研 究

微細な結晶粒径を持つ磁気ヘッド用 Mn-Zn フェライトの磁気特性

山本 豊, 牧野 彰宏

アルプス電気(株)新潟事業部素材開発部, 〒940 長岡市東高見1-3-5.

Application of Mn-Zn Ferrite with Fine Grain Size to Magnetic Heads

Yutaka Yamamoto and Akihiro Makino

Material R & D Dept. Nagaoka plant, Alps electric Co., Ltd., 1-3-5 Higashitakami, Nagaoka 940

Received March 19, 1993

The Mn-Zn ferrite ceramics with high density above 99.8% and fine grain size below $5\mu\text{m}$ have been obtained by sintering of hydrothermal-precipitated ferrite powders at lower temperature than that in the ordinary process. Mn-Zn ferrite ceramics with grain sizes below $3\mu\text{m}$ have relative permeabilities comparable to that of commercial one in a frequency range above 5MHz. The single side MIG heads composed of ferrite with fine grain ($G_s=2.3\mu\text{m}$) are manufactured. The output voltage of the heads composed of the developed ferrite are equal to those of the heads composed of the commercial ferrite. The asymmetry instabilities of the heads composed of the developed ferrite are almost equal to those composed of the single crystal Mn-Zn ferrite, which seemed to be good for the asymmetry instabilities. Therefore, Mn-Zn ferrite with fine grain sizes and high density is expected to be useful as magnetic head material for high density recording.

1 緒言

Mn-Zn 多結晶フェライトは、金属系軟磁性材料と比較して高周波領域における透磁率(μ')、硬度および耐環境性が優れており産業機器用磁気ヘッド用材料に用いられている。この産業機器用磁気ヘッド用材料は精密な機械加工が可能な材料であることが望まれており、特に昨今では $6-7\mu\text{m}$ 幅のレール状の加工を行う必要が生じ、現在用いられているフェライト材では加工中に欠けが発生してしまう等の問題がある。そこで、結晶粒を小さくしフェライト材の機械強度を向上させることが試みら

れ、従来より共沈フェライト原料を用いて検討がされてきたが^{1,2)}、いまだヘッド材料としては実用化されていない。共沈フェライト原料を用いた場合は、フェライト焼結体の結晶粒を微細にしかつ高密度にすることはできるが、結晶粒径 $2\mu\text{m}$ では初透磁率(μ_i)が約500まで低くなる¹⁾。また、結晶粒径 $7\mu\text{m}$ のとき1MHzでの μ' が2670と報告されているにとどまっている²⁾。このように共沈フェライト原料を用いたMn-Znフェライトでは、 $5\mu\text{m}$ 以下の結晶粒径で μ' を十分に高くすることができないため、磁気ヘッドへの実用化がなされてい

いものと推察される。

著者らは水熱合成フェライト原料を用いて微細な結晶粒を持つMn-Znフェライトの作製を試みたところ、高密度でかつ優れた磁気特性をあわせ持つMn-Znフェライトを得ることに成功している³⁾。そこで、この微細な結晶粒径を持つMn-Znフェライトを用いて磁気ヘッドを作製し、結晶粒の微細化が磁気ヘッドの諸特性に及ぼす影響を調べた。

2 実験方法

微結晶Mn-Znフェライト焼結体の作製用の原料としては水熱合成法⁴⁾により合成した粉体を用いた。Photo. 1にその粉体のTEM写真を示す。また、Table 1にTEM観察により求めた原料粉体の平均粒子径およびICP湿式分析により求めた化学組成を示す。

この水熱合成フェライト粉に有機バインダーを適量添加し109MPaで金型成形後、294MPaで180

Photo. 1 TEM image of the powder prepared by hydrothermal method.

Table 1 Composition and particle size of the powder prepared by hydrothermal method.

