フェライトの微小破壊挙動と加工損傷*

佐藤 彰** 黒部 利次*** 滝澤 俊太郎†

Micro-crack Growth Mode and Chipping Behavior of HIP Ferrite

Akira SATO, Toshiji KUROBE and Shuntarou TAKIZAWA

Magnetic head made of polycrystalline ferrite sintered by HIP method is widely used in an audio and video installation. Work damage such as a chipping induced by slicing of ferrite gives rise to the deterioration of an electro-magnetic property of the magnetic head. Micro-crack growth modes of ferrite by an indentation and scribing tests with a diamond indenter are examined in detail by SEM microscopy and by an acoustic emission method. It is found that micro-crack growth modes are very different among the ferrite materials with same hardness of physical property. Chipping at groove corner yielded by slicing of ferrite with a diamond blade is closely related to micro-crack growth of a grain. AE signal generated by scribing is useful for evaluating the slicing of ferrite.

Key words: HIP ferrite, indentation, scribing, microcrack, slicing, AE sensor

1. 緒 言

磁気ヘッドは、フェライトを基材としそれに溝加工や切断加工等を施して製造される。加工は、薄刃ダイヤモンド砥石を使用して行われる。磁気ヘッドには通常、HIP (Hot Isostatic Press) 法で製造されたMn-Znフェライトが多用されている。フェライトは硬い材料の一種であるため、加工条件が適切でないと切断縁に微小な欠け(チッピングと呼ばれる)が生じたり材料が損傷したりする。それは、製品の品質の低下と歩どまりの減少を招来する。ハードディスク装置に使用されている磁気ヘッドの場合、ヘッドのトラック幅が十数 μm 以下と極めて狭く、ミクロンオーダーの加工損傷が製品不良に直結する。

フェライトを正確・精密に加工するには、フェライトの破壊挙動を結晶組織学的な観点から調べ検討する必要がある。これまで、ピッカース圧子を用いて圧痕周辺に生成するマイクロクラックを観察して、単結晶フェライトの破壊挙動が論じられている¹⁾。また、ダイヤモンド圧子を用いて引っかかり試験を行い、多結晶フェライトの破壊挙動について考察がなされている²⁾。一方、A E (Acoustic emission) 法を用いてマイクロクラックの発生に伴って放出される音を検知して、結晶の破壊機構を考察する研究も行われている^{3) 4)}。しかしながら、マイクロクラックが結晶粒

界によってどのような影響を受けるのか明確になっていない。また、粒径やピッカース硬さが同程度であっても、各メーカーから供される材料間でチッピング等の加工損傷に違いが見られるといった問題もある。

そこで、各種のHIP多結晶フェライトについて、その破壊現象を結晶組織学的な微視的視点から調べ、それが溝加工や切断加工で生じる加工損傷とどのような関係にあるのか実験的検討を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験には、HIP法で製造されたMn-Znフェライトを供した。表1に、フェライトの機械的性質を示す。表1に示すA~Eの試料は多結晶材であり、Fは単結晶材である。

表1から、単結晶試料Fの抗折値が多結晶試料の値に比べて格段に大きいことがわかる。しかし、多結晶試料に関しては試料間で抗折値にあまり大きな差はない。

2.2 引っかかり試験装置

フェライトの微視的破壊挙動を調べるため、圧子押込み試験と引っかかり試験を行った。圧子押込み試験は、寺沢式微小硬度計(太陽社製:M-M2形)を用いて行った。一方、引っかかり試験は新たに開発した引っかかり試験装置を用いて行った。

図1に、引っかかり装置の概略図を示す。装置は天びん型の構造をしており、サファイヤナイフエッジで天びんを支持している。図1に示すように、天びん的一端はダンパに連結されている。もう一方の端には、引っかかり用の圧子(ダイヤモンド圧子:120°円すい、先端半径39 μm)が取り付けられている。引っかかり試験片は試料保持台(ホルダ)に貼付され、X-Yテーブル上に固定される。X-YテーブルはZテーブル上に載置している。ダンパは、引っかかりを安定した状態で行うためのものであり、外乱による振動を防止する役目を担っている。

実験に際し、調整用おもりを用いて天びんのバランスを取る。次に、X-YテーブルとZテーブルを駆動させ試料を所定の位置にセットする。その後、ダイヤモンド圧子上におもりを載せ荷重を負荷する。引っかかり試験は、駆動テーブルを移動させることにより行う。

