

平成21年 6月20日現在

研究種目：若手研究 (B)  
 研究期間：2007～2008  
 課題番号：19760183  
 研究課題名 (和文) 磁気ディスク表面の潤滑液体超薄膜によって形成される液体架橋の動特性の測定  
 研究課題名 (英文) Measurement of Viscoelastic Characteristics of Liquid Bridge Formed between Tip and Nano Lubricant Films on Magnetic Disk Surface  
 研究代表者  
 大島 康司 (OHSHIMA YASUJI)  
 愛知江南短期大学・教養学科・准教授  
 研究者番号：60293651

研究成果の概要：触針の大変位を測定する装置を改良して、実用されている2 nm程度の磁気ディスク表面潤滑膜について、極性基の有無、分子量の違い、紫外線照射の影響に関して潤滑膜の凝着力と伸び量、ばね定数、減衰係数を測定した。極性基の存在や紫外線照射により、ディスク表面に吸着する分子が増大すると凝着力、伸び量ともに減少する傾向があること、伸び量が流動分子の量や性質に依存することを示し、超薄膜に対しても本装置が十分な測定精度があることを示した。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,000,000	0	2,000,000
2008年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,900,000	270,000	3,170,000

研究分野：マイクロ・ナノ計測

科研費の分科・細目：機械工学・知能機械学・機械システム

キーワード：磁気記録、トライボロジー、ナノ薄膜、高分子潤滑剤、超高速ビデオカメラ

## 1. 研究開始当初の背景

高度情報化社会を支える基盤技術として、情報を記録・再生するために磁気ディスク装置は重要な役割を担っている。磁気ディスク装置の小型・高速・大容量化を実現するには記録密度を高める必要があり、記録・再生ヘッドと記録媒体(磁気ディスク)のすきまを小さくする必要がある。現在では、このすきまは10 nm程度まで狭小化されており、10 nm以下あるいは接触型の装置を目指して活発に研究開発が進められている。

装置の起動・停止時や突発的な外部擾乱によるヘッドスライダとディスクの接触に対する信頼性と耐久性を確保するため、磁気デ

ィスクの表面には2 nm程度の厚さの高分子液体潤滑膜が塗布されているが、すきまの狭小化にとまない、通常浮上時においても潤滑膜厚さの不均一さ、ディスク表面のうねりや粗さなどのためにヘッドスライダと潤滑膜との意図していない接触が生じ、ヘッドスライダへの潤滑剤の移着や、液体架橋による過大な吸着などが問題となっている。

また、接触型の記録・再生を実現する場合には、連続的な接触摺動の状態であってもヘッドとディスクが直接接触するなどの重大な事故を避けるために、潤滑膜が破断しにくく、破断した場合にも速やかに修復される必要がある。前者はディスク表面において潤滑

剤分子が流動しにくいことにより実現され、後者は逆に流動しやすいことにより実現される。これらの相反する機能を実現するために、紫外線の照射により、潤滑剤分子とディスク表面の固体分子との相互作用を制御し、固定分子と流動分子を任意のパターンに並べる方法（化学的テクスチャ形成法）などが提案されている。これらのナノ薄膜における信頼性・耐久性を支配する一つの要因として、動的特性を定量化する必要性が高まっている。

## 2. 研究の目的

磁気ディスク装置の高記録密度化にともなう、ヘッドとディスク間のすきまが狭小化され、接触走行をも考慮した潤滑技術が必要となっている。本研究では、ナノ潤滑膜による液体架橋の特性解明を目指し、これらの現象を高精度に測定する方法を確立することを目的とした。

## 3. 研究の方法

本研究では、これまでに開発してきたダイヤモンド触針（先端の曲率半径  $0.1 \mu\text{m}$ ）と光学反射面を持つ特製のプローブを使用して、マイケルソン干渉型顕微鏡によりプローブの変位を測定する方法を採用した。この装置の特徴は、触針の変位量を広範囲かつ高精度に測定できる点にある。しかし、実用されている磁気ディスク装置と同等の  $2 \text{ nm}$  程度のナノ薄膜潤滑剤においては、液架橋の力が微弱であるため、外乱の影響により安定した測定が困難であった。そこで、測定精度を向上させるための装置改良を進め、改良した装置を用いて、実用膜厚さの液体潤滑膜に対して垂直方向の分離実験を実施して装置の性能を確認し、紫外線（UV）を用いてディスク表面への潤滑剤の固着（ボンド）状態を制御する方法の効果を評価した。

