磁気ディスク装置スライダの粘着低減， 表面はつ油処理技術の開発

吉村 保廣^{*1)} 青野 宇紀^{*1)} 池田由紀子^{*1)}
遠藤 喜重^{*2)} 時末 裕充^{*2)}

1. 緒 言

磁気ディスク装置の高記録密度化は年率50%と非常に急速である。高密度に記録された磁気情報を読み書きするためには、磁気ヘッドの位置決め精度を高めるとともに、記録密度に対応した分解能を磁気ヘッドに与える必要がある。これには、磁気素子をより高性能化してさらに磁気ヘッドの浮上量を低減することが必要となる。この場合、スライダにコンタミネーションが付着し易くなる。図1にスライダの概観図を示す。コンタミネーションが付着すると実質的なスライダ形状が変化してスライダの浮上量が減少し、磁気ヘッドが磁気ディスクに接触するクラッシュに至ることがある。また、駆動系に使用されているグリースや磁気ディスクに塗布されている潤滑剤が、長時間の稼働の間に拡散して、スライダに付着蓄積し、装置停止時にスライダと磁気ディスクとの隙間に濡れ広がって、スライダと磁気ディスクとの間に過大な粘着力が発生することが知られている⁽¹⁾。

このような粘着を防止する方法として、スライダ表面を低表面エネルギー化する方法があり、スライダへのコンタミネーションの付着を防止し、ひいてはクラッシュや粘着の障害を防止することが知られている⁽²⁾。そこで、筆者らはスライダ表面を、低表面エネルギー材料すなわちはつ油剤により被覆し、粘着を低減することを開発課題とした。

はつ油の効果は式(1)のYoungの式⁽³⁾の接触角で評価でき、接触角が大きいほどはつ油性は良好となる。接触角を大きくするためには、式(1)より γ_S を低減することが必要となる。

$$\gamma_S = \gamma_{SL} + \gamma_L \cos \theta \quad (1)$$

* 株式会社日立製作所

機械研究所：1) 研究員 2) 主任研究員

Development of Surface Oil Repellent Treatment Technique of a Slider in a Hard Disk Drive in Order to Prevent Sticktion; Yasuhiro Yoshimura, Takanori Aono, Yukiko Ikeda, Yoshishige Endou, Hiromitsu Tokisue (Hitachi, Ltd.)

1998年11月2日受理

図1 スライダの概観図。

但し、 γ_{SL} ：固体/液体間に働く界面張力

γ_S ：固体/気体間に働く固体の表面張力

γ_L ：液体/気体間に働く液体の表面張力

θ ：固体と液体との接触角

ここに、スライダをはつ油性にするために、最表面を γ_S の低い材料であるフルオロカーボン基を持つ物質により構成することとした。この材料としては、表面に $(-CF_2-)$ が配列されるポリテトラフルオロエチレンに代表されるフッ素系樹脂と、末端に (CF_3-) を持つアルコキシシラン等の化合物があるが、 $(-CF_2-)$ よりも (CF_3-) の方が表面張力(γ_S)が小さいため、 (CF_3-) を最表面に配列させる後者の化合物がよりはつ油処理に関しては有効である。

はつ油性に影響を及ぼすアルコキシシランの被覆率は被処理体表面の活性度すなわち水酸基の量に依存する。一方、スライダの表面には耐摩耗性を向上させるための保護膜として炭素膜が形成されているが、炭素膜の表面には水酸基が少なく、はつ油剤の被覆率が低くなり、良好なはつ油特性が得られないといった問題があった。本稿では、炭素膜が形成されたスライダにはつ油剤を被覆するために開発した技術について報告する。

2. はつ油処理剤と処理プロセス

はつ油処理剤は東芝シリコン(株)製のフルオロアルキルシ

ラン($\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) (以下 FAS と記述) とこの FAS を加水分解重合させた液 (以下改質 FAS と記述) を、溶媒にはフロリナートTMFC3255 (C_8F_{18} : 住友スリーエム^(株)) を使用した。