Particle size	(μm)	0.130
Fe ₂ O ₃	(mol%)	52.94
MnO	(mol%)	31.00
ZnO	(mol%)	16.06
FeO	(mol%)	1.19
SiO ₂	(mol%)	0.005
CaO	(mol%)	0.015
Na ₂ O	(mol%)	0.0084

s, CIP成形し圧粉体を得た。これらの圧粉体を30Paの真空中で1373K, 14.4ksで焼成した。更に、1323K, 108MPa, 7.2ksの条件でAr-HIP処理を行い焼結体を得た。

焼結体の平均粒子径(Gs)および空孔率(P)の測定は光学顕微鏡にて行った。 μ' , 損失係数($\tan\delta$)は、超音波加工にて上記焼結体より作製した外径8φmm-内径4φmm-板厚0.5mmのリング試料を用い、0.4A/mの印加磁界でインピーダンス法にて測定した。保磁力(Hc), 残留磁束密度(Br)は同じリング状

試料を用いてB-Hループトレーサーを用いて800A/mの印加磁界にて測定した。固有抵抗(ρ)は四端子法にて測定した。尚, 上記測定はすべて室温にて行った。

水熱合成粉体を用いて作製した結晶粒径2.3μmのフェライト、市販の多結晶Mn-Znフェライトおよび市販の単結晶Mn-Znフェライトを用い、トレーリング側にセンダスト膜を4.5μm付けた固定ディスク用フェライトMIGヘッドをそれぞれ15個作製した。磁気ヘッドの特性は一般に行われている方法で行い、再生波形の変動量⁵⁾は、30回の記録、再生を行った平均値で評価した。また、ビデオ用磁気ヘッドを作製し、摺動特性を市販の多結晶Mn-Znフェライトおよび市販の単結晶Mn-Znフェライトと比較した。

3 結果と考察

3.1 微結晶フェライトの軟磁気特性

Photo. 2に水熱合成粉体を用いて作製した焼結体をさらにHIP処理した微結晶Mn-Znフェライト(Gs=2.3μm)および現在固定ディスク用に使用されている商用Mn-Znフェライト(Gs=9μm)のSEM写真を、またFig. 1にこのSEM写真から求めた結晶粒子径の分布を示す。水熱合成粉体を用いて作製した微結晶フェライトは、結晶粒の大きさが小さいだけでなく結晶粒子径のばらつき(σ/X)も小さいことがわかる。

Photo. 2 The microstructure of the ferrite with fine grain size(Gs=2.3μm) and the commercial ferrite(Gs=9μm).

Table 2に水熱合成粉体を用いて作製した微結晶フェライトと商用フェライトの磁気特性を比較して示す。微結晶フェライトの μ' は、周波数5MHzで商用材の透磁率とほぼ同等の値を示す。しかしながら、Hcは商用材に比べて約4倍の大きな値を示した。一般にMn-Znフェライトにおいて、初透磁率はGsの減少にともない直線的に減少することが知られており⁶⁾、このGsの

Fig. 1 The distribution of ferrite with fine grain size ($G_s=2.3\mu\text{m}$) and the commercial ferrite ($G_s=9\mu\text{m}$).

Table 2 Comparison of the physical properties of the ferrite with fine grain and the commercial ferrite for magnetic heads.

		Ferrite with fine grain size	Commercial ferrite
Grain size	(μm)	2.3	9.0
1MHz	μ'	1620	2200
	$\tan \delta$	0.65	0.97
5MHz	μ'	1000	1100
	$\tan \delta$	0.99	1.32
10MHz	μ'	530	440
	$\tan \delta$	1.35	240
Bs	(Gauss)	5200	5200
Br	(Gauss)	2400	1200
Hc	(Oe)	0.52	0.14
Resistivity	($\Omega\cdot\text{cm}$)	49	75
Relative density	(%)	99.8	99.9

微細化による影響が低い周波数で認められ、一方高い周波数領域においては、逆に G_s の微細化による損失係数の減少⁷⁾ の効果が出ているものと推察される。特に産業機器用磁気ヘッド材料としての応用を考慮した場合、使用周波数帯域が数 MHz 以上であるので、水熱合成微結晶フェライトは磁気ヘッド用の実用材としての素地を備えているといえる。

3. 2 微結晶フェライトを用いた固定ディスクヘッドの評価

Table 3 に上記で軟磁気特性を評価した微結晶フェライト ($G_s=2.3\mu\text{m}$) および商用フェライト ($G_s=9\mu\text{m}$) を用いて作製した固定ディスク用フェライト MIG ヘッドの特性を示す。MIG ヘッドは Tw