本研究で使用した実験装置の概要を図1に示す。ダイヤモンド触針と光学反射面はステンレス製のカンティレバーの下面と上面に接着されている。レーザー光はハーフミラー

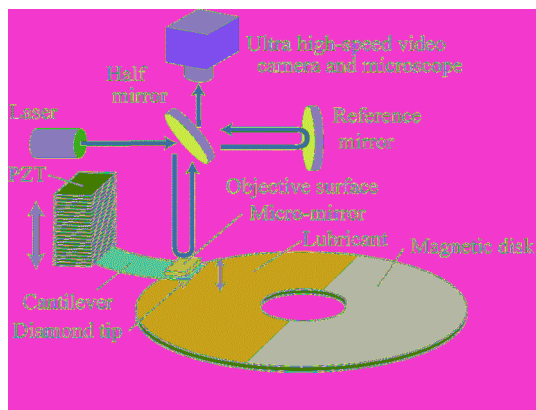


図1 実験装置の概要

により、物体面（光学反射面）と参照面（全反射ミラー）に入射し、それぞれの反射光はハーフミラーで合成され、顕微鏡で拡大されてから超高速ビデオカメラの撮像素子面で干渉縞を形成する。潤滑膜を塗布した磁気ディスク表面にプローブの触針を接触させた後、カンティレバー固定端のPZTを駆動して一定速度で上昇させ、触針をディスク表面から引き離す過程の干渉縞の移動量を高速ビデオカメラで撮影し、この連続画像を画像処理して触針の動的変位を測定する。

### （1）装置の改良

装置の測定精度を向上させるために、カンティレバーに取り付ける光学反射面を従来のシリコン板からアルミ蒸着ガラスの反射鏡に変更した。反射光の強度を高めて、コントラストを増大させ信号雑音比を向上させた。また、干渉縞撮影用の高速ビデオカメラをフォトロン製の FASTCOM-ultima3 から FASTCAM-MAX に変更した。これにより、撮影速度、画像解像度、階調分解能、装置全体の剛性を向上させた。さらに、画像解像度の向上により、光学反射面に加えてディスク表面の干渉縞の撮影が可能となり、両者を同時に撮影し、画像を差動処理することで外乱の影響を軽減する方法も導入した。

### （2）極性基・分子量の影響の測定

改良した実験装置を用いて、4種類のPFPE系潤滑剤のナノ潤滑膜について凝着力と伸び量を測定した。末端に極性基を持つ Zdo12000（分子量 2000）、Zdo14000（同 4000）、および無極性の Z03（分子量 4000）、Z25（同 9500）について、 $2 \text{ nm}$  厚さの潤滑膜をディッピング法により作成して分離実験を行い、凝着力と伸び量に与える極性基の有無、分子量の違いによる影響を測定した。

### （3）紫外線（UV）照射の影響の測定

UV 官能性のある AM3001（分子量 4000）と Z03 について、 $2 \text{ nm}$  厚さの潤滑膜に対して UV 照射時間を変化させて分離実験を行い、凝着力と伸び量に与える影響を測定した。また、プローブを階段状に変位させることで触針とディスク表面間に形成した液体架橋を加振させて、液体架橋のばね定数と減衰係数を測定した。

### （4）化学的テクスチャ表面の測定

くし状のマスクを介しての UV 照射による化学的テクスチャ表面に対して、分離実験を行い、テクスチャの状態による凝着力と伸び量の変化を測定した。

## 4. 研究成果

### （1）装置の改良

反射面をアルミ蒸着ガラス鏡に変更したことにより、従来のシリコン研磨面と比較して表面精度が約 2 倍向上し、反射光のコントラストも約 43% 向上した。また、高速ビデオカ

メラの階調分解能が 8 ビットから 10 ビットに向上した。これらの改良により、干渉縞の同定精度の標準偏差が 21.4 nm から 14.7 nm に改善された。さらに、カメラの軽量化とディスク表面とプローブ反射面との差動処理を施すことにより、外部振動ノイズの影響を 2.3 nm から 0.65 nm まで抑制できた。