はつ油処理は次の 3 種のプロセスを検討した。

浸漬/加熱プロセス: 3 mass% FAS-フロリナート溶液にスライダを 5 min 間浸漬した後、393 K で 10 min 間炉中加熱する方法である。

蒸着プロセス: ステンレスビーカーに FAS 原液を 5 mL 程度入れ、ビーカー上方にスライダを釣り下げて、容器を 433 K の炉中で 10 min 間加熱し、スライダに FAS の蒸気を接触させる方法である。

浸漬/紫外線照射プロセス: スライダを 3 mass% FAS-フロリナート溶液に 5 min 間浸漬した後に、スライダの処理面から 70 mm の位置に出力 200 W の低圧水銀ランプを設置し、10 min 間紫外線を照射する方法である。

上記 3 種の処理プロセスの後に、未反応 FAS を除去するため 100% のフロリナートで 30 s 間超音波洗浄した。

3. はつ油性能とはつ油液, 処理表面分析結果

図 2(a) および (b) は、それぞれ改質していない未改質 FAS および改質 FAS で、浸漬/加熱プロセスによりはつ油処理したスライダの鉱油滴の側面写真である。鉱油接触角は、未改質 FAS を使用した場合は 51° 、改質 FAS を使用した場合は 68° となり、未改質 FAS よりも改質 FAS を使用した液で処理した方が接触角は大きく加水分解重合の効果が明らかとなった。未改質 FAS を用いた蒸着プロセスの鉱油接触角は 80° で、前述の改質 FAS の浸漬/加熱プロセスよりもさらに大きい値となった。浸漬/紫外線照射プロセスでは、蒸着プロセスと同等の 81° である。蒸着プロセスと浸漬/紫外線照射プロセスもはつ油性の向上に有効であることが明らかとなった。また、はつ油処理していないスライダの鉱油接触角は 20° であった。

図 3 は改質 FAS の $^1\text{H-NMR}$ 測定結果でプロトン核磁気共鳴スペクトルを示す。A, B および C のピークの積分値はプロトンの存在量を示しており、その比は、おおよそ、A: B: C = 9: 2: 2 である。FAS のプロトン数と δ 値⁽⁴⁾ から、A のピークはメトキシ基のプロトンに起因するピークであり、B および C のピークは、それぞれ $(-\text{CF}_2-\text{CH}_2-)$ 、 $(-\text{CH}_2-$

$\text{Si})$ のハイドロカーボンのプロトンに起因するピークである。D および E のピークは、メトキシシランがシラノールに変性したことにより生じる化学シフトに由来するピークであると考えられ、加水分解したことが推測される。また、D よりも E のピークの方がプロトンの積分値が大きいため、加水分解率は、C および E のピークの積分値の比として求めた。

図 4 は、FAS の加水分解率と鉱油接触角との関係を示しており、未改質 FAS の加水分解率を 0% とした。鉱油接触角は、加水分解率 0% で示された未改質液で 51° あり、加水分解率 30% までは加水分解率の増加とともに大きくなり、30% 以上ではほぼ一定の値となる。したがって、FAS の加水分解率を 30% 以上にすることが鉱油接触角の向上に有効である。

図 5 は改質 FAS のゲル浸透クロマトグラフ (GPC) 分析から求めた分子量分布曲線で、ある分子量範囲に占めるピークの積分値が重量分率を示す。A のピークは、分子量 350 から 780 まで分布しており、FAS の化学式から求めた分子量が 565 であることから、単分子のピークである。同様に、B のピークは 2 つの FAS が重合した 2 量体であり、C のピークは 3 量体である。また、分子量 8000 付近まで高分子量物が存在する。分子量分率は、ピークの積分値であることから、改質 FAS には、3 量体以上の高分子量体がかなりの割合で存在することが分った。

