紫外線照射処理および熱処理した 磁気ディスク潤滑膜の機械特性の評価

黒坂 渡^{a,*}, 三宅 正二郎^a

^a 日本工業大学 工学部(〒345-8501 埼玉県南埼玉郡宮代町学園台 4-1)

Evaluation of Mechanical Properties of Lubricant-Coated Magnetic Disk Subjected to Ultra-Violet Irradiation and Heat Treatment

Wataru KUROSAKA^{a,*} and Shojiro MIYAKE^a

^a Faculty of Engineering, Nippon Institute of Technology (4-1, Gakuendai, Miyashiro-machi, Minamisaitama-gun, Saitama 345-8501)

Using atomic force microscopy (AFM), nanoindentation, nanowear, and viscoelastic testing were performed to elucidate nanomechanical properties of lubricant-coated magnetic disks. The surface deformation resistance of an ultraviolet (UV)-irradiated disk is superior to those of heat-treated or untreated disks. Evaluation of viscoelastic change using nanowear tests revealed that, for the UV-irradiated and untreated magnetic disks, $\tan\delta$ does not decrease with friction. However, for the heat-treated disk, $\tan\delta$ decreases with sliding. This result demonstrates the resupply capability of the UV-irradiated and untreated lubricant-coated disks during sliding. The lubricant-coated magnetic disks' friction properties are evaluated using the ball-on disk friction test. The UV-irradiated magnetic disk exhibits stable friction coefficients, and less friction damage than the other. These superior properties of the UV-irradiated magnetic disk can be understood in terms of nanomechanical properties evaluated using AFM. The UV-irradiated disk has suitable bonding strength between the lubricant and DLC, in addition to the resupply capability of the free lubricant.

Keywords : PFPE Lubricant, Force Modulation, AFM

1. はじめに

情報産業の発展には目覚ましいものがあり、その中でヘッドと記録媒体との相対運動を基本原理とする磁気ディスクや光ディスクなどのファイル記憶装置が大きな役割を果たしている。磁気記録は光記録とともに記録密度を大幅に向上させ、高密度記録化、低価格化が実現されている。しかし、垂直記録方式が採用されており、さらに高密度記録を達成するためにはヘッド・媒体の隙間をできるだけ小さくする必要がある^{1),2)}。そのためには、保護膜厚の低減が欠かせず、磁気ヘッドの磁気ディスクへの接触による損傷からの耐久性を維持することが求められている³⁾。

ヘッド・媒体インターフェースでは極微小荷重、高速条件におけるトライボロジカルな現象が生じるので、極表面層の物性がトライボロジー特性に影響を与えている。現状では磁気ディスク装置の信頼性を確保するため、5nm以下のDLC膜などの保護膜および1nm程度のパーフルオロポリエーテル(PFPE: Perfluoropolyether)潤滑油が用いられており、潤滑油の保護膜への付着力を改善するための表面改質技術が重要になっている^{4),5)}。たとえば、PFPE潤滑油に対して紫外線照射⁶⁾や熱処理⁷⁾などが検討されている。しかし、処理の効果、メカニズムについては不明な部分が多く、表面での潤滑油の

状態、保護膜との付着力などの知見を得ることは重要である⁸⁾。

著者らは垂直磁気ディスクにおける横振動摩擦摩耗試験⁹⁾、粘弾性の評価から結晶粒界に起因する潤滑油の供給効果¹⁰⁾におよぼす熱処理の影響を明らかにしてきた^{7),11)}。さらに、紫外線照射処理を行った磁気ディスクについて、摩擦力と電流分布を評価し、潤滑油の挙動を明らかにしてきた⁶⁾。

本報告では、紫外線照射処理、熱処理および未処理の垂直磁気ディスク上の潤滑油に対して、原子間力顕微鏡を用いたナノメートルスケールの変形特性とボールオンディスク型試験¹²⁾を行った結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 試料

垂直磁気ディスクに潤滑油を塗布したものを試験片として使用した。保護膜にはDLC(Diamond-like Carbon)を用い、膜厚は約10nmとした。潤滑油には直鎖構造を有するFomblin系PFPE潤滑油Zdol2000(SolvaySolexis社)、分子数2000、末端の官能基として $-\text{CH}_2\text{-OH}$ の水酸基を有している。膜厚は約1.1nmである。これに紫外線照射処理として、潤滑油と保護膜の結合を促すと考えられる波長254nmの紫外光を低圧水銀ランプにて80秒間照射したもの、熱処理として、比較的ボンディング比が高くできる100℃の恒温槽で15分間処理をしたものを使用した。さらに比較のため未処理の試

