

分子挙動に基づく潤滑膜の被覆状態の解明と  
磁気ディスクの潤滑膜設計に関する研究

谷 弘詞

分子挙動に基づく潤滑膜の被覆状態の解明と  
磁気ディスクの潤滑膜設計に関する研究

目次.....	2
語句および記号の説明.....	6
第1章 序論.....	11
1-1 磁気ディスク装置の信頼性の重要性.....	11
1-2 潤滑膜の被覆状態変化機構解明の必要性.....	11
1-3 潤滑膜のトライボロジ的現象に関する従来の研究.....	13
1-3-1 一般的な磁気ディスクの構造.....	13
1-3-2 潤滑膜のトライボロジ的現象に関する従来の研究.....	15
1-4 本研究の目的.....	20
1-4-1 本研究の目的.....	20
1-4-2 潤滑膜の被覆状態変化機構解明に関する課題.....	20
1-4-3 潤滑条件の解明に関する課題.....	22
1-5 本論文の構成.....	24
第2章 AFM を用いた潤滑膜観察結果に基づく吸着モデルの提案.....	25
2-1 本章の目的.....	25
2-2 AFM を用いた潤滑膜観察手法の開発.....	25
2-2-1 AFM を用いた潤滑膜観察手法.....	25
2-2-2 潤滑膜観察結果.....	29
2-2-3 AFM を用いた潤滑膜観察のまとめ.....	32
2-3 吸着モデルの提案と検証.....	32
2-3-1 潤滑膜被覆状態の観察結果.....	32
2-3-2 吸着モデルの提案.....	37
2-3-3 吸着モデルの検証.....	38
2-4 本章のまとめ.....	40
第3章 潤滑状態の検証と潤滑剤分子挙動モデルの提案.....	41
3-1 本章の目的.....	41

3-2	磁気ディスク潤滑膜における潤滑状態の検証.....	41
3-2-1	潤滑状態検証のための実験方法.....	41
3-2-2	実験結果.....	42
3-2-3	潤滑状態の検証.....	44
3-3	潤滑剤分子挙動モデルの提案.....	45
3-3-1	吸着モデルに基づく潤滑剤分子の移動確率の算出.....	45
3-3-2	潤滑剤分子に力が作用しない場合：修復モデルの提案.....	49
3-3-3	摩擦力が作用した場合：摩擦移動モデルの提案.....	50
3-3-4	遠心力・エアシアが作用した場合：スピノフモデルの提案.....	54
3-4	潤滑剤分子挙動モデルの検証方法.....	57
3-4-1	修復モデルの検証方法.....	57
3-4-2	摩擦摺動モデルの検証方法.....	57
3-4-3	スピノフモデルの検証方法.....	57
3-5	本章のまとめ.....	58
第4章	磁気ディスク潤滑膜の修復モデルの検証.....	59
4-1	本章の目的.....	59
4-2	潤滑膜修復による潤滑性向上効果の確認.....	60
4-2-1	潤滑性向上効果の確認方法.....	60
4-2-2	潤滑膜修復による潤滑性向上効果の確認.....	62
4-2-3	実験結果のまとめ.....	67
4-3	修復モデルの検証.....	68
4-3-1	潤滑膜修復過程の観察.....	68
4-3-2	修復モデルに基づくモンテカルロ計算.....	71
4-3-3	修復モデルを用いた実験結果の解析.....	77
4-4	本章のまとめ.....	80
第5章	磁気ディスク潤滑膜の摩擦移動モデルの検証.....	82
5-2	本章の目的.....	82
5-3	摩擦移動モデルの検証.....	82
5-2-1	摩擦移動モデルに基づくモンテカルロ計算.....	77
5-2-2	摩擦移動モデルの検証.....	86
5-3	本章のまとめ.....	93

第 6 章	磁気ディスク潤滑膜のスピンオフモデルの検証.....	94
6-1	本章の目的.....	94
6-2	スピンオフによる潤滑膜厚減少の確認.....	95
6-2-1	スピンオフの温度依存性確認.....	95
6-2-2	スピンオフの回転数依存性確認.....	97
6-2-3	スピンオフの吸着エネルギー依存性確認.....	97
6-2-4	実験結果のまとめ.....	98
6-3	スピンオフモデルの検証.....	99
6-3-1	スピンオフモデルに基づくモンテカルロ計算.....	99
6-3-2	スピンオフモデルの検証.....	103
6-4	スピンオフによる潤滑膜の修復に関する考察.....	107
6-5	本章のまとめ.....	108
第 7 章	潤滑条件と潤滑膜設計手法の提案・検証.....	109
7-1	本章の目的.....	109
7-2	潤滑条件の提案.....	109
7-3	潤滑膜設計手法の提案.....	115
7-4	潤滑条件および潤滑膜設計手法提案の妥当性検証.....	120
7-5	本章のまとめ.....	123
第 8 章	潤滑剤供給方式の提案.....	125
8-1	本章の目的.....	125
8-2	潤滑剤供給方式の提案.....	125
8-3	潤滑剤供給方式の検証.....	127
8-3-1	検証のための実験方法.....	127
8-3-2	潤滑剤供給方式の検証.....	128
8-3-3	実験結果のまとめ.....	131
8-4	本章のまとめ.....	131
第 9 章	本研究成果の適用範囲と他分野への応用例.....	132
9-1	HDI におけるトライボロジの特殊性.....	132
9-2	本研究成果の適用範囲.....	133

9-3 本研究成果の他分野への応用例.....	133
第 10 章 結論.....	136
10-1 本研究の結論.....	136
10-1-1 潤滑膜の被覆状態変化機構.....	136
10-1-2 潤滑条件.....	137
10-1-3 潤滑膜設計手法.....	137
10-2 本研究の意義.....	138
謝辞.....	139
参考文献.....	140
著者紹介.....	148

## 語句および記号の説明

### ヘッド・ディスク・インタフェース (HDI)

磁気ヘッドと磁気ディスクとが微小な間隔を隔てて、記録・再生のための相対運動を行うことによって生じる現象、あるいは両者の関係を意味する。たとえば、磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触することにより発生する摩擦・摩耗・潤滑状態を扱うトライボロジはヘッド・ディスク・インタフェースにおけるトライボロジと呼ばれる。

### ヘッド・ディスク・アセンブリ (HDA)

磁気ディスク、磁気ヘッドおよびキャリッジなどを組み立てた磁気ディスク装置の機構モジュール、あるいは磁気ディスク装置そのもの。

### コンタクトスタートストップ方式 (CSS 方式)

磁気ディスク装置における磁気ヘッドの浮上開始/停止方式の1つ。磁気ヘッドはディスク静止時には磁気ディスク表面上に接触しており、回転開始とともに浮上を開始する。定常回転時にはディスクと非接触で浮上し、回転停止後に再びディスク表面と接触する。

### ロードアンロード方式 (LUL 方式)

磁気ディスクの起動時に磁気ディスクが定常回転に至った後に、ランプ機構を用いてヘッドをディスク面にローディングし、停止時はヘッドをランプ上に退避させた後に、ディスクの回転を停止するヘッドの浮上開始/停止方式。

### クラッシュ

磁気ディスク装置において、磁気ヘッドとの接触・摺動によって再生信号を急激に低下させるような磁気ディスク表面の損傷が発生すること。

### 浮上量

一般的に磁気ヘッドは磁気ディスク面上にわずかな間隔を隔てて空気浮上している。この間隔、すなわち浮上型磁気ヘッドと磁気ディスクの、それぞれの幾何学的平面間の最小間隔をいう。浮上量が小さいほど、記録・再生性能は向上するが、磁気ヘッドと磁気ディスクの接触による損傷発生の可能性が高まる。

