フェライト材のメカノケミカルポリッシング

(第1報)*

——加工液、定盤材質及び加工機構について——

落 合 雄 二** 荒 川 紀 義***

Mechano-chemical Polishing of Ferrite (1st Report)
—The Effects of Polishing Fluid and Material of Polishing Plates—

Yuuji OCHIAI and Noriyoshi ARAKAWA

This paper presents some experimental results on mechano-chemical polishing of ferrite, and suggestion on the mechanism of mechano-chemical polishing. Such elastic polishing plates as synthetic leather is popularly used with an alkaline polishing fluid in the mechano-chemical polishing of semiconductive materials. In this paper, however, polishing plates made by either tin or lead are used with chemically active polishing fluid to ferrite. Electro-chemical action is added to mechanical polishing for the sake of composing the local cell between a polishing plate and a workpiece. Electro-chemical action not only increases stock removal rate twice or more, but also reduces the surface damaged layer of workpieces a quarter or less in comparison with those in mechanical polishing process.

Key words: mechano-chemical polishing, electro-chemical action, stock removal rate, local cell, surface damaged layer

1. 緒 言

計算機用磁気ヘッド、VTR用磁気ヘッド材料としてフェライトが多く用いられている。このフェライト磁気ヘッドの加工には固定砥粒による切断加工、研削加工および遊離砥粒によるラッピング加工、ポリッシング加工などいわゆる砥粒加工が主に採用されている。

フェライト材料の機械的性質は硬く、かつもろいので、砥粒加工工程ではマイクロクラックやチップング、加工変質層が生成されやすく、磁気特性に悪い影響を及ぼすことが知られている¹⁾²⁾。遊離砥粒加工によって生成される加工変質層を少なくするには、工具材質(ポリシャ)を軟らかくし、作用砥粒数を多くし砥粒1個あたりに加わる力を小さくするか、砥粒の粒度を細かくすればよい³⁾。しかし、これらの方法では加工変質層の低減は図れても、加工能率が低下し、生産性に支障をきたす。加工能率は一定レベルに保ちつつ加工変

質層の低減を図る加工法としてメカノケミカルポリッシング法がある。これには加工液による化学作用を主とした湿式法⁴⁾と、砥粒との固相反応を利用する乾式法⁵⁾とに大別できる。このうち乾式法は固相反応が起きるサファイア等の材質に限定されており、フェライトには適用できないと考える。一方、湿式法はSi等の半導体材料に対し広く実用化されているもので、通常人造皮革等の弾性ポリシャを工具材質として使用している。本報では、加工対象をフェライト材料とし、工具材質には金属材を用いたメカノケミカルポリッシング法について検討した。これは、工具材質に金属材を用いることにより、供試材と工具と加工液の3者で局部電池を形成し、電気化学的作用を重畳させることをねらったものである。この結果、加工能率の向上と加工変質層の低減が図れたので、以下報告する。

2. 実験方法

2.1 実験装置および方法

メカノケミカルポリッシング(以下MCPと略す)実験のため試作した回転式ラップ盤の概観を図1に示す。電動機の回転はベルト駆動により加工装置の主軸を回転させる。主軸上部には歯車をつけた定盤保持板を設

* 原稿受付 昭和62年3月28日、昭和55年度精機学会春季大会学術講演会(昭和55年3月30日)および昭和58年度精機学会春季大会学術講演会(昭和58年3月27日)にて発表

** 正 会 員 (株)日立製作所(横浜市戸塚区吉田町292)

*** 正 会 員 (株)日立製作所(小田原市国府津2880)

Fig. 1 Experimental apparatus for mechano-chemical polishing

け、この上にポリッシング定盤を取り付ける。ポリッシング定盤は直径 300 mm で、その回転数は 0~300 rpm の範囲で可変である。定盤形状を修正するリングは外径 130 mm で定盤保持板の歯車により強制回転させる。修正リングには 3 個の試料ホルダを挿入できる。加工試料は試料ホルダの先端に接着材で貼り付け、コイルばね（図示せず）で負荷する。

供試材料は、寸法 5×3 (mm) (厚さ 1 mm) の Mn-Zn 系単結晶フェライトで加工面は (211) 面である。前加工面は、表面粗さ $0.02 \mu\text{m}R_{\text{max}}$ 以内、加工変質層 $0.1 \mu\text{m}$ 以下のものを用いた。

