フェライト材のメカノケミカルポリッシング (第3報)*

——多結晶材及び多結晶積層体への適用——

落合雄二** 荒川紀義*** 田村利夫** 榊田正美**

Mechano-chemical Polishing of Ferrite (3rd Report)
—Application to Polycrystal Ferrite and Laminated Polycrystal Ferrite—

Yuuji OCHIAI, Noriyoshi ARAKAWA, Toshio TAMURA and Masami MASUDA

This paper presents some experimental results on the mechano-chemical polishing of bulk polycrystal ferrite as well as polycrystal ferrite laminated with other materials. A polishing plate made of tin is used with a polishing fluid chemically active to ferrite such as hydrochloric acid. Using the mechano-chemical process, the stock removal rate can be increased and the damaged layer of the polycrystal ferrite decreased, in contrast with those in the mechanical polishing process. For laminated ferrite, the micro-steps are substantially formed on the polished surface made of different materials. This feature is utilized for finishing the air bearing surfaces of multi-channel magnetic heads, when an electrochemical action is added to mechanical polishing, in order to compose the local cell between a ferrite and either a polishing plate or a laminated material.

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

1. 緒 言

磁気ヘッドに広く用いられているフェライト材では、砥粒加工で生ずる加工変質層により、磁気特性が影響を受けることがよく知られており¹⁾、磁気記録装置の高性能化を図る上で加工変質層の少ない仕上げ加工法が要求されている。他方、低価格化の要求にこたえるため、高効率な仕上げ加工法の開発が必要である。

筆者ら²⁾³⁾は、単結晶フェライト材を加工対象とし、金属定盤を用いて供試材と工具（定盤）、加工液の3者で局部電池を形成させ、機械的作用に電気化学的作用を重ねさせることにより、加工能率の向上と加工変質層の低減が可能なメカノケミカルポリッシング法（以下MCP法と略す）の加工機構を明らかにし、また加工液の濃度、ポリッシング速度、加工圧力等の加工変質層、加工能率、表面粗さへの影響について実験的に検討し、報告した。

しかし、前報までは、比抵抗が $1\Omega\cdot\text{cm}$ と比較的小さい単結晶フェライトを加工対象にしており、より大きい比抵抗を有する被加工材質に対する局部電池形成の効果については確認されていなかった。

そこで、本報では、単結晶材に比べ比抵抗が2けた高いMn-Zn多結晶フェライト、6けた高いNi-Zn多結晶フェライトを対象に、加工液の濃度、加工圧力等の加工条件の加工変質層、加工能率、表面粗さへの影響について実験検討した結果を報告する。

また、サブミクロンオーダーの微小な間隙をもって磁性媒体上を浮上する多結晶フェライトを含む複数の材質から構成された多チャンネル用磁気ヘッドなどでは、温度・湿度などの使用環境条件を考慮して、構成材間にあらかじめ微小な段差を設けることが要求される場合が多い。そこで、この磁気ヘッドの段差加工に、MCP加工の適用の可能性について検討したので、あわせて以下に報告する。

2. 実験方法

2.1 多結晶フェライト材のMCP加工

実験装置には、前報²⁾と同じ強制駆動式回転ラップ盤を用いた。主な実験条件を表1に示す。供試材は、

* 原稿受付 平成2年4月19日。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）および昭和61年度精密工学会秋季大会学術講演会（昭和61年10月10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）

Table 1 Polishing conditions for ferrite

Abrasive	Al ₂ O ₃ 0.5 μm-5 wt%
Polishing fluid	0-5 wt% HCl, 293 K
Polishing plate	Tin (φ 300×30)
Relative velocity	0.5 m/s
Polishing pressure	0.06-0.57 MPa
Polishing time	30 min
Workpiece	Mn-Zn polycrystal ferrite (MF) Ni-Zn polycrystal ferrite (NF) Mn-Zn single crystal ferrite (SF)

Mn-Zn 多結晶フェライト材 (以下, MF 材と略す), Ni-Zn 多結晶フェライト材 (NF 材), 及び比較のために用いた Mn-Zn 単結晶フェライト材 (SF 材) の 3 種で, 比抵抗はそれぞれ $10^2, 10^6, 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ である。