### 磁気ヘッド

一般的には磁気ディスク上に空気軸受けを用いて潤滑浮上するスライダに搭載された記録再生素子のことを呼ぶ。本論文では簡略化のために磁気ヘッドスライダのことを磁気ヘッドと略称する。スライダはピボットを介してサスペンションにより磁気ディスク面に押圧される。

### スティクション

磁気ディスク上に静止した磁気ヘッドを引き離す時に力が必要となる現象。磁気ヘッドと磁気ディスクの接触界面に液体のメニスカスが形成され、メニスカスの面積が大きくなると引きはが

し力は急増する。この力が過大な場合、磁気ディスク装置の起動不良、磁気ヘッドの支持部の破損、磁気ディスクの摩耗などの原因になる。

### **境界潤滑**

潤滑状態のうち潤滑面の荷重、すべり速度、潤滑油の粘度などの条件により、油膜による負荷能力が十分でなく、金属間接触が生じていて、摩擦係数が荷重、すべり速度、潤滑流体の粘度に依存しない状態。境界潤滑状態を維持するためには境界潤滑膜が安定的に形成され、維持されることが重要である。

### **ESCA (Electron Spectroscopy of Chemical Analysis)**

試料表面の X 線励起によって発生する光電子のエネルギースペクトルを解析することによって表面の原子・分子の化学結合を知る方法。PFPE 潤滑膜を測定すると保護膜の C 強度と潤滑剤の F 強度から膜厚を測定エリア内の平均的な潤滑膜厚を測定することができる。

### **FT-IR (フーリエ変換型赤外分光法)**

干渉計による赤外光の干渉波をフーリエ変換して、赤外線吸収スペクトルを得る分析法。PFPE 潤滑膜を測定すると潤滑剤の C-F 結合の振動エネルギー準位に相当する赤外吸収ピークが観察され、潤滑膜の平均的膜厚に換算できる。潤滑膜厚の測定にもっとも使用されている。

### **X 線反射法 (X-ray reflectivity)**

X 線を試料表面に低角度で入射させ、反射してくる X 線の散乱から膜厚を求める方法。数 nm の膜厚まで測定できることから、磁気ディスクの各層の膜厚を測定するのに用いられている。

### **スピノフ**

回転する磁気ディスク上の潤滑膜が時間とともに減少する現象、回転飛散とも言う。一般的に、潤滑膜に遠心力と内周から外周への空気流れによるエアシアが作用することでスピノフする。

### **吸着**

気相または液相中の物質が、接する他の相との界面において、相内部と異なる濃度を保って平衡に達する現象。吸着の機構によって化学吸着と物理吸着に区別されるが、本研究ではこれら 2 つを区別せず、単に吸着とした。

### **吸着エネルギー**

吸着の際に発生する熱量。一般的に吸着分子の吸着力が大きい場合、吸着エネルギーは大きい。

### **潤滑膜の潤滑膜厚と分子膜厚**

磁気ディスクの潤滑膜厚として一般的に使用されるのは、ESCA や FTIR で求められた膜厚である。これらの方法で測定した潤滑膜厚は測定エリア内の潤滑膜の体積を測定面積で除して得られる平均的膜厚である。しかし、潤滑剤分子はある有限の大きさを持つため、1 分子の厚みより薄い膜は存在しないはずである。そこで、本論文では 1 分子の厚みを潤滑膜の分子膜厚と定義し、前述の ESCA や FTIR でもとめた潤滑膜厚とは区別する。

## 表面被覆率

固体表面が吸着膜などで覆われている場合、固体表面にある吸着サイトのうち、実際に吸着膜の分子によって占められている吸着サイトの割合で定義される。本研究では潤滑膜が保護膜を覆っている面積の割合を潤滑膜の表面被覆率、あるいは単に表面被覆率と呼ぶ。表面被覆率が1以上の場合は潤滑膜が2層以上になっていると考える。

## ランダムコイル

高分子では原子間の結合軸の回りの回転自由度を各原子が持っているため、高分子の形態は棒状の剛体分子とはならず、まリモ状のランダムな3次元コイルの形態となる。この形態はランダムコイルと呼ばれる。このランダムコイル形態をとる高分子の重心から各原子までの距離の2乗平均は平均分子回転半径または慣性半径と呼ばれ、高分子の大きさを表すパラメータの1つである。本研究では特に平均分子回転半径の2倍を平均分子回転直径と呼ぶ。

## メニスカス

液体が固体表面と接するとき、両者の分子間に働く付着力と液体分子間の凝集力の大小関係により生じる湾曲した液体表面。凝集力よりも付着力が大きいと液体が固体表面を引っ張る方向に引力が働く。本研究で扱った潤滑剤と磁気ディスクおよび、潤滑剤とAFMの探針ではともに潤滑剤の付着力が大きいため、メニスカス力は引力である。

## 潤滑条件

磁気ディスク潤滑膜が潤滑状態を維持するための条件を潤滑条件と定義する。

## 潤滑膜設計手法

潤滑条件を満足する潤滑膜を設計するための設計手法を潤滑膜設計手法と定義する。

## アウトガス

低圧環境や高温環境で物質から蒸発する気体状物質。HAD内のアウトガスの種類によっては、磁気ヘッドの表面に凝集してヘッドとディスクの接触やクラッシュを引き起こす。

<i>HDA</i>	ヘッド・ディスク・アセンブリの略
<i>HDI</i>	ヘッド・ディスク・インターフェースの略
<i>CSS</i>	コンタクト・スタート・ストップの略
<i>LUL</i>	ロード・アンロードの略
$\theta$	潤滑膜の表面被覆率
$p_r, p_r'$	熱拡散による潤滑剤分子の隣接吸着サイトへの移動確率
$E, E_a$	潤滑剤分子と保護膜の吸着エネルギー
$R$	気体定数
$T$	温度



$k$	ボルツマン定数
$h$	プランク定数
$p_s, p_s'$	摩擦せん断力作用時の潤滑剤分子の隣接吸着点への移動確率
$s$	単位面積当たりの摩擦せん断応力
$d$	分子直径 (=2Rg)
$p_{spin}, p_{spin}'$	遠心力・エアシア作用時の潤滑剤分子の隣接吸着点への移動確率
$F_c$	遠心力
$F_{air}$	エアシア
<b>PFPE</b>	パーフルオロポリエーテル潤滑剤の略
<b>Fomblin</b>	アウジモント社のフォンブリン型潤滑剤、登録商標
<b>Demnum</b>	ダイキン工業社のデムナム型潤滑剤、登録商標
$R_g$	平均分子回転半径
$P_{LB}$	潤滑溶液中の潤滑剤モル濃度
<b>BR</b>	ボンデッドレシオの略でトータル潤滑膜に対する固定潤滑膜の割合
$E_m$	モバイル潤滑剤分子の吸着エネルギー
$E_b$	固定潤滑剤分子の吸着エネルギー
$\Delta t$	潤滑剤分子の平均移動時間
$\Delta T$	モンテカルロ計算上の潤滑剤分子の平均移動時間
$\Delta L$	モンテカルロ計算上の潤滑剤分子の吸着サイト間の距離
$f, f'$	潤滑剤分子の振動数
$t_s$	飽和潤滑膜厚 (潤滑膜の表面被覆率が 1 となる潤滑膜厚)
$t_{LB}$	潤滑膜厚
$ct$	臨界修復時間
$N_{ave}$	吸着点の潤滑剤の平均存在個数
$P$	接触面圧
$\mu$	摩擦係数
$W_i$	接触突起点にかかる荷重
$a$	ヘルツ接触円半径
$P_{max}$	ヘルツ接触最大圧力
$R'$	合成突起曲率半径
$E'$	合成ヤング率
$E_h, E_d$	磁気ヘッドと磁気ディスクのヤング率
$\nu_h, \nu_d$	磁気ヘッドと磁気ディスクのポアソン比