実験には各種加工液の影響をみるために、供試材料に対しエッチング効果のある塩酸液、エッチング効果の少ない水酸化ナトリウム溶液および従来のポリッシング加工に用いる蒸留水につき行った。定盤材質として、鋳鉄、銅、すず、鉛などの金属材料を選んだ。砥粒には GC # 8 000 と表示粒径 $0.5 \mu\text{m}$ のアルミナを用いた。図 2、図 3 にそれぞれの電子顕微鏡により測定した粒度分布及び観察写真を示す。砥粒濃度は 5 wt% とし供給量は 5 cc/30 s と間欠的に供給し、加工時間 30 min とした。各実験は 3 回ずつ行った。

2.2 測定方法

加工量の測定は電気マイクロメータ（最小目盛 $0.01 \mu\text{m}$ ）および直示天びん

（最小目盛 0.01 mg ）で行い、表面粗さ、エッチング段差は、触針式段差測定器タリステップ I（最高倍率 1×10^6 ）で測定した。

加工変質層の測定は電子線回折法によった。すなわち加工した試料を 30°C 、6 規定塩酸で少量ずつエッチングを行い、そのエッチング面における電子線回折像（加速電圧 50 keV）を観察することを繰り返し、ラウエ斑点像が鮮明にあらわれるエッチング量をもって加工変質層深さとした。

3. 実験結果および検討

3.1 加工液の影響

図 4 は、砥粒として GC # 8 000 およびアルミナ $0.5 \mu\text{m}$ 径を用い、定盤材質として鉛を用いた場合の加工液が、加工変質層深さ、加工能率および表面粗さに及ぼす影響を調べたものである。加工液には、5% 塩酸、5% 水酸化ナトリウム及

Fig. 2 Distribution of particle size

 (a) Al_2O_3 $0.5 \mu\text{m}$

(b) GC#8000

Fig. 3 Electron micrographs of abrasives

Fig. 4 Characteristics of polishing fluids

び蒸留水を用いた。

加工面の表面粗さは加工液の種類によってはほとんど変わらない。GC #8000 砥粒を用いた場合の表面粗さ $0.017 \sim 0.022 \mu\text{m}R_{\text{max}}$ に対し、アルミナ $0.5 \mu\text{m}$ 砥粒を用いた場合 $0.01 \sim 0.017 \mu\text{m}R_{\text{max}}$ であり、砥粒の種類の影響が大きくあらわれている。電子顕微鏡による粒度分布の測定(図2)ではGC #8000, アルミナ $0.5 \mu\text{m}$ とともに個数百分率の最大値はともに $0.3 \mu\text{m}$ であるのに対し、最大粒径はGC #8000で $15 \mu\text{m}$, アルミナ $0.5 \mu\text{m}$ では $2 \mu\text{m}$ となっており、上述の結果は最大粒径の違いによるものと思われる。すなわち作用砥粒径は最大粒径近傍の粒径であると考えられる。

加工能率について比較すると、蒸留水、水酸化ナトリウムではほとんど差が無いのに対して、塩酸液では蒸留水の場合の約4~5倍の能率で加工されており顕著な差を示す。

3.2 定盤材質の影響

図5は砥粒としてアルミナ $0.5 \mu\text{m}$ 径のものをを用い、加工液として蒸留水と5%塩酸を用いた場合に、定盤材質が加工変質層、加工速度、表面粗さに及ぼす影響を調べたものである。定盤材質として铸铁、銅、すず、鉛の4種類を用いた。

加工変質層については塩酸液と鉛定盤の組合せの場

Fig. 5 Characteristics of materials for polishing plates

合に最も少なく $0.01 \mu\text{m}$ 以下、また铸铁定盤を除いた他の定盤では塩酸液を用いた場合、加工変質層が蒸留水を用いた場合の半分以下と少なくなっており、MCPの効果があらわれていると考えられる。铸铁定盤では、塩酸液、蒸留水の場合とも定盤表面に酸化膜を形成し、酸化膜が加工変質層に悪い影響を及ぼしているものとする。加工速度については、いずれの金属定盤を用いても塩酸液を用いたMCP法が、蒸留水を用いたメカニカルポリッシング(以下MP法)に比べ2~3倍向上している。表面粗さについては、鉛およびすずを用いた場合に良好で、 $0.015 \mu\text{m}R_{\text{max}}$ である。また塩酸液を用いた場合と蒸留水を用いた場合を比較すると、鉛定盤を除いた定盤では、塩酸液を用いた方が表面粗さは良い。図6に各種定盤材質に対する5%塩酸液で加工した場合の仕上面の顕微鏡写真を示す。(a)は铸铁定盤の場合でスクラッチが多い。(b)は銅定盤の場合でスクラッチおよび写真では分りにくいが、銅の付着が一部認められる。(c),(d)図は鉛およびすずの場合で深いスクラッチは認められない。

