Mn-Zn フェライトのアブレシブ摩耗 (第3報)*

—摩耗変質層およびクラック生成層—

三 好 和 寿** 田 中 久 一 郎** 村 山 智 一***

Abrasive Wear of Mn-Zn Ferrite (3rd Report)

—Deformed Crystalline Layers and Surface Cracking—

Kazuhiya MIYOSHI, Kyuichiro TANAKA, Tomokazu MURAYAMA

Wear experiments were conducted with single and polycrystalline ferrites sliding on a cast iron disk on which an oil containing abrasives (1000, 4000 and 6000 mesh) was applied. The resulting wear surfaces were examined with electron diffraction, electron microscopy from replica and etching-rate method. Results of the investigation indicate that, for the single and polycrystalline ferrites, the deformed crystalline layers were exhibited by the Raether model in metals. The depth of deformed crystalline layer of ferrite, for the 1000 mesh abrasive of silicon carbide, is 2.5 to 3 μm . It also, for the 4000 mesh or the 6000 mesh abrasives, is 0.8 to 0.9 μm . Surface cracking occurred as a result of sliding. The single crystal ferrites exhibited the same cracking depth as the deformed crystalline layer. The degree of cracking for the polycrystalline ferrites was more than that seen in single crystals. This is due to cracking along the grain boundaries of ferrite. In addition the wear mechanism of ferrite is discussed. Two wear mechanisms were observed. One was brittle fracture such as cleavage and quasi-cleavage on the 1000 mesh abrasives as a result of plowing and rolling of abrasives. The other was deformation in a plastic manner such as micro-cutting on the 4000 or 6000 mesh abrasives.

1. 緒 言

高密度記録を行うビデオテープレコーダ (VTR) などの磁気記録機器では, 加工あるいは使用時に磁気ヘッドに生成される結晶学的な変質層がヘッドの電磁変換特性に重要な影響を及ぼす。筆者らは, すでに VTR において磁気テープとの摩擦によってヘッドのテープ走行面に生成される変質層の構造¹⁾, ならびに変質層と電磁変換特性の劣化との関係²⁾ について明らかにした。さらにラッピングテープによる加工でヘッドのテープ走行面に生成される加工変質層の構造³⁾ についても明らかにしている。しかしながらフェライトが硬ぜい材料であることから, フェライトの変質層をさらに詳しく知るためには, 広範な変形, 破壊形態を伴う遊離砥粒によるフェライトの摩耗における変質層の構造を明らかにすることが必要である。そこで, 本報では砥粒粒度の異なる各種砥粒によるフェライト単結晶と多結晶の摩耗変質層およびクラ

ック生成層を電子回折法, レプリカ電顕法およびエッチング速度法で調べるとともに, 前報まで⁴⁾⁵⁾ において明らかにした摩耗特性や摩耗面の微視的構造などを加味してフェライトの摩耗機構についても考察した。なお, 本研究は研削, 切断加工による粗加工後の大きなクラックや欠けの除去, および仕上加工の前処理としてのフェライトのラッピングにおける変質層およびラッピング機構の解明に有益な情報を提供するものと考えられる。

2. 実験方法

修正輪を有している回転円板形ラッピング装置と類似のビン-円板形摩耗試験機を用い, おもに接触圧力 P_n を 400 g/cm², 砥粒と潤滑油 (オリブ油) との混合液の供給量 Q_F を 3 cm³/min, 潤滑油中の砥粒濃度 C を 27 wt%, 摩擦速度 V_F を 0.5 m/s として実験を行った。使用した砥粒は, GC # 1000, GC # 4000 および GC # 6000 の 3 種である。摩耗実験法, 摩耗量の測定方法, ならびに使用した Mn-Zn フェライト試料の性状と諸寸法は既報⁴⁾ と同様である。実験はすべて室温 (18~28°C) で行った。湿度はほぼ 50~70% の範囲である。摩耗面の変質層およびクラック生成層は, 電子回折法, エッチング速度法, ならびにレプリカ電顕法によって調べた。電子

* 原稿受付 昭和 52 年 2 月 12 日。昭和 47 年度 精機学会 春季大会学術講演会 (昭和 47 年 4 月 5 日) および 昭和 47 年度 精機学会 秋季大会学術講演会 (昭和 47 年 11 月 1 日) にて発表。

