

北海道大 工 ○山本 芳史, 岡田 亜紀良, 義家 敏正  
 浜田 弘一, 廣田 榮一, 石田 巖

### 要 旨

ダイヤモンド砥粒により研磨仕上げしたMn-Znフェライト単結晶の加工変質層を、超微小硬さ計による硬さ測定およびTEMによる転位組織観察を行なった。加工変質層の厚さは硬さ測定により(110)および(111)面でそれぞれ $5\mu\text{m}$ 以下および $2.5\mu\text{m}$ 以下である。TEM観察は(110)面は $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 、また(111)面は $\langle 112 \rangle$ 方向に平行に配列した螺旋状の転位組織が見られた。

### 1. はじめに

Mn-Znフェライト単結晶は、優れた磁気特性と、高硬度による耐磨耗性が大きいなどの機械特性のためヘッド用材料として用いられている。ヘッドとして加工する場合、その加工変質の問題は不可欠である。

今回は加工変質の深さを見積もり、加工変質層をTEM観察することに成功したので報告する。

### 2. 試料

試料として(110)、(111)面を持つMn-Znフェライト単結晶を用いた。これらの表面仕上げ加工工程を次に示す。

- ①両面ラップ GC#1200ラップ
- ②鏡面ラップ(粗)  $3\mu\text{m}$ ダイヤモンド砥粒 錫定盤
- ③鏡面ラップ(仕上)  $0.5\mu\text{m}$ ダイヤモンド砥粒 錫定盤

なお、表面の除去およびTEM観察用試料作製には353Kの50%リン酸水溶液を用いた。

### 3. 実験方法

#### 3-1 超微小硬さ試験

超微小硬さ計は島津製作所のDUH-200を用いた。圧子は対稜角 $115^\circ$ のダイヤモンド三角錐圧子を用いた。試料の表面層を $2.5\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 化学研磨で除去し、硬さの変化を測定し加工変質層の深さを見積もった。

#### 3-2 TEMによる表面層の観察

試料の表面を残すためにその反対側から小さな穴があくまで化学研磨を行なう。そして穴のあいた周辺の薄くなった部分をTEM観察した。

### 4. 実験結果および考察

#### 4-1 超微小硬さ試験

図1、図2にそれぞれ(110)(111)面の圧子の押し込み深さに対してプロットした硬さを示す。この硬さは荷重-押し込み深さ曲線から得られる。図からわかるように、深さが $0.02\mu\text{m}$ 付近で硬さが大きい。これは、ちょうど圧子が表面に接触した直後は圧子の先端が丸まっているため変形は弾性的に進むからである。

硬さは(110)結晶面では深さが深くなるほど小さくなる傾向があるが、(111)結晶面ではほぼ一定である。(110)結晶面では図1に示すように $2.5\mu\text{m}$ 表面層を取り除いたあとでの硬さは除去前とはほぼ変わらない。しかし、 $5\mu\text{m}$ 除去すればわずかに硬さの値は減少する。一方、図2に示すように(111)結晶面では $2.5\mu\text{m}$ 除去すれば硬さは減少する。これらの結果から加工変質層の深さは(110)結晶面で $5\mu\text{m}$ 以下、(111)結晶面で $2.5\mu\text{m}$ 以下といえる。このことから加工変質層の深さは結晶方位によって違うことが推定できる。

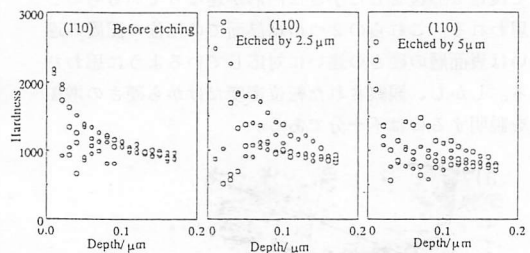


図1 (110)面の超微小硬さ試験結果

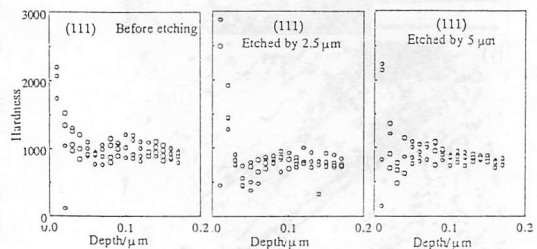


図2 (111)面の超微小硬さ試験結果

#### 4-2 TEMによる表面層の観察

図3(a)(b)に(110)結晶面のTEM写真を示す。図3(a)から[100]、[110]および[111]方向に近いまっすぐな線がみられる。高倍率写真の図3(b)より明らかなようにこれらの線は転位の列である。これは試料の表面で螺旋状の転位が半分のところで切られたものと考えられる。また、転位密度は $10^{10}\text{mm}^{-2}$ ( $10^{16}\text{m}^{-2}$ )と見積もることができた。