Table 1 Mechanical properties of ferrite

Specimen	Average grain size μm	Elastic modulus N/mm ²	Vickers hardness	Bending strengt N	
A	8.4	1.65×10^5	653	20.7	Mn-Zn Polycrystal (HIP)
B	9.0	1.75×10^5	613	18.9	Mn-Zn Polycrystal (HIP)
C	8.7	1.51×10^5	623	19.2	Mn-Zn Polycrystal (HIP)
D	9.5	1.54×10^5	635	20.3	Mn-Zn Polycrystal (HIP)
E	7.7	1.66×10^5	631	19.3	Mn-Zn Polycrystal (HIP)
F	—	1.66×10^5	622	63.2	Mn-Zn Single crystal Scribing plane {111} Scribing direction <211>

* 原稿受付 平成10年8月24日

** 正 会 員 (株)アルプス電気(現、(株)ユニオンツール; 長岡市根田屋町字外川 2706-6)

*** 正 会 員 金沢大学工学部(金沢市小立野 2-40-20)

† 金沢大学大学院

Fig.1 Schematic view of scratching setup

図1に示す装置には、AE信号を検知するセンサが取り付けられている。AEセンサはダイヤモンド圧子に直接貼付されている。センサで検知されたAE信号は、プリアンプ、バンドパスフィルタ(0.1MHz～1MHz)を通してメインアンプで再び増幅される。実験では、プリアンプとメインアンプの総合増幅率を90dBとした。増幅された信号は包絡線検波器を通りカウンタに入力される。必要に応じて、包絡線検波器から出力された信号をストレージオシロスコープに送出し、ペン書きレコーダに自記させた。

3. 実験結果および考察

3.1 圧子押込みによる破壊挙動

フェライトの破壊挙動を結晶組織学的な視点から調べるために、表1に示す各試料についてビッカース圧子押込み試験を行った。図2に、押込み荷重を2Nとして押込み試験を行った場合のSEM写真を示す。図2から次のことが指摘できる。

①試料A～Eの多結晶フェライトの圧痕をみると、単結晶フェライトFのそれと著しく異なることがわかる。多結晶フェライトでは、圧痕の周りに多数のクラックが生成するが、単結晶フェライトの場合には圧痕の角部からクラックが生成しているに過ぎない。②クラックの発生様態を仔細に観察すると、多結晶フェライトの場合には、粒界を横切って進展しているクラックのほか、粒界に沿って進展しているクラックも見られる。クラックの発生様態は試料によって異なる。Aの試料の場合には、粒界を横切るクラックのほかにも多くのクラックが粒界に沿って進展している。Bの試料では、Aに次いで粒界に沿って進展しているクラックが多い。

クラックの進展状況を定量的に把握するため、クラックの発生数とクラックの総長さを測定した。ここで、クラックの総長さとは、1本1本のクラックについてその長さを測定し、それらをすべて足し合わせた値である。なお、圧痕の内側ではクラックの測定が困難であったので、圧痕の外側だけをクラックの測定対象とした。測定結果を図3に示す。図3(a)は押込み荷重とクラック数の関係を、図3(b)は押込み荷重とクラック総長さの関係を表す。図3から、押込み荷重が大きくなるにつれて、クラック数およびクラック総長さの値ともリニアに増大することがわかる。それらの絶対値は、Aの試料が最も大きく、E、Fの順に小さくなる。

Fig.2 SEM micrographs of indented ferrite

Fig.3 Influence of indentation load

ここで、圧痕の周囲にどの程度の数(密度)のクラックが発生しているのか知るために、 λ なる評価関数を導入する。 λ は L/R で定義している。ここで、 L はクラック総長さ、 R は圧痕中心から最も外の位置のクラックまでの距離を表す。 λ は、クラック生成の難易度を表す指標であると考えられる。図4に、各フェライト材の λ の値を示す。測定は3回行い、その平均値を白丸印でプロットしている。白丸印を通る縦方向の直線は測定値のばらつき範囲を示す。

図4から、Aの試料の λ の値が最も大きく、B、Cはそれに次ぎ、D、E、Fの試料の順に次第にその値が小さくなっていく様子がわかる。表1に示すように、多結晶フェライトの機械的性質は各試料の間であまり変わらないが、クラックの生成状態は試料に