$W$	磁気ヘッドの荷重
$S$	磁気ヘッドと磁気ディスクの見かけの接触面積
$\rho$	突起密度
$h$	突起の高さ
$2l$	突起の幅
$F_s$	潤滑剤分子 1 個あたりに作用する摩擦力
$\Delta E$	ポテンシャルエネルギー変化分
$\beta$	潤滑膜のスピンオフの大小を表す対数減少勾配
$t$	試験時間
$r$	半径
$m$	潤滑剤分子質量
$\omega$	磁気ディスクの角速度
$\nu_{air}$	空気の動粘度
$\eta_{air}$	空気の粘性係数
$R_{in}$	磁気ディスクの内径
$R_{out}$	磁気ディスクの外径
$h_{spin}$	スピンオフした後の潤滑膜厚
$h_c$	スピンオフが許容されるスピンオフ後の最低の潤滑膜厚
$t_{rot}$	磁気ディスク装置の保証時間内で磁気ディスクが回転している時間
$t_{cont}$	磁気ヘッドと磁気ディスクとの 1 回あたりの平均接触時間
$t_{uncont}$	磁気ヘッドと磁気ディスクとの 1 回あたりの非平均接触時間

## 第1章 序論

### 1-1 磁気ディスク装置の信頼性の重要性

社会は、高度情報化の進展により、大量な情報の伝達・保管・処理を必要としている。特に、コンピュータ処理される情報量は年々膨大化し、情報の記録・再生用の外部記録装置が必要不可欠となっている。その外部記録装置の中でも、磁気ディスク装置は記録容量・処理速度が他の外部記録装置と比較して優位にある。そのため、磁気ディスク装置の記録容量・処理速度のさらなる高性能化が期待されている。

一方、磁気ディスク装置が故障すると、最悪の場合、記録された情報が再生不可能になり、利用者が必要とする情報を損失する。特に重要な社会的情報、例えば銀行オンラインで多量の情報を扱う場合、その情報の損失は社会的・経済的損失につながる。このため、磁気ディスク装置には上記の高性能と同時に高信頼性が要求される。

磁気ディスク装置では、高性能と高信頼性とは密接な関係にある。磁気ディスク装置の大記録容量を実現するためには高記録密度化が必須であり、高記録密度化のためには、記録・再生磁場を高効率で電気信号に変換することが必要である。このためには、ヘッド・ディスク間の隙間である磁気ヘッドの浮上量を低下させること（磁気ヘッドの低浮上化）が必要となる。しかし、磁気ヘッド浮上量が低下すると、磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触頻度・摺動距離が増加し、摩擦力、摩擦が増加する。その結果、ヘッド・ディスク・インタフェース（HDI と略す）の信頼性は低下する。したがって、磁気ディスク装置の高記録密度と高信頼性を両立させるためには、信頼性を左右する主要因である HDI の高信頼性化が必要とされる。

### 1-2 潤滑膜の被覆状態変化機構解明の必要性

HDI の信頼性を高めるには、2つの方法が考えられる。第1の方法は、磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触しないようにすることである。第2の方法は、接触による摩擦・摩擦が磁気ディスク装置の信頼性を低下させないようにすることである。

現在の磁気ディスク装置の多くは、その起動・停止の方式に、コンタクト・スタート・ストップ（CSS と略す）方式を用いている。この方式は、磁気ディスクを保持するスピンドルモータの回転開始時・停止時に、磁気ヘッドが磁気ディスク上を摺動する<sup>(4,5)</sup>方式であり、この磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触動作を CSS 動作と呼ぶ。CSS 動作時に磁気ヘッドと磁気ディスクとが摺動することにより、摩擦力の増加と保護膜の摩擦が生じる。この2つが HDI の信頼性を低下させる要因となる。また、磁気ヘッドの低浮上量化も HDI の信頼性を低下させる要因となる。つまり、ディスク・

ヘッド表面を数 nm 以下のレベルまで平滑加工したとしても、磁気ヘッドの浮上量が 10~20nm となった現在、気圧変化や温度変化による浮上量変化、異物の介入などにより、磁気ディスクに接触させずに磁気ヘッドを浮上させることは困難である。

したがって、第 1 の方法である「磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触しないようにすること」の実現は、現在の磁気ディスク装置の CSS 動作や磁気ヘッドの低浮上化という要因があるため極めて困難である。そのため、信頼性を確保するためには、第 2 の方法である、「接触による摩擦・摩耗が磁気ディスク装置の信頼性を低下させないようにする<sup>(1,3,6,7)</sup>」が重要となる。

HDI における摩擦・摩耗を低減するため、磁気ディスクに関しては大別して次の 3 つの要素に関して研究されている。

第 1 の要素は、表面形状である。表面形状に関する研究は、主に CSS 動作時の磁気ヘッドの静止摩擦力（スティクションと呼ぶ）・動摩擦力（フリクションと呼ぶ）を適正化し、摩耗を低減することを目的としている<sup>(8-22)</sup>。

第 2 の要素は、保護膜である。保護膜に関する研究は、主に磁気記録を行う磁性膜を、腐食<sup>(23)</sup>や磁気ヘッドとの直接接触から保護し、磁性膜に記録された情報の破壊を防ぐことを目的としている<sup>(24-29)</sup>。

第 3 の要素は、潤滑膜である。潤滑膜に関する研究は、主にフリクションを適正化し、保護膜の摩耗を低減することを目的としている<sup>(30-38)</sup>。

これらの 3 つの要素を総合的に研究開発することが理想的である。しかし、現状では表面形状・保護膜・潤滑膜の 3 つの要素のいずれについても、試作・評価の繰り返しによる試行錯誤的な研究開発が行われているのが実態である。つまり、これらの要素における摩擦・摩耗・潤滑に関する現象の理解・解明が不十分であり、論理的に設計できるレベルまで達していない。この理由は、表面形状・保護膜・潤滑膜ともに、その粗さ・膜厚のオーダが 1~10nm 程度と非常に小さく、磁気ヘッドと磁気ディスクとの相対速度は数 m/s~数 10m/s と高速であり、かつ磁気ヘッドの荷重は数 10mN と低荷重であるので、従来の高負荷の軸受けを対象にするようなトライボロジーの理論や実験結果がそのまま適用できないためである。特に、潤滑膜は 1~2 分子層の極薄膜であるため、潤滑膜を連続体として扱う従来の理論や実験結果は、適用が困難である。

本論文では、第 3 の要素である潤滑膜について論ずる。潤滑膜は、磁気ディスクの信頼性を向上させる 1 つの大きな要素である。つまり、磁気ディスクの高信頼性を実現するためには、長時間にわたり優れた潤滑性を維持できる潤滑膜を設計することが重要である。そのためには、潤滑剤分子の挙動に基づき潤滑膜の被覆状態変化機構を解明すること、および、潤滑膜が潤滑状態を維持するための条件を明確にすることが必要となる。

### 1-3 潤滑膜のトライボロジ的現象に関する従来の研究

本節では、はじめに一般的な磁気ディスクの構造について概略を説明する。その後、潤滑膜のトライボロジに関する従来の研究について概要を述べる。本研究では、潤滑膜と潤滑剤とは区別して用いる。潤滑膜は、保護膜上に潤滑剤（分子）が層状に被覆した膜を意味する。潤滑剤は、磁気ディスクに塗布する前の液体状態、あるいは潤滑膜を構成する分子を意識して指すときに用いる。

#### 1-3-1 一般的な磁気ディスクの構造

磁気ディスクは、図 1-1 に示すように、非磁性基板の上にスパッタ法によって下地膜・磁性膜・保護膜を形成し、さらに保護膜表面にパーフルオロポリエーテル（PFPE と略す）の液体潤滑剤を塗布したものである。非磁性基板として、一般的にニッケル・リン（Ni・P）めっき層を形成したアルミニウム基板、あるいはガラス基板が用いられる。

