潤滑剤結合力と磁気ディスク耐久性

Effect of Bond Strength between Lubricant and Carbon Surface on Durability of Rigid Disk

林 真一、川本 淳、山岸 浩一、金井塚 唯人

住友金属鉱山(株) 中央研究所、千葉県市川市中国分3-18-5 (〒272)

S. Hayashi, A. Kawamoto, K. Yamagishi, T. Kanaizuka

Central Research Lab. Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.
3-18-5 Nakakokubun Ichikawa Chiba 272

The effects of the bond strength between lubricant and carbon surface on the durability of rigid disk (CSS and stiction) are studied. In this study, we focused on two parameters; time interval between carbon sputtering and lubricant coating, and curing temperature of the lubricant.

It was found that both the bond strength and the durability were obtained as functions of these two parameters, then the durability relates strongly to the strength of the bond.

To control the strength of the bond accurately and to improve the durability, it is necessary to take into account the effect of the time interval. From this point of view, new technique of the curing system on the manufacturing is possible.

Key words: rigid disk, lubricant, curing, CSS, durability, stiction, contact angle.

1. はじめに

固定磁気ディスク装置では、装置の始動や停止に伴いヘッドがディスクに接触し擦れ合うコンタクト・スタート・ストップ(CSS)方式が採用されている。磁気ディスク装置の信頼性を向上させる上でCSSに対する耐久性向上は重要な課題である。これは主にディスク/ヘッド間の摩擦特性と吸着特性の問題で、磁気ディスク表面に塗布される潤滑膜の特性に強く依存する。最近の磁気ヘッドの低浮上化はより優れた耐久性を要求することになり、したがって耐久性を向上させるべく潤滑特性の制御の精密化が重要課題となってきた。これまで

潤滑剤の種類(官能基の種類)、潤滑剤分子量などが耐久性に及ぼす影響については調べられてきたが^{1), 2)}、潤滑膜の形成条件が耐久性に及ぼす影響については検討されていなかった。今回我々はカーボン保護膜を有するスパッタ型磁気ディスクにおいて潤滑膜形成条件、特にスパッタ後潤滑剤塗布までの放置時間と潤滑剤塗布後の焼成が潤滑剤とカーボン保護膜との結合力に影響を与えている事を見だし、その結合力が耐久性に与える挙動について明らかにしたので報告する。

2. 実験方法

実験には砥粒による機械加工で表面テクスチャを形成したAl/NiP基板上にCr/CoCrTa/C三層膜をスパッタ法により形成した磁気ディスクを用いた。潤滑剤には、水酸基を官能基として有するパーフルオロアルキルポリエーテル系潤滑剤(z-dol, モンテカチーニ社製)を用い、パーフルオロアルキル系溶媒(フロリナート FC-77, 3M社製)に潤滑剤を溶解させスピンコート法により塗布、その後オープンによる焼成を行い潤滑層を形成した。潤滑層の厚さは潤滑層焼成後の測定で、全ての実験において $33 \pm 1.5 \text{ \AA}$ となるように塗布時の濃度を調整した。

塗布された潤滑剤分子とカーボン保護膜との結合力、結合割合を次のような洗浄試験を行う方法で簡易に評価した。潤滑膜を形成した磁気ディスクを上記溶媒(FC77)で3分間超音波洗浄し、洗浄前後の潤滑膜厚の比を潤滑剤残存率として定義し、これをもって結合力の指標とした。潤滑剤残存率が高いほど、カーボンとの高い結合力持ち溶媒に溶出しにくい潤滑剤分子の割合が多いと考える。

潤滑膜厚はXPS（X線光電子分光）で測定したC-C結合（285 eV）、C-F結合（292 eV）のピーク比より以下の換算式より計算した。

$$\delta = 40 \cdot \ln \{ 3.1 \cdot (I_{C-F} / I_{C-C}) + 1 \}$$

CSS試験は単板耐久性試験器（KT202，交洋製作所製）を用いて行った。測定条件は荷重約9gの70%Al₂O₃・TiCスライダーを有するヘッド、立ち上がり及び立ち下がり時間3秒、最高回転数3.6m/s（浮上限界速度約3m/s）、停止及び定常回転時間無しとした。立ち上がり、立ち下がり時の回転数の変化パターンをTable1に示すが、可能な限り長くディスクとヘッドが摺動するように回転パターンを設定した。CSSによる動摩擦係数の変化を定期的に測定し、動摩擦係数の1周中の最大値が0.4を越えたときを故障と定義した。そのときのCSS回数より累積ハザード法を用いたワイブルプロットを行い、平均故障CSS回数を求めた。測定面数は8-12面とした。

吸着試験はCSS試験と同じ仕様のヘッドを用いて

Table 1 Rotational speed pattern for CSS.

