. Enfin, si des défauts apparaissent, la pièce se fissure et elle se casse.

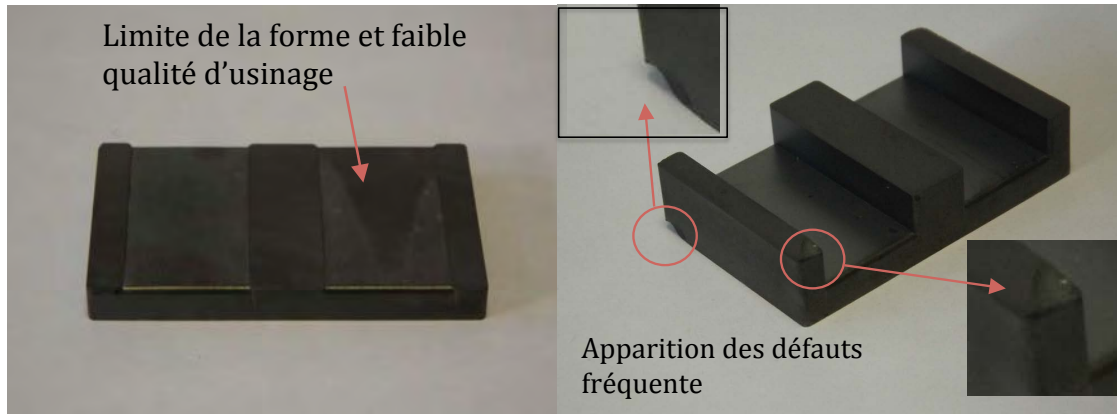


Figure 3-38: Essais d'usinage du ferrite céramique fritté.

Une autre voie concerne être l'utilisation des méthodes d'usinage spécifiques, par exemple, le système (compliqué) de fraisage assisté par laser [15].

En conclusion, nous avons essayé de réaliser des noyaux d'ICT par une autre méthode possible consistant à usiner à « cru » le compact, avec les avantages présentés dans la section 2.5.2.

### 3.5.2. Essais manuels d'usinage à «cru »

Les poudres sont toujours mélangées avec une proportion de 1,5 % de liant organique. Les pièces sont compressées par PIS à 250 MPa avec le moule latex simple. Ce moule est fin pour éviter toute influence pendant l'étape de pressage.

Des essais d'usinage manuels à cru ont tout d'abord été effectués. Une machine de tronçonnage à disque (Struers Secotom-10) est employée pour découper des tranches (figure 3.39.A). Les poussières abrasives produites lors de l'usinage ne peuvent pas être récupérées facilement par ce dispositif. On doit ajouter de l'eau pendant tout le processus afin de protéger l'équipement. Malheureusement, la pièce compactée absorbe de l'eau et sa résistance mécanique diminue durant la découpe. Celle-ci doit donc être effectuée rapidement afin d'éviter une trop grande diminution de sa résistance mécanique. Le tronçonnage est fait à 300 tours par minute avec une vitesse d'avancée faible, de 0,02 mm par seconde.

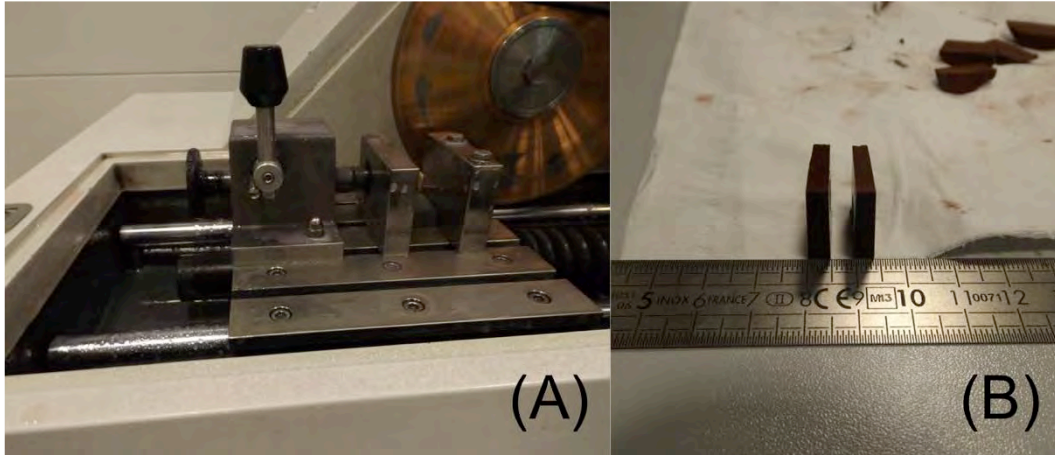


Figure 3-39: A, Machine de tronçonnage et le système fixé. B, 2 petites tranches sont réalisées par le tronçonnage Struers Secotom-10 avec une épaisseur d'environ 2-3mm.

Le tronçonnage à disque est employé au moins une fois pour avoir une surface de référence qui sera la base des autres traitements mécaniques. En pratique, nous pouvons réaliser des tranches relativement fines, d'épaisseurs entre 2 et 3 mm avec le tronçonnage (figure 3.39.B). Les tranches sont ensuite laissées à sécher à 80°C pendant 2h pour évaporer l'eau absorbée avant d'appliquer les étapes suivantes.

Un premier objet, un tore simple, est réalisé avec une fraiseuse manuelle (Proxxon D-54518). Un support de deux couches de PMMA est employé pour fixer l'échantillon en forme de disque (figure 3.40). Le support a un trou au milieu afin d'indiquer sa position finale. La vitesse de la fraiseuse est ajustée au minimum, soit environ à 2000 tr/min. Néanmoins, l'avancée de la fraise produit une contrainte mécanique sur la pièce pouvant casser l'échantillon. Il est proposé d'effectuer un fraisage «couche par couche», pour enlever la matière progressivement (comme pour la gravure). Les premiers essais de perçage avec la fraise ont conduit à casser les échantillons. En pratique, nous avons tout d'abord réalisé un perçage au milieu du disque avec un scalpel. Ensuite, le fraisage progressif autour du trou est plus facile à effectuer. Une série de 6 tores a pu être réalisée par cette méthode afin d'effectuer des caractérisations magnétiques.