CSS 方式の磁気ディスク装置に用いる磁気ディスクの表面には、CSS を行う領域（CSS ゾーン）にテクスチャリングと呼ばれる表面加工が行われる（テクスチャリングによって形成された表面形状をテクスチャと呼ぶ）。このテクスチャリングは、基板の砥粒加工やレーザ加工<sup>(9,10,16-18)</sup>、あるいは保護膜表面のエッチング加工<sup>(14,15)</sup>などの方法で行われ、最大突起高さ  $R_p$  が 10~20nm になるように表面形状は制御される。テクスチャリングの目的は、CSS 動作時のスティクション・フリクションを小さくすることである。特に、磁気ディスク装置の停止中に、磁気ディスクと磁気ヘッドとの隙間に潤滑剤や水が凝集し、大きいスティクションが発生しないように磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触状態を制御することが主な目的である。その理由は、大きいスティクションが発生すると、最悪ケースでは磁気ディスク装置が起動しなくなる現象（磁気ヘッドの吸着と呼ぶ）が発生するからである。

一方、データが記録されるデータ領域（データ面）は、磁気ヘッドが接触を起こさないよう可能な限り平坦な表面粗さが要求される。2003 年現在、データ面の最大突起高さ  $R_p$  は 5nm 以下に制御されている。

下地膜はクロム合金膜、磁性膜はコバルト合金膜、保護膜はカーボン保護膜がそれぞれ一般的である。カーボン保護膜は窒素あるいは水素を膜中に含んだアモルファスカーボン膜、あるいはダイヤモンドライクカーボン膜が使われている<sup>(24-29)</sup>。2003 年現在、このカーボン保護膜の膜厚は 3~6nm である。

潤滑膜の材料である PFPE 潤滑剤は、平均分子量が 2000~6000 であり、カーボン保護膜との吸着性を高めるために末端に極性官能基を有したものが使用される<sup>(36)</sup>。潤滑膜は、潤滑剤溶液中に磁気ディスクを浸漬するディップ法で形成される。潤滑膜の膜厚は、ESCA (Electron Spectroscopy for

Chemical Analysis) によって校正した FTIR (フーリエ変換型赤外分光光度計) の測定値が用いられる<sup>(36)</sup>。FTIR で測定した潤滑膜厚は測定エリア内の潤滑膜の体積を測定面積で除して得られる平均的膜厚である。たとえば、潤滑剤がまばらに塗布されている場合、潤滑膜厚は潤滑剤 1 分子の厚みよりも小さな膜厚として計測されることもある。しかし、潤滑剤分子はある有限の大きさを持つため、1 分子の厚みより薄い膜は存在しないはずである。そこで、本論文では潤滑剤の厚みを潤滑膜の分子膜厚と定義し、前述の ESCA や FTIR で求めた潤滑膜厚とは区別する。現在の磁気ディスクの潤滑膜の膜厚は 1~3nm が一般的である。

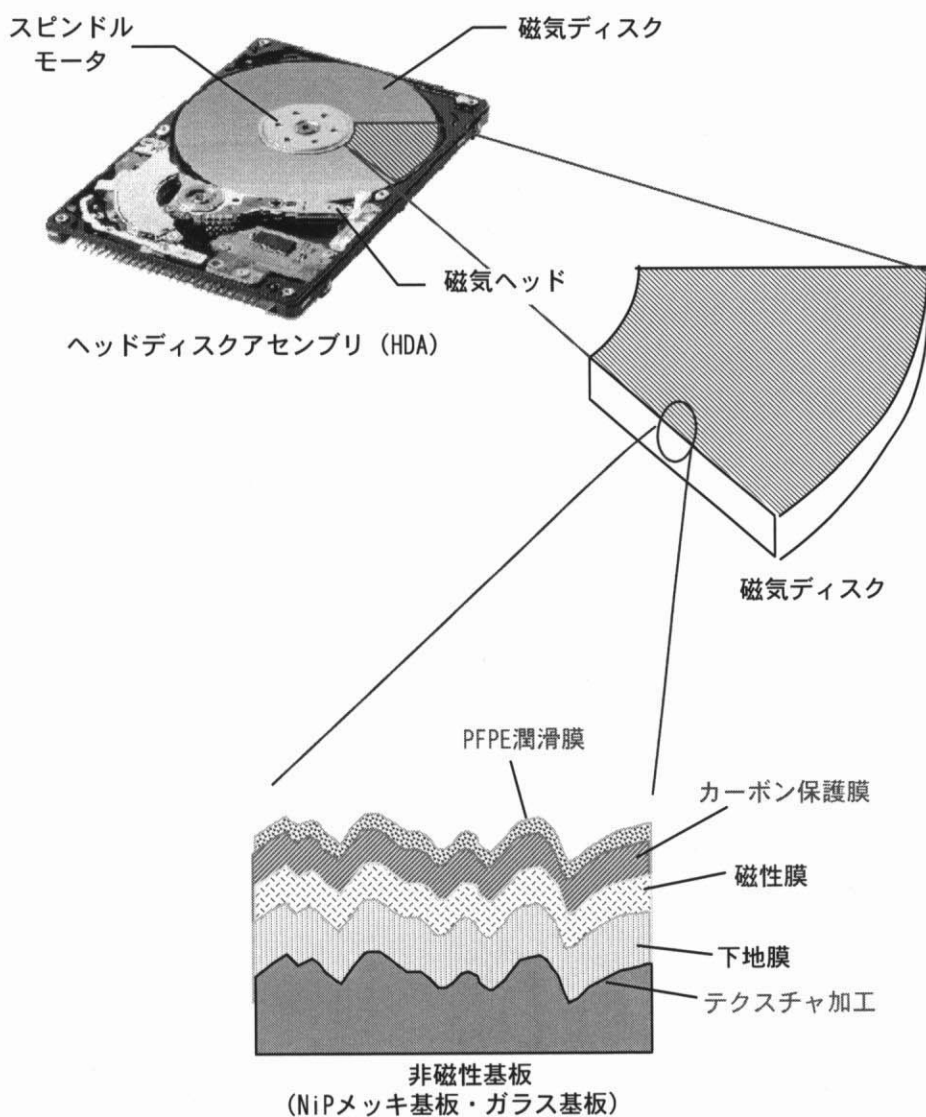


図1-1. 一般的な磁気ディスクの構造 (断面図)

## 1-3-2 潤滑膜のトライボロジ的現象に関する従来の研究

磁気ディスクの潤滑膜のトライボロジに関する従来の研究を、潤滑膜の材料・物性、潤滑膜の被覆状態、潤滑膜の被覆状態変化、潤滑状態の4項目に分類して示す。

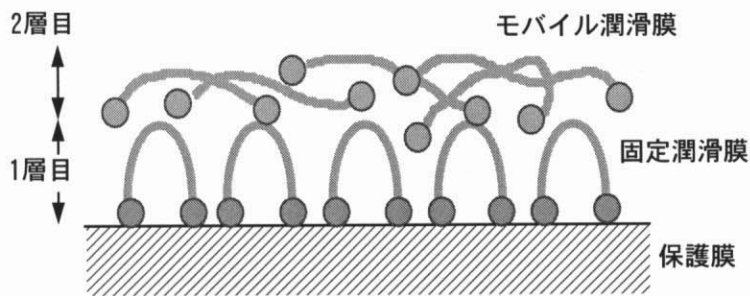
### 第1項目：潤滑膜の材料・物性

潤滑膜の材料すなわち潤滑剤は潤滑性に直接的に関係するため、種々の潤滑剤についてさまざまな研究がなされている。たとえば末端に官能基を持たないPFPE潤滑剤と、官能基としてピペロニル基や水酸基を持つPFPE潤滑剤とを、磁気ディスクに塗布した場合の潤滑性の比較<sup>(31-35, 56-58)</sup>がなされている。これらの研究では、末端に官能基がありカーボン保護膜との吸着性の高い潤滑剤が、潤滑性に優れていると報告されている。また、流動性のない固体潤滑剤と流動性のある液体潤滑剤とを塗布した場合の潤滑性の比較<sup>(34,35)</sup>がなされている。同じように、潤滑剤を塗布した後に紫外線照射してモバイル潤滑膜・固定潤滑膜の割合を変化させると摺動部の潤滑剤の移動速度が異なるという結果<sup>(38)</sup>も報告されている。これらの研究では、液体潤滑剤を塗布した場合は、磁気ヘッドとの摺動で潤滑膜が膜厚減少しても、液体の拡散現象で修復する機能を有しているため、潤滑性に優れている、と結論づけている。

