薄膜磁気媒体のヤング率測定と応力解析*

柳井秀敏^{*1}, 岸根延幸^{*1}
駒場ゆかり^{*2}, 村上敬宜^{*3}Measurment of Young's Modulus and Stress Analysis
of Magnetic Thin FilmsHidetoshi YANAI, Nobuyuki KISHINE,
Yukari KOMABA and Yunitaka MURAKAMI

When a flexible magnetic medium is driven, it is in contact with the magnetic head. To evaluate the tribological behavior of flexible media, it is necessary to measure the mechanical properties. However, it is very difficult to measure the mechanical properties, since the magnetic layer is very thin and is attached to the substrate. First, this paper proposes a convenient method for separately determining Young's moduli of two thin films of a magnetic medium. Second, the particular stress distribution inside a magnetic film (bonded two thin films) is analyzed. The internal stress in the medium is not uniform when the medium is subjected to tension. The analysis shows that the difference in Poisson's ratio in two bonded thin films causes flexure of the medium under tension as well as shearing stress at the interface between the magnetic layer and the substrate. Since the shearing stress may cause fatigue damage of the tape edge, detailed FEM analysis on its distribution is carried out.

Key Words: Flexible Magnetic Medium, Young's Modulus, Thin Film, Stress Analysis, FEM

1. 緒 言

磁気テープなどのフレキシブルな磁気メディアは磁気ヘッドと接触しながら走行するので、耐久性向上のためにはトライボロジー的な検討をすることが重要である。一般のフレキシブルな磁気メディアは厚み約7から75 μm のフレキシブルな基体上に磁性層(厚み約1から3 μm)を形成した薄膜状の構成物である。これらのトライボロジー特性はその機械的特性に依存している。機械的特性を論じる際に最も興味深いのはヤング率であるが、磁性層は基体に密着した薄膜であるため、単独のヤング率は測定困難である。これまで、疑似的な厚膜での検討⁽¹⁾ などがあるが、実際の磁性層との差は議論されていない。また、微小な三角すいなどの圧子を押し込む方法を利用して薄膜のヤング率を測定する方法^{(2)~(4)} も有望な方法と期待されるが、その測定は高度な技術を要し、たやすくはない。著者らはできるだけ簡単に、厚さ約1から3 μm の磁性層単独の弾性係数を推定するため、一軸引張りを利用した新しい

簡便な方法を提案する。

また、異なる材料から構成された二層膜が引張りを受けるときには、内部に発生する応力は単層膜のように一様とはならず、垂直応力のほかにせん断応力の発生も予想される。二層膜に起因するこのような複雑な応力場はヤング率測定に影響を及ぼすほかに、繰返し使用によるメディアの疲労破壊の原因となる可能性が予想される。そこで、FEMを用いて二層膜が一軸引張りを受ける場合の内部応力を明らかにする。

2. 実験方法

2.1 薄膜ヤング率測定装置 簡単な装置で十分な精度を得るために、図1に示す原理で天秤とレーザー光を利用した一軸引張試験装置を作成した。市販されている引張装置では、磁気メディアのように薄く腰のない試料の装着には熟練を要し、ジグの改良などを行わないと不要な曲げ荷重などが発生し、不具合を生じる。作成した装置の特徴は、一端を固定し垂直に垂らしたテープ状の試料直下に直接負荷できるため、試料に曲げ、ひねりなどが加わりにくく、荷重精度が得やすいことである。

まず、荷重零の状態天秤を水平に平衡を保って、試料の下端を天秤の片端に固定する。その後、試料に

* 原稿受付 平成5年10月4日。

^{*1} 正員, 花王(株)情報科学研究所 (〒321-34 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606)。^{*2} 花王(株)情報科学研究所。^{*3} 正員, 九州大学工学部 (〒812 福岡市東区箱崎6-10-1)。

荷重を加え、天秤に取付けたミラーとレーザ光を利用し、試料の変位を求める。レーザ光と天秤の距離を L 、天秤の長さの $1/2$ を a 、レーザ光の発射位置と天秤中央に取付けたミラーで反射された光の受光位置の差 x とすれば、 $L \gg a$ の場合、試料の変位 D は以下の式で表せる。

$$D = ax/2L$$

試料長約 100 mm とし、 1×10^{-3} 程度のひずみを測定するため、 $L = \text{約 } 20 \text{ m}$ 、 $a = 0.05 \text{ m}$ の装置を作成した。