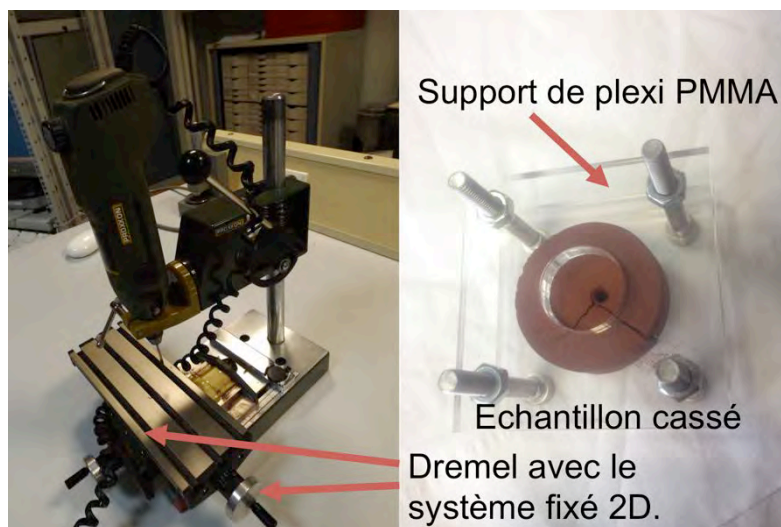
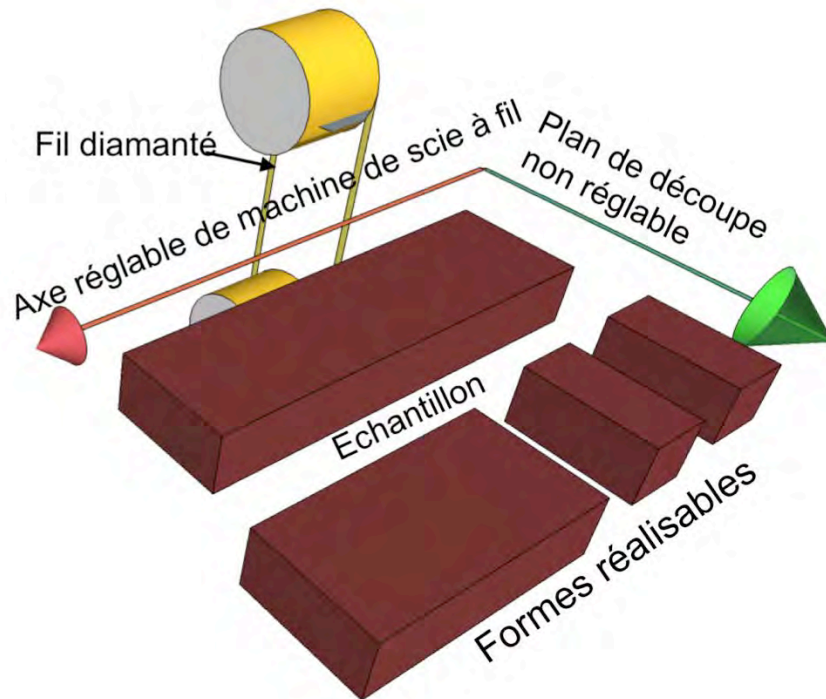


Figure 3-40: Fraiseuse manuelle avec le système de fixation et un échantillon cassé dans le support de PMMA

Afin d'éviter les contraintes mécaniques lors d'un fraisage manuel, nous avons essayé la méthode d'usinage à cru avec une machine à fil diamanté (ESCIL W3241). Le sciage produit beaucoup moins de force normale sur la pièce crue. Toutefois, la découpe est effectuée uniquement dans un seul plan. Dans la configuration d'origine de l'appareil, la pièce est retournée manuellement, refixée à chaque fois pour changer le plan de découpe. Ce système de fixation rend difficile la tenue et la maîtrise de la découpe de l'échantillon.

Nous avons proposé un autre système de déplacement des échantillons, pour limiter les étapes de repositionnement. Ce système de déplacement nous permet de régler la découpe en 2 axes X et Y perpendiculaires. Les déplacements sont précis, réglés par une vis micrométrique et sans retourner ou refixer la pièce.

Une comparaison des formes réalisables entre le système original et le système d'adaptation développé est donnée dans la figure 3.41 :



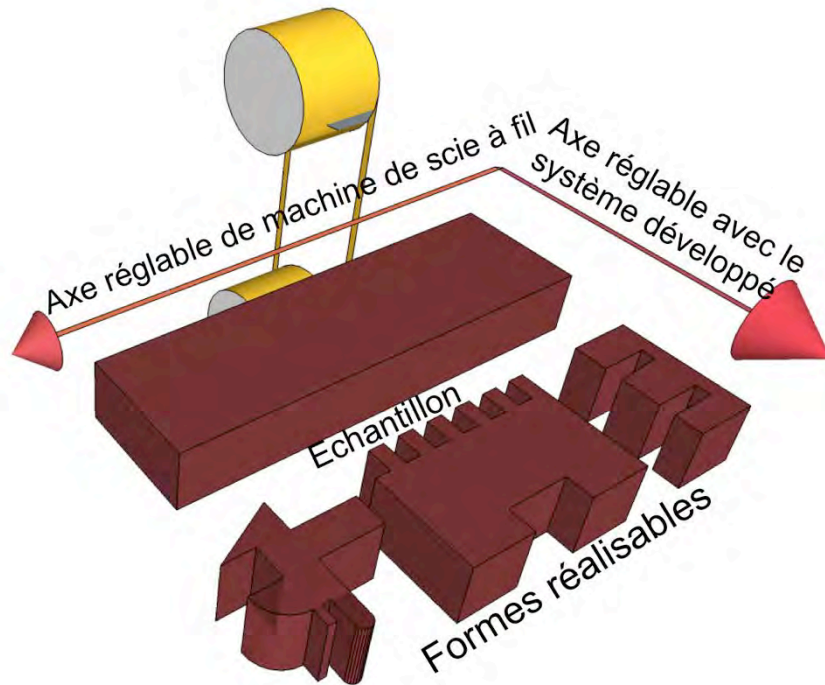


Figure 3-41 : Comparaison entre le système original et le système développé pour la machine de scie à fil.

Ce système de déplacement, couplé avec la découpe à fil, nous permet de réaliser des noyaux avec des formes beaucoup plus complexes (comme dans la figure de 3.41). En revanche, la table X-Y est limitée à des déplacements de 3 cm et 1 cm pour chaque axe. Un usinage plus important demandera une table X-Y de plus grandes dimensions ou de repositionner la pièce.

La figure 3.42 présente la machine de scie à fil avec le système développé.

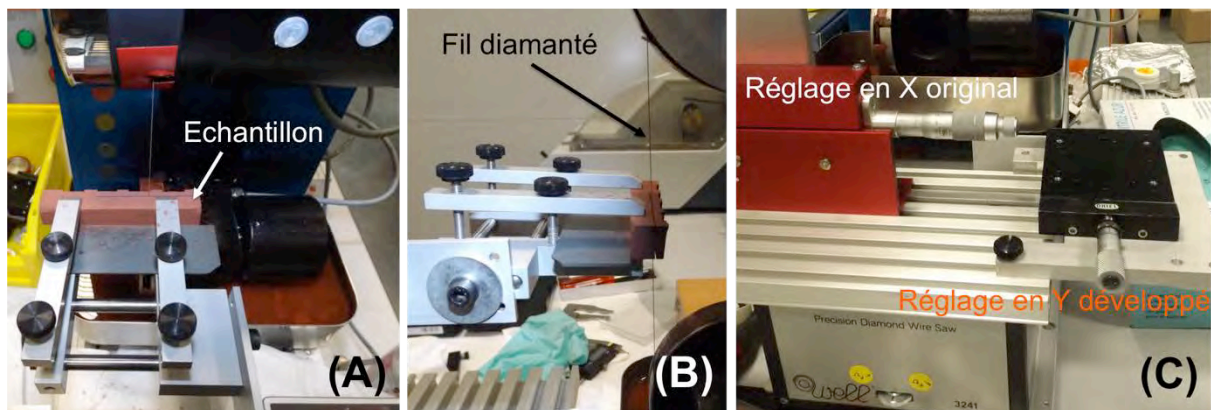


Figure 3-42 : Machine de scie à fil avec le setup de manipulation : A. Machine de scie à fil ; B. Système de fixation ; C. Système de déplacement développé en 2D X-Y

En pratique, nous avons réussi à réaliser grâce à cette méthode le noyau magnétique présenté dans la figure 3.8 (figure 3.43 ci-dessous).