以上の結果から、Mn-Zn系単結晶フェライト材に対するMCP液として塩酸、定盤材質としてすずまた

Fig. 6 Micrographs of finished surface with various polishing plates

は鉛，使用する砥粒はアルミナ $0.5\mu\text{m}$ が良好であるといえる。この条件で加工することにより，従来の MP 法に比べ加工速度は 2～3 倍向上し，加工変質層は約 1/4 に低減する。

3.3 加工機構

3.3.1 加工機構の推定

3.2 項において，Mn-Zn 系単結晶フェライトを加工液として蒸留水 (MP 法) および 5% 塩酸 (MCP 法) の条件で加工した場合，後者は前者に比べ加工速度は 2 倍以上向上し，加工変質層は 1/4 以下に低減する結果が得られた。図 7 に示すように 40°C 5% 塩酸液で，Mn-Zn 系単結晶フェライト材を化学エッチングした場合，エッチング速度が $0.06\mu\text{m/h}$ と図 5 に示した加工速度に対して $1/1000$ 以下である。したがって上述の結果，MCP 加工における加工速度は，砥粒による機械的加工とエッチングによる化学的加工との単純な和と考えることはできないことを示している。そこで，この加工機構

Fig. 7 Characteristics of chemical etching rate for Mn-Zn ferrite (211) surface

は金属定盤，MCP 液，供試材料の 3 者で局部電池が形成され，電気化学的反応が促進されるものとする。すなわち，MCP 加工時において定盤，砥粒，MCP 液，供試材料は，図 8 に示すような状態にある。これは図 8 (b) に示す等価回路で考えることができる。このとき，金属定盤極（すず）では

の反応が起こり，金属は溶解するとともに電子を放出する。この電子は MCP 液を媒体にして供試材料（主成分 Fe_2O_3 ）極に流れて，次式の反応が起こり，磁性材料の電気化学的溶解が促進される。

この電気化学的加工が加工能率を高め，加工変質層深さを低減させているものとする。すなわち，本報告

Fig. 8 Mechanism of mechano-chemical polishing

Fig. 9 Compared with electro-chemical etching built up a local cell and chemical etching

で示す MCP 法は、機械的加工と化学的加工に電気化学的加工が付加した複合加工法であると考えられる。

3.3.2 局部電池形成による加工実験

図 9 (a) は、Mn-Zn 系単結晶フェライト材と定盤材(すず)を 5% 塩酸液中に浸し、局部電池を形成させた電気化学的加工と単なる化学的加工(エッチング加工)のエッチング速度(加工速度)を比較した結果を示す。40 $^{\circ}\text{C}$ における電気化学的加工の加工速度は 0.17 $\mu\text{m}/\text{min}$ であり、化学的加工の場合(5% 塩酸で 0.06 $\mu\text{m}/\text{h}$, 図 7 参照)に比べ約 170 倍、17.5% 塩酸(6NHCl)液の場合と比較しても約 14 倍速く、局部電池形成による電気化学的加工が促進されているといえる。図 9 (b) は、各種定盤材を用い 5% 塩酸、40 $^{\circ}\text{C}$ における電気化学的加工のエッチング速度を示す。化学的加工の場合に比べ 80~150 倍エッチング速度は向上する。図 10 に電気化学的加工法により加工した面の金属顕微鏡写真を示す(定盤材はすず)。前加工における潜傷によるスクラッチ痕が認められ、表面粗さは 0.15 $\mu\text{mR}_{\text{max}}$ と劣化している。

図 11 は 5% 塩酸液で液温 40 $^{\circ}\text{C}$ とし、図 9 に示す局

Fig. 10 Micrograph of Mn-Zn ferrite (211) surface finished by electro-chemical etching

Fig. 11 Characteristics of etching rate for electro-chemical etching built up a local cell

部電池を形成せしめた電気化学的加工におけるエッチング時間に対するエッチング速度を調べた結果である。エッチングの初期においてエッチング速度は速く、時間が経過するにつれてエッチング速度は遅くなる。