Fig.4 Value of R/L on ferrite materials

Fig.5 Correspondence mode of crack pattern and AE signals

よってかなり異なることがわかる。λの値が大きい材料ほど、クラックの生成状態に粒界が強く影響することを意味している。そのような材料は粒界破壊しやすい材料と考えられる。

3.2 円錐圧子引っかかり試験

図1に示す引っかかり試験装置を使用して、引っかかり実験を行った。引っかかり試験は、引っかかり速度を0.36mm/s一定とし、ダイヤモンド圧子に所定の荷重を印加して行った。引っかかり後、引っかかり痕をSEM観察した。特に、引っかかり痕に沿って生成しているクラックについて詳しく観察した。また同時に、引っかかりに伴って発生するAE信号を検知した。そして、クラックの生成とAE信号がどのような対応関係を有するのか検討した。実験の際、しきい電圧を90mVに設定した。

図5に、引っかかり荷重を0.1Nとして引っかかり実験を行ったときの測定結果を示す。図5から、引っかかり開始時にパルス状のAE信号が発生し、その後断続的にパルス状のAE信号波形が生じている様子がわかる。クラックの生成とほぼ対応する形でパルス状のAE信号が発生している様子がわかる。

Fig.6 Relation between crack number and AE count number

Fig.7 SEM micrograph of scratching pattern

Fig.8 Influence of scratching load on number of AE signals

図6に、クラック数とAEカウント数の関係を示す。クラックの数は、引っかかり実験終了後試料表面をHCl液でエッチングしSEM観察して求めた。クラック数の測定は、それぞれ異なる3か所の場所（1か所当たりの測定範囲は0.12mm）で行った。そして、合計長さ0.36mmの範囲内にあるクラックの数をすべて計測した。図6から、クラック数とAEカウント数との間にはほぼ直線関係が成り立つことがわかる。ただし、多結晶材と単結晶材では直線の傾きに違いがみられる。

図7に、引っかかりによって生じた引っかかり痕の様子（SEM観察像）の一例（A試料）を示す。図7から、クラックは引っかかり方向に対してほぼ垂直の方向に生成していることがわかる。また、クラックは粒内に進展するかもしれない粒界を横ぎって進展するタイプと、一部もしくは全部が粒界に沿って伝播する、二つのタイプがあることがわかる。本論文では、前者を粒内クラック、後者を粒界クラックと称することにした。

図8に、引っかかり荷重とAEカウント数との関係を示す。図8から、AEカウント数と引っかかり荷重の間に直線関係が成り立つことがわかる。しかし、大略0.05Nの負荷荷重を境にして直線は折れ曲がる。0.05Nよりも大きな高負荷荷重域では、AEカウント数の増加割合は低荷重のそれに比して小さくなる。

図9に、引っかかり荷重とクラック数の関係（A試料）を示す。

Fig.9 Influence of scratching load on crack growth number

Fig.10 Values of AE_c/N_g on ferrite materials

クラック数は単位長さ当たりに換算して示している。図9には、粒内クラックの数と粒界クラックの数の負荷荷重に対する関係も併記している。クラックの総数は、粒内クラックの数と粒界クラックの数を足し合わせたものである。図9から、大略0.05Nの荷重を境に直線が折れ曲がるのがわかる。黒丸印の粒界クラックの場合には、0.05N以上の高荷重域では直線は横軸に平行になり、クラックの数が飽和の様子がわかる。一方、白丸印の粒内クラックの場合には、増加傾向は小さくなるものの飽和することはない。このように、なぜ特定の荷重でクラック数の増加の仕方が変わるのか、以下にその理由について考えてみる。

Aの試料の場合、その平均粒径が $8.4\mu\text{m}$ であるので、単位長さあたりの粒界数は約120個/mmとなる。図9から、0.05Nの荷重に相当する所の粒界クラック数は、100個前後であると読み取れる。この値は粒界の数に極めて近く、折れ曲がり点の臨界荷重以上では、引っかかり痕と交差するほぼすべての粒界で粒界クラックが生じたことを意味している。粒界クラック数が一定になったのはこのことが要因していると考えられる。

