

## 第4章 磁気ディスク潤滑膜の修復モデルの検証

### 4.1 本章の目的

本章では、最初に潤滑膜の修復により潤滑性が向上することを実験により示す。次に修復モデルの妥当性を検証する。そのために、潤滑膜の修復を、AFM 観察およびエリプソメータによる潤滑膜厚プロファイル測定により確認する。そして、修復モデルを前提として、潤滑剤分子の挙動をモンテカルロ法を用いて計算し、修復による潤滑膜厚増加を求めた。最後に、その計算結果と実験結果とを対比させ、修復モデルの妥当性を検証する。具体的には、次の5項目について検討を行った。

- (1) 4-2 節において、磁気ディスクの回転を停止して潤滑膜の修復時間を設ける試験、すなわちインターバル時間を試験中に設けたドラッグ試験を行い、潤滑膜の修復が潤滑作用に必要な要素であることを検証する。
- (2) テクスチャ突起のサイズ、試験環境温度、潤滑膜厚をパラメータとしてドラッグ試験を行い、①②を確認した。①テクスチャ突起上の潤滑膜の修復速度はテクスチャの突起のサイズで異なること。②環境温度が高いほど、潤滑膜厚が厚くなるほど、修復速度が増加すること。
- (3) 4-3 節において、潤滑膜をプラズマエッチングし、エッチング部への潤滑膜の修復過程を、環境温度、修復部の面積をパラメータとしてエリプソメータで観察した。さらに、潤滑膜の修復過程を詳細に観察するため、AFM を用いて潤滑膜の吸着状態の変化を調べた。
- (4) 上記 (3) 項の実験結果と、修復モデルに基づいたモンテカルロ法を用いた計算結果とを比較する。
- (5) さらに、テクスチャ突起サイズと潤滑膜厚をパラメータとして計算した潤滑膜修復速度の計算結果と上記 (1) (2) 項の実験結果とを比較する。

修復モデルでは、修復に影響する要因として図 4-1 に示したのものがある。その要因には次の項目が挙げられる。①修復面積が大きいと修復時間が長い。②潤滑膜厚が大きいと修復に寄与する潤滑剤分子数が増加するため修復が速い。③潤滑剤分子の移動確率が大きい、つまり吸着エネルギーが小さい場合 (③-1)、環境温度が高い場合 (③-2) は修復が速い。