また、“磁性層と基体は完全に密着しており、引張方向には一体となって変形する”と仮定し、異なる二つの材料の複合状態のヤング率を以下の式で関係づけた。

$$E_0 \cdot t_0 = E_M \cdot t_M + E_S \cdot t_S \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 E はヤング率を表し、 t は各材料の厚みを表す。添字 0 は複合状態、 M は磁性層、 S は基体を表す。

FEM による解析と区別するため、以下ではこの式 (1) を利用する方法を簡便法と呼ぶことにする。

2.2 厚膜のヤング率測定および式 (1) の検証

実験用設備にて疑似的な厚膜磁性層を作成し、ヤング率を測定した。厚膜と言っても最終目的の薄膜に相対

的に厚いものであり、厚さ約 $10 \mu\text{m}$ であるから、通常の感覚で薄膜であるといえる。

疑似厚膜は磁性塗料をポリプロピレンフィルム (以下 PP) に乾燥厚約 $10 \mu\text{m}$ となるように塗布し、表面平滑化処理を施した。測定試料形状に裁断、PP よりはく離し、磁性層単独の測定試料 (サンプル 1, 3) とした。表 1 に各サンプルの形状とバインダ樹脂配合量を示す。ただし、すべての配合は樹脂量だけを変化させ、他の組成は同一である。

また、同じ手法で同程度の厚みの磁性層をポリエチレンテレフタレートフィルム (以下 PET) 上に作成 (サンプル 2, 4) し、PET と一体とした状態でヤング率を測定した。このとき用いた PET も単独でヤング率を測定した。

磁性層疑似厚膜 (サンプル 1, 3) と PET 単独のヤング率測定値と、式 (1) を組合せ、磁性層+PET のヤング率を算出した。この値とサンプル 2, 4 のヤング率測定値を比較し、簡便法の妥当性を検証した。

2.3 実膜 (約 $2.5 \mu\text{m}$) のヤング率

実際の磁性層は約 $2.5 \mu\text{m}$ と非常に薄く、たとえ PP 上に成膜しても、そこから磁性層のみをはく離することは困難である。したがって、実膜の場合、実際にヤング率を測定できるのは磁性層+PET の複合状態と PET 単体である。これらのヤング率測定値と式 (1) を組合せ磁性層のヤング率を求めた。

実際の製造用設備にて、約 $9.7 \mu\text{m}$ の PET にバインダ樹脂配合量を変えた磁気テープサンプル 3 種類 (サンプル 5, 6, 7) を作成した。表 1 にサンプルの形状とバインダ樹脂配合量を示す。これらテープサンプルは実用にできるものである。また、PET はサンプル 2, 4 のものとは異なる種類を使用した。

磁性層+PET と PET のみのヤング率測定値と、式 (1) の組合せ、磁性層のみのヤング率を推定し、配合による物性の違いを比較した。

サンプル 6 は厚膜実験で用いたサンプル 1, 2 と同一配合であり、実験用と製造用との成膜プロセスによる物性の違いを比較している。

3. FEM 解析

二層膜の一軸引張試験を FEM を用いて解析した。使用プログラムは市販の汎用プログラム MARC である。解析したモデルはサンプル 2, 4, 6 である。図 2 (a) は厚みを z 方向、長手を x 方向、テープ幅を y 方向にとり磁気テープ形状と解析モデルの関係を図示した。サンブナンの原理と引張軸対称性を考慮し、解析モデルは磁気テープの厚み d に対して長手方向は $3d$ 、

表 1 サンプルの形状とバインダ樹脂配合量

	Samples	Cross sectional shape			Formulation
		Thickness (μ m)		Width (mm)	Resin (wt%)
		Magnetic layer	PET		
Test tape	Sample1	8.1	0	4.0	22
	Sample2	7.6	9.4	4.0	22
	Sample3	11	0	4.0	30
	Sample4	12	9.4	4.0	30
Real tape	Sample5	2.49	9.81	3.80	17.5
	Sample6	2.37	9.70	3.80	22
	Sample7	2.60	9.73	3.80	26