引っかかりによる粒界クラックの生じやすさは、 β なる値である程度判断ができると思われる。 β は、図8に示す折れ曲がり点のAEカウント数（臨界AEカウント数と呼ぶ）を粒界数で割った値で定義される。 β の値が大きい場合には、粒界クラックの数が飽和するまでに数多くの粒内クラックが発生することを意味する。そのような材料は粒界クラックの生じにくい、したがって粒界破壊しにくい材料と考えられる。

Aの試料以外の材料についても同様の観察と測定を行った。その結果、B、C、Dの試料にはAの場合と同様、明確な折れ点が観察された。しかし、Eの試料については折れ点が明りようでなかった。単結晶材料Fは、もともと粒界がないので当然のことながら折れ点は観察されなかった。図10に、各試料の β の値を示す。図10から、 β の値は、A～Dの試料の順に大きくなるのがわかる。

3.3 溝加工によるフェライトの加工損傷

薄刃ダイヤモンド砥石を用いて、A～Fの各フェライト材料に

Fig.11 SEM micrographs of chipping mode at edge site of sliced groove (SD1500-100M)

溝加工を施した。そして、各試料でチッピングの発生様態がどのように異なるのか調べた。また、押込み(3.1節)や引っかかり(3.2節)による結晶の微小破壊挙動とチッピング現象がいかなる相関関係をもっているのか検討した。溝加工は、外径 $\phi 54\text{mm}$ 、厚さ 0.6mm の薄刃ダイヤモンド砥石を用いて行った。実験は、砥石の大きさの異なる2種類のメタルボンドダイヤモンド砥石(SD1500-100M, SD400-100M)を用いて行った。加工は、砥石周速を 84.8m/s 、送り速度を 0.6mm/s 、切込み深さを 0.5mm 、加工液として水道水を 1.7l/min 注水して行った。

図11に、粒径の小さい#1500の砥石を用いて溝加工を行ったときの溝エッジ部(表面と溝の側面が交差する部分)のSEM観察写真を示す。加工損傷の評価は、溝エッジ部に発生するチッピングの大きさ(チッピングサイズと呼ぶ)を計測して行った。観察に際して、チッピングと粒界との関係を明確にするために試験片をHCl液でエッチングした。図11から次のことが指摘できる。

SD1500-100M砥石で加工された溝のチッピングサイズは、数 μm から十数 μm であり、結晶粒の大きさと同程度かもしくはそれ以下である。Aの試料とE、Fの試料を比較すると、チッピングの様態に違いがあることがわかる。Aの試料の場合には、粒界に沿ってチッピングが起こり、それによって脱落したと思われる欠損部が数多く見られる。一方、Eの試料の場合には粒界に沿って生成したと考えられるチッピングがほとんど見られない。それよりも単結晶フェライトのFの試料と似たチッピング様態となっている。この現象は、被削材の粒界破壊のしやすさがチッピングの生成に大きく影響を及ぼすことを意味している。

ここで、材料の破壊強度がチッピングサイズに及ぼす影響について考察する。山川ら⁵⁾は硬ぜい材料について研削実験を行い、研削端末部に生じる欠け(チッピング)の生成機構について考察を行っている。研削時には、砥粒切れ刃近傍の材料内部に応力が誘起され、砥粒切れ刃が研削端末部付近になると、応力集中の度合いがますます強まる。そして、最大主応力の値が材料の破壊強度を越えると、そこから欠けが生じると推察している。

この考え方がフェライトの溝加工にも適用されると仮定すると、クラック発生時の臨界荷重が材料の破壊強度と対応するものと考えられる。ここでは、引っかかり荷重とAEカウント数のグラフ(試料Aの場合は図8)から、クラック発生時の臨界荷重の近似値を読みとり(AEカウント数が 0.5mm^{-1} となるときの引っかかり荷重の値)、それを各試料のAE臨界引っかかり荷重と称することにした。そして、その値を材料の破壊強度に対応する評価値とした。その評価値とチッピングサイズとの間に相関関係があるかどうか調べた。さらに、チッピングサイズと粒界破壊のしやすさとの関

(a) Relation between scratching load and chipping size (b) Influence of crack growth on chipping size

Fig.12 Chipping size at edge of sliced groove (SD1500-100M)

(a) Relation between scratching load and chipping size (b) Influence of crack growth on chipping size