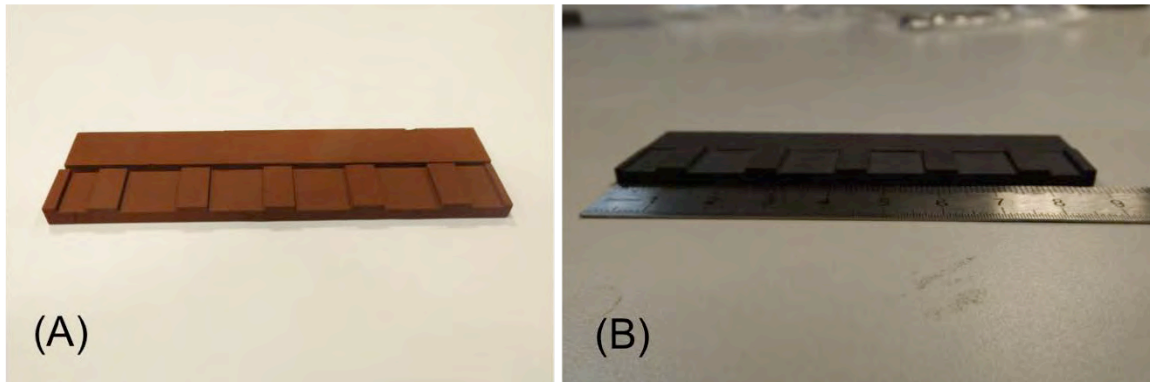


Figure 3-43 : Noyau magnétique complexe usiné manuellement par la scie à fil avant et après frittage avec une bonne dimension

Nous avons pu effectuer des noyaux avec une épaisseur de 1,2 mm et 2,5 mm. Cependant, le noyau le plus fin présente une déformation importante après le frittage (figure 3.44). Cette déformation est liée aux différences de température dans le volume de la pièce ou à l'interaction avec le support de frittage.

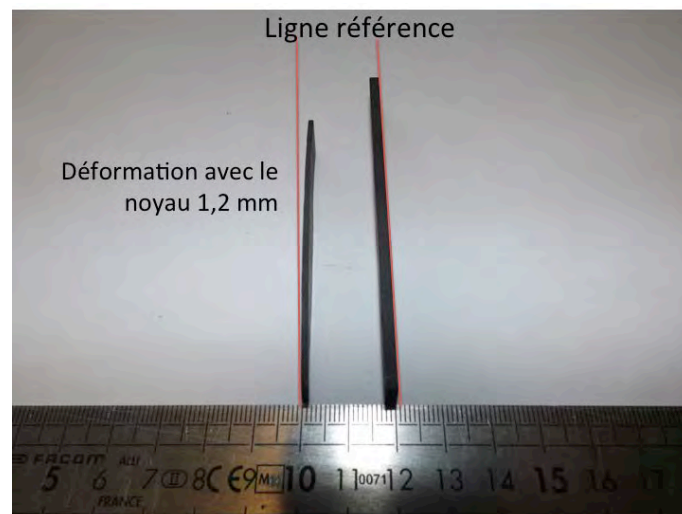


Figure 3-44: Déformation importante observée dans le noyau plus fin de 1,2mm. Le noyau plus épais de 2,5mm ne présente pas cette déformation

Pour conclure, nous remarquons effectivement des inconvénients d'usinage manuel liés aux :

- Système de fixation complexe.
- Formes usinables.
- Durées du procédé assez longues.
- Difficultés dans la récupération des poussières produites.

Nos avons, par la suite, étudié la possibilité d'utiliser une fraise numérique pour surmonter ces limitations.

### 3.5.3. Essais de fraisage numérique d'usinage à cru :

Dans le but de réaliser un noyau d'ICT de forme complexe, une fraiseuse numérique a été mise en place au sein de la plateforme de 3DPHI (CHARLY 4U) (figure 3.46.A).

Le fraisage numérique permet d'usiner suivant 3 axes, avec différents outils de découpe ou perçage. Un schéma des étapes nécessaires et les formes que nous pouvons obtenir par cette technique, sont présentés ci-dessous :

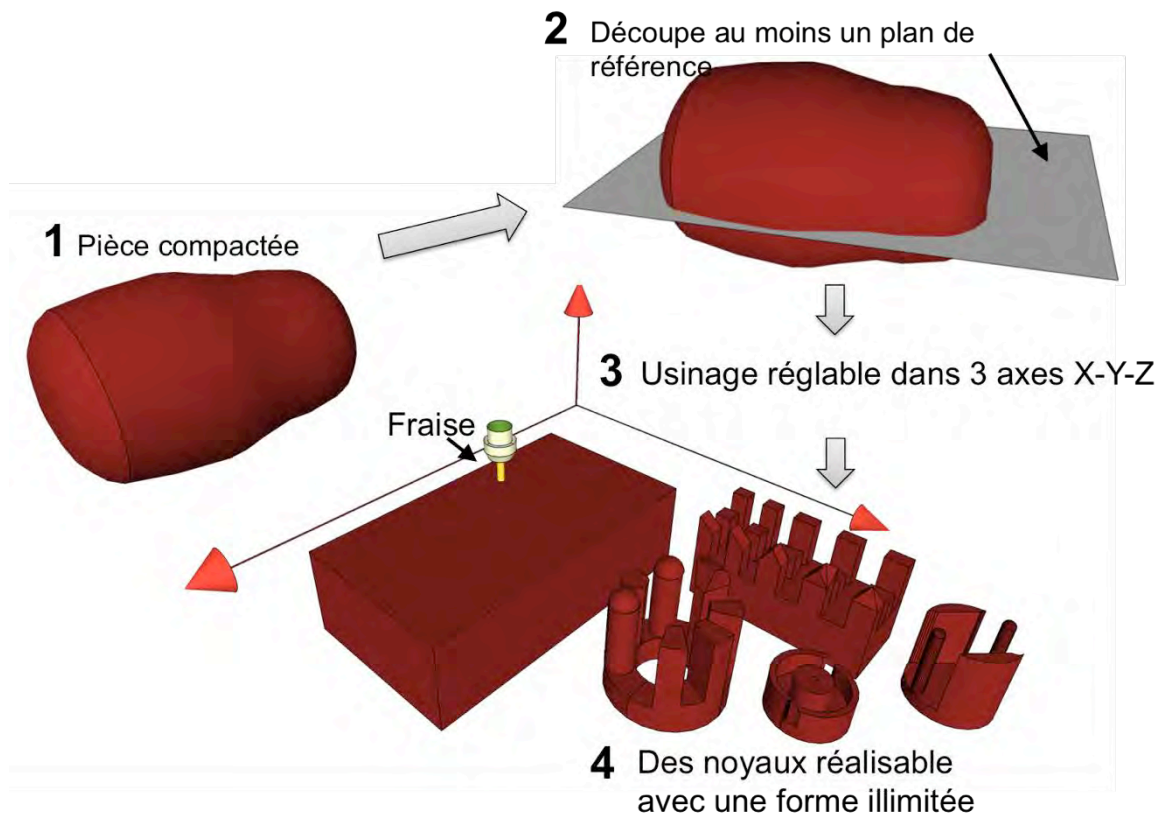


Figure 3-45 : Etape d'usinage d'une pièce compactée avec des formes usinables par un fraisage numérique 3D