図 1 薄膜ヤング率測定装置模式図 ($L = 20 \text{ m}$, $a = 0.05 \text{ m}$, Tape length = 100 mm)

幅は $1.5d$ とした。

図2(b)(1)に解析モデルの形状を示す。境界条件は、面 $x=0$ で x 方向の変位 $=0$ ；面 $y=1.5d$ で y 方向の変位 $=0$ ；面 $x=3d$ で、全体の平均ひずみを 5×10^{-4} にするために、 x 方向の変位 $=5 \times 10^{-4} \cdot 3d$ とした。また、二つの材料の界面の接着は完全であるとみなした。図2(b)(1)はサンプル6についての解析形状で $d=12.07 \mu\text{m}$ (磁性層は $2.37 \mu\text{m}$) である。

要素分割は予備計算の後、 x 方向を四分割し、[図2(b)(1)], yz 面を図2(b)(2), (3)のようにした。テープ幅方向の自由端部分の要素を細かくしているのは、2種類の材料が接合している界面の端部近傍のせん断応力 τ_{yz} の分布を詳しく求めるためである。

x 方向歪が 5×10^{-4} となるように面 $x=3d$ に一定変位を与え、この面に生じた反力を yz 断面積で割って引張公称応力 σ_n とした。 σ_n を全体の平均ひずみ 5×10^{-4} で割り、二層複合状態のヤング率 E_{0FEM} を求めた。また、図2(b)(1)のABCD断面内に発生した τ_{yz} の分布を求めた。

4. 実験結果と考察

4.1 厚膜の実験 表2にヤング率の測定結果を示す。磁性層単独の測定値はサンプル1が7.0 GPa、サンプル3が11 GPaである。PET単独の測定値は

(a) 磁気テープ形状と解析モデル

(b) モデル形状と要素分割[(1) x 方向分割, (2) ABCD断面の分割, (3) 境界面近くの分割]

図2 FEM解析モデル

5.3 GPaとなった。この二つの測定結果と式(1)を用いて得た磁性層+PETの推定値を表2に示す。式(1)の t_s と t_m としては測定に用いたサンプル2, 4の厚みを用いた。

サンプル2では磁性層+PETの測定値が5.9 GPa、式(1)による推定値が6.1 GPaとよく一致した。サンプル4では測定値が7.5 GPa、推定値が8.5 GPaとなり若干差があるが、厚膜サンプルの測定値にばらつきがあり、測定値、推定値の差はこのばらつきの範囲内である。

以上より、簡便法は厳密ではないが実用上十分な評価法であると言える。

4.2 実際の二層薄膜の実験 磁性層+PETとPETのヤング率測定値と式(1)により、サンプル5, 6, 7の磁性層のみのヤング率はサンプル5が12.0 GPa, 6が15.7 GPa, 7が16.0 GPaであった。この値とバインダ樹脂配合量の関係を図3に示す。図中には、厚膜の実験結果より、サンプル2, 4(labo. process)の磁性層のヤング率を式(1)より求め、成膜プロセスの違いの比較のため○印でプロットしている。

推定した磁性層単独のヤング率は、今回実験した配合の範囲では、バインダ樹脂量の多いほうが高い値を示した。また、実験用設備で作成した厚膜磁性層のヤング率は製品に比べ1/2程度の低い値しか示していない。この原因は、配合や成膜プロセスの違いにより磁性層の内部構造に差が生じたためと考えられる。磁気テープの磁性層は、バインダ樹脂中に針状磁性体、その他添加剤を混合分散した磁気塗料を基体上に塗布することにより成膜するが、このとき溶剤の蒸発による空孔が数多く発生する。最近、著者らは磁性層中の空孔の分布に着目した検討を行い、磁性層中に占める空孔の体積率とヤング率に相関のあることを確認している⁽⁵⁾。

表2 厚膜(表1のサンプル1~4)のヤング率測定結果と簡便法の E_0 との比較 [GPa]