### (2) 極性基・分子量の影響の測定

改修した実験装置を使用して、2 nm 程度の極性潤滑剤 (PFPE Zdol2000、Zdol4000) および無極性潤滑剤 (Z03、Z25) の垂直方向の伸び量と凝着力を測定した。表 1 に使用した潤滑剤の主な仕様を示す。凝着力と伸び量の実験結果をそれぞれ図 2、3 に示す。図 2 から、凝着力については、極性潤滑剤の方が無極性潤滑剤よりも小さく、極性潤滑剤では Zdol2000 の方が小さいことがわかる。これは、Zdol2000 の分子直径に近い約 2 nm の超薄膜では、単分子膜が整然と形成された状態となり、表面エネルギーの小さい主鎖が表面に露出するために、凝着力が最小になったと考えられる。このような層構造を持たない無極性潤滑剤の場合には、分子量による顕著な差がなく、凝着力がほぼ一定であると考えられる。図 3 の伸び量については、無極性潤滑剤では、分子量の大小は伸び量に影響しないこと、極性潤滑剤では分子量が大きいと伸び量が小さいことがわかる。2 nm という膜厚は Zdol4000 の分子旋回直径の半分程度であり、これらの結果が分子量の大きさの直接的な影響というよりも、流動分子の多寡が主要因であると考えられる。

### (3) 紫外線 (UV) 照射の影響の測定

潤滑膜を塗布した直後に窒素雰囲気中にて UV 照射を実施し、潤滑膜が安定する 48 時間後に分離実験を行った。紫外線の照射時間とボンド率の関係を図 4 に示す。AM3001 は UV 照射時間が短い場合でも極性末端基の影響でボンド率が高く、照射時間の増大とともに 0.9 という高い割合まで達した。Z03 は分子内に UV 官能基を有しないにもかかわらず、短時間の UV 照射により、急激にボンド率が

表 1 潤滑剤の仕様

PFPE Zdol	Zdol2000	Zdol4000
Molecular weight (amu)	2000	4000
Gyration radius (nm)	1.0	1.4
Kinetic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)	85	100
Surface tension (mN/m)	24	22
Film thickness (nm)	2.5	2.3
PFPE Z	Z03	Z25
Molecular weight (amu)	4000	9500
Gyration radius (nm)	1.4	3.4
Kinetic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)	30	263
Surface tension (mN/m)	23	25
Film thickness (nm)	2.2	2.2

上昇し、最大 0.8 程度まで到達した。これは、PFPE 潤滑剤の主鎖が UV 照射により切断され活性化して、ディスク表面に固着するためと考えられている。

図 5、6 に凝着力と伸び量の測定結果を示す。図 5 の結果から AM3001 の凝着力については、多少の増減はあるもののボンド率の増加に対して約 30 nN でほぼ一定であった。Z03 では約 70 nN から約 30 nN まで徐々に減少した。AM3001 は、UV 照射によらずディスク表面との相互作用が強いために、触針の押し込みに対して触針とディスク表面の間から潤滑剤が排除されにくく、凝着力が小さいと考えら

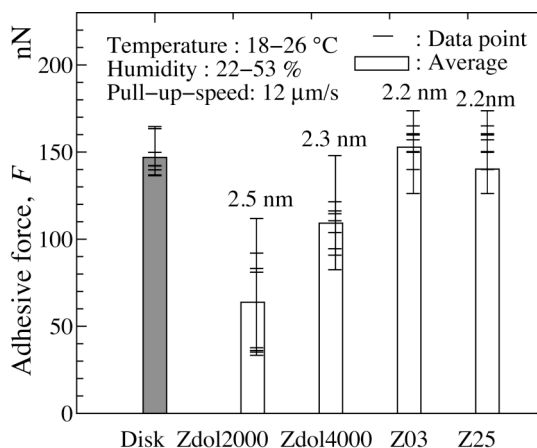


図 2 分離時の凝着力の比較

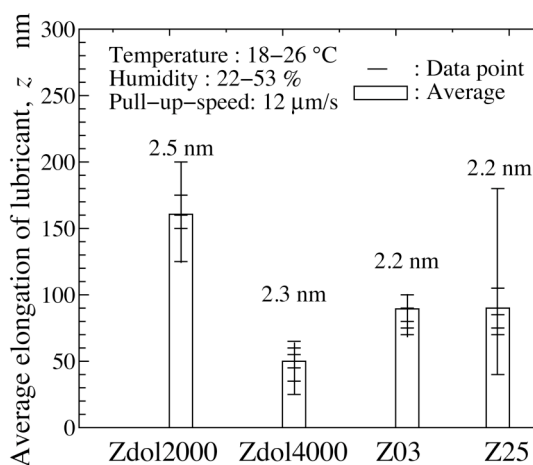


図 3 分離時の伸び量の比較

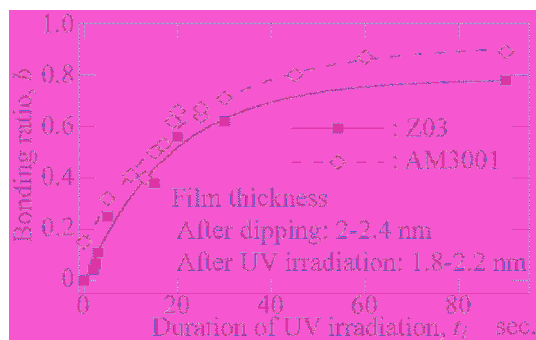


図 4 紫外線の照射時間とボンド率の関係

れる。Z03 は、ボンド率が低い場合には、触針の押し込みにより、潤滑剤が容易に排除されて凝着力が大きくなり、ボンド率の上昇により AM3001 と同等の凝着力になると考えられる。