Les étapes sont :

- la réalisation au moins d'un plan de référence,
- le design d'un modèle 3D avec la prise en compte des retraits liés au frittage,
- le transfert du modèle dans un fichier compatible avec la fraise numérique,
- la fixation d'un échantillon et le système de récupération des poudres,
- le choix d'outil et le réglage des paramètres d'usinage,
- le lancer de l'usinage,
- la récupération de l'échantillon.

La pièce cylindrique est tout d'abord découpée par tronçonnage pour avoir une surface de référence.

Le dessin est effectué par le logiciel de CAO Inventor 3D avec une forme complexe qui présente des bords rectangulaires ainsi que des bords curvilignes. Ce dessin nous

permet de valider que notre cahier des charges peut être réalisé même pour les noyaux extrêmement complexes.

Ensuite, cette pièce est facilement fixée sur la surface de travail par du scotch double-face 50  $\mu\text{m}$  (Adhésif haute performance 360 9628FL chez 3M). Pour permettre de protéger l'utilisateur ainsi que la machine d'usinage, un filtre à particules fines (HEPA-E12) est mis en place pour récupérer les poussières produites (figure 3.46.B).

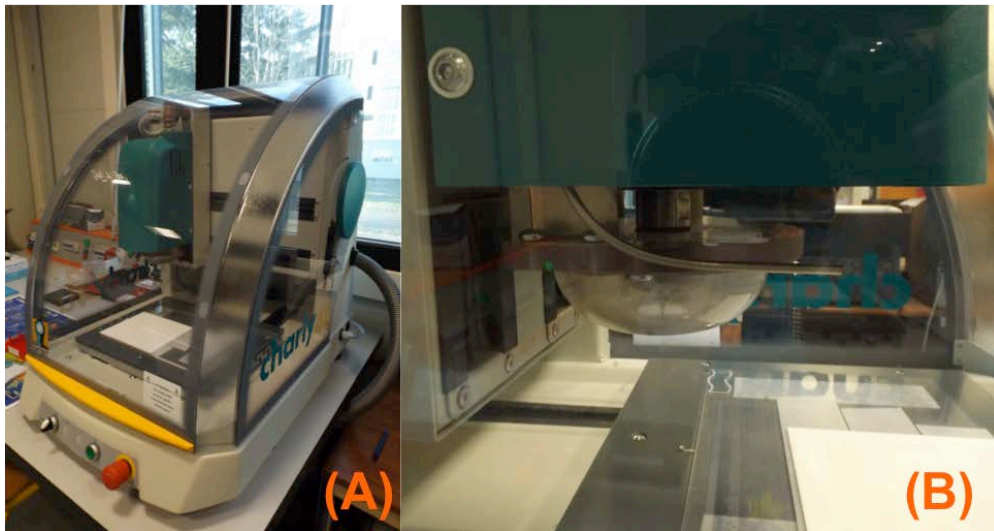


Figure 3-46 : Machine de fraisage 2D Charly 4U avec le setup de manipulation

L'usinage est effectué avec une vitesse de coupe de 9500 tours par minute et une vitesse d'avancée de 0,1 mm par seconde pendant 20 minutes. La tolérance d'usinage avec cette machine est de l'ordre de 0,1 mm en raison du diamètre de la fraise qui est assez grand ( $\Phi 3\text{mm}$ ). On peut diminuer effectivement cette tolérance avec une fraise plus fine.

Le procédé d'usinage d'un noyau avec une forme « serpent » est présenté dans la figure 3.47 ci-dessous.

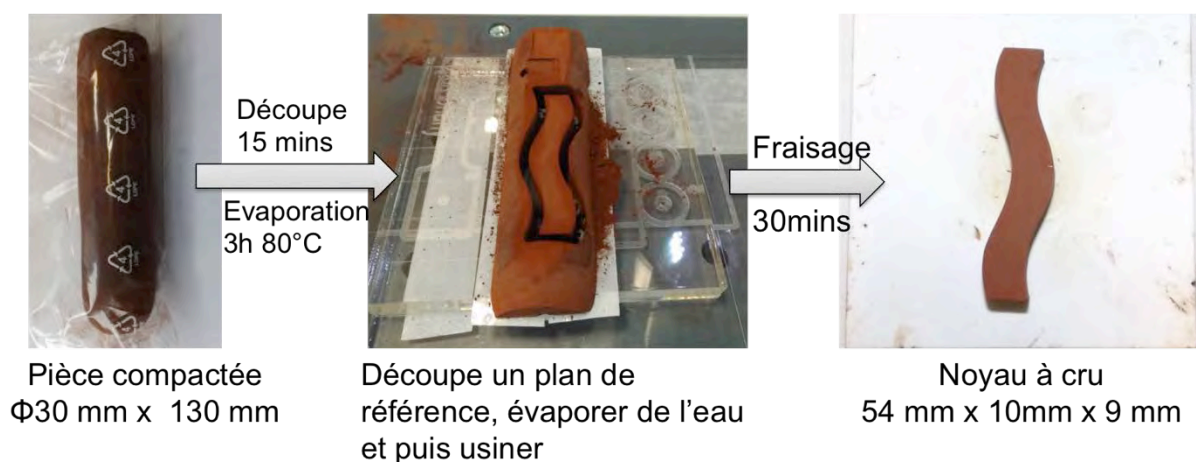


Figure 3-47 : Noyau magnétique usiné avant frittage avec une forme complexe

Le noyau cru bien formé par l'usinage est passé par un cycle thermique de déliantage à 400°C et de frittage à 1080°C pendant 2h. Le noyau fritté présente des surfaces lisses et pas de fissures sur les bords. Un polissage peut être facilement réalisé pour améliorer

les qualités de la surface. Ce résultat confirme que le procédé proposé pourrait être utilisé pour réaliser des noyaux complexes d'ICT.