多結晶フェライト材の加工変質層の測定は, 単結晶材と同様に電子線回折法によった。測定結果の一例を単結晶材の場合と対比して図 1 に示す。加工面は, 多結晶材, 単結晶材ともにハロー像又はデバイリングを示し, 表面をエッチングしてゆくと多結晶材ではデバイリングの中に斑点が現れはじめ (i-b), 単結晶材では, ひずんだラウエ斑点像 (ii-b) が現れる。さらにエッチングし, 母材の状態に近づくにつれ, 多結晶材では細かい斑点がより鮮明になり (i-c), 単結晶材では, 明りょうなラウエ斑点像 (ii-c) となる。(i-c), (ii-c) のように, 明りょうな斑点が現れるまでのエッチング量をもって加工変質層の深さと定義した。

そのほか, 加工能率, 表面粗さ等の測定法は前報³⁾と同じである。

2.2 フェライト積層体の MCP 加工

Mn-Zn 多結晶フェライト積層体を構成している異種材料の間に, サブミクロンオーダーの微小な段差を形成する工程に MCP 加工を適用する検討を行った。

1) 供試材及び加工形状

供試材の形状の概略図を図 2 に, 構成材料の諸元を表 2 に示す。両端にセラミックス材 (高密度フォーステライト) があり, その間にはフェライト材 (Mn-Zn 多結晶フェライト) とシールド材 (純銅) がエポキシ樹脂で接着されている。なお, フェライト材は, その中央をガラスで接着してある。磁気ヘッド構造を想定したこれら下の構成からなる供試材では, 使用環境下での変形を考慮して, あらかじめ加工時に, 加工対象とする浮上面に対し, 材料間段差を設けることが要求されている。各々の段差は, 両端にあるセラミックスに対し, フェ

Fig. 1 Electron diffraction patterns of ferrite surfaces as polished and as etched (Accelerated voltage; 50 keV)

ライト材では $0 \sim 0.2 \mu\text{m}$, シールド材では $1 \mu\text{m}$ 以上後退させる必要がある。

2) 実験方法

Fig. 2 Outline of workpiece of laminated ferrite

Table 2 Characteristics of the structures of the workpiece

	Coefficient of thermal expansion 10^{-6} K^{-1}	Resistivity $\Omega \cdot \text{cm}$	Vickers hardness HV
Ferrite: Mn-Zn polycrystal ferrite	10	1	550
Ceramics: high density forsterite	9.4	$> 10^{13}$	760
Shield: pure copper	16.5	2×10^{-6}	100
Glass: low melting point glass	8.3	—	370
Glue: epoxide resin	75	—	(Hs=90)

Fig. 3 Experimental apparatus for step processing by MCP

本実験には、図3に示すX, Y方向に任意の速度で駆動できる往復動式ラッピング装置を用い、加工液の種類、濃度と、異種材料間の微小な段差形成量との関係を調べた。砥粒は加工開始直前に供給し、加工液を一定時間間隔ごとに一定量補給した。なお、供試材は、 $3\mu\text{m}$ 粒径のダイヤモンド砥粒（以下、D.C.3 μm ），加工液として蒸留水、すず定盤の条件で事前に加工され、各材料間での段差は $0.05\mu\text{m}$ 以内にしてある。測定は、触針式表面粗さ計タリサーフIV型により行い、セラミックス材表面からのくぼみ量を各材料間の加工段差とした。但し、フェライト接合部のガラスは、段差測定器タリステップにより測定し、フェライト材からのくぼみ量をガラス部の段差とした。

3. 実験結果および考察

3.1 多結晶フェライト材のMCP加工

単結晶材に比べ、比抵抗が大きい多結晶フェライト材に対し、局部電池形成によるMCP加工の効果を調べるため、MCP液の濃度と加工圧力の影響について実験検討した。

3.1.1 MCP液濃度の影響

MCP液としては、単結晶材の場合と同様に塩酸(HCl)液を用い、その濃度を0~5wt%の範囲で変え、表面粗さ、加工能率、加工変質層への影響を調べた。MF材、NF材及びSF材に対する結果を図4に示す。