	Measured value	Simple method
Sample 1 (Magnetic layer)	7.0	
PET	5.3	
Sample 2 (Bonded film)	5.9	6.1
Sample 3 (Magnetic layer)	11	
PET	5.3	
Sample 4 (Bonded film)	7.5	8.5

このことは、配合と製造プロセスを検討することにより必要に応じた強度設計が可能であることを示唆する。また、磁気メディアのヤング率を測定する際、疑似的な厚膜での評価は最終的に正しい評価結果を与えないと言える。

5. FEM 解析と考察

5.1 厚膜の解析による簡便法の検証 厚膜の実験で行ったサンプル 2, 4 のモデルに、ヤング率を磁性層単独の測定値 7.0 GPa (サンプル 2) と 11 GPa (サンプル 4) とし、PET の測定値 5.3 GPa、磁性層および PET のポアソン比を 0.3 として計算を行った。FEM による二層複合状態のヤング率を E_{0FEM} として、測定値、簡便法の推定値との比較を表 3 に示す。 E_{0FEM} と簡便法とはよく一致している。測定値との差は前述したように、厚膜実験のばらつきの範囲にある。簡便法の妥当性は FEM による厳密な計算によっても十分に確認できた。

5.2 実際の二層薄膜の解析

5.2.1 ヤング率とポアソン比の影響 実膜の場合、磁性層単独のヤング率は未知であるので、実験で得られたヤング率を中心に、10.0, 15.7, 20.0 GPa と変化させ、複合状態のヤング率との関係を調べた。このとき、PET のヤング率は測定値の 7.71 GPa とした。

表 3 磁性層ヤング率の導出方法の比較 [GPa]

Samples	Mesurement value	Simple method	FEM
Sample 2	5.9	6.1	6.07
Sample 4	7.5	8.5	8.52

図 3 磁性層のヤング率とバインダ樹脂配合量の関係

PET のポアソン比は 0.3 とし、磁性層のポアソン比を 0.1, 0.3 とした場合の磁性層のみのヤング率 E_M と E_{0FEM} の関係を図 4 に示す。図中の実線は簡便法による E_0 を表す。 $\nu_M=0.1, 0.3$ のいずれの場合も簡便法とよく一致しており、磁性層や基体の厚さに依存せず式 (1) による計算法の妥当性を裏付けている。

ここで、 ν_M の影響は明確ではないが、解析の結果以下のように推論できる。一般的な磁気メディアは引張ると磁性層を凸にして湾曲するのにに対し、図 2 (b) (1) の ABCD 断面でみて、 $\nu_M=0.3$ の解析結果は磁性層側が凸に変形しない[図 5 (a)]。一方、 $\nu_M=0.1$ では図 5 (b) に示すように磁性層側が凸になるように変形した。厳密には定量的な議論をする必要があるが、磁性層のポアソン比は PET よりも小さいと考えられる。ただし、図 5 (a), (b) は断面のスケールに対し、変位を 500 倍し、誇張して図示している。

5.2.2 内部応力の分布 図 6 は、サンプル 6 のモデルで、 $E_M=15.7$, $\nu_M=0.1$, $E_S=7.71$, $\nu_S=0.3$ の場合における界面近くのせん断応力 τ_{yz} の分布を示している。図の下面は τ_{yz} を図示した ABCD 断面内の位置を表す。図より、界面の端近くに τ_{yz} のピークが見られる。サンプル 6 のモデル(磁性層厚さ 2.37 μm , PET 厚さ 9.70 μm)の場合、位置は端から 0.1 μm , 大きさは σ_n の 7% 程度である。また、端および端部より内部ではすぐに零に近づいている。この応力の特異な分布

図 4 複合膜のヤング率 E_{0FEM} と磁性層のヤング率 E_M の関係

(a) $\nu_M=\nu_S=0.3$ (b) $\nu_M=0.1, \nu_S=0.3$

図 5 引張りを受けた二層膜の変形

は、いわゆる異種材料界面の端部に生ずる特異応力分布とは異なるものである。

図7(a)～(f)は磁性層と基体の界面における τ_{yz} の分布のみを示したものである。図7(a)～(c)は $\nu_M=0.3$ の場合で、せん断応力は発生していない。一方、図7(d)～(f)は $\nu_M=0.1$ の場合で、テープの端よりすぐ内側に τ_{yz} のピークが見られる。ピークの位置と大きさが(d)～(f)の間では変化はほとんど見られず、(a)～(c)では τ_{yz} が生じないことから、 τ_{yz} は二つの材料のポアソン比の差により発生しているものと考えられる。