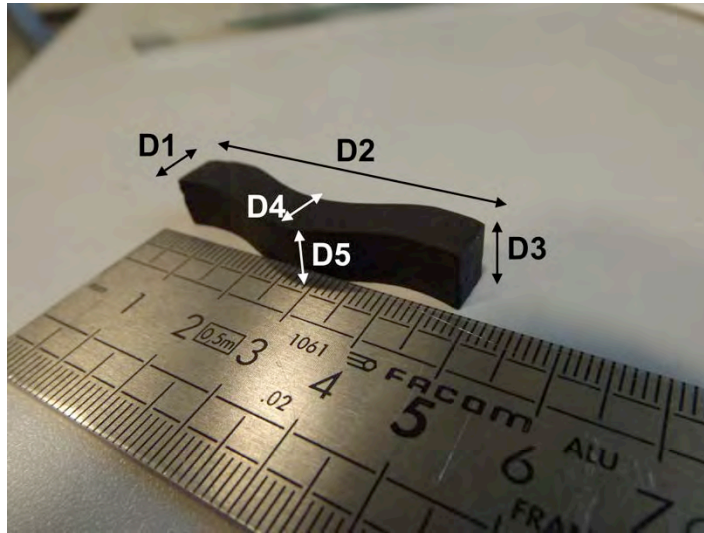


Figure 3-48 : Noyau de « serpent » fritté avec ses dimensions

Le retrait de frittage est homogène dans toutes les dimensions et il est de l'ordre de 17-18% comme le montre le tableau ci-dessous (tableau 3.7). Ce retrait isotrope est un des avantages du formage par PIS.

Tableau 3-7 : Retrait du frittage pour le noyau de « serpent »

Dimension	D1	D2	D3	D4	D5
Cru	9	54	10	9	10
Fritté	7,3	45	8	7,3	8
Retrait	17%	17%	18%	17%	18%

Cette méthode de mise en œuvre proposée permet d'identifier les paramètres critiques pour réaliser des noyaux magnétiques avec de formes complexes, tout en conservant leurs propriétés magnétiques et électriques. Cela ouvre la voie à la recherche de nouvelles structures qui n'étaient pas réalisables jusqu'ici.



## Référence

- [1] A. Lucas, Thèse de l'Ecole normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, "*Etude et mise au point de transformateurs large bande radiofréquence*", 2010.
- [2] J. Smit and H. P. J. Wijn, "*Les ferrites: les propriétés physiques des oxydes ferrimagnétiques en relation avec leurs applications techniques*", Edition Dunod 1961.
- [3] H. C. Yang, J. K. Kim, and K. T. Kim, "*Rubber isostatic pressing and cold isostatic pressing of metal powder*", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 382, no. 1-2, pp. 41-49, Sept. 2004.
- [4] S. C. Lee and K. T. Kim, "*A densification model for powder materials under cold isostatic pressing—Effect of adhesion and friction of rubber molds*", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 498, no. 1, pp. 359–368, Dec. 2008.
- [5] Y. Gu, R. J. Henderson, and H. W. Chandler, "*Visualizing isostatic pressing of ceramic powders using finite element analysis*", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, no. 12, pp. 2265–2272, Jan. 2006.
- [6] M. Desfontaines, *Mise en forme, usinage à cru, déliantage et frittage de pièces complexes en nitrure d'aluminium*. 2000.
- [7] K. Zehani, Thèse de l'Ecole normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, "*Etude du ferrite NiZnCu nanostructuré produit par SPS: des propriétés physiques à la réalisation de composants monolithiques intégrés*", 2011.
- [8] A. Globus, Thèse de l'Univ. Paris, "*Influence de la structure granulaire sur la dispersion de la perméabilité des ferrites*", 1963.
- [9] H. Su, H. Zhang, X. Tang, and Y. Shi, "*Effects of microstructure on permeability and power loss characteristics of the NiZn ferrites*", *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, Vol. 320, Issue 3-4, pp. 483-485, Feb.2008.
- [10] A. Globus, "*Some physical considerations about the domain wall size theory of magnetization mechanisms*", *Le Journal de Physique Colloques*, Vol. 38 (C1), pp. C1-1-C1-15, 1977.
- [11] K. Kawano, M. Hachiya, Y. Iijima, and N. Sato, "*The grain size effect on the magnetic properties in NiZn ferrite and the quality factor of the inductor*", *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, Vol. 321, Issue 16, pp. 2488-2493, Aug.2009.
- [12] F. Forest, B. Gélis, J.-J. Huselstein, B. Cougo, E. Laboure, and T. Meynard, "*Design of a 28 V-to-300 V/12 kW Multicell Interleaved Flyback Converter Using Intercell Transformers*", *IEEE Trans. Power Electron.*, vol. 25, no. 8, pp. 1966–1974, Jun. 2010.
- [13] EPCOS®, "*Ferrites and Accessories*", EPCOS Data book, 2013.
- [14] Y. Zhou, X. Kou, M. Mu, B. M. McLaughlin, X. Chen, P. E. Parsons, H. Zhu, A. Ji, F. C. Lee, and J. Q. Xiao, "*Loss characterization of Mo-doped FeNi flake for DC-to-DC converter and MHz frequency application*" *Journal of Applied Physics*, vol. 111, no. 7, p. 07, 2012.
- [15] C. Brecher, C. J. Rosen, and M. Emonts, "*Laser-assisted milling of advanced materials*," *Physics Procedia*, vol. 5, pp. 259–272, 2010.



---

## CONCLUSION

---

Le travail effectué dans cette thèse a permis la mise au point et l'optimisation d'un procédé de réalisation d'un noyau magnétique de forme complexe à partir des poudres ferrites, basée sur la compaction isostatique. Ce noyau magnétique est destiné à être employé pour la conception d'un transformateur intercellulaire (ICT) pour des applications de l'électronique de puissance nécessitant l'utilisation de convertisseur de type multicellulaires entrelacés. Le procédé proposé permet de réaliser des noyaux magnétiques de grandes dimensions et de forme complexe.

Dans le premier chapitre, un état de l'art expliquant l'importance de l'électronique de puissance aujourd'hui et montrant divers aspects de l'intégration des composants passifs a été proposé. Parmi les orientations majeures de l'électronique de puissance, nous avons montré que l'intégration tridimensionnelle des systèmes de puissance était particulièrement intéressante compte tenu des possibilités qu'elle offre concernant l'augmentation des densités de puissance et de la fiabilité. Mais l'intégration de puissance repose aussi sur le choix de topologies de convertisseurs permettant l'optimisation du volume et de la masse par exemple. C'est le cas des structures multicellulaires entrelacées qui utilisent des composants magnétiques spécifiques permettant le partage des flux magnétiques entre différentes phases du convertisseur. Ce transformateur intercellulaire demande toutefois – pour les applications envisagées – un noyau magnétique de volume important et présente une forme complexe. Notre objectif général étant de nous inscrire dans le développement d'outils technologiques et de procédés de mise en œuvre permettant l'avènement de l'intégration de puissance, notre travail s'est focalisé sur la réalisation de ce composant spécifique qui, du fait de sa complexité géométrique et de ses propriétés physiques qui dépendent très fortement des procédés de mise en œuvre, constitue un exercice de style particulièrement intéressant. Compte-tenu de la complexité de la réalisation, un procédé spécifique utilisant le pressage isostatique à froid a été choisi.