MCP液の濃度が0すなわち蒸留水の場合(MP加工)と5%塩酸液の場合(MCP加工)を比較すると、MF材のMCP加工では、加工能率は $2.2\mu\text{m}/\text{min}$ から $4.5\mu\text{m}/\text{min}$ と2倍以上に向上し、加工変質層は $0.08\mu\text{m}$ から $0.01\mu\text{m}$ 以下と1/8以下に低減している。NF材においては、加工能率はMP加工の場合、 $2.0\mu\text{m}/\text{min}$ に対し、MCP加工では $2.5\mu\text{m}/\text{min}$ と20%以上向上するが、加工変質層は、 $0.1\mu\text{m}$ に対し $0.02\mu\text{m}$ と1/5に低減している。このように、MF材、NF材及びSF材ともに、MCP液の濃度が

Fig. 4 Influence of concentration of MCPaq

Fig. 5 Electron diffraction pattern of the surface of Mn-Zn polycrystal ferrite finished by MCP (Accelerated voltage; 50 keV)

増すにつれ、加工能率は向上し、加工変質層は低減している。これらの効果は、Ni-Zn系(NF材)に比べ、Mn-Zn系(MF材、SF材)において大きく、特に加工能率の顕著な向上が認められる。これは、前報²⁾で述べたように本加工法が、金属定盤、加工物及びMCP液の3者で局部電池を形成し、電気化学的反応が促進されるためである。電気化学的反応の速度は電子の授受に依存する。すなわち、電気抵抗の大小により左右され、抵抗値が $10^6\Omega\cdot\text{cm}$ とSF材、MF材に比べ4けた以上も大きいNF材では、電気化学的反応が抑制され、加工能率はあまり向上しない。電気化学的反応による加工能率は、5%塩酸液、313Kの場合、SF材は $0.17\mu\text{m}/\text{min}$ に対し、NF材は $0.005\mu\text{m}/\text{min}$ である。

5%塩酸液を用いてMCP加工したMF材の加工面の電子線回折像を図5に示す。デバイリングの中に鮮明な斑点が認められ、加工変質層のほとんどない加工面が得られていることがわかる。

Fig. 6 Influence of polishing pressure for Mn-Zn polycrystal ferrite (MF)

Fig. 7 Influence of polishing pressure for Ni-Zn polycrystal ferrite (NF)

3.1.2 加工圧力の影響

加工圧力の表面粗さ、加工能率、加工変質層への影響を図6、図7に示す。図6に示すMF材の場合には、加工圧力の増加につれ加工能率はMP、MCPとも増加し、MCPの場合はMPの2倍以上の加工能率である。加工変質層は、加工圧力の増加につれ減少す

る傾向にあり、MCPの場合、加工圧力0.1 MPaで0.01 μm 前後と小さく、さらに0.57 MPaで加工変質層はほとんど認められなくなり、電気化学的作用の効果が大きいと言える。

図7に示すNF材では、加工能率は加工圧力の増加とともに増大するが、MCPとMPの間には大差がない。一方、加工変質層は、加工圧力の増大につれて減少するが、MP加工では0.12 $\mu m \rightarrow 0.10 \mu m$ と低減効果が少ないのに対し、MCP加工では0.05 $\mu m \rightarrow 0.01 \mu m$ と大幅に低減している。このようにMCPの加工能率への影響は小さいが、加工変質層への効果が大きい理由としては次の点が考えられる。NF材の比抵抗は $10^6 \Omega \cdot cm$ と大きいので、電子は移動しにくく、電気化学的反応は進展しにくい。MCP加工、MP加工、電気化学加工及び化学加工のそれぞれの加工能率を V_{MCP} 、 V_{MP} 、 V_{ECE} 、 V_{CE} とすると、MCP加工の加工能率 V_{MCP} は、