* E-mail : s1014219@sstu.nit.ac.jp

料を用いた。ボンディング比とはディスク表面に固着している潤滑油量と固着していない潤滑油量の比率を指す。潤滑油塗布初期後の膜厚を計測し、その後フッ素系溶剤で洗浄、残存膜厚をX線光電子分光法にて計測し、全膜厚と残存膜厚の比から算出した。未処理磁気ディスクの潤滑油のボンディング比0%に対して、紫外線照射処理を行った潤滑油は重合が進み、ボンディング比は約20%、熱処理を行ったものは約80%程度になっている。ボンディング比の高い潤滑油は処理によって保護膜と結合しているか、または、重合反応により分子量が増大している。なお、潤滑油と保護膜との結合メカニズムおよび潤滑油の重合反応の有無等は不明であるが、溶剤で洗浄されなかった潤滑油を固定層とよび、洗浄により取り除かれた潤滑油を流動性のある潤滑油とした。

2.2 ナノインデンテーションによる変形特性の評価

紫外線照射処理、熱処理を施した潤滑油の変形特性を評価するため、ナノインデンテーション試験を行った。図1に概略を示す。先端半径約200nmのベルコビッチ型ダイヤモンド圧子を使用した。試験時の荷重は10～100μNである。押し込み時間は負荷時5秒、除荷時5秒とした。

2.3 ナノ摩耗試験と摩耗部のフォースモジュレーションによる粘弾性評価

潤滑油の摩擦後の移動状況を確認するためにナノ摩耗試験¹³⁾箇所におけるフォースモジュレーションを用いた粘弾

性評価を行った。図2に概略を示す。先端半径約200nmのベルコビッチ型ダイヤモンド圧子を試験箇所押し付け、ロックインアンプよりZ方向にフォースモジュレーションを付加し⁷⁾、トランスデューサーにより検出された変位、位相遅れから貯蔵弾性率： E' と損出弾性率： E'' を算出した。さらに(1)式より粘弾性 $\tan\delta$ を求めた。

$$\tan\delta = E''/E' \quad \dots\dots\dots (1)$$

ナノ摩耗試験は試験荷重を5μN～20μNとした。図中のWear directionは摩耗試験の摩擦方向を、Scan directionはチップの走査方向を示す。フォースモジュレーションを用いた粘弾性評価では、荷重振幅は5μN、周波数は300Hz、測定時に荷重を10μN～50μNと変化させた。また、フォースモジュレーションを用いた粘弾性評価はナノ摩耗試験直後に行った。摩耗部の深さを平均し、未摩擦部との差を摩耗深さとした。ナノインデンテーション試験とナノ摩耗試験およびフォースモジュレーションを用いた粘弾性評価は同一の装置を用いて行った。

2.4 ボールオンディスク型摩擦摩耗試験による摩擦特性評価

ボールオンディスク型摩擦摩耗試験機を用い、トライボロジー特性の評価を行った。圧子にはSUS440C φ6mmを用いた。総回転数は1800回。回転半径は5.0mm、回転数は60.0rpm。回転速度は31.4mm/sである。試験終了後、基板と圧子の損傷状態を光学顕微鏡にて観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 ナノインデンテーションによる磁気ディスク表面の変形特性

図3にカンチレバーを一定周波数で振動させ、形状を測定するDFM (Dynamic Force Modulation)を用い測定した未処理の表面形状を示す。表面形状像より、垂直型磁気ディスク特有の結晶粒界が確認できる。高くなっている結晶部を丘部、低くなっている結晶粒界部を溝部とした。潤滑油は均一に塗布されているが、丘部と溝部では潤滑油の存在量が異なり、それがトライボロジー特性に影響を与えていると考えられる。このため、ナノインデンテーションによる評価を行った。

Fig. 1 Nanoindentation test for evaluating of nanometer-scale deformation properties.

Fig. 2 Viscoelastic evaluation method by force modulation after nanowear test.