図 6(a) および (b) はそれぞれ未改質 FAS の蒸着プロセスおよび改質 FAS の浸漬/加熱プロセスではつ油処理したス

図 3 改質 FAS の $^1\text{H-NMR}$ 測定結果。

図 4 FAS の加水分解率と鉱油接触角との関係。

図 2 鉱油滴の側面写真。

図5 改質FASのGPC分析から求めた分子量分布曲線。

図6 XPS分析結果。

ライダの光電子分光分析(XPS)測定結果である。F1s軌道のピークは、図6(a),(b)いずれの場合もエッチングとともに低下し、その後はほぼ一定値となる。エッチングとともにフッ素量が減少することと、FASの構造から、スライダの最表面にフッ素原子の多い(-CF₃)が多数存在し、エッチングとともに(-CF₃)が失われ、その後FASがなくなるまでの間(-CF₂)が表面に露出することが推測される。なお、F1s軌道のピークは、エッチング時間60sで完全に消失した。接触角が80°である蒸着プロセスの場合のF1s軌道のピーク強度は、接触角が68°の浸漬/加熱プロセスの場合の2倍以上である。このことから、表面にフッ素原子が多いほど、すなわちFASの被覆密度が高いほど鉱油接触角が大きくなることが分った。

4. はつ油処理技術の開発ポイントと粘着低減効果

図7はスライダ表面の構造を模式的に表わした図である。図7(a)は、スライダ最表面が炭素でコーティングされた状態の未処理スライダであり、炭素膜は化学的に安定であるため、鉄やアルミニウムなどの金属材料に比べ水酸基の存在量が極めて少ない。一方、FASが被処理基板に結合する化学反応の過程は、まずFASを構成するけい素に結合したメトキシ基が加水分解反応によって水酸基に置換される。次に、この水酸基が被処理基板上に存在する水酸基と脱水縮合する。したがって、図7(b)に示すように、水酸基の少ないスライダ表面はFAS密度が小さい。このような水酸基が少ない表面にFASを高密度に被覆することは、図7(c)に示すように基板の水酸基が少なくても多量体ネットワークを形成す

図7 スライダの表面構造。

ることで可能になる。開発前段階におけるこのような推察が、本技術開発の重要なポイントとなった。具体的手段として、あらかじめFASを加水分解重合し、多量体構造に改良する方法と、FASの反応を促進させる蒸着方法および紫外線照射を利用する方法を見出した。

蒸着方法でははつ油処理したスライダと処理なしのスライダを磁気ディスク装置に組み込み、ランダムシーク試験を2000h行った後、磁気ディスクとスライダとを接触させた状態で放置し、再度ディスクを回転する時の起動トルクを粘着力とする実機試験を行った。その結果、はつ油処理したスライダの粘着力は、処理なしの場合に比較して約1/4の小さい値となり、はつ油処理の粘着低減効果を確認した。

5. 特 許

特開平10-9774, 特願平9-165671, 特願平9-296699

6. 結 言

表面に水酸基の少ない炭素膜が形成されている磁気ディスク装置スライダに以下の方法ではつ油膜を形成する技術を開発し、実機試験の結果、粘着力の低減する効果を確認した。

- (1) はつ油処理液のフルオロアルキルシランを加水分解重合させることによって多量体化する方法。
- (2) 蒸着プロセスによる方法。
- (3) 浸漬/紫外線照射プロセスによる方法。

文 献

- (1) Jing Gui and Bruno Marchon: IEEE Trans. on Mag., 34, No. 4, (1998), 1804.
- (2) Mönich, A., Glatzel, M., Hinkel, H., Kaus, G. Hraus, G., Künzel, U., and Max, E., USP4, 583, 145.
- (3) 日本化学会編, 実験化学講座7, 丸善, (1956), 63-118.
- (4) 荒木 峻, 益子洋一郎, 山本 修訳: 有機化合物のスペクトルによる同定法, 東京化学同人, (1983), 168-172.