$$V_{MCP} = V_{MP} + \alpha \cdot V_{ECE} + \beta \cdot V_{CE}$$

と書ける。ここで、 α 、 β は機械的作用による電気化学作用及び化学作用の活性化の度合を示す。NF材の場合は、 V_{ECE} 及び V_{CE} は V_{MP} に比べ非常に小さいため、 V_{MCP} と V_{MP} はほぼ等しくなる。5%塩酸液、313 Kの場合で機械的作用を加えない状態では $V_{CE} = 0$ 、 $V_{ECE} = 0.005 \mu m/min$ であり、化学加工や電気化学加工などの化学的加工の割合は小さい。しかし、加圧状態での相対運動や砥粒による引っかきなどの機械的作用により形成される新生面では、化学的な活性化が促進され($\alpha, \beta > 1$)、加工変質層を低減させていると考える。

この化学的效果を確認するために、通常のMCP加工において、砥粒を用いずに加工液のみ供給しつつ、相対運動させて加工する無砥粒MCP加工を行った。比抵抗が $10^6 \Omega \cdot cm$ と大きいNF材と、 $10^9 \Omega \cdot cm$ と小さいSF材に対して、5%塩酸液で無砥粒MCP加工を行った加工面の電子線回折像を図8に示す。SF材では、前報²⁾でも述べたように、明りょうな菊池線が認められ、加工変質層がなく、電気化学的加工の効果がよく表れている。一方、6規定塩酸液にもほとんどエッチングされない $10^6 \Omega \cdot cm$ と絶縁物に近い比抵抗のNF材においても、図8(b)に示すように、MF材と同様に明りょうで細かい斑点が認められ、加工変質層はほとんどなく、電気化学的加工の効果が良く現れている。

Fig. 8 Electron diffraction patterns of typical ferrite surface finished by frictional electrochemical polishing

Fig. 9 Influence of MCP fluids on step of laminated workpiece

3.2 フェライト積層体の MCP 加工

本節では、金属材などとともにフェライトを積層し多チャンネルの磁気ヘッドを模した、図2に示す供試材の仕上加工に MCP 加工を適用し、異種材料間に微小な段差を形成する加工法について実験検討した。

3.2.1 MCP 液の種類と加工段差

MCP 液として、塩化第二鉄系溶液と塩化アンモニウム系溶液の2種を用いた。銅材のシールド板を溶解させるための電気化学的作用を重視して前者を、また錯イオン形成によるシールド板の溶解に着目して後者を選定した。加工結果を加工条件とともに図9に示す。 d_F はセラミックスとフェライト、 d_S はセラミッ

クスとシールド、 d_G はフェライトとガラス間の段差を示す。加工液が pH 1~2 前後の酸性液では、 d_F は0.2~0.3 μmであるのに対し、pH 8~13 のアルカリ液では、 $d_F=0$ となっている。酸性液では、塩化第二鉄溶液による銅製シールド板の溶解により放出された電子をフェライトが受け取り、フェライトは還元溶解されるが、セラミックスは溶解されないため、フェライトとセラミックスとの間に微小な段差が形成される。これに対しアルカリ性液では、塩化アンモニウム、水酸化アンモニウムのアンモニウムイオンとシールド板が反応し、銅アンモニウムの錯イオン形成によるシールド板の化学的溶解が促進されるが、局部電池形成による電気化学加工は起こらず、フェライトの溶解は進展しない。すなわち、酸性液では、シールド板が

のように溶解することにより電子を放出する。この電子がフェライト側に流れ、フェライトは

と還元溶解する。他方、アルカリ性液の場合は、シールド板が

のように反応し、錯イオンを形成して電子を放出するが、 Fe_2O_3 はアルカリ領域では安定のため溶解せず、この電子は空気中の酸素と反応し

となる。すなわち、この系全体としては、

となり、銅アンモニウムイオン形成の反応が促進され、銅の加工は進展するが、フェライトの溶解は進まず $d_F=0$ となる。

本積層体では、想定した磁気ヘッドの機能上、フェライト接合部のガラスの溶解を抑える ($d_G \rightarrow$ 小とする) 必要があり、塩化第二鉄と硝酸ナトリウムの混合液を MCP 液として選定し、その組成比及び濃度と加工段差との相関を調べた。