この結果より、ポアソン比の異なる二つの材料が密着した二層膜が膜の面内の一方方向(x 方向)に引張りを

受けるとき、二層の境界端部のすぐ内側にせん断応力(τ_{yz})が発生し、その大きさは(ポアソン比が0.1から0.3程度の場合)公称応力の7%程度である。

磁気テープがデッキ内を走行するとき、走行系内でガイドピンに巻き付き、多数の屈曲を受ける。これは磁性層に繰返し引張り、圧縮を与える原因になる。また、再生-巻き戻しを繰返し行う場合も、張力を与える。これらが原因となり、図7(d)～(f)のようなせん断応力が繰返されると、テープ端のすぐ内側で界面のはく離や破壊が生じる可能性がある。実際、磁気テープの端部は粉落ち(磁性層のはがれなど)のトラブルが発生することがある。これはガイドピンによる摩擦が主原因と思われるが、せん断応力による疲労も原因の一端となる可能性を示している。

6. 結 言

磁気テープなどの薄膜磁性層のヤング率を簡便に測定する方法を提案し、実際に測定した。また、その測定結果をもとにFEM解析を行い、一軸引張りとは異なる内部応力分布の存在を明らかにした。得られた結論をまとめると以下になる。

6.1 ヤング率測定 基体に密着した薄膜のヤング率評価を行うため、一軸引張りに基づく新しい簡便法を導入した。

図6 ABCD断面内でのせん断応力 τ_{yz} の分布

図7 二層境界面のせん断応力 τ_{yz} の分布 [(a)～(c) $\nu_M=0.3$, (d)～(f) $\nu_M=0.1$, ($E_s=7.71$, $\nu_s=0.3$)]

(1) 簡便法の信頼性は、疑似厚膜の実験と FEM により実用上十分なレベルで確認できた。

(2) 簡便法をバインダ樹脂量を変化させた磁気テープサンプルに適用し、磁性層単独のヤング率を推定することができた。検討した配合の中では、樹脂量の多いほうが高いヤング率を示すことを明らかにすることができた。

(3) 同じ配合でも、疑似厚膜のヤング率は実際の磁性層の値の約 1/2 程度しか示さず、厚膜での評価は実際の磁性層に対し正しい結果を与えない。

6.2 FEM 解析 二層膜の引張りを FEM で解析し、内部応力を明らかにした。

(1) 一般的な磁気メディアの引張りによる変形挙動と FEM 解析の結果から、 $\nu_M < \nu_S$ と判断できる。

(2) $\nu_M=0.1$, $\nu_S=0.3$ の場合、一軸引張り(x 方向)に対して、2 材料の境界面の端部にピークを持つせん断応力 τ_{yz} が発生する。このせん断応力は二つの

材料のポアソン比が異なるときに発生する。大きさは引張公称応力 σ_n の 7% 程度である。

(3) この結果は、二層状の複合膜に一般的に当てはめることができ、複合膜の強度を考えると考慮すべき重要な点である。例えば、磁気テープなどでは境界面の端部に繰返し負荷によるはく離や破壊が発生し始める可能性を示している。以上のことから、このような複合膜を設計する際には、ヤング率のみならず、ポアソン比を考慮することが重要である。

文 献

- (1) Bhushan, B., ほか 1 名, *ASLE TRANSACTIONS*, 28-3 (1984), 325.
- (2) 村上・糸数・田中, 機論, 59-559, A (1993-3), 339.
- (3) 村上・松田, 機論, 57-539 A (1991-3), 201.
- (4) 柳井・岸根・駒場・応用磁気学会講演概要集, (1992-10), 227.
- (5) 片嶋・岸根・駒場・柳井, 応用磁気学会誌, Vol. 17, S2 (1993), 280.