Rising

time(%)	10	20	40	60	80	100
rot. speed(%)	20	30	38	45	60	100

Lowering

time(%)	10	30	50	80	90	100
rot. speed(%)	78	50	42	30	20	0

Fig.1 CSS durability as a function of time interval between sputtering and lubricant coating.

80℃、80%RHの恒温恒湿環境化に48時間放置後の静止最大摩擦係数を測定し求めた。吸着試験の測定面数は8面とした。

3. 結果、考察

3.1 カーボン膜成膜から潤滑剤塗布までの放置時間の影響

潤滑層形成条件としてカーボン膜成膜後から潤滑剤塗布までの放置時間が耐久性に与える影響について調べた。スパッタ成膜された基板をクリーンルーム中（23℃、50%RH）に一定時間放置し、その後FTP（ファイナルテープポリッシュ）、潤滑剤塗布、焼成を連続して処理した。焼成条件は焼成温度100℃、焼成時間は50分とした。Fig.1にこの放置時間によるCSS耐久性の変化を示す。潤滑剤塗布までの放置時間が長くなるにしたがい、故障までの平均CSS回数が増加しCSS耐久性が向上する。潤滑剤塗布までの放置中にCSS耐久性に影響を及ぼすような何らかの変化がディスクに生じたと考えられる。

CSS耐久性が放置時間により変化する原因を潤滑剤とカーボンとの結合力の観点から調べた。Fig.2に洗浄試験による潤滑剤残存率の放置時間による変化を示す。潤滑剤残存率は放置時間とともに減少する。放置時間が30分では残存率は70%と高率であるが、充分長時間放置すると45%程度に漸近する。潤滑剤塗布までの放置時間が長くなるに従い潤滑剤分子とカーボン表面との結合力が低下することが示された。この結果はカーボンの表面状態が放置中に潤滑剤との結合を阻害するように変化したことを示している。

Fig.2 Lubricant residual ratio versus time interval between sputtering and lubricant coating.

Fig.3 Time interval dependence of contact angle on carbon surface.

Fig.5 Curing temperature dependence of lubricant residual ratio (in oven).

Fig.4 Curing temperature dependence of CSS durability (in oven).

Fig.6 Curing time dependence of lubricant residual ratio (in oven).

カーボン表面に対する H_2O の接触角の放置時間による変化を調べた結果をFig. 3 に示す。カーボン表面はスパッタ直後には接触角が数度と小さく非常に濡れ性が良いが、時間とともに濡れ性が低下し充分長時間放置後（24時間以降）には接触角は約85度となる。この接触角の変化からも潤滑剤の結合力に影響するカーボンの表面状態の変化が時間とともに生じていることが支持される。つまりスパッタ直後のカーボン表面は活性度が高くこの状態では潤滑剤分子との結合が生じ易くその結合力が強いが、時間が立つにつれカーボン表面の活性が失われ潤滑剤分子との結合が生じ難くその結合が弱くなる。表面の活性が失われる原因は空気中の炭化水素などによるカーボン表面の汚染、あるいは酸素、窒素などによるカーボン表面の修飾などではないかと推測される。また、この接触角の変化は次に述べるような焼成では回復せず、強固な化学結合が形成されていると思われる。

これらの結果は安定したCSS耐久性を得る上でカーボンの表面状態を制御することが重要な問題であることを示唆している。

3.2 焼成温度、焼成時間の影響

潤滑膜形成条件として潤滑剤塗布後の焼成温度及び焼成時間が耐久性に及ぼす影響について示す。スパッタ成膜された基板をクリーンルーム中（23°C、50%RH）に24時間放置し、その後FTP、潤滑剤塗布、焼成を連続して処理した。Fig. 4 に焼成温度とCSS耐久性の関係について、Fig. 5 に焼成温度による結合力の変化を示す。この時の焼成時間は全て50分とした。Fig. 4、5より焼成温度が高いほどCSS耐久性が劣り、それと同時に潤滑剤の結合力が強くなっていることが分かる。前項の結果と同様に焼成温度も潤滑剤の結合力に関してCSS耐久性に影響を与えていると考えられ。

Fig. 7 Curing temperature dependence of stiction coefficient (in oven).

Fig. 9 Curing time dependence of residual ratio using IR heater.

Fig. 8 Heating time dependence of disk temperature using IR heater.