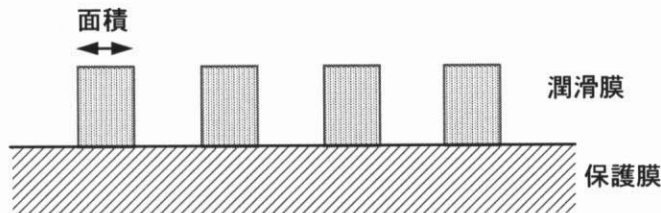
潤滑膜の修復に関して、潤滑剤の種類・温度・保護膜の種類・潤滑剤の分子量などで変化するという結果<sup>(52-55)</sup>や、保護膜と潤滑膜との間の吸着エネルギーを主パラメータとして潤滑膜の拡散をシミュレーションする試み<sup>(63)</sup>が報告されている。また、磁気ディスクの回転により発生する内周側から外周側への空気の流れによるせん断力が潤滑膜に作用することで、潤滑膜の膜厚が減少する現象（これをスピノフと呼ぶ）について研究がなされている。スピノフについて述べた報告としては、潤滑剤の種類・潤滑膜形成後のプロセスでスピノフ量が異なるという報告<sup>(38)</sup>や、潤滑膜の分子量が大きくなるとスピノフが少なくなるという報告<sup>(37)</sup>、がある。

### 第2項目：潤滑膜の被覆状態

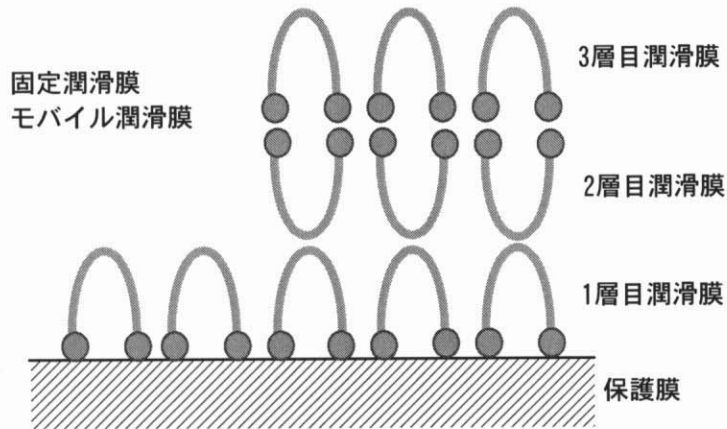
潤滑膜の被覆状態に関しても種々の研究がなされている。まず、潤滑膜厚の増加に伴って潤滑性が向上する、という報告<sup>(31)</sup>がある。また、磁気ディスクを潤滑剤の溶媒でリンスしたとき、吸着力が強いため保護膜上に残る潤滑剤の膜厚（固定潤滑膜厚と呼ぶ）と、吸着力が弱いためリンスで除去される潤滑剤の膜厚（モバイル潤滑膜厚と呼ぶ）との比率を変えると、潤滑性が変化した、という報告<sup>(32)</sup>がある。これらの研究では、モバイル潤滑膜厚の大きい方が総じて潤滑性が優れている、という結果となっている。このような結果から、図1-2(a)に示したような、モバイル潤滑膜は固定潤滑膜の上に存在し、摺動時にモバイル潤滑膜が潤滑する事で潤滑性が向上する、という潤滑機構と潤滑膜の被覆状態のモデルが提案されている<sup>(3)</sup>。



(a) 固定潤滑膜とモバイル潤滑膜の被覆状態モデル (文献32)



(b) ESCAを用いた測定結果からの潤滑膜の被覆状態モデル (文献42)



(c) 潤滑膜の拡散挙動から推定した潤滑膜の被覆状態モデル (文献52-62)

図1-2. 従来の研究で提案された潤滑膜の被覆状態モデルの例

また、潤滑膜の潤滑性とは直接関係ないが、回転や熱による潤滑剤の飛散現象によって経時的に潤滑膜厚が変化する<sup>(36-39)</sup>、という報告や、末端官能基がある潤滑剤の方が回転や熱で飛散しにくい、という報告<sup>(38)</sup>がある。

潤滑膜の被覆状態に関して、X線反射法(X-ray reflectivity)で潤滑膜の膜厚方向の密度分布を測定した結果、潤滑剤の分子は末端官能基をカーボン膜表面に配向させた状態で保護膜に吸着していると結論づけている報告<sup>(40,41)</sup>がある。さらに、ESCAを用いて電子の脱出深さを測定した結果から、図1-2-(b)に示したように、潤滑膜が保護膜表面上にアイランド状に吸着していると潤滑膜の被覆状態を推定した報告<sup>(42)</sup>もある。同じようなESCAの測定結果から、潤滑剤分子がランダムコイ



ル状に吸着していると推定した報告<sup>(43)</sup>もある。

原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) を用いた潤滑膜の被覆状態の観察<sup>(44-48)</sup>も行われ、潤滑膜は保護膜表面に均一に吸着していないことを確認している。また、末端官能基のある潤滑剤とそれが無い潤滑剤について、拡散過程を観察した研究結果<sup>(52-62)</sup>がある。これらの研究では、モバイル潤滑剤と固定潤滑剤とを区別せず、潤滑剤分子と保護膜との吸着エネルギー (以後、吸着エネルギーと略す) をパラメータとして、モンテカルロ法により拡散過程を計算し実験結果と比較している<sup>(63)</sup>。その結果として、吸着エネルギーが大きいほど拡散が遅いことや、図 1-2(c) に示したような潤滑膜の層状構造を持つ被覆状態モデルの提案が報告されている。

また、潤滑剤は保護膜表面の化学的に活性な吸着点と化学吸着しているという研究報告<sup>(49-51)</sup>もある。

### 第3項目：潤滑膜の被覆状態変化

潤滑膜の被覆状態変化に関する研究は、潤滑膜厚変化に着目したものが多く、そこで、潤滑膜の被覆状態変化に関する研究を、①スピノフによる潤滑膜厚減少、②摺動による潤滑膜厚減少、③修復による潤滑膜厚増加、に大別し説明する。

図 1-3 には、潤滑膜厚を減少させたり変化させたりする要因を示した。以下、この図に従い、潤滑膜の被覆状態変化に関して詳細を述べる。

#### (1) スピノフによる潤滑膜厚減少

磁気ディスク装置の仕様には、動作保証期間が定められている。この動作保証期間中、潤滑膜は潤滑性を維持しなければならない。つまり、潤滑膜の質や量の経時変化に対する耐用年数は、磁気ディスク装置の動作保証期間以上でなければならない。