Fig. 3 Image of surface profile by DFM. (Non treatment)

図4 (a)に最大荷重 $20\mu\text{N}$ 時の磁気ディスク表面の丘部、(b)に溝部におけるナノインデンテーションカーブを示す。(a)の丘部では最大変形量が未処理で約 4.0nm 、熱処理で約 4.4nm 、紫外線照射処理で約 4.5nm と各試料の差は少ない。(b)の溝部ではインデント時の最大変形量は未処理で、約 4.8nm 、熱処理では約 4.0nm 、紫外線照射処理では約 2.8nm である。

図5 (a)に各試料の丘部、(b)に溝部における最大変形量の荷重依存性を示す。丘部の最大変形量では、ばらつきが大きく、各試料に有意な差は見られない。溝部においては図5 (b)に示すように、未処理で最も変形量が大きく、荷重の増加とともに増大している。処理の効果は溝部で見られ、最も変形量が少ないのは紫外線照射処理を施したものである。

ナノインデンテーション試験では、垂直方向の弾塑性的な変形特性が得られ、低荷重では主に流動層、固定層を含む潤滑油、高荷重ではDLC保護膜を含めた潤滑油の変形特性が得られると考えられる。熱処理は固定される層が増大し、ナノインデンテーションのような縦方向の力には大きな変形抵抗を示すと考えられる。しかし、比較的高荷重になると特に溝部でインデント深さはUV処理に比べ大きくなっている。この原因は明確ではないが再現性があり、処理によって潤滑油のDLCとの結合力および構造が溝部で変化していることが原因と考えられる。

3.2 ナノ摩耗試験と摩耗部のフォースモジュレーションによる粘弾性評価

ナノメータスケールの潤滑油と保護膜を含めた耐摩耗性

(a) Hill

(b) Valley

Fig. 4 Nanoindentation curve at $20\mu\text{N}$ load of lubricant-coated magnetic disk.

の評価として、図6に摩耗試験前と約 1.7nm 深さの摩耗が観察できる代表的なナノ摩耗試験(荷重: $15\mu\text{N}$)の結果を示す。摩耗深さは、枠の部分を平均断面として算出した。図7にナノ摩耗試験における摩耗深さの荷重依存性を示す。低荷重領域の荷重 $5\mu\text{N} \sim 20\mu\text{N}$ では熱処理で摩耗深さが大きく、未処理で最も摩耗が小さい。熱処理では固定される潤滑油が増大するので、可動成分が減少し、摩擦が生じた場合、損傷部に補給される潤滑油が減少して摩耗が増大すると考えられる。

図8に摩耗前の磁気ディスク表面の丘部(a)、と溝部(b)におけるフォースモジュレーションによる粘弾性評価を行った結果を示す。丘部において未処理、紫外線照射処理、熱処理

(a) Hill

(b) Valley

Fig. 5 Nanoindentation depth dependence on load.

Fig. 6 Nanowear profile and depth of lubricant-coated magnetic disk. (Non treated lubricant on magnetic disk)

Fig. 7 Nanowear depth dependence on load of lubricant-coated magnetic disk.

Fig. 9 Medians of $\tan\delta$ after nanowear test.

Fig. 8 $\tan\delta$ dependence on tested load before nanowear test.

ともに、 $\tan\delta$ は0.93程度を示す。これに対して溝部においては、未処理、紫外線照射処理では $\tan\delta$ は0.96、1.01程度と丘部に対して増加する。一方熱処理では0.84程度に著しく減少している。

図9に摩耗前における溝部の $\tan\delta$ 、摩耗試験部における $\tan\delta$ を他の試料と比較するため、接触状態が安定する15 μ N以上の値⁹⁾について平均化したものを示す。未処理では溝部の $\tan\delta$ 0.96から摩耗後1.00程度に増大する。熱処理では摩耗前の $\tan\delta$ 0.84程度に比べて摩耗後0.96と増大している。紫外線照射処理では、摩耗前後での差は少ない。

摩耗後の $\tan\delta$ は未処理で最も高く、熱処理では低い。紫外線照射処理は未処理と中間の値を示している。また摩耗荷重の増大に従い $\tan\delta$ は減少していることから、摩耗深さの増大に従い補給効果が減少していると考えられる。

Fig. 10 Friction coefficient dependence on sliding cycle by ball-on-disk.

ナノ摩耗後の摩耗部の粘弾性評価は各処理を行うことによる摩耗部の $\tan\delta$ の減少と対応し、特に熱処理では処理によってボンディング比が著しく増大したので、自由な潤滑油が減少して摩耗部へ補給される潤滑油が少なくなり、そのため $\tan\delta$ が減少したと考えられる。さらに、紫外線照射処理は熱処理と異なり $\tan\delta$ は増加しており、流動性が維持され潤滑油が補給されていると考えられる。