3.2.2 MCP 液組成比と加工段差

塩化第二鉄と硝酸ナトリウムを混合した MCP 液の組成比が加工段差に及ぼす影響を図10に示す。塩化第二鉄濃度を0~1 wt%，硝酸ナトリウム濃度を20~0 wt%の間で変えた。 d_G は、塩化第二鉄濃度に依存するのに対し、0.2%以上の塩化第二鉄濃度においては、 d_F , d_S はそれぞれ0.2 μm, 1 μm前後で飽和している。

3.2.3 MCP 液濃度と加工段差

MCP 液としての塩化第二鉄と硝酸ナトリウムの混

Fig. 10 Influence of composition ratio of MCP_{aq} upon step between different materials

Fig. 11 Influence of concentration of MCP_{aq} upon step between different materials

合液の組成比を1:80一定とした。その混合液の濃度を変えたときの、材料間の加工段差の実験結果を図11に示す。液の濃度が増すと各段差とも増大する傾向にあるが、フェライトとシールドの段差 ds_f だけは、塩化第二鉄濃度が0.1~0.4 wt%の範囲において約0.9 μm とほぼ一定になっている。これは、シールド板のくぼみ量が増すと、砥粒による機械的作用よりも局部電池形成による電気化学的加工が主になるためと考える。すなわち、シールド板のくぼみ量が増すとシールド板に作用する砥粒は大きくなる。砥粒の粒度分布は正規分布に近く、砥粒径が大きくなると作用砥粒数は減少し、砥粒の引っかきによる機械的作用は減少する。他方、局部電池形成による電気化学的加工はシールド板のくぼみ量が増しても進行し、シールド板とともにフェライトも加工される。このために df 、 ds ともに増大するため、両者の差 ds_f はほぼ一定になっていると考える。

以上述べたごとく、フェライト積層体にMCP加工

Fig. 12 An example of Talystep profile of laminated workpiece finished by MCP

を適用することにより、材料間に任意な微小段差を形成できる。加工の一例を図12に示す。シールド板がフェライトの片側にある場合と両側にある場合とではフェライトの形状が異なる。これは、片側のみにシールド板があるフェライト(図中のA部)の場合、フェライトの比抵抗は $10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ とわずかに大きいため、シールド板との接触の有無により電子の授受に差が生じ、シールド板側がより多く加工されて傾斜面になるためである。

4. 結 言

局部電池形成による電気化学的加工を機械加工に重畳させたメカノケミカルポリッシング法(MCP法)を多結晶フェライト材及び多結晶フェライト積層体に適用し、加工液、加工圧力などの加工特性への影響を実験検討し、次の結果を得た。

- (1) 比抵抗の高いNi-Zn多結晶フェライト材や、Mn-Zn多結晶フェライト材の単体においても、すず定盤、塩酸液の組合せにより、加工能率の向上と加工変質層の低減が図れる。これらの効果は、供試材の比抵抗に大きく依存する傾向にある。
- (2) MCP法を用いて多結晶フェライト積層体の表面仕上を行い、フェライト材とシールド材(銅)の積層体に電解質溶液(塩化第二鉄溶液)を供給することにより、局部電池を形成し、フェライト、銅の両者の電気化学的加工を促進させ、セラミックスとの加工段差を各々0~0.5 μm 、0.2~1.5 μm の範囲で形成可能なことを明らかにした。

参 考 文 献

- 1) 例えば、渡辺純二，上野嘉之，篠山誠二：ポリッシングによる加工変質層とその磁気特性に与える影響，精密機械，43，9 (1977) 1012.
- 2) 落合雄二，荒川紀義：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，精密工学会誌，54，3 (1988) 574.
- 3) 落合雄二，荒川紀義：フェライト材のメカノケミカルポリッシング(第2報)——加工能率，加工変質層に及ぼす加工条件の影響，精密工学会誌，55，7 (1989) 1254.