供試材の表面は、砥粒による引っかき痕が残留し、表面層はひずみエネルギーが高く、化学的に活性化され、加工速度は速い。加工が進むにつれ、活性化された面が除かれる一方、液中の Fe^{++} イオン濃度が増し、エッチング速度は遅くなる。MCP 法においては古い液や切粉は排除され、常に新しい液と砥粒が供給される状態で砥粒による作用と電気化学的作用が交互あるいは同時に進行しているものと考えられる。図 11 において X 印は塩酸液のよどみによる影響を避けるため超音波振動を付加した時の値であり、15% エッチング速度が増加している。新液が供給され、砥粒による損傷が残っている加工初期においては、図 11 より 1~1.5 $\mu\text{m}/\text{min}$ のエッチング速度があるものと推定される。この値は MCP 加工と MP 加工の加工速度差にほぼ等しい値である。

3.3.3 無砥粒 MCP 加工

図 12 は、切削後のすず定盤上に砥粒を含まない加工液を供給し 10 min 間加工した無砥粒 MCP 加工での

Fig. 12 Characteristics of frictional electro-chemical polishing

Fig. 13 Surface roughness of frictional electro-chemical polishing measured by Talystep

加工結果である。すず定盤上に0~5%塩酸液を供給し、供試材料に570 kPaの圧力をかけ30 m/minの速度でしゅう動させ、5%塩酸では、0.2 μm/minの加工能率があることを示す。この5%塩酸での加工面の表面粗さを図13に示し、加工面の電子線回折像を図14に示す。表面粗さは0.02 μmR_{max}以内であり、電気化学的加工面(0.15 μmR_{max})より良く、加工面の電子線回折像には明りょうな菊池線が認められ、加工変質層がないことがわかる。電気化学的加工面の表面粗さより無砥粒MCP加工面の方が良いのは、前者の場合、前加工の引っかき傷などの影響を受け場所によりエッチング速度は異なり、表面粗さが劣化するのに対し、後者では突出部ほど定盤に近接し、かつ高圧力状態となり、電気化学的加工が進行し突出部の加工能率が早く、平坦化が促進されるためと考える。

4. 結 言

Mn-Zn系単結晶フェライトを加工対象とし、メカノケミカルポリッシング法(MCP法)の検討をした。加工液の種類、定盤材質の影響につき調べ、以下の結果を得た。

- (1) Mn-Zn系単結晶フェライト材に対するメカノケミカルポリッシング液としては塩酸液が良く、水酸化ナトリウム液はほとんど効果がない。従来の

Fig. 14 Electron diffraction pattern of Mn-Zn ferrite (211) surface finished by frictional electro-chemical polishing

メカニカルポリッシング液(MP液)としての水に比べ、塩酸液を用いたMCP液では、加工変質層の低減、加工能率の向上が図れる。

- (2) MCP加工用の定盤としてすずや鉛は、加工能率の向上、加工変質層の低減が図れる。
- (3) MCP加工では、従来のMP加工に比べ、加工能率は2倍以上向上し、加工変質層は1/4以下に低減できる。
- (4) MCP加工機構は、従来のMP加工と、金属定盤、MCP液、加工材料の3者で局部電池を構成して磁性材料の溶解反応を促進させる電気化学加工との複合加工法である。後者が加工能率を向上させ、かつ加工変質層を低減させている。以上述べたごとく本加工法は、MCP加工と呼ぶよりむしろ、局部電池形成による電気化学的加工が支配的なため、MECP (Mechano-Electro Chemical Polishing) と呼ぶのがふさわしいと考える。

最後に、本研究を遂行するにあたりご示唆、ご助言をいただいた茨城大学川船和義教授、日立製作所小田原工場遠藤光志氏に心から感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 難波義治：録音録画用ヘッドの超精密加工，磁気ヘッド・磁気記録技術総合資料集，総合電子リサーチ（1982）302。
- 2) 木下正治，村山智一：加工されたMn-Zn単結晶フェライトの磁気特性，精密機械，42，3（1976）203。
- 3) 荒川紀義，落合雄二：単結晶フェライトの加工変質層について，昭和49年度精機学会春季大会前刷（1974）335。
- 4) 唐木俊郎，三宅正二郎，渡辺純二：Si単結晶のメカノケミカルポリッシング，昭和52年度精機学会春季大会前刷（1977）634。
- 5) 安永暢男，小原 明，樽見 昇：摩耗における界面固相反応の効果とその精密加工への応用に関する研究，電子技術総合研究所研究報告，776（1977）。