** 正 会 員 金沢大学工学部 (金沢市小立野 2-40-20)

*** 正 会 員 東京芝浦電気 (株) (川崎市幸区小向東芝町 1)

回折法では $50 \pm 1^\circ\text{C}$ の 50% 塩酸水溶液でエッチングすることにより摩耗面の表層を少量ずつ除去して、数種の除去層厚み(エッチング深さ D_e) におけるエッチング面の反射電子回折像を観察した。エッチング速度法では上述のエッチング深さとエッチング速度との関係を調べた。このときエッチング深さは顕微干涉計および触針式の表面粗さ測定機で測定した。エッチング深さは摩耗面の一部をラッカーコーティングしてエッチングした後、コーティング膜を溶剤で取り去り、この部分を基準に測定した。レプリカ電顕法では、摩耗面およびそのエッチング面の観察を行い、主としてクラックおよび下地層特有のおうとつを検出した。レプリカ電顕の観察法は既報⁴⁾と同様である。

3. 実験結果および考察

3.1 摩耗変質層とクラック生成層

まず GC #1000 砥粒を用いてフェライト単結晶の (100) および (111) 面の摩耗実験を行い、摩耗面およびその表面を数次エッチングした面の電子回折像を調べた。それらの電子回折像の代表例を図1に示す。図1は (111) 面について調べた結果であり、摩擦方向は $[1\bar{1}0]$ 方位である。摩耗面の電子回折像は鮮明なデバイ環であり、表面が多結晶化(微細結晶化)していることがわかる。0.9 μm および 1.4 μm 深さのエッチング面では回折斑点が現れるが、回折斑点は入射ビームを中心とした同心円の円周方向に流れる傾向にあるブロードな斑点である。したがって 0.9 μm あるいは 1.4 μm 深さ付近の層はモザイク状の結晶層であり、摩耗面のごく表層と同様にこの領域においても副結晶が形成されているものと考えられる。1.9 μm および 2.5 μm の深さでは鮮明な回折斑点が認められるが、3.0 μm の深さでは菊池線が現れている。これから、3.0 μm 深さ以上では下地つまり完全結晶層と考えてよい。一方、

図1 GC #1000 砥粒による単結晶の摩耗面およびそのエッチング面の電子回折像

摩耗面およびその数次のエッチング面のレプリカ電顕観察も行った。摩耗面は既報⁴⁾で詳細に説明したとおり、大部分がへき開摩耗面、擬へき開摩耗面および多数の微小クラックが存在する密集微小破壊摩耗面であり、一部に塑性的な引っかき条痕も存在する面であった。以上の事実から GC #1000 砥粒による単結晶の摩耗面のごく表層は塑性流動およびクラック生成によって微細結晶化された層である。摩耗面の表層をエッチングによって 0.9 μm 、1.4 μm および 1.9 μm 除去した面の電顕観察から、へき開摩耗面あるいは擬へき開摩耗面のエッチング部にはエッチピットが形成されているが、微小クラックの存在は著しく少ないことがわかった。しかしながら密集微小破壊摩耗面のエッチング部には多数の微小クラックが

$D_e=3.0\ \mu\text{m}$, (111) 面 $[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位, GC #1000, $P_n=400\ \text{g/cm}^2$, $V_F=0.5\ \text{m/s}$, $C=27\%$, オリーブ油

図2 GC #1000 砥粒による摩耗面をエッチングした面 (下地層)

みられたことから, この部分では摩耗面から内部に微小クラックが進展しているものと考えられる. 微小クラックは内部にはいるに従って小さくなり, 数も減少するが, 少なくとも表面から $1.9\ \mu\text{m}$ 深さまでかなり高密度に存在することが確認された. $2.5\ \mu\text{m}$ あるいは $3.0\ \mu\text{m}$ の深さでは, クラックはほとんどみられず, 図2に示しているような下地固有のおうとつの形成がはじまる. 図2の固有なおうとつはエッチング深さが大きくなるほど特徴的な幾何学模様になる. 摩耗面からこの下地層までの深さは図1に示した電子回折像の結果から推定された摩耗変質層の深さとほぼ等しくなるが, これは興味ある事実である. なおフェライト単結晶(100)面の場合も, 変質層の構造および深さは上述の(111)面の場合とほぼ同様であった. 次に GC #1000 砥粒によるフェライト多結晶の摩耗面およびその数次のエッチング面の電子回折像を調べた. その結果を図3に示す. 摩耗面では鮮明なデバイ環がみられ, 摩耗面は結晶が著しく微細化していることがわかる. $1.9\ \mu\text{m}$ 深さのエッチング面では入射電子ビームを中心とした同心円のほぼ円周方向に並んだような微小な回折斑点がみられる. このエッチング面を電顕で観察したところ, 結晶粒内および粒界に多数のクラックが存在していた. $2.5\ \mu\text{m}$ 深さのエッチング面では微小な回折斑点は散乱しており, 結晶にはまだ塑性的なひずみがある. $2.8\ \mu\text{m}$ や $2.9\ \mu\text{m}$ 深さでは菊池線も明らかにみられるので, この深さではほぼ下地層が現れる. レプリカ電顕観察からも $2.8\ \mu\text{m}$ あるいは $2.9\ \mu\text{m}$ の深さでは前出の図2に類似した下地を表すおうとつの存在が確認された. しかしながら, この $2.9\ \mu\text{m}$ 深さの