3. 3 ボールオンディスク型摩擦摩耗試験による摩擦特性

図10にボールオン型摩擦摩耗試験機の試験結果を示す。未処理では試験開始後700回まで摩擦係数は約0.05程度を示し、その後摩擦係数が増大する。熱処理では試験開始後の摩擦係数は約0.18程度を示すが、摩擦回数約1200回付近で摩擦係数が増大する。紫外線照射処理では摩擦係数の急激な増大は見られない。

図11に試験後の圧子と基板表面を示す。未処理では試料側に損傷が見られる。熱処理では未処理の試料と比べて損傷幅、損傷が増大しており、処理によって補給効果が減少していると考えられる。一方、紫外線照射処理では激しい損傷は見られない。これはボンディング比増大による固定層の増加とナノ摩耗後の $\tan\delta$ が増加したことと対応し、ナノ摩耗試験では潤滑油の補給効果が観察されていると考えられる。したがって、ボールオンディスク型摩擦試験の紫外線照射処理においては、固定層による耐久性の向上と流動性による補給効果によって潤滑性向上が実現したと考えられる。

Fig. 11 Surfaces of ball and disk after ball-on-disk friction tests.

4. 結 論

紫外線照射処理、熱処理および未処理の垂直磁気ディスク上の潤滑油について、原子間力顕微鏡を用いたナノメートルスケールの力学特性評価とボールオンディスク型摩擦摩耗試験を用いた潤滑油耐久性評価から、以下の結果を得た。

- (1) ナノインデンテーションを用いた潤滑油の保護膜を含めた力学特性の評価では、熱処理、紫外線照射処理により硬化し、処理の効果によって変形量が減少する。特に紫外線照射処理の変形量が最も少ない。処理によって潤滑油のDLCとの結合力および構造が溝部で変化していることが考えられる。
- (2) 摩耗部における粘弾性評価より、熱処理を行うことで、摩耗部に補給される潤滑油が減少し、摩耗が増大すると考えられ、未処理では流動する潤滑油が最も多いと考えられる。摩耗は少ない紫外線照射処理では摩耗前の粘弾性評価結果より潤滑油は特に溝部に存在し、補給効果はほとんど減少しないと考えられる。
- (3) 各処理を施した磁気ディスクで、ボールオンディスク型摩擦摩耗試験を行った結果、特に紫外線照射処理で低摩擦を示し、損傷も少ない。これらのトライボロジー特性の向上は固定された潤滑油の存在と、流動性のある潤滑油による補給効果とが適切に作用したためと考えられる。

謝 辞

本研究の一部に情報ストレージ研究推進機構(SRC)および

日本学術振興会科学研究費補助金(平成18年度基盤研究(C), 18560140)の援助を活用した。

(Received June 30, 2008 ; Accepted January 30, 2009)

文 献

- 1) B. Bhushan ; Tribology and mechanics of magnetic storage devices, (Springer-Verlag, 1990).
- 2) K. E. Johnson, C. M. Mate, J. A. Merz, R. L. White and A. W. Wu ; *IBM J. Res. Dev.*, **40**, 511 (1996).
- 3) R. Kaneko, S. Oguchi, T. Miyamoto, Y. Andoh and S. Miyake ; *STLE Publication*, SP-27, 31 (1990).
- 4) S. Miyake ; *Trans. of Jpn. Mat. Res. Soc.*, **15B**, 919 (1994).
- 5) S. Miyake and M. Wang ; *Jpn. J. Appl. Phys.*, **43**, (6A), 3566 (2004).
- 6) S. Miyake, S. Ninomiya and M. Wang ; *Jpn. J. Appl. Phys.*, **44**, (9), L299 (2005).
- 7) T. Saitoh, S. Miyake and S. Matsunuma ; *Microsyst. Technol.*, **11**, (8), 1138 (2005).
- 8) S. Miyake ; *J. of Vac. Sci. & Technol. B*, **21**, (2), 785 (2003).
- 9) S. Miyake, Y. Takahashi, M. Wang and T. Saito ; *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **38**, (13), 2244 (2005).
- 10) S. Miyake, Y. Takahashi, M. Wang, T. Saitoh and S. Matsunuma ; *Jpn. J. Appl. Phys.*, **43**, (11B), L1469 (2004).
- 11) S. Miyake, M. Wang and S. Ninomiya ; *Surf. Coat. Technol.*, **200**, (20-21), 6137 (2006).
- 12) S. Miyake, Y. Sekine, J. Noshiro and S. Watanabe ; *Jpn. J. Appl. Phys.*, **43**, (7A), 4338 (2004).
- 13) S. Miyake ; *Appl. Phys. Lett.*, **65**, (8), 980 (1994).