本研究では、①修復面積、②潤滑膜厚、④環境温度の依存性について (3)(4)(5)項のように検討し、修復モデルに基づく計算結果と比較してモデルの検証を行う。

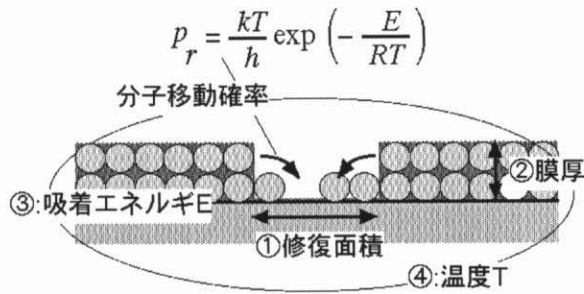


図 4-1. 修復に影響する要因

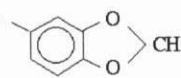
## 4-2 潤滑膜修復による潤滑性向上効果の検証

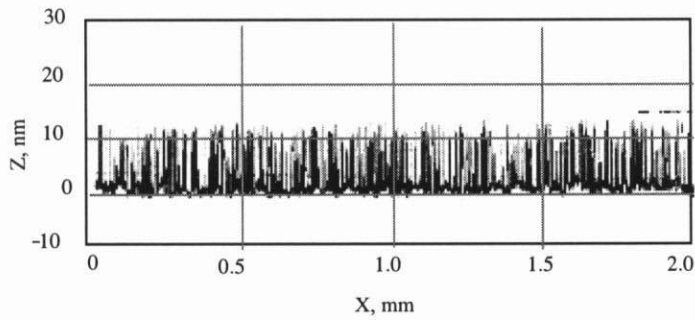
### 4-2-1 潤滑性向上効果の検証方法

潤滑膜が修復した結果、潤滑性が向上することを実験的に確認する。そのため、テクスチャの突起高さ・突起の密度・平均突起サイズを制御した磁気ディスクを用意した<sup>(110)</sup>。テクスチャの制御は粒子マスク法を用いて行った。粒子マスク法は、予め大きさのわかっている粒子を保護膜表面に分散し、酸素で粒子の回りのカーボン保護膜をエッチングして、決められた突起を離散的に形成した後、粒子を除去してテクスチャを形成する方法である。突起の平均直径は  $1.2\mu\text{m}$  であり、突起の高さは  $12\text{nm}$  である。また、突起の面積比率は 2% である。この磁気ディスクのテクスチャ形状を触針式面粗さ計および AFM で測定した結果を図 4-2 に示す。突起高さは均一で、突起の密度がほぼ均一に出来ていることが確認できる。カーボン保護膜は、約 10% の窒素が膜中に含まれている窒素添加保護膜であり、突起のない場所の膜厚は  $10\text{nm}$  である。

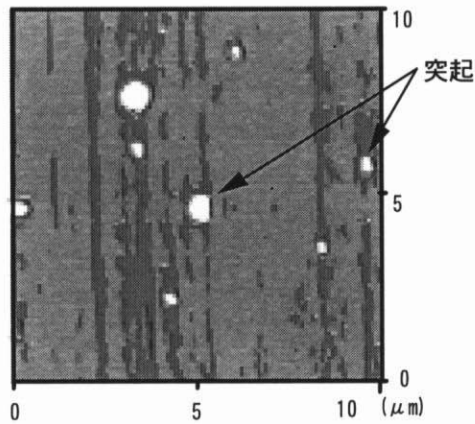
潤滑剤は、表 4-1 に示した Fomblin AM2001 であり、FTIR で測定した潤滑膜厚が  $2.0\text{nm}$  になるよう潤滑溶液濃度を調整してディップ塗布した。潤滑膜の固定膜厚比率（磁気ディスクを溶媒でリンスした後にリンスされずに残存する。固定潤滑膜厚とリンス前のトータル潤滑膜厚との比）は、トータル潤滑膜厚が  $1.5\text{nm}$  の時に約 40% である。

表4-1. 潤滑剤の構造

主鎖分子構造	$-\text{CF}_2(\text{OCF}_2\text{CF}_2)_n(\text{OCF}_2)_m-$
末端官能基分子構造	$-\text{CH}_2\text{OCH}_2$ 
平均分子量	2000
密度	$1.8 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$

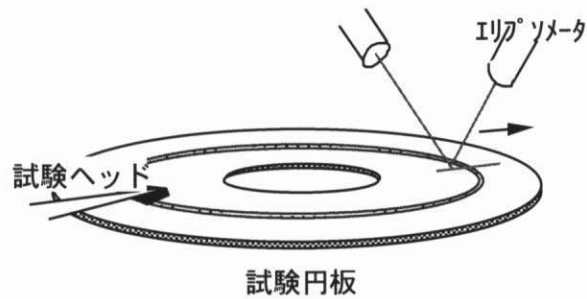


(a) 実験に用いた磁気ディスクの表面形状 (触針式表面粗さ計)



(b) 実験に用いた磁気ディスク表面のAFM像

図4-2. 実験に用いた磁気ディスクの表面形状の測定例



試験ヘッド：材質  $\text{AlO}_3\text{-TiC}$   
 スライドサイズ  $2 \times 1.6 \text{ mm}$   
 荷重  $50 \text{ mN}$   
 リアソメータ測定条件：  
 スポット径  $33 \mu\text{m}$   
 測定ピッチ  $15 \mu\text{m}$   
 レザ源 He-Ne  
 摺動速度 :  $0.5 \text{ m/s}$ 、 $1.0 \text{ m/s}$