ところが、蒸発・分解<sup>(71-73)</sup>、スピノフ<sup>(36-39)</sup>、水分・アウトガスが保護膜へ吸着して起こる潤滑膜の状態変化<sup>(74-86)</sup>、潤滑剤自身の化学的変化<sup>(74)</sup>などにより、経時的に潤滑膜厚が減少する。アウトガスとは、磁気ヘッド、磁気ディスク、スピンドル、キャリアッジ等を一体化した機構モジュールであるヘッド・ディスク・アセンブリ (HDA と略す) が高温になった時に HDA の部品から放出されるガスを意味する。前述した種々の要因のなかで、確実に潤滑膜厚を経時的に減少させる要因はスピノフである。スピノフは、遠心力と HDA 内の内周側から外周側への空気流れのせん断力 (エアシアと呼ぶ) が潤滑膜へ作用することにより生じる。現在の磁気ディスク装置では、磁気ヘッドをデータ位置へ高速でアクセスするため、磁気ディスクも高速で回転させることが要求されている。磁気ディスクの回転数が大きくなれば、潤滑膜に作用する遠心力とエアシアは大きくなるため、スピノフは増加する<sup>(36,37,40)</sup>。

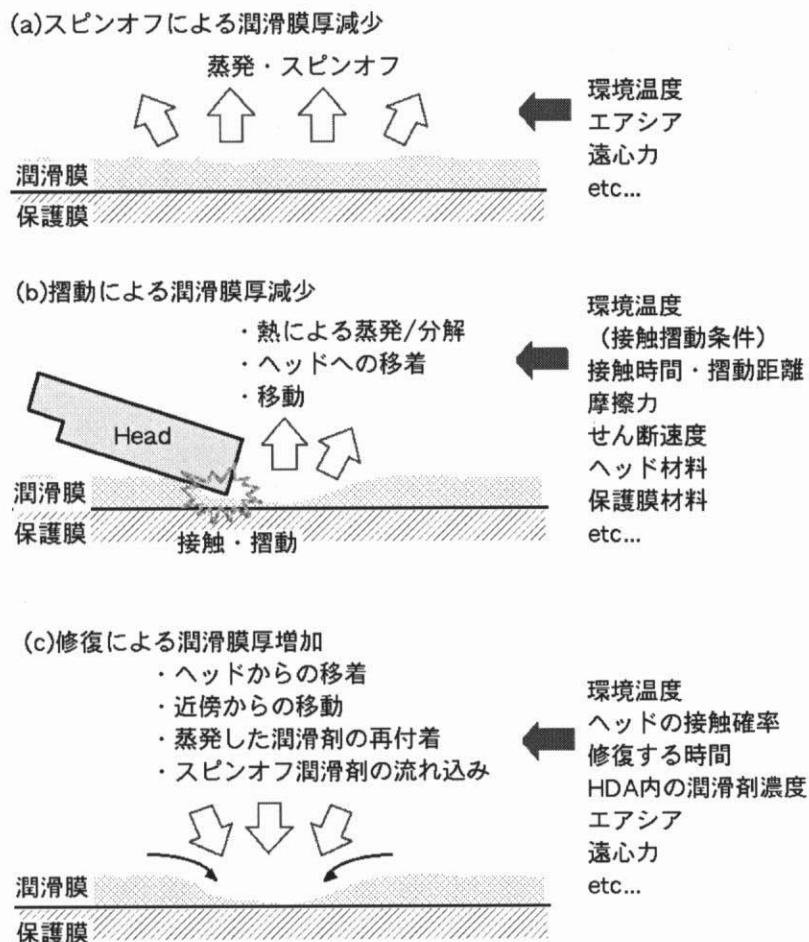


図 1-3. 潤滑膜の被覆状態変化機構要因の概略

また、スピンドルを高速で回転させるために大電流が必要となり、スピンドルの発熱量が増加し HDA 内は高温になる。そのため、潤滑膜の粘度が低下し、スピンオフは増加する<sup>(35)</sup>。

このように、スピンオフによって潤滑膜厚が経時的に減少するため、磁気ディスク装置稼働初期の潤滑性が維持できなくなる可能性がある。

そこで、スピンオフした後の潤滑性の劣化を定量的に理解することが必要がある。しかし、潤滑膜を連続粘性流体として扱うモデルが一般的であり、潤滑剤分子の保護膜表面への吸着を考慮していないことと、1~2分子層の極薄膜を連続体で仮定していることから、スピンオフによる潤滑膜厚減少を予測できるモデルではない。

## (2) 摺動による潤滑膜厚減少

磁気ディスク装置の起動停止の方式には、CSS 方式あるいはロード・アンロード方式<sup>(87,88)</sup>の2つの方式がある。ロード・アンロード方式(以後、L/UL 方式と略す)は、スピンドルモータが定

常回転に達した状態でヘッドをディスク面にロード・アンロードする方式である。いずれの方式においても、起動停止の時に磁気ヘッドと磁気ディスクとは摺動するため、摺動部分の潤滑膜厚は減少する<sup>(35)</sup>。

また、最近の研究では、浮上量 20~30nm の磁気ヘッドで高速シークした場合に、シーク領域の潤滑膜厚が減少するという報告<sup>(89)</sup> や、データエリアで磁気ヘッドを長時間浮上させると磁気ディスク上の潤滑剤が磁気ヘッドへ付着するという報告<sup>(90)</sup> がある。これらの報告から考えられることは、磁気ヘッドの低浮上化により磁気ヘッドと潤滑膜との接触頻度が大きくなり<sup>(91-93)</sup>、磁気ディスク上の潤滑剤が磁気ヘッドへ付着することで潤滑膜厚が減少するということである。このような潤滑膜厚減少は、磁気ディスク装置稼働初期の潤滑膜の潤滑性が長期間維持されないことを示唆している。したがって、浮上しているべき状態でも接触する可能性のある低浮上量の磁気ヘッドを用いる時は、磁気ヘッドと潤滑膜とが接触することを前提として、潤滑膜厚減少を定量的に予測して潤滑膜を設計することが必要である。

その他にも、磁気ヘッドの形状・材質・荷重等で磁気ヘッドと潤滑膜との接触状態が変化する。さらに、磁気ヘッドの浮上量<sup>(3,89,91,92)</sup>、CSS 方式・L/U 方式、磁気ディスクの面粗さ・突起形状・平坦度<sup>(8-13)</sup>、HDA 内のアウトガスの種類・濃度<sup>(75,76)</sup>、HDA 内の温度<sup>(75,76)</sup>などで接触頻度が変化することが報告されている。

また、摺動時の潤滑膜厚減少のメカニズムとして、接触発熱により潤滑膜が蒸発・分解すること<sup>(97,98)</sup>、摩擦により潤滑剤が移動すること<sup>(56-58)</sup>、あるいは潤滑剤が化学的に変質・変化<sup>(71,72)</sup> することなどが報告されている。

このように摺動により潤滑膜厚が減少し、潤滑性が維持できなくなる可能性がある。そこで、摺動による潤滑性の劣化を定量的に理解する必要がある。しかし、従来の研究では、潤滑膜厚の減少を定性的に示すことは可能だが、潤滑膜厚の減少量を予測できるモデルは確立されていない。

### (3) 修復による潤滑膜厚増加

磁気ディスク装置の停止時間は潤滑膜の修復を考える上で重要な項目である。例えば、銀行オンラインに接続された磁気ディスク装置はほとんど停止することなく長時間連続稼働するが、パソコンに組み込まれた磁気ディスク装置は節電のために入出力要求が無ければ停止する。そのため、パソコンに組み込まれた磁気ディスク装置は、頻繁に起動・停止を繰り返す。

磁気ディスク装置のこのような稼働状況が潤滑膜の修復に関与する。つまり、潤滑膜は修復性を持つため、摺動により膜厚減少した部分の潤滑膜厚は、磁気ディスク装置が停止している間に修復し増加する<sup>(56-62)</sup>。潤滑膜の修復速度が小さい場合は潤滑性が小さいとの報告<sup>(62, 93)</sup>もある。このため、修復性は潤滑性を論ずる上で重要な要素と考えられる。潤滑剤分子は熱運動により拡散するため、潤滑膜は修復性を持つと考えられている<sup>(60-63)</sup>。熱運動により拡散するため、修復速度は温度に