Fig.14 Chipping size at edge of sliced groove (SD400-100M)

Fig.13 SEM micrographs of chipping mode at edge site of sliced groove (SD400-100M)

係についても調べた。

図12にそれらの相関関係を示す。図12(b)から、チッピングサイズと粒界破壊のしやすさとの間に密接な相関関係があることがわかる。粒界破壊の起こりやすい試料ほどチッピングサイズの値が大きくなる。一方、図12(a)からAE臨界引っかけ荷重とチッピングサイズとの間には明確な相関関係が見られなかった。

図13に、粒径の大きな#400の砥石を用いて溝加工を行ったときの溝エッジ部のSEM観察写真を示す。図13から、#400の砥石の場合、チッピングは#1500の砥石に比して著しく大きく、結晶粒の大きさの数倍に及ぶチッピングも見られる。

図14に、チッピングサイズとAE臨界引っかけ荷重および粒界破壊のしやすさの関係を示す。図14(a)から、AE臨界引っかけ荷重とチッピングサイズの間には相関関係があるのがわかる。AE臨界引っかけ荷重が大きくなるにつれてチッピングサイズは次第に小さくなる。一方、図14(b)からチッピングサイズと粒界破壊のしやすさとの間にははっきりした相関関係が見られなかった。これは、粒界に沿った脱落が生じてその脱落規模がチッピングサイズ自体よりも小さく、そのために粒界の影響が隠れて表に現れなかったためと思われる。

以上の実験結果から、チッピングサイズが結晶粒の大きさと同程度かもしくはそれ以下の場合には、材料の粒界破壊のしやすさがチッピングサイズに強く影響し、一方チッピングサイズが結晶粒の数倍もある場合には、材料の破壊強度がチッピングサイズに

主として影響すると考えられる。実用的には数μm以下のチッピングサイズを求めることが多く、その場合には粒界破壊のしやすさを考慮して材料選定する必要がある。

4. 結 言

HIPフェライトにピッカース圧子による押込み試験や引っかかり試験を行って、フェライトの微視的破壊挙動を調べた。また、薄刃ダイヤモンド砥石を用いて溝加工を行い、その際発生するチッピングの状態を調べ、それが微視的破壊挙動とどのような関係にあるのか検討した。その結果、以下の結論が得られた。

- (1) HIPフェライトにピッカース圧子を押し込むと、圧痕の周りに多数のクラックが発生するが、その様態は、クラック総長さ L と圧痕中心からの距離 R の比によって評価できる。この値が大きい程粒界破壊しやすい材料であるといえる。
- (2) AEカウント数は、引っかかり荷重が増すにつれてリニアに増加するが、ある荷重を境にして急激にその増加割合が変化し直線の傾きが小さくなる。折れ点の荷重(臨界荷重)よりも大きい荷重域では、粒界クラックの数がほぼ一定の値となる。臨界AEカウント数と粒界数との比 β は、破壊が粒界破壊か粒内破壊かを判断する目安となる。粒界破壊しやすい材料程 β の値が小さくなる。
- (3) チッピングサイズが結晶粒の大きさと同程度かそれ以下の場合には、粒界破壊しやすい材料程チッピングサイズが大きくなる。一方、チッピングサイズが結晶粒の数倍もある場合には、AE臨界引っかけ荷重の大きい材料程チッピングサイズが小さくなる。

参 考 文 献

- 1) 三好和寿:Mn-Znフェライト磁気ヘッドと磁気テープの摩擦、磨耗に関する研究, 学位論文(大阪大学)(1975)。
- 2) 河田耕一, 中田邦夫, 上田修治, 長田敬次:電子部品の精密機械加工, National Tech. Rep. 24, 6 (1978) 965。
- 3) 井川直哉, 島田尚一:アコースティックエミッションを利用した硬脆性材料の微小破壊強度測定法, 電子部品の精密機械加工, 精密機械, 48, 2 (1982) 177。
- 4) 杉田忠彰, 西 誠, 沢田 豊, 上田完次:セラミックスの単位切削における脆-塑性境界の破壊力学的解析, 1990年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1990) 997。
- 5) 山川純次, 井川直哉, 河村末久, 奥山繁樹:研削端末部の形状変化に関する研究(第5報), 精密工学会誌, 55, 11 (1989) 2005。