図6においてAM3001の伸び量は、ボンド率の増加に対して50~100 nmの間で増減したが、Z03はボンド率0.4までの間は約210 nmまで上昇し、その後は70 nmまで減少するという結果を得た。AM3001は、ディスク表面との相互作用が強く、流動分子が少ないために伸び量が小さいと考えられる。Z03は、紫外線照射により、ディスク表面のみならず潤滑剤分子同士の相互作用が増大するために、液膜が破断しにくくなり伸び量が増大すると考えられる。

触針を階段状に駆動することにより、触針とディスク表面の間に潤滑剤により形成した液体架橋に振動を与えて、減衰振動波形を取得し、それぞれの減衰振動波形から、液体架橋のばね定数と減衰係数を求めた。ばね定数は-0.01~-0.3 N/m、減衰係数は0.01~0.06 N/m となり、20 nm 程度の厚膜の場合よりも小さくなることを確認した。UV 照射時間を変化させた潤滑膜に対しても同様に測定し、UV

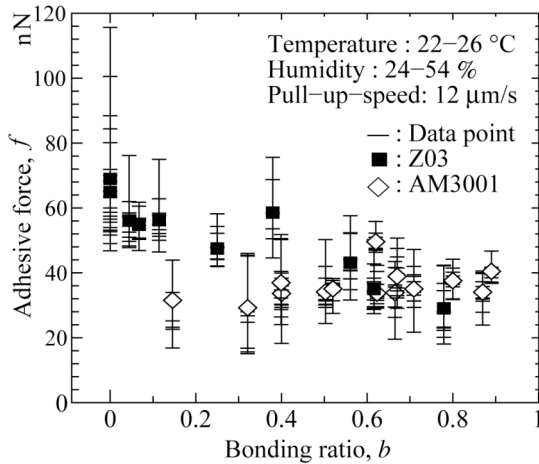


図5 紫外線照射による凝着力の変化

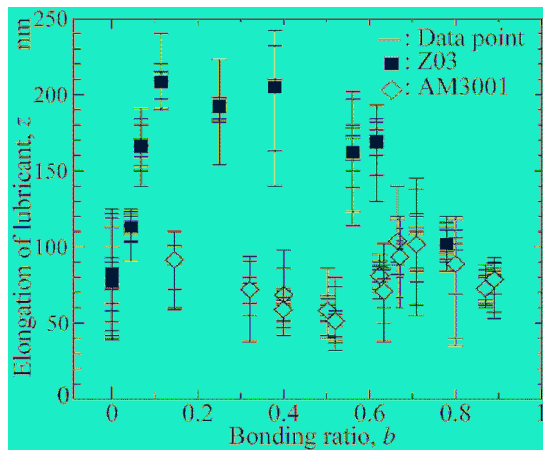


図6 紫外線照射による伸び量の変化

照射がばね定数と減衰係数に影響を与えることを確認した。しかし、2 nm という非常に薄い膜を対象として、液体架橋を維持したまま減衰振動を測定するのは困難であり、まだ十分な量のデータが得られておらず、より詳細な検討が必要である。

#### (4) 化学的テクスチャ表面の測定

くし状のマスク(100 μm幅の開口部、200 μm幅の遮蔽部という縦格子)を介してUV照射することにより化学的テクスチャをもった潤滑膜を作成し、分離実験により凝着力と伸び量を測定した。図7に化学的テクスチャの例を示す。これは、潤滑膜を側面から見た図になっている。膜が薄い部分が、マスクによりUV照射が遮蔽されている部分に相当する。このような潤滑膜に対して、凝着力と伸び量を測定した。伸び量の測定結果の例を図8に示す。伸び量の小さい領域の幅が約75 μm、大きい領域の幅が約145 μmとなった。実験の測定点が格子に対して垂直に走査されていないために、マスクの格子幅とは一致していないが、マスクのUV照射領域と非照射領域の比率1:2とほぼ等しくなっていることから、伸び量の小さい領域がUV照射領域であることがわかり、図6の結果と同様の傾向となり、テクスチャ表面の測定が可能であることを示している。しかし、現時点では、実