大きく依存することも報告されている<sup>(62)</sup>。

このように潤滑膜の修復性は、潤滑膜の潤滑性に影響する重要な要素である。しかし、従来の研究では、潤滑膜の修復を予測できるモデルは確立されていない。

#### 第4項目：潤滑状態

磁気ディスク潤滑膜の潤滑状態についての研究はあまりなされていない。潤滑膜が極薄膜であることから、磁気ディスク潤滑膜の潤滑状態は境界潤滑における潤滑状態に類似していると一般的に考えられている。

境界潤滑における潤滑状態に関する研究では、潤滑膜が2体間の固体接触を妨げた結果、摩耗を低減する<sup>(65-70)</sup>、潤滑膜が自らせん断されることで接触面にかかるせん断力を緩和する<sup>(70)</sup>などのモデルが提案されている。その中でも、極圧添加剤が金属表面に吸着して強固に固定され表面を被覆することにより、固体接触を防止し潤滑性を向上させるという潤滑モデルは<sup>(67-69)</sup>、潤滑剤が表面に吸着して潤滑すると仮定した場合、磁気ディスクの潤滑膜に適用できる可能性がある。つまり、潤滑剤が保護膜表面に吸着して強固に固定され表面を被覆することにより、磁気ヘッド・ディスク間の固体接触を防止するというモデルである。図1-2に示したように様々な潤滑膜の被覆状態モデルも提案されている。しかし、従来の研究においては、前述の境界潤滑における潤滑モデルを磁気ディスクの潤滑膜に適用できるか否かについて十分な研究・検証はなされていない。

### 1-4 本研究の目的

#### 1-4-1 本研究の目的

前節で、従来の研究結果について検討したが、磁気ディスク潤滑膜におけるトライボロジに関する現象は、現状では十分解明されていない。そのため、潤滑膜の設計は、試作・評価の繰り返しにより、試行錯誤的に行われてきた。本研究の目的は、磁気ディスクの信頼性を向上させるため、潤滑状態を維持する潤滑膜を論理的に設計する手法（これを潤滑膜設計手法と呼ぶ）を提案することである。そのためには、磁気ディスクにおける潤滑膜の被覆状態変化機構を解明すること、また、磁気ディスク潤滑膜が潤滑状態を維持するための条件（これを潤滑条件と呼ぶ）を明らかにすることが必要である。

#### 1-4-2 潤滑膜の被覆状態変化機構解明に関する課題

潤滑膜の被覆状態変化機構を解明するためには、(1)潤滑膜の被覆状態、(2)修復・摺動・スピン

オフによる潤滑膜の被覆状態変化機構を、明らかにすることが必要である。

従来の研究結果から、これらを解明できない理由を考察すると、次の2つの問題が挙げられる。

(1) 潤滑膜被覆状態の解明に対する問題点：

「潤滑膜の被覆状態についての情報が不足している」

潤滑膜の被覆状態について、物理的なスケールの把握が十分に行われていない。たとえば、前節で述べた X 線反射法や ESCA を用いた測定結果から、潤滑膜は潤滑膜厚が数 nm で 1~2 分子層でアイランド状に被覆していると推定されている (図 1-2-(b))。しかし、測定が数 mm~数  $\mu\text{m}$  のスポットで行われているために、保護膜表面上の潤滑膜の微細な被覆状態、あるいは表面被覆率についての情報は少ない。このため、磁気ディスク・ヘッドの摺動界面における潤滑膜の潤滑状態を解明しようとしても、磁気ディスク保護膜と磁気ヘッド面とが、固体接触している部分と、潤滑膜を介して接触している部分との割合を推定できない。

AFM を用いて潤滑剤の被覆状態の観察を行った研究においても、潤滑剤の微細な被覆状態は明らかにされていない。これは、AFM を用いて観察を行う際に、探針と潤滑膜との間で潤滑剤がメニスカスを形成するため、発生するメニスカス力<sup>(44,48)</sup>で探針が保護膜表面方向に引き付けられ潤滑膜の表面を正しく走査できないためと推定される。

また、保護膜上の固定潤滑膜・モバイル潤滑膜の被覆状態に関して、従来の研究では、固定潤滑膜の上にモバイル潤滑膜が存在するというモデル (図 1-2-(a)) が提案されている<sup>(32)</sup>。しかし、潤滑膜が単分子膜に近いという他の研究結果を考慮すると、潤滑膜の膜厚方向に固定潤滑膜とモバイル潤滑膜との2層構造となっていると仮定するのは無理がある。また、図 1-2-(c)に示した潤滑膜の被覆状態モデルでは、逆にモバイル潤滑剤と固定潤滑剤との区別をしていない。このように、潤滑膜の被覆状態についての情報が不足しているため、潤滑剤分子の挙動を解明することができない。

(2) 潤滑膜の被覆状態変化機構の解明に対する問題点：

「極薄膜である潤滑膜を連続体と仮定し、潤滑剤分子の保護膜表面への吸着を考慮していない」

前述したスピノフ・摺動・修復は、いずれも潤滑膜の被覆状態に変化を及ぼす要因である。しかし、これらの要因に関する従来の研究では、被覆状態変化の機構が明確になっていない。たとえば、吸着力が強い (吸着エネルギーが大きい) 潤滑膜の方が潤滑性が大きい場合<sup>(31,38)</sup>と、吸着力が弱い (吸着エネルギーが小さい) 潤滑膜の方が潤滑性が大きい場合<sup>(33,34)</sup>と、の2通りの報告があった。一方は、潤滑剤が末端官能基を持っているため大きな吸着エネルギーで吸着している潤滑膜が、末端官能基を持たないため小さな吸着エネルギーで吸着している潤滑膜より潤滑性が大きい、という結果である。他方は、吸着エネルギーの大きい固定潤滑膜が吸着エネルギーの小さいモバイル潤滑膜より多すぎると潤滑性が劣る、という結果である。つまり、吸着エネルギーという観点から見た場合、この2つの結果は相反する。したがって、潤滑剤の吸着エネルギーの大きさが潤滑性に関係している

ことは従来の研究結果より明らかであるが、潤滑性と吸着エネルギーの関係を定性的にさえ説明することができない。このように潤滑膜被覆状態変化における潤滑剤分子挙動は明確になっていない。

次に、上述した2つの問題点を解決するための課題を示す。

第1の問題点「潤滑膜の被覆状態についての情報が不足している」を解決するための課題は以下の2つである

- (1) サブミクロン以下の分解能で、潤滑膜の被覆状態を観察できる新たな観察手法を開発する。
- (2) その手法を用いて実際に潤滑膜を観察し、保護膜上に単分子層から数分子層で潤滑膜が被覆したときの被覆状態を明らかにする。

第2の問題点「被覆状態変化における潤滑剤分子の挙動が不明確である」を解決するための課題は、以下の7点である。

- (3) 潤滑剤分子の挙動と吸着エネルギーの関係を明確にする。
- (4) 潤滑剤分子の挙動に基づいて、修復による潤滑膜の被覆状態変化の機構を解明する。
- (5) 潤滑剤分子の挙動に基づいて、磁気ヘッドと磁気ディスクの摺動による潤滑膜の被覆状態変化の機構を解明する。
- (6) 潤滑剤分子の挙動に基づいて、スピノフにおける潤滑膜の被覆状態変化の機構を解明する。