多結晶, GC #1000, $P_n=400\ \text{g/cm}^2$, $V_F=0.5\ \text{m/s}$, $C=27\%$, オリーブ油, 加速電圧: 100 kV

図3 GC #1000 砥粒による多結晶の摩耗面およびそのエッチング面の電子回折像

図4 エッチング速度とエッチング深さとの関係

エッチング面においては結晶粒界のごく一部にクラックが存在することも確かめられた. これは, 単結晶の場合

と異なり、多結晶では粒界で発生、伝ばするクラックが摩耗面から下地層までかなり広い領域にわたって存在することを示していると考ええる。

さらにフェライト単結晶と多結晶における GC #1000 砥粒による摩耗変質層をエッチング法で調べた。その結果を図4に示す。これから単結晶の変質層深さは、(100) 面で約 $2.5 \sim 3.0 \mu\text{m}$ であり、(111) 面で約 $2.5 \mu\text{m}$ であることがわかる。これらの値は上述の電子回折法およびレプリカ電顕法で求めた変質層深さとはかなり一致している。一方、多結晶の場合図4に示している測定点の数が少ないためにエッチング速度法からは変質層深さについて明らかなことはいえないが、変質層深さは単結晶のそれより深くなっているように見える。しかし、これは粒界あるいは粒界クラックの存在する部分が選択的にエッチングされることに基づくものであり、多結晶の変質層をエッチング速度法で調べるのは不適当であると考ええる。

GC #4000 砥粒を用いて フェライト単結晶 (100) 面の摩耗実験を行った場合の摩耗面及びその表面をエッチングした面の代表的な電子回折像を図5に示している。摩耗面の電子回折像は鮮明なデバイ環であり、表面が多結晶化していることがわかる。 $0.36 \mu\text{m}$ 深さのエッチング面で回折斑点が現れているが、これは円周方向に流れたブロードな斑点である。 $0.54 \mu\text{m}$ の深さでは明らかな回折斑点が現れており、約 $0.9 \mu\text{m}$ の深さまでほぼ同様な回折模様が得られた。 $0.94 \mu\text{m}$ の深さでは菊池線が現れている。したがって、この深さ以上では下地つまり完全結晶層である。次に摩耗面およびその数次のエッチング面のレプリカ電顕観察を行った。その結果、摩耗面は塑性的な引っかかり条痕および押込み痕で形成されており、摩耗面から $0.54 \mu\text{m}$ の深さのエッチング面においても微小クラックの存在が確かめられた。回折像に菊池線が現れる $0.9 \mu\text{m}$ 深さのエッチング

図5 GC #4000 砥粒による単結晶の摩耗面およびそのエッチング面の電子回折像

面ではクラックは存在せず、下地を示す固有なおうとつの形成がみられた。摩耗面から下地層までの深さは図5に示した電子回折像の結果から推定された摩耗変質層の深さとほぼ等しい。なお、GC #4000 砥粒による単結晶の (111) 面および多結晶についても、上述の (100) 面の場合と同様に調べたが変質層の構造と深さは (100) 面の場合と著しく類似していた。変質層の深さは (111) 面で約 $0.85 \mu\text{m}$ であり、多結晶で約 $0.9 \mu\text{m}$ であった。微小クラックは、(111) 面の場合は上述の (100) 面とほぼ同様に約 $0.6 \mu\text{m}$ 深さのエッチング面において観察されたが、約 $0.85 \mu\text{m}$ 深さの下地層ではほとんど観察されなかった。しかし、多結晶では図6に示しているように約 $1.0 \mu\text{m}$ 深さのエッチング面においても粒界でクラックがみられた。したがって、GC #4000 による多結晶の摩耗面では、上述の GC #1000 砥粒による場合と同様に、

