1109 環境制御型原子間力顕微鏡を用いた プローブと超薄膜液体潤滑膜との相互作用に関する研究

Interactions between probes and ultra-thin lubricant films using environmentally controlled atomic force microscope

○学 島山 淳一 (関西大院) 正 多川 則男 (関西大, HRC)
正 森 淳暢 (関西大, 非常勤)

Jyunichi HATAKEYAMA, Graduate School, Kansai University, 3-3-35, Yamate-cho, Suita, Osaka
Norio TAGAWA, Kansai University, High Technology Research Center
Atsunobu MORI, Kansai University

Recently, it is important to clarify the interactive forces between slider and disk surfaces in nanometer head-disk interface region in HDD, in order to achieve ultra-high magnetic recording density. This paper describes the interactions between atomic force microscope (AFM) probes covered by conductive diamond thin films and ultra-thin liquid lubricant films. In this study, AFM was set in the environmentally controlled chamber. We investigated the difference in a response of the force curve by varying the lubricant materials (Zdol2000, Ztetraol2000), relative humidity and lubricant film thickness. From the experimental results, it was found that meniscus bridge is easy to be extended at high relative humidity. Touch-down distance gradually increased with an increase in the relative humidity and was greater as the lubricant film thickness increased. On the other hand, adhesive force decreased with an increase in the lubricant thickness.

Key Words: Atomic Force Microscope, Force curve, Meniscus, Lubricant film, Relative humidity, Adhesive

1 緒 言

情報のデジタル化が進むにつれ、外部記録装置としてハードディスクドライブ (HDD) の果たす役割は非常に大きくなっている。HDD の大容量高密度化の進展に対応して磁気ヘッドと磁気ディスク間の隙間低減技術が著しく向上し、スライダの浮上量は 10~15nm 程度になっている。ところが、このスライダ浮上隙間の狭小化によって磁気ヘッドと磁気ディスクを非接触状態に保つことが困難となり、磁気記録の信頼性低下が問題となってきている。一方、磁気ヘッドと磁気ディスクの接触に際し、どのような力が作用しているのかは未だに明らかになっておらず、その解明が急務となっている。しかし、実稼働中の HDD 内におけるヘッド-ディスク間に作用する力を直接測定することは非常に困難である。そこで本研究では、磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触現象を原子間力顕微鏡 (AFM) のプローブと磁気ディスクとのフォースカーブを測定することで模擬的にを行い、ナノオーダーの微小領域における作用力を解明する。また、HDD の使用用途拡大に伴い、磁気ディスク上に塗布された潤滑剤が周囲環境の影響によってどのような挙動を示すのかということに着目し、フォースカーブ形状と湿度の関係を明らかにすることを目的とする。

本研究ではこれまでに、潤滑剤 Zdol2000 と A20H2000 を用いたフォースカーブ測定を行い、湿度および膜厚の変化による影響に関して調査を行ってきた⁽¹⁾。本論では、Zdol2000 と比較して分子鎖の末端に 2 倍の水酸基を有する潤滑剤 Ztetraol2000 を用い、両者の比較を行った。

2 実 験

2.1 環境制御型原子間力顕微鏡

本研究では、Fig.1 に示す雰囲気制御チャンバー内に設置された原子間力顕微鏡を使用することで、所定の温度・湿度範囲内での測定を行うことが可能となっている。プローブは導電性ダイヤモンドをコーティングしたものを使用し、その先端曲率半径は約 100nm である。

Fig.1 Environmentally controlled atomic force microscope

2.2 潤滑剤

実験には末端基構造が異なる 2 種類のフッ素系鎖状高分子液体潤滑剤 Zdol2000 および Ztetraol2000 をディップ法により塗布したディスクを用いた。使用した潤滑剤の構造式、単分子膜厚および分子量を Table.1 に示す。

Table.1 Chemical structure and molecular weight

Lubricant	Chemical structure	Monolayer film thickness (Å)	Molecular weight
Zdol2000	—R—OH	16	2000
Ztetraol2000	—R—OCH ₂ CH(OH)CH ₂ OH	19	2357