Afin de comprendre les relations entre les propriétés physiques et structurales dépendant des procédés de mises en œuvre, les principales propriétés magnétiques et diélectriques du matériau ferrite sont rappelées dans le deuxième chapitre. Cette étude nous conduit à choisir un matériau de type Ni-Zn-Cu qui semble parfaitement adapté pour les fréquences et la gamme de puissance envisagées pour le composant ICT. Les raisons du choix du pressage isostatique à froid sont ensuite présentées.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse et à l'évaluation de l'impact des paramètres clés des différentes méthodes de mise en œuvre de la technique de pressage isostatique sur les propriétés du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . De nombreux

---


paramètres ont été testés pour conduire au procédé choisi. Les plus importants sont décrits et leurs résultats sont présentés. Il s'agit de l'utilisation de moules souples de pressage, ou de l'utilisation conjointe de moules souples et de moules durs pour ce qui concerne le formage, de la valeur de la pression de compression dans la Presse Isostatique à Froid, des différentes méthodes d'usinage (avant ou après frittage), de la température ainsi que la durée de palier du dit frittage. Ainsi, nous avons montré que pour la méthode de compression isostatique, une diminution de pression de 250 MPa à 150 MPa ne conduit à aucun changement des propriétés magnétiques sous faible excitation magnétique. La température et la durée de palier de frittage ont quant à elles des impacts plus importants sur les propriétés magnétiques du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Une température de frittage plus élevée et une durée de frittage plus longue provoquent une augmentation, non seulement de la perméabilité, mais aussi de manière significative des pertes magnétiques du matériau. Il faut plus particulièrement éviter l'effet de distribution multimodale de la microstructure qui conduit à la réduction des performances du matériau  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Un cycle de frittage à 1080°C avec un palier de 2h à cette température présente de meilleures propriétés concernant la perméabilité ( $\mu_s$ ) qui est de l'ordre de 360 à 400, de la polarisation magnétique à saturation, qui vaut environ 320 mT, de la résistivité  $\rho$  de 3,5 k $\Omega$ m dans la gamme de fréquence de 0,1 à 4 MHz ainsi que de faibles pertes totales de l'ordre de 470 mW/cm<sup>3</sup> à 25 mT, 1 MHz et à température ambiante. La comparaison avec d'autres travaux nous indique que ce matériau est adapté pour la réalisation des noyaux magnétiques pour des composants du type ICT.

Les essais en vue de réaliser les composants par « formage » direct via l'utilisation de moules (qu'ils soient souples ou souples/durs) nous ont conduit à des échecs et ceci en dépit de nos efforts. Ceci est principalement dû aux relations complexe et interdépendantes entre l'épaisseur du moule, sa dureté et le facteur de formes de pièces à réaliser. Cette voie a donc dû être abandonnée.

La méthode choisie consiste en l'usinage de la pièce compactée à cru pour former une pièce de géométrie complexe. Plusieurs essais ont été effectués pour évaluer cette méthode. Deux systèmes d'usinage ont été développés pour la mise en forme des noyaux complexes. Un premier système utilisant une scie à fil diamant (ESCIL W3241) offre la possibilité d'un usinage 2D. Un autre système, utilisant un fraisage numérique (machine CHARLY Robot 4U) nous permet de réaliser un usinage 3D conduisant à la mise en forme souhaitée du noyau. Ce système présente la possibilité d'être totalement automatisée et offre une bonne reproductivité. Les noyaux frittés après un usinage de ce type ne révèlent pas de fissures et présentent un retrait homogène suivant toutes ses dimensions.

Le procédé dont les différentes étapes et l'optimisation de ses principaux paramètres ont fait l'objet de ce travail est le suivant : la poudre de ferrite  $\text{Ni}_{0,30}\text{Zn}_{0,57}\text{Cu}_{0,15}\text{Fe}_2\text{O}_4$  est compressée par pressage isostatique à froid sous 250 MPa afin de réaliser une pièce compactée présentant une densité élevée. Ensuite, un dessin numérique correspondant à la forme souhaitée du noyau est transféré au centre d'usinage 3D. Ce fraisage numérique à cru permet de réaliser précisément la mise en forme des pièces compactées avec des formes illimitées. Enfin, la pièce est passée par un cycle thermique à 1080°C pour densifier le noyau magnétique ainsi que structurer le ferrite afin d'avoir les propriétés magnétiques désirées. L'utilisation de la compression isostatique permet non seulement de réaliser l'usinage d'une pièce à cru mais modifie aussi véritablement

---



les propriétés magnétiques du ferrite en ce qui concerne la perméabilité (qui augmente) et, évidemment, les pertes totales (qui diminuent).

Le procédé présenté dans cette thèse, permet donc d'éliminer les limitations liées tant à la nature des poudres céramiques que des formes des matériaux commercialement disponibles. Différents matériaux ferrites pourront être choisis et les formes les plus diverses pourront être réalisées.

Nous avons aussi montré que la maîtrise des principales caractéristiques magnétiques des matériaux pouvait être obtenue grâce à l'utilisation de la méthode de pressage isostatique. Cette maîtrise repose principalement sur l'augmentation de densité du matériau.

L'objectif de notre travail consistait à développer des outils technologiques et des procédés permettant la réalisation de composants de type ICT. Il serait maintenant particulièrement intéressant de tester les composants issus de notre filière à ceux susceptibles d'être réalisés par ailleurs dans des convertisseurs multicellulaires afin de déterminer ceux qui présentent la meilleure réponse au cahier des charges.

L'intérêt de notre approche est que nous pouvons modifier l'ensemble de la « chaîne » de fabrication pour arriver aux propriétés et géométries optimales.

C'est dans ces directions que doivent s'orienter selon nous ces travaux dans le futur.



## ANNEXE 1:

### Setup de mesure sous faibles signaux

La mesure de la perméabilité initiale complexe en fonction de la fréquence est effectuée grâce à un impédance-mètre HP 4194A. La fréquence mesurée est entre 100 Hz et 40 MHz. Des échantillons toriques ont été bobinés par un fil mince puis calibrés par un tore plastique non magnétique.

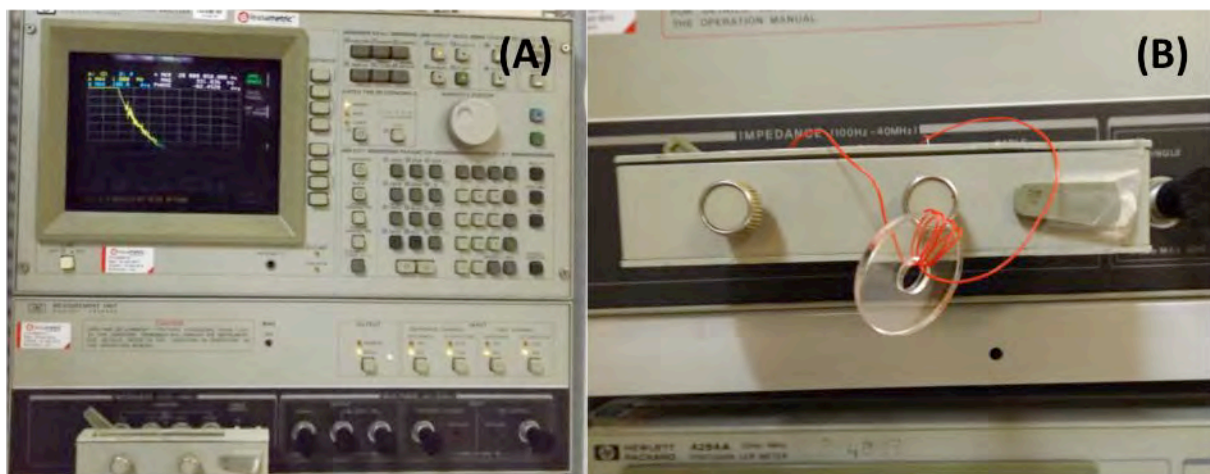


Figure A-1: A, Impédance mètre HP 4194A. B, Noyau non magnétique qui permet la calibration