$D_a = 1 \mu\text{m}$

図6 GC #4000 砥粒による多結晶の摩耗面をエッチングした面

図7 摩耗面の変質層の構造

粒界で発生, 伝ばするクラックが摩耗面から下地層までかなり広い領域にわたって存在する。

GC #6000 砥粒を用いてフェライト単結晶および多結晶の摩耗実験を行った場合の摩耗変質層について電子回

表1 フェライト単結晶および多結晶の比摩耗量

結 晶 面 (摩擦面)		結晶方位 (摩擦方向)	比摩耗量 W_s (mm ³ /kg·mm)		
			GC # 1000 ($D_a=14.6 \mu\text{m}$)	GC # 4000 ($D_a=3.8 \mu\text{m}$)	GC # 6000 ($D_a=2.3 \mu\text{m}$)
単	(100)	$\begin{bmatrix} \bar{1}10 \\ \bar{0}11 \end{bmatrix}$	5.8×10^{-5}	—	—
			4.0×10^{-5}	4.1×10^{-7}	3.8×10^{-7}
結 晶	(110)	$\begin{bmatrix} \bar{1}10 \\ \bar{0}01 \end{bmatrix}$	6.0×10^{-5}	—	—
			5.9×10^{-5}	5.1×10^{-7}	3.2×10^{-7}
	(111)	$\begin{bmatrix} \bar{1}10 \\ \bar{1}1\bar{2} \end{bmatrix}$	7.9×10^{-5}	5.6×10^{-7}	2.7×10^{-7}
			8.6×10^{-5}	—	—
	(211)	$\begin{bmatrix} \bar{0}11 \\ \bar{1}11 \end{bmatrix}$	7.7×10^{-5}	3.0×10^{-7}	2.5×10^{-7}
			8.9×10^{-5}	—	—
多 結 晶		—	9.3×10^{-5}	5.9×10^{-7}	4.5×10^{-7}

ただし, D_a : 砥粒の平均粒径

実験条件: $P_n = 400 \text{ g/cm}^2$, $C = 27\%$, $V_f = 0.5 \text{ m/s}$, オリーブ油使用

折法およびレプリカ電顕法で調べた。その結果, 摩耗面は塑性的な引っかかり条痕および押込み痕で形成されており, 摩耗面の数次のエッチング面の電子回折像と微視的様相は GC #4000 の場合とあまり大きな差がないことがわかった。

以上, 図1, 図3と図5に例示したような電子回折像をもとにして変質層の構成要素と各層の形成領域を整理して表すと図7のようになる。ここで d は摩耗面からの深さを表している。また表1には各種砥粒によるフェライトの比摩耗量と平均砥粒粒径の値も示している。図7と表1から, 変質層の深さおよび比摩耗量は砥粒粒径に依存し, 砥粒粒径が大きい場合に結晶面による差異が著しくなる傾向があることがわかる。変質層の深さは, GC #1000 砥粒による摩耗面で約 $2.5 \sim 3.2 \mu\text{m}$ であり, GC #4000 砥粒による摩耗面で約 $0.8 \sim 0.9 \mu\text{m}$, GC #6000 砥粒による摩耗面で約 $0.8 \mu\text{m}$ である。GC #1000 砥粒の平均砥粒粒径は GC #4000 砥粒のその約3~4倍であり, GC #1000 砥粒による摩耗変質層の深さも GC #4000 砥粒による変質層深さの約3~4倍である。すなわち砥粒粒径の比と変質層深さの比はほぼ一致するようである。これは, GC #1000 と GC #4000 砥粒の場合の比摩耗量では2けた程度の違いがみられることに対して著しく異なっている点であり, 注目される事実と考える。GC #4000 と GC #6000 砥粒による摩耗面の変質層深さおよび比摩耗量はあまり差がない。

3.2 摩耗機構

摩耗過程における砥粒の挙動と砥粒の作用を調べる一実験として, C #4000 砥粒によって湿式ラップ加工したフェライト試料面(仕上面の表面粗さ R_{max} は約 $0.2 \mu\text{m}$ である)に対して C #1000 砥粒による短距離の摩耗実験

(a) 擬へき開摩耗面

(b) 塑性的な引っかき条痕

(100) 面 $[1\bar{1}0]$ 方位, GC # 1000, $P_n = 100 \text{ g/cm}^2$,
 $V_F = 0.1 \text{ m/s}$, $C = 27\%$, オリーブ油