#### 1-4-3 潤滑条件の解明に関する課題

従来の研究結果から、潤滑条件を解明できない理由を考察すると、次の問題が挙げられる。

問題点「潤滑状態の検証が行われていない」

潤滑剤が固体表面に吸着し強固に固定されて被覆することで、固体接触を防止し潤滑性を向上させるという境界潤滑における潤滑状態を表す潤滑モデルを従来の研究として示した。このモデルは、潤滑剤が表面に吸着して潤滑する点で、磁気ディスクの潤滑膜に適用できる可能性がある。しかし、潤滑膜は極薄膜であるため従来の境界潤滑における潤滑モデルをそのまま適用できるか否かについて検証する必要がある。

この問題を解決するための課題は、次の通りである。

- (7) 潤滑膜の被覆状態を観察できる観察手法によって、摺動界面の潤滑膜の被覆状態を観察して、潤滑膜の表面被覆率が1以上であれば、潤滑状態であることを検証する。

目的とそれに対応する課題との相互関係を明確にするため、図1-4にその関係を図示する。潤滑膜設計手法の提案という目的に対し、潤滑膜の被覆状態変化機構の解明と潤滑状態の解明という2つの問題点がある。被覆状態変化機構を解明するためには、潤滑膜の被覆状態を解明すること、および潤滑剤分子挙動に基づいた被覆状態変化機構の解明が必要となる。また、潤滑状態の解明には、境界潤滑における潤滑モデルが磁気ディスク潤滑膜に適用できるか否かの検証が必要となる。さら

に、潤滑剤分子挙動に基づいて被覆状態変化の機構を解明するため、潤滑剤分子挙動と吸着エネルギーの関係を表す潤滑剤分子移動確率を算出し、修復・摺動・スピノフにおける潤滑剤分子の挙動をモデル化する。そして、解明された潤滑状態と被覆状態変化機構から潤滑条件を求める。そして、潤滑条件から潤滑膜設計手法を提案する。さらに、ヘッドのさらなる低浮上化によって厳しくなる摺動条件に対しても潤滑条件を満たす手段として、潤滑剤供給方式を提案する。

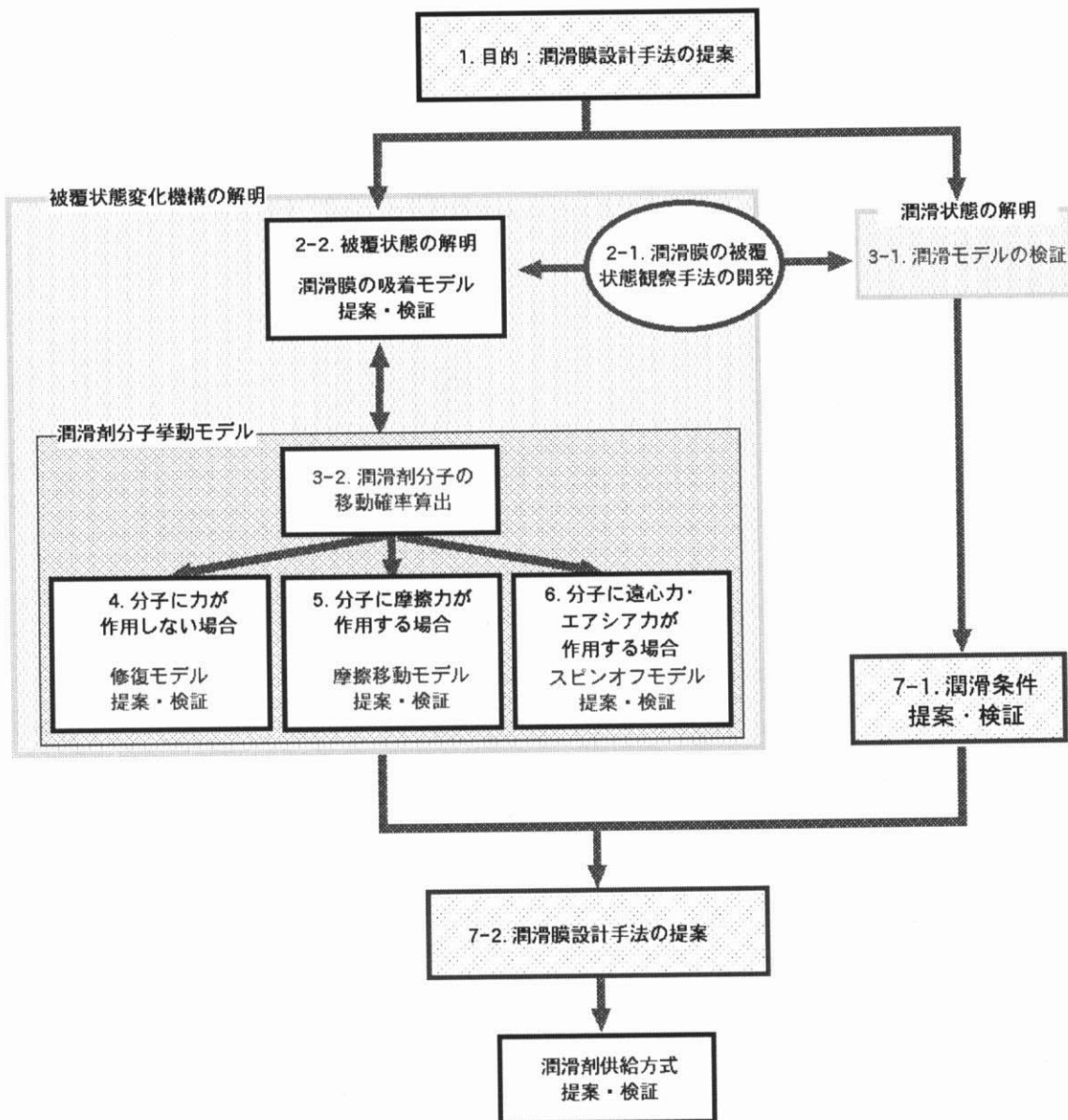


図 1-4. 目的とそれに対応する課題との相互関係

## 1-5 本論文の構成

本論文の構成は次の通りである。

第 1 章：序論として従来の研究の概要と本研究の目的、研究課題を述べる。

第 2 章：サブミクロン以下の分解能で、潤滑膜の被覆状態を観察することが可能な AFM を用いた観察手法と、それを用いて観察した結果について述べる。また、観察結果に基づき吸着モデルを提案・検証する。

第 3 章：まず、本研究の目的の (3) 項に対応する潤滑膜の潤滑状態に境界潤滑における潤滑モデルを適用できることを検証する。その後、吸着モデルに基づき、修復モデル、摩擦移動モデル、スピンオフモデルを提案する。

第 4 章：修復による潤滑膜の被覆状態変化が吸着エネルギーにより変化することを、磁気ヘッドが磁気ディスク上を連続摺動する摩耗試験により確認する。その後、修復モデルに基づく計算結果と実験結果とを比較してモデルを検証する。

第 5 章：摺動による潤滑膜の被覆状態変化が磁気ディスクの面粗さと潤滑膜の吸着エネルギーにより変化することを実験で確認する。その後、摩擦移動モデルに基づく計算結果と実験結果とを比較してモデルを検証する。

第 6 章：スピンオフによる潤滑膜の被覆状態変化が環境温度、磁気ディスクの回転数、潤滑膜の吸着エネルギーにより変化することを実験で確認する。その後、スピンオフモデルに基づく計算結果と実験結果とを比較してモデルを検証する。

第 7 章：3 章～6 章の潤滑膜挙動に関する検討結果と 3 章の潤滑状態の検証結果に基づき、潤滑条件を提案する。その後、潤滑膜設計手法を提案・検証する。

第 8 章：潤滑剤供給方式を提案する。そして、潤滑剤供給方式が潤滑条件の実現に有効であることを実験的に示す。

第 9 章：本研究の適用範囲を明確にするとともに、他分野への応用を考察する。

第 10 章：結論を論じる。