図 4-3. ドラッグ試験方法および試験条件概要

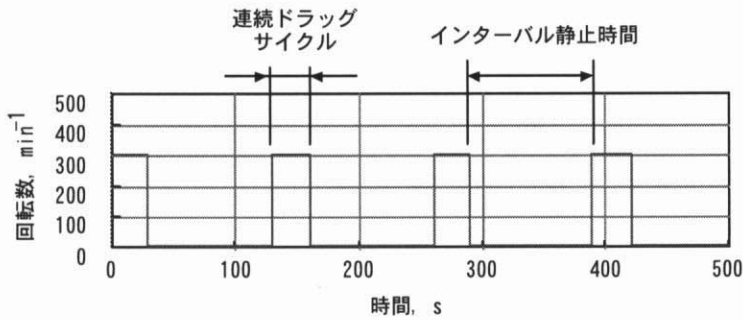


図4-4. 連続ドラッグサイクルとインターバル静止時間とを交互に行うドラッグ試験シーケンス

このような磁気ディスクの耐摩耗性をドラッグ試験と呼ばれる一定速度で磁気ディスクとヘッドとを摺動させる摩耗試験で調査した。ドラッグ試験の概要を図4-3に示す。試験に用いたヘッドは、材質 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC の50%サイズ (2×1.6mm) の2レールナノスライダであり、荷重 50mN である。ドラッグ試験は、図4-4に示したようにインターバル静止時間という潤滑剤の修復を促す静止時間を組み入れた試験である。すなわち、インターバル静止時間中、磁気ディスクの回転を停止しているため、インターバル静止時間が長くなればそれだけ潤滑剤の修復量は多くなると推定される。連続ドラッグサイクル中の摺動速度は 1m/s、あるいは 0.5m/s である。試験終了後のスティクション・フリクションと潤滑膜厚の減少量を測定した。試験を終了した後に磁気ディスクを停止し、その後 10min<sup>-1</sup> (摺動速度 0.05m/s) で回転させ、回転スタート時にスティクションを測定し、回転時のディスク1回転の間の動摩擦力の平均値としてフリクションを測定した。スティクション・フリクションともに、ヘッドを取り付けるアームに組み込んだ平行バネの変形量をひずみゲージで測定して求めた。潤滑膜厚は、試験終了後、ディスクの回転を停止して、潤滑膜の反射率と屈折率から膜厚を算出できるエリプソメータを用いて測定した<sup>(111)</sup>。また、試験後、磁気ディスクの突起摩耗量を、触針式表面粗さ計で測定した。連続ドラッグサイクル、インターバル静止時間は各サイクルで等しい。試験は、クリーンルーム内で温度 25℃、湿度 40~60%RH の環境で行った (以後、特記しない限りはこの環境で実験を行う)。

#### 4-2-2 潤滑膜修復による潤滑性向上効果の確認

インターバル静止時間をパラメータとして、ドラッグ試験を行った。1回のドラッグサイクルは連続ドラッグサイクルとインターバル静止時間とからなっており、連続ドラッグサイクルの摺動パス回数は、1サイクル当たり 150パスでこれを 10回繰り返す。つまり、9回のインターバル静止時間をはさんでトータルのドラッグパス回数は 1500パスである。もし、潤滑膜が修復するならば、インターバル静止時間内で潤滑膜は修復するはずである。インターバル静止時間が長くなれば修復

する量が多くなり、磁気ディスクの摩耗は小さくなると推定される。

これを確認するため、最終の連続ドラッグサイクルを終えた直後にスティクション・フリクションを測定した。インターバル静止時間を変化させて、これらを測定した結果を図 4-5 に示す。スティクション・フリクションの値はインターバル静止時間が長くなると小さくなっている。

図 4-6 には、インターバル静止時間を変化させて、ドラッグ試験後の磁気ディスク摺動部の潤滑膜厚減少量を測定した結果を示す。エリプソメータで摺動部の潤滑膜厚を測定し、その減少量の最大値を潤滑膜厚減少量と定義した。潤滑膜厚減少量もフリクションと同じ傾向を示しており、インターバル静止時間の増加とともに、潤滑膜厚減少量は低下している。