図8 ぜい性破壊による摩耗痕と塑性的な摩耗痕

を行い、その摩耗面を観察した。摩擦距離は $C \# 1000$ 砥粒による摩耗痕どうしの合体を避けるために、接触圧力が 100 g/cm^2 の場合 2 m 、 P_n が 1000 g/cm^2 の場合 0.4 m とした。走査電顕観察では、1 個の転動した砥粒の押し込み作用で生成された一列に並んだ多数の摩耗痕がみられ、また砥粒の押し込みと引っかき作用によって生成された摩耗痕もみられた。これらの摩耗痕は方向性を持っており、一般に摩擦方向に対して細長く伸びていた。これは摩耗に関与する砥粒が転動することに基因する。図8に短距離摩耗における摩耗面の電顕写真を示す。図8(a)では擬へき開破壊した摩耗痕がみられ、破面の周囲にはクラックが進展、拡大している。破面内には多数の微小クラックもみられる。図8(b)は砥粒の押し込みと転動作用によって生成された塑性的な変形をした摩耗痕である。図8に示した摩耗痕以外にへき開破壊した摩耗痕も短距離の摩耗実験で確認された。

しかし、前節までに示した長距離の摩耗実験では、砥粒粒径が大きい GC # 1000 砥粒によるフェライト単結晶の摩耗は主として砥粒の押し込みと引っかき作用によって

生じるへき開破壊や擬へき開破壊などのぜい性破壊に基づいており、図8(b)にみられるような塑性的な変形の摩耗への寄与はきわめて小さい。なおこの場合、フェライトの比摩耗量は $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{kg} \cdot \text{mm}$ のオーダー⁴⁾である。粒径の小さい GC # 4000 と # 6000 砥粒による摩耗は、主として塑性的な変形と微小なぜい性破壊によって生じ、比摩耗量は $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{kg} \cdot \text{mm}$ のオーダー⁴⁾である。フェライト多結晶の摩耗機構は単結晶の場合とあまり差異はないが、摩耗過程で粒界破壊を生ずるのが大きな特徴である。これは、多結晶の摩耗が単結晶のそれより大きかった主要原因でもある。

4. 結 論

フェライトの摩耗変質層およびクラック生成層を調べるとともに、摩耗機構について検討し、次の結果を得た。

- (1) フェライト単結晶および多結晶の摩耗変質層は Raether 模型で表され、表面から順に多結晶層（微細結晶層）、モザイク層（繊維組織も含む）および有ひずみ層で構成されている。変質層の深さは GC # 1000 砥粒による摩耗面では約 $2.5 \sim 3.2 \mu\text{m}$ であり、GC # 4000 による摩耗面では $0.8 \sim 0.9 \mu\text{m}$ 、GC # 6000 では約 $0.8 \mu\text{m}$ である。
- (2) クラックは、単結晶の場合摩耗変質層と同じ深さまで生成されている。多結晶の場合、下地層まで侵入しているクラックもみられる。これは結晶粒界でのクラックの発生と伝ばが容易であることに基づいている。
- (3) フェライトのアブレシブ摩耗機構は二つに大別できる。一つは砥粒粒径が大きい場合（# 1000）にみられ、摩耗は主として砥粒の押し込みと転動作用によって生じるフェライトのへき開と擬へき開破壊に基づいている。他の一つは砥粒粒径が小さい場合（# 4000 と # 6000）にみられ、摩耗は主として塑性的な変形と微小なぜい性破壊に基因している。

終わりにあたり、本研究にご援助をたまわった東京芝浦電気(株)生産技術研究所の小林昭所長、高沢孝哉博士ならびに精密加工研究所の保科直美所長に深く感謝します。また実験に協力された吉田政義、山本潤、中島和美の諸君に対し厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 田中久一郎、三好和寿、荒木洋道、村山智一：ビデオヘッドと磁気テープとの摩擦と摩耗（第2報）、精密機械、**40**, 8 (1974) 651.
- 2) 田中久一郎、三好和寿、村山智一：ビデオヘッドと磁気テープとの摩擦と摩耗（第3報）、精密機械、**40**, 9 (1974) 785.
- 3) 田中久一郎、三好和寿、不破良雄、村山智一：ビデオヘッドと磁気テープとの摩擦と摩耗（第4報）、昭和48年度精機学会秋季大会学術講演会前刷（1973）177.
- 4) 田中久一郎、三好和寿、広瀬敏之、村山智一：Mn-Zn フェライトのアブレシブ摩耗（第1報）、精密機械、**41**, 9 (1975) 896.
- 5) 三好和寿、田中久一郎、村山智一：Mn-Zn フェライトのアブレシブ摩耗（第2報）、精密機械、**43**, 4 (1976) 483.