Cette installation nous permet de mesurer l'impédance en série. Un inducteur de N tours de bobinage est représenté par une combinaison d'une résistance ( $R_s$ ) et d'une réductance ( $j\omega.L_s$ ). Alors elle est exprimée par l'équation ci-dessous :

$$\begin{aligned} Z(\omega) &= j\omega.L = j\omega\mu_0\mu_r^* \left( \frac{N^2 A_e}{l_e} \right) \\ &= j\omega\mu_0(\mu' - j\mu'') \left( \frac{N^2 A_e}{l_e} \right) \\ &= j\omega\mu_0 \left( \frac{\mu_0\mu' N^2 A_e}{l_e} \right) + 2\pi f \left( \frac{\mu_0\mu'' N^2 A_e}{l_e} \right) \\ &= j\omega L_s + R_s \end{aligned}$$

Où :  $R_s$ : résistance en série ;  $L_s$ : Inductance en série; N: Nombre de tours, f: la fréquence

$\mu_0$ : perméabilité de l'air ou du matériau non magnétique, égale constant de  $4\pi.10^{-7}$  H/m

$l_e$ : longueur du cycle magnétique,  $A_e$ : Section du cycle magnétique

A partir des parties réelles et imaginaires et de la perméabilité initiale complexe :

$$\mu'(f) = L_s(f) \left( \frac{l_e}{\mu_0 N^2 A_e} \right)$$

$$\mu''(f) = R_s(f) \left( \frac{l_e}{2\pi f \mu_0 N^2 A_e} \right)$$

Pour un échantillon torique avec des dimensions  $\Phi_{ext}$   $\Phi_{int}$  et une hauteur h en mètre, on peut calculer la section et la longueur du cycle magnétique par :

$$A_e = \frac{\Phi_{ext} - \Phi_{int}}{2} h$$

$$l_e = \frac{\pi(\Phi_{ext} - \Phi_{int})}{\ln \frac{\Phi_{ext}}{\Phi_{int}}}$$

La méthode de calibration par un noyau non magnétique est ensuite comparée à la méthode de mesure basée sur une cellule de mesure 16451A (*HP 16451A magnetic material test fixture*) conçue au LAAS. Cette cellule permet de mesurer des noyaux magnétiques beaucoup plus précisément que l'on caractérise par notre cellule mais avec aucune calibration du noyau non magnétique effectuée.

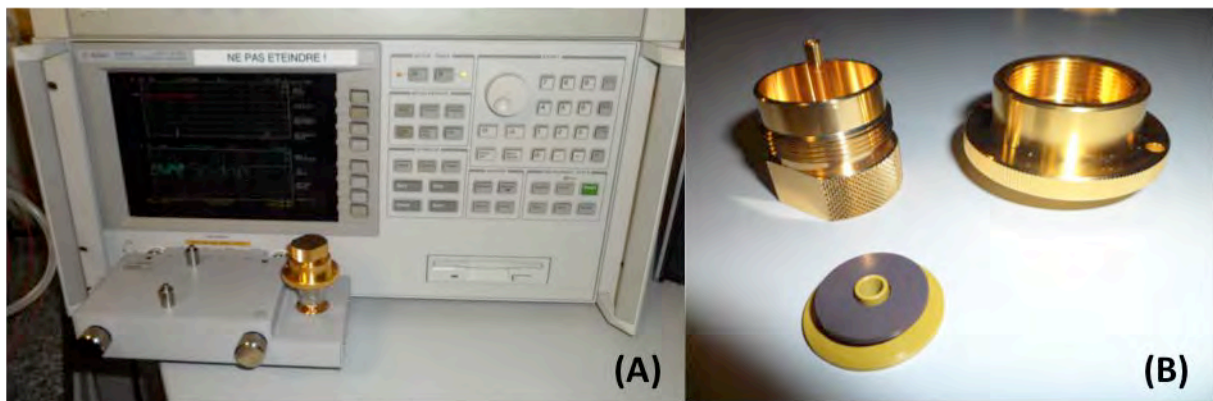


Figure A-2: Equipement de mesure au LASS : A, Impédance mètre Agilent 4194A ; B, Cellule de mesure HP 16451A

Un noyau magnétique de Ni-Zn-Cu fritté 72h a été mesuré par 3 équipements : i, calibration avec la cellule 16451A, ii, une calibration par un noyau non magnétique bobiné à base de cellule simple et iii, une calibration à base de cellule simple par un fil mince sans utilisation le noyau non magnétique. La figure A.3 représente une comparaison entre les 3 systèmes différents de mesures :



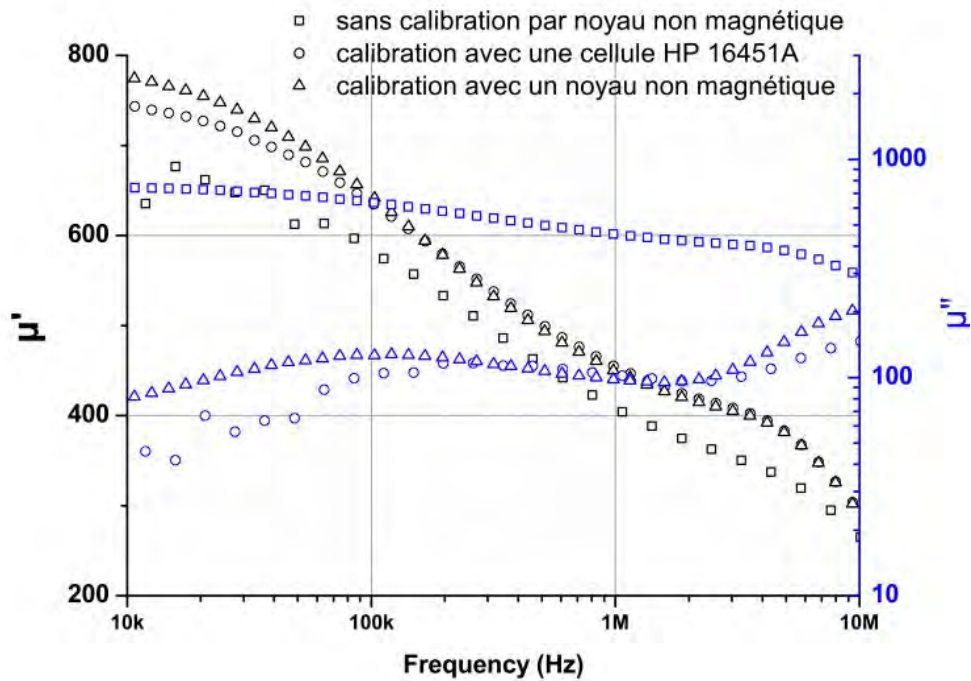


Figure A-3 : Comparaison des trois méthodes de mesures sous faibles signaux

On se trouve que la mesure avec une calibration de l'air (sans d'un noyau amagnétique) montre une perméabilité plus élevé. Spécialement, des pertes magnétiques multipliées 5 fois par rapport des autres méthodes. Alors, une calibration de l'air n'est pas adaptée pour caractériser nos échantillons.