これらの転位の列は研磨加工によって入ったものと考えられ、研磨の初期の段階においては微小なクラックがつくりだされる。そして、表面でこれらの欠陥が溜まったことによる圧縮応力を吸収するように転位が入ると思われる。また、転位が最終的に螺旋状の構造となるのは転位が格子間原子のような点欠陥を吸収するからである。

類似した転位が(111)面にも観察できた。それを図4(a)(b)に示す。この場合は螺旋状の転位の軸は[112]方向に平行に向いている。異なった回折条件で観察した2つの螺旋状の転位は図5(a)(b)に示す。これらの転位を比較して異なったコントラストが見られるのは、螺旋状の転位が異なったバーガスpekトルを持つからである。図5(b)の右半分を見れば、この螺旋状の部分は単純な円形ではなく、おそらく結晶構造を反映して複雑な形状をした小さな円形が連なっているものと思われる。これらの2つの結晶面での転位の配置の違いは表面層の硬さの違いに対応しているように思われる。しかし、観察された転位密度だけから硬さの増加を説明するのは不十分である。

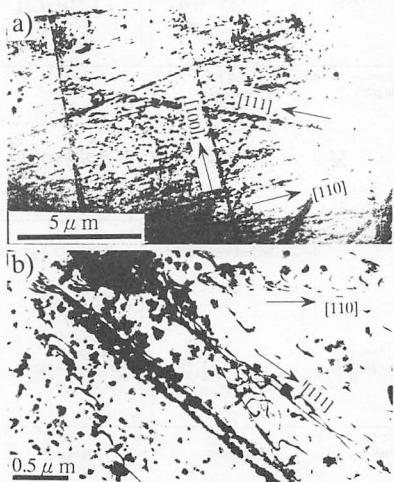


図3 (110)面のTEM観察

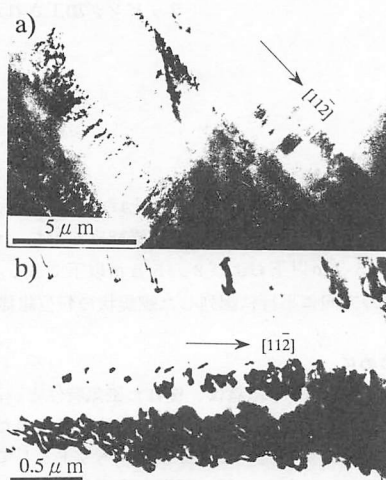


図4 (111)面のTEM観察

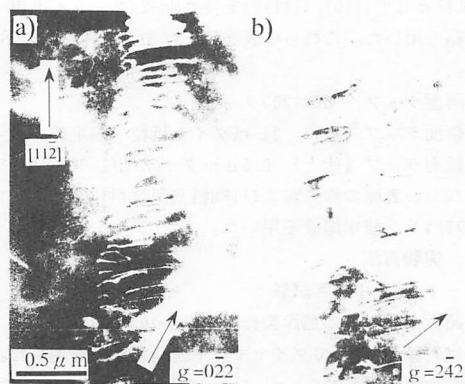


図5 (111)面の螺旋状の転位観察

#### 5. おわりに

Mn-Znフェライト単結晶の研磨加工による変形過程は、ある結晶方位に平行に螺旋状の転位が配列していることから結晶方位により異なる。

超微小硬さ試験での硬さの上昇は表面層に導入された転位の存在のみでは説明できず、TEMでは観察できない違うタイプの欠陥の存在と考える必要がある。この欠陥の種類は螺旋状の転位の形成過程に大きく関係している可能性がある。現在、さらに進んだ実験と解析を進めている。