Fig. 6 に焼成時間と潤滑剤結合力の関係についての測定結果を示す。焼成時間が長くなると若干は結合力が増加する傾向は認められるが、15分から120分の間では時間にはほとんど依存しない。オープン投入後ディスクが昇温するまでの時間を考慮にいと、短時間（15分以内）の内にその温度で結合するほとんどの結合が完了すると言え、結合力はほとんど焼成温度にのみ依存し時間には依存しない。つまり潤滑剤とカーボンの結合様式は様式ではなく、したがってその反応の活性化エネルギーも単一ではなく分布がある（種々のエネルギー値をとる）ため反応率が温度にのみ依存する結果が得られたと考えられる。

3.3 結合力と耐久性の関係

以上のように潤滑剤の結合力とC S S耐久性は密接な関係にあることが理解される。更にFig. 7 に焼成時間と

吸着特性の関係を示す。Fig. 5 の焼成時間と結合力の関係を考慮すれば、結合力は吸着特性とも関係しC S S特性とは逆に結合力が高いほど吸着特性が良いことがわかる。結合力とC S S、吸着特性の関係は次のように考えられる。潤滑剤とカーボン表面の結合力が強いと潤滑剤分子のカーボン表面での移動が少なく吸着現象の原因となるメニスカスの形成が起こりにくい³⁾。しかし、C S S時のヘッドの摺動により潤滑剤が取り去られた後潤滑剤が復元するいわゆる自己修復作用が弱くなる⁴⁾。従って、吸着特性は改善されるがC S S特性は劣化する。結合力が弱い場合は上述とは逆のメカニズムで吸着特性が悪化しC S S特性が改善される。

3.4 焼成方法の改善

次に耐久性に優れた潤滑層を安定に効率よく形成するプロセスについて考える。今までの議論で明らかになったように潤滑剤の密着力が時間に対して変化し、それにつれて耐久性も変化することから、潤滑特性を精密に制御するためにはスパッタ終了後潤滑剤塗布までの時間を規定したプロセスが重要と考えられる。しかし、バッチ式の焼成工程では大量のディスクを一括して処理するため焼成までの時間を全てのディスクで同一にすることは難しい。そこで、赤外線ヒータによる輻射で急速にディスクを加熱する枚様式（ディスクを一枚ずつ処理する）の焼成装置を用い従来のバッチ式焼成炉による方法と比較した。潤滑塗布までの放置時間は24時間とし、放置時間のばらつきが結果に影響しないようにした。

Fig. 8 に示されるように赤外線加熱装置を用いると30秒以内にディスクを100°C以上に加熱できる。この時の潤滑剤の結合力と加熱時間の関係をFig. 9 に示す

が、最高到達温度130℃、加熱時間15秒の焼成条件の時に、従来の焼成炉での100℃、50分と同等の50%の結合力を示した。同一の結合力を示す温度が焼成炉による加熱と異なるのは、急速昇温による温度測定の誤差、あるいは加熱されている時間が結合反応に必要な時間に比較して短いと思われる。そこで赤外線輻射加熱、130℃、15秒の条件で焼成したディスクについてそのCSS、吸着特性を調べた。Table 2 にその結果を従来の焼成炉を用いた方法と合わせて示すが赤外線輻射加熱による焼成は従来の焼成炉による方法と同等のCSS、吸着特性を示すことがわかった。

よって、赤外線輻射加熱を用いた枚様式の焼成工程を取り入れることで放置時間を正確に制御し耐久性の安定したディスクを効率よく生産できることがわかった。

Table 2 Comparison of durability cured by IR heater with that by oven.

	CSS (cycles)	Stiction
IR Heater (130 °C, 15 sec)	220	0.32
Oven (100 °C, 50 min)	160	0.30

4. まとめ

CSS、吸着特性はスパッタ—潤滑塗間の放置時間、潤滑膜焼成温度に強く依存し、それは潤滑剤とカーボンの結合力によって説明される。

潤滑塗布までの放置時間を規定し、赤外線による枚葉式の加熱方法を用いることで耐久性の安定したディスクを効率よく生産できる。

文献

- 1) A. M. Scarati and G. Caporiccio : IEEE Trans. Magn. MAG-23, 106(1987)
- 2) B. Bhushan and M. T. Dugger : J. Trib., Trans. ASME 111, 452(1990)
- 3) M. J. Matthewson and H. J. Mamin : Proc. Mat. Res. Soc. Symp. 119, 87(1988)
- 4) Y. Hu., and F. E. Talke : "Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Systems" Vol. 5, pp. 43-48. SP-25, STLE, Park Ridge, Illinois.