$=9\mu\text{m}$, $GL=0.3\mu\text{m}$, $GD=5\mu\text{m}$ のマイクロ 3 レールミニモノリシックヘッドである。測定は、 $V=6\text{m/s}$, $HF/LF=4/1.5\text{MHz}$, $FH=0.1\mu\text{m}$ で $H_c=1400\text{Oe}$ のディスクを使用した。微結晶フェライトを用いたヘッドの出力およびオーバーライト特性は、商用フェライトを用いたヘッドとほぼ同等であった。これは、Table 2 で示したこの 2 つのフェライト材の Bs および 2 MHz 以上の周波数において μ' がほぼ同等であることによると考えられる。このことから、 G_s の微細化によって低い周波数領域で認められた μ' の低下および H_c の増加の影響は、結晶粒径が $2.3\mu\text{m}$ までであればフェライト MIG ヘッドの出力およびオーバーライト特性を劣化させるにはいたらず、フェライト MIG ヘッド用のコア材として十分な特性を有しているといえる。微結晶フェライトを用いたヘッドの再生波形の変動量 (Asymmetry instability) は、商用フェライトを用いたヘッドに比べて変動量の平均値で約 70%、変動量のバラツキで約 40% の低い値を示した。

Table 3 Read/write characteristics of the MIG heads used with the developed ferrite and the commercial ferrite.

	Output voltage		Over write	Asymmetry instability	
	HF	LF		$\bar{X}$	σ
	(μV)	(μV)	(-dB)	(ns)	(ns)
Ferrite with fine grain	23 3	339	32.1	9.4	1.6
Commercial ferrite	22 6	352	31.8	13.0	4.1

Fig. 2 に単結晶 Mn-Zn フェライトを用いたヘッドの再生波形の変動量も加えて示す。なお、再生波形の変動量は単結晶 Mn-Zn フェライトにおいて小さい値となることが知られている⁵⁾。微結晶フェライトを用いたヘッドの再生波形の変動量は、商用多結晶 Mn-Zn フェライトを用いたヘッドより優れ、商用単結晶 Mn-Zn フェライトを用いたヘッドと同等の変動量の平均値を持ち、かつ変動量のバラツキは小さいことがわかる。Koeppelらは、多結晶 Mn-Zn フェライトヘッドのギャップ近傍を光磁気像で調べ、フェライトの結晶粒子毎に磁気的活性が異なることを明かにし、トラック幅を結晶粒子の大きさとほぼ同じくなるまで狭くすることによってギャップ近傍のフェライト粒子に磁気的な不均一性が増す可能性があることを示唆している⁸⁾。このことから多結晶 Mn-Zn フェライトを用いた MIG ヘッドの再生波形の歪みは、ギャップ近傍の多結晶 Mn-Zn フェライトの結晶粒の数が少なくなることに関因すると考えられる。即ち、一般に高密度 Mn-Zn フェライト焼結体の平均結晶粒径は約 $10\mu\text{m}$ ^{9,10)} であり、昨今のトラック幅は $5-9\mu\text{m}$ であることを考慮すると、ギャップ近傍のトラック内に存在するフェライト結晶粒の数は 1-2 個

Fig. 2 Asymmetry instability in MIG heads composed of fine grain size, commercial ferrite and single-crystal ferrite, averaged over 15

となり、結晶粒個々の磁化の配向の影響が相対的に大きくなると考えられる⁹⁾。よって、上述の再生波形の歪みに対してはギャップ近傍のトラックに存在する結晶粒の数を増やし、結晶粒個々の影響を平均化することが有効と考えられる。すなわち、フェライトの結晶粒径を微細化することが望ましいといえる。

Photo. 3 に本実験で用いたフェライト MIG ヘッドのセンターレールのエッチング面の SEM 写真を示す。微結晶フェライトを用いたヘッドではトラックに存在するフェライト粒子が 4-5 個であるのに対して、商用フェライトを用いたヘッドではトラックに存在するフェライト粒子は 1-2 個となっていることがわかる。

以上のことから、再生波形の変動量はギャップ近傍のフェライト粒子の数を増やすことによって低減できるといえる。

Photo. 3 SEM micrographs of the center rail of the MIG heads.