2.3 実験条件

Table.2 に実験条件を示す。測定には上記 2 種類の潤滑剤を単分子膜厚程度に塗布したディスクに加え潤滑剤を塗布していない無潤滑ディスクの 3 枚のディスクを用いた。測定にあたっては同一カンチレバーを使用した。チャンバー内の湿度制御は低湿条件から加湿する手順で行った。

Table.2 Experimental condition

Lubricant	No lubricant	Zdol2000	Ztetraol2000
Lubricant film thickness[Å]	—	15.9	20.2
Temperature [°C]	30		
Relative humidity [%RH]	10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80		
Cantilever spring constant[N / m]	0.18		
Liner velocity of stage[μm / s]	1.0		

3 フォースカーブ測定

Fig.2 に本研究において得られるフォースカーブを示す。フォースカーブ測定では、試料とカンチレバーとの距離を変化させ両者に働く距離に対する作用力の変化を求める。横軸は PZT によって動かした試料全体の高さ方向の位置を表しており、プローブと試料の間の距離が大きくなる方向を正とする。また、縦軸はプローブと試料表面の間に働く力であり、正の領域は斥力を、負の領域は引力を表している。実際の測定においては、測定点によって結果に大きなばらつきが生じるため、測定条件ごとに 10 回の測定を行い、その平均値を算出した。

Fig.2 Force curve sample

4 実験結果・考察

4.1 フォースカーブ測定結果

Fig.3 Force curve of Zdol2000 (15.9 Å)

Fig.4 Force curve of Ztetraol2000 (20.2 Å)

Fig.5 Force curve of No lubricant

Fig.3 から Fig.5 に示すフォースカーブ測定結果より Approach と Release でプローブの凝着によりヒステリシスが発生しており、Approach 時より Release 時の方が凝着力は大きくなる。また Zdol2000 および Ztetraol2000 では Release 時に潤滑剤分子とプローブ間にメニスカス架橋を形成し、試料台の移動とともにメニスカスが伸展する過程が見られ、架橋構造が破断した瞬間にプローブが平衡位置へと戻ることがわかる。また、湿度増加によってフォースカーブ形状が変化し、

メニスカスの伸展量が大幅に増大することも確認できる。一方、無潤滑ディスクではそのような傾向は見られず、カンチレバーの復元力がディスク基板との付着力を上回った時点でプローブが平衡位置に戻ることがわかる。

4.2 Touch down

Fig.6 Touch down distance v.s. relative humidity

Fig.6 は Approach 時にプローブが接触した位置から原点までの距離をプロットしたものである。この結果より、プローブの接触は Zdol2000 > Ztetraol2000 > No lubricant の順に早く生じることがわかる。No lubricant においてはディスク上に潤滑剤が存在せず、近距離引力であるファンデルワールス力のみが作用すると考えられる。一方、潤滑剤がディスク上に存在するとプローブ-ディスク間にメニスカス架橋を形成し、より遠くからプローブの引き込みが生じるため、上記のような結果になったと思われる。このことから、極微小領域におけるプローブの引き込みは、ファンデルワールス力に比べメニスカス形成による影響が大きいことが示唆される。また、Zdol2000 と Ztetraol2000 を比較すると前者の流動性が高いことがわかっている⁽²⁾。したがって、メニスカスは流動性の高いものほど早く形成されることが考えられる。また、潤滑剤がある場合には、湿度増加によって接触が早くなることもわかる。DLC 膜と吸着している末端の OH 基が水分子との結合によってその吸着状態が弱まることが考えられるため⁽³⁾、高湿になるほど OH 基と水分子との結合作用によって流動性が増加することでメニスカスの形成が促進されたものと考えられる。

4.3 Adhesive force

Fig.7 Adhesive force v.s. relative humidity

一般に凝着力はファンデルワールス力とメニスカス力の合力であると言われており、これに従うとすると No lubricant < With lubricant であると考えられるが、本研究では Fig.7 に示すように No lubricant のみ極めて大きな凝着力が作用している。この結果より、無潤滑ディスクにおいてはプローブと DLC 膜

が固体接触状態となっており、この付着力が潤滑剤の存在によって緩和されることが考えられる。すなわち、プローブと DLC 膜の真実接触部に潤滑剤が介在することで固体接触面積が減少することが大きな要因として挙げられる。