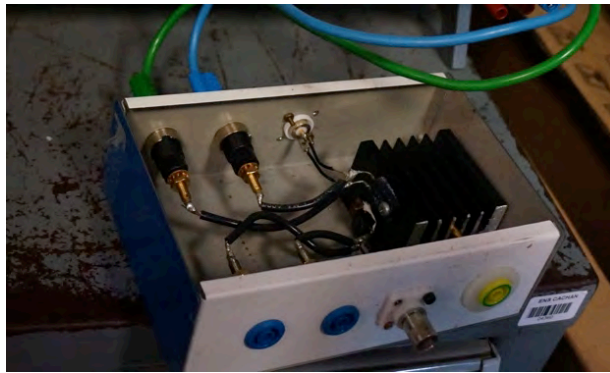
Les deux mesures à base d'une calibration de noyau non magnétique par soit une cellule normale soit une cellule HP 16451A présentent des résultats très proches dans la gamme de fréquence compris de 100 kHz à 5 MHz. Ces résultats nous permettent d'utiliser la méthode de mesure à base d'une calibration par cellule normale avec un noyau amagnétique dans tout le cadre de thèse.

## ANNEXE 2

### Setup de mesure sous des grands signaux

La méthode de mesure sous grands signaux a été présentée au chapitre 3. Dans cette annexe, on présente le setup de ces mesures. Des échantillons sont toujours réalisés en forme disque par une compression soit uniaxiale soit isostatique. Pour cela, l'échantillon est bobiné de  $N_1$  spires par un fil mince, auquel on applique une tension sinusoïdale  $U = U_0 \cdot I_0 \cdot \cos(\omega t)$ . Un autre fil mince bobiné de  $N_2$  spires nous permet de mesurer le courant.

L'échantillon est mis en place sur un bac de mesure développé. Nous plaçons l'échantillon torique en série avec une résistance de 1 Ohm. L'ensemble est nécessairement placé sur un support de refroidissement car la puissance dissipée par l'effet Joule est très importante.



**Figure A-4: Support de mesure avec une résistance de 1 Ohm et le système de refroidissement**

On alimente l'ensemble avec un amplificateur (*Kh Krohn – Hite model 7500*) pouvant injecter un courant alternatif par un générateur (*Hp Hewlett Packard 33120A*).

Des mesures de caractérisations sous grands signaux ont été effectuées pour une fréquence voisine de : 20 kHz, 50 kHz, 100 kHz, 200 kHz, 500 kHz, 1 MHz, 1,5 MHz et 2 MHz. Les données sont ensuite acquises par un oscilloscope (*LeCroy WaveRunner 44Xi*). Le setup de mesure est présenté dans la figure A.5 ci-dessous.

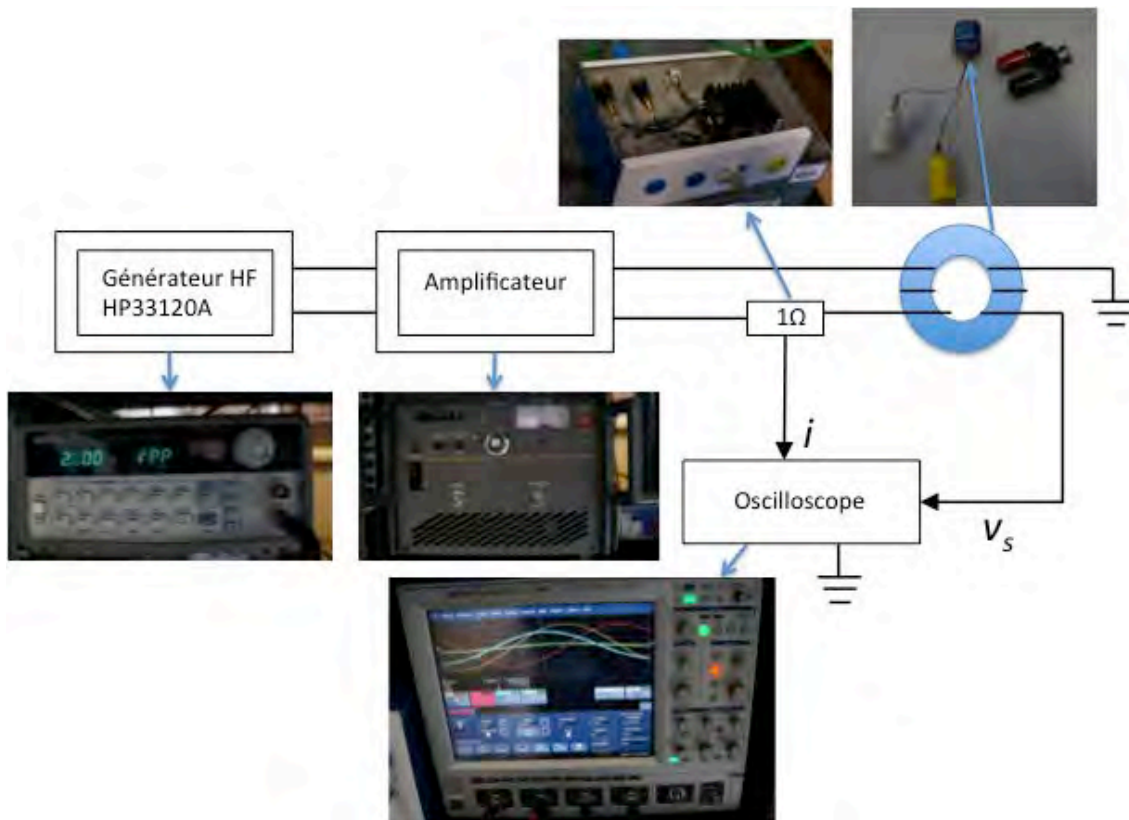


Figure A-5 : Setup de mesure sous grands signaux

On peut mesurer le courant, la tension aux bornes de la résistance de  $1 \Omega$  et la tension totale aux bornes du montage. A partir des données, on peut évaluer  $B$ ,  $H$  et donc calculer des pertes totales et ainsi que l'amplitude de la perméabilité sous grands signaux.

Ce setup nous permet de caractériser des noyaux magnétiques sous un champ magnétique de 25 mT, 50 mT et 100 mT pour des fréquences inférieures de 2 MHz. Pour la fréquence supérieure de 2 MHz, la mesure est limitée de 25 mT en raison de la limite de l'amplificateur.