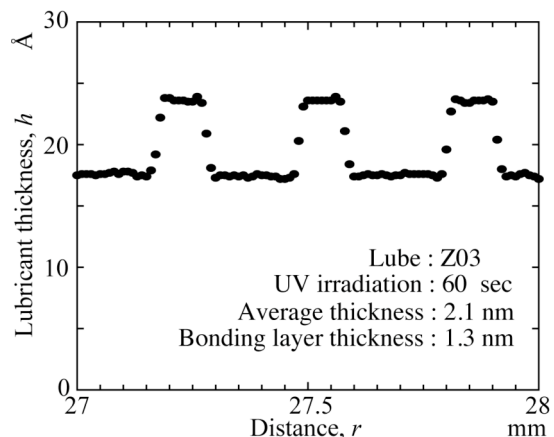


図7 化学的テクスチャ表面の例

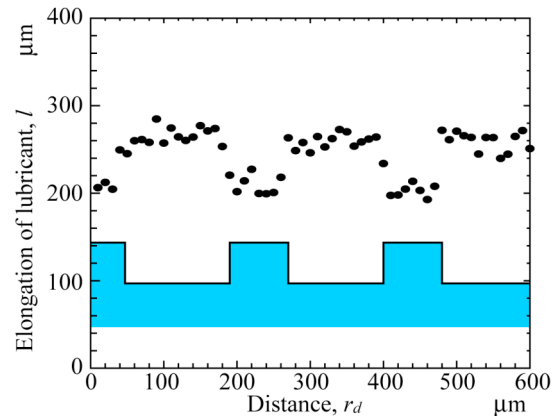


図8 化学的テクスチャ表面の伸び量



験毎のばらつきが大きく、安定した結果が得られておらず、今後の検討が必要である。

磁気ディスク表面と触針表面との間に液体架橋を形成し、それを維持したまま、動的な特性を明らかにする本研究は、他に例をみない独創的なものであり、このような液体架橋の特性に関する研究はほとんど行われていない。本研究は、従来までの潤滑剤の静的な状態や定常振動での測定で得られた結果に、潤滑剤によって形成された液体架橋の動的な特性の測定結果を加えるための手段を提供し、ヘッドディスクインタフェースにおける吸着・分離現象の解明に寄与し、磁気ディスク装置の小型・高速・大容量化に貢献するものであることが期待される。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計1件)

- ① Yasunaga Mitsuya, Yasuji Ohshima, Hedong Zhang, Kei Aoyama, Toshiyuki Kawai, Kenji Fukuzawa, Stiffness and Damping of Thin PFPE Lubricant Bridging Between Magnetic Disk and Diamond Probe Tip, Transactions of the ASME, Journal of Tribology, 129, 720-728, 2007, 査読有

[学会発表] (計4件)

- ① 大島 康司, 鷺見 崇, 星田 浩貴, 張 賀東, 福澤 健二, 三矢 保永, 磁気ディスク表面における単分子潤滑膜の動的特性におよぼす紫外線照射の影響, 日本機械学会 2009 年度年次大会, 2009 年 9 月, 岩手大学
- ② Yasuji Ohshima, Takashi Sumi, Hedong Zhang, Yasunaga Mitsuya, Kenji Fukuzawa, Effect of Ultraviolet Irradiation on Adhesive Force and Elongation of Monolayer Lubricant Films Coated on Magnetic Disk Surface, MIPE2009, 2009 年 6 月 18 日, 筑波
- ③ Yasuji Ohshima, Hedong Zhang, Yasunaga Mitsuya, Masayuki Watanabe, Takashi Sumi, Kenji Fukuzawa, Measurements of Vertical Elongation and Adhesive Force of Nanometers-Thick Lubricant Films on Magnetic Disks Using Micro Probe for SPM, CIST2008 & ITS-IFTOMM2008 Beijing, 2008 年 9 月 25 日, 北京
- ④ 大島 康司, 渡邊 将行, 鷺見 崇, 張 賀東, 福澤 健二, 三矢 保永, SPM 用プローブを使用したナノ分子潤滑膜の伸び量と凝着力の測定, 日本機械学会 2007 年度年次大会, 5, 335-336, 2007 年 9 月 12 日, 関西大学

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

大島 康司 (OHSHIMA YASUJI)

愛知江南短期大学・教養学科・准教授

研究者番号：60293651