この点を検証するために行った Zdol2000 および Ztetraol2000 の膜厚依存性の調査結果を Fig.8 に示す。ここではチャンバー内水分の影響を無視するため、10%RH のみの結果を示している。Zdol2000, Ztetraol2000 とともに無潤滑状態から膜厚を増加させると凝着力は減少し、破線で示した単分子膜厚近傍で極小値をとった後、増加に転じる。このことから、本研究において観察される凝着力では、無潤滑状態から膜厚を増加させることでプローブの接触点における潤滑膜被覆が増大し固体接触が緩和される。その後単層膜が形成されることで DLC 表面が完全に被覆され固体接触が最小となり、さらに膜厚が増加すると今度はメニスカスによる架橋力が加算されるものと考えられる。

Fig.8 Adhesive force v.s. lubricant film thickness

4.4 Take off

Fig.9 Take off distance v.s. relative humidity

Fig.9はRelease時にプローブに作用する力がゼロとなった位置から原点までの距離をプロットしたものである。この結果よりプローブのTake offはZdol2000 > Ztetraol2000 ≒ No lubricant の順に遅くなることがわかる。AFM プローブの浮上はRelease時に作用する凝着力とメニスカスの伸展量によって決定される。Zdol2000ではメニスカスの伸展が非常に大きくプローブが離れにくいことがわかるが、Ztetraol2000ではメニスカスの伸展が観察されるもののその量が小さいため、凝着力の大きい無潤滑ディスクとプローブが離れる位置としては同程度の結果となった。また湿度増加によって伸び量が増大することからプローブの浮上は高湿ほど遅くなることもわかる。加えてApproach時にメニスカスを形成しやすい潤滑剤は、Release時に形成されたメニスカス架橋の伸展量が多い(メニスカスが破断しにくい)といえる。

4.5 Hysteresis

Fig.10に本実験結果から得られたヒステリシスを示す。ここで本研究におけるヒステリシスとはフォースカーブにおけるTouch downとTake offとの差を表す。Fig.10より、最も水分子の影響を受けていない10%RHの結果と比較すると、本実験におけるヒステリシスの大きさはZdol2000 > No lubricant > Ztetraol2000となる。一方、高湿環境下(80%RH)においてはZdol2000 > Ztetraol2000 > No lubricantとなり、低湿時と比較するとZtetraol2000と無潤滑ディスクの結果が逆転している。本研究において、メニスカス形成によって湿度増加とともにプローブのTouch downは早くなりTake offは遅くなるが、Release時のメニスカス伸展量が多いため、湿度環境によってこのような逆転が生じることは、ヒステリシスの大小関係がほぼTake offによって決定されることを表している。

Fig.10 Hysteresis

6 結 言

- ・ 潤滑剤の種類、湿度環境の変化によってフォースカーブ形状が変化する。
- ・ AFM プローブは潤滑剤が形成するメニスカスによって接触し、流動性の高い潤滑剤ほど接触は早い。
- ・ 最大凝着力は単分子膜厚で極小値をとり、それ以上の膜厚になるとメニスカス力により増大する。
- ・ メニスカスの伸び量は流動性の高い潤滑剤ほど大きい。
- ・ プローブ-磁気ディスク相互作用力測定におけるヒステリシスは、メニスカスの伸展量に依存する。

謝 辞

本研究の一部は、平成19年度関西大学大学院工学研究科高度化推進研究費によって行った。

参考文献

- (1) 畠山淳一 他：環境制御型原子間力顕微鏡を用いたプローブと超薄膜液体潤滑膜との相互作用に関する研究，日本機械学会年次大会講演論文集 Vol.2007, Vol.5, pp.339-340 (2007)
- (2) 森健太 他：超薄膜液体潤滑膜の流動特性に及ぼす温度の影響，日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集, Vol.2007, pp.235-238 (2007)
- (3) Teresa M. O'Connor, Young R. Back, Myung S.Jhon; Surface diffusion of thin perfluoropolyalkylether films, J. Appl. Phys. Vol.79 No.15 pp.5788-5790, (1996)