3. 3 微結晶フェライトを用いたビデオテープレコーダー用ヘッドの評価

Fig. 3 に微結晶フェライト ($G_s = 2.3 \mu m$)、商用多結晶 Mn-Zn フェライト ($G_s = 9 \mu m$) および現在用いられている商用単結晶 Mn-Zn フェライトを用いて作製した 8 mm ビデオテープレコーダー用ヘッドの摺動ノイズを比較して示す。摺動をはじめた直後では材料による差はみられないが、約 10 時間経過すると商用単結晶 Mn-Zn フェライトを用いたヘッドでは摺動ノイズが目立ちはじめ、時間の経過に伴って摺動ノイズが大きくなっていく。商用多結晶 Mn-Zn フェライトを用いたヘッドでは商用単結晶 Mn-Zn フェライトより摺動ノイズの平均値およびバラツキは小さいが、摺動時間が長くなるにつれて摺動ノイズは大きくなっていく。これに対して、微結晶フェライトを用いたヘッドでは摺動を続けても摺動ノイズは初期状態からほとんど変化がなかった。

Fig. 3 Change in the Noise levels as a function of time for the ferrite with fine grainsize and commercial ferrites.

■ Ferrite with fine grain
○ Commercial polycrystal
△ Commercial singlecrystal

摺動ノイズの発生原因は必ずしも明らかではないが、ヘッドがテープと接触することによって生じる機械的な刺激がフェライトの磁気的な安定性に影響を及ぼすため摺動ノイズが発生すると考えられ¹¹⁾、フェライトの結晶粒を微細化することによって磁気的な不均一性が小さくなり摺動ノイズが大幅に低減したものと推定される。

4 まとめ

本実験で得られた結果を要約すると以下のようになる。

(1) 微結晶フェライト ($G_s = 2.3 \mu m$) を用いたフェライト MIG ヘッドの出力、オーバーライト特性は、商用多結晶フェライトを用いたヘッドとはほぼ同等であった。

(2) 微結晶フェライト ($G_s = 2.3 \mu m$) を用いた固定ディスク用フェライト MIG ヘッドの再生波形の変動

量は、商用多結晶フェライトを用いたヘッドより減少し、商用単結晶フェライトを用いたヘッドとほぼ同等であった。

(3) 微結晶フェライト ($G_s = 2.3 \mu m$) をもちいた 8 mm ビデオ用フェライトヘッドの摺動ノイズは、商用の単結晶、多結晶フェライトを用いたヘッドより小さい。

文 献

- 1) T. Akashi, I. Sugano, T. Okuda and T. Tsuji : Proceedings ICF1 (1970) 96.
- 2) O. Inoue, K. Hirota : National Technical Report Vol. 31, No. 3, 139-144, Jun. 1985.
- 3) 牧野彰宏, 山本豊, 坂詰直樹 : 粉体および粉末冶金, 39 (1992) 129.
- 4) S. Komameni, E. Fregean, E. Breval and R. Roy : J. Am. Ceram. Soc. 71(1988) c-26.
- 5) H. Iwata, K. Noguch, S. Suwada and T. Nishiyama : IEEE Trans. Magn., Vol. 26, 2394-2396, 1990.
- 6) D. J. Perduijn : Proc Brit. Cer. Soc., 10 (1968) 263.
- 7) K. Ishino and Y. Narumiya : Ceramic Bulletin, 66 (1987) 1469.
- 8) P. V. Koepppe and M. H. Kryder : IEEE Trans. Magn. Vol. 27, 724-725, 1991.
- 9) K. B. Klaassen and J. C. L. van Peppen : IEEE Trans. Magn., Vol. 28, 2641-2643, 1992.
- 10) T. Shinohara, S. Murakami, K. Tsuchita and H. Harada : Proceedings ICF4 (1984), Part2, 317.
- 11) 竹岡美勝, 広瀬順夫, 木下正治, 横山弘毅 : 電子通信学会誌 MR78-28 (1978) 1.