次に、テクスチャ突起の摩耗量を図 4-7 に示す。テクスチャ突起の摩耗量は、触針式表面粗さ計を用いて摺動部のテクスチャ突起の高さの平均値と非摺動部の高さの平均値との差として求めた。インターバル静止時間が大きくなると、摩耗量は小さくなっている。

上述したように、インターバル静止時間が大きくなると、スティクション、フリクション、潤滑膜厚減少量、突起摩耗量、ともに小さくなっていることから、インターバル静止時間内に潤滑膜の修復がなされ、さらにその時間が長くなると修復も十分になされて、次の摺動時の潤滑性が向上すると考えられる。つまり、いずれの条件においてもトータルのドラッグ試験パス回数は同じなので、摩耗に対する負荷は同じであり、異なるのは静止時間のみであることから、この時間内に磁気ディスク上で潤滑剤が摺動部に移動して、減少した潤滑膜を修復すると推定した。

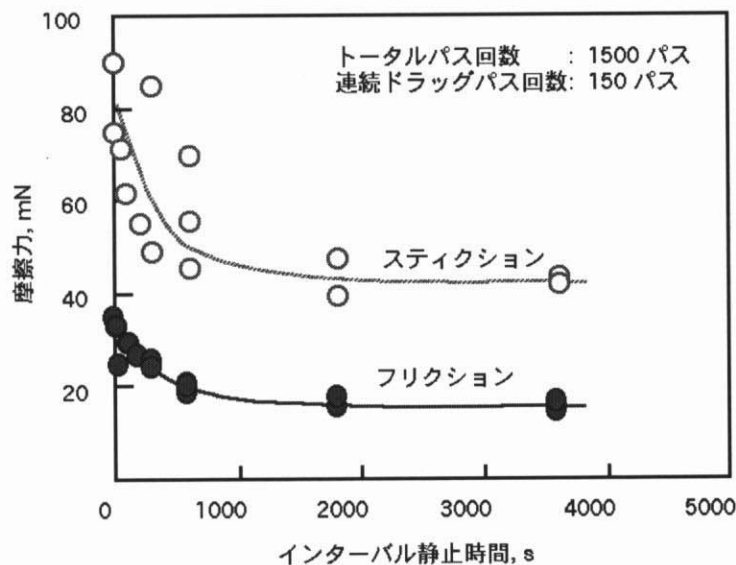


図 4-5. ドラッグ試験後の摩擦力のインターバル静止時間依存性 (周速 0.5m/s)

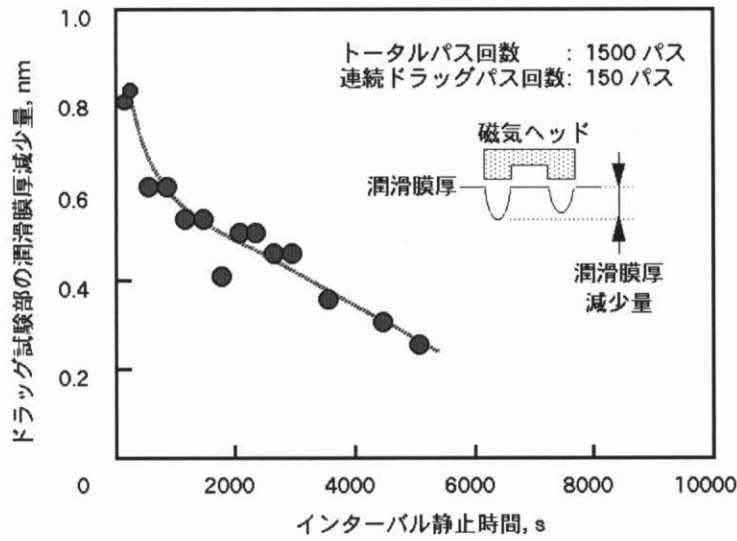


図 4-6. ドラッグ試験部の潤滑膜厚減少量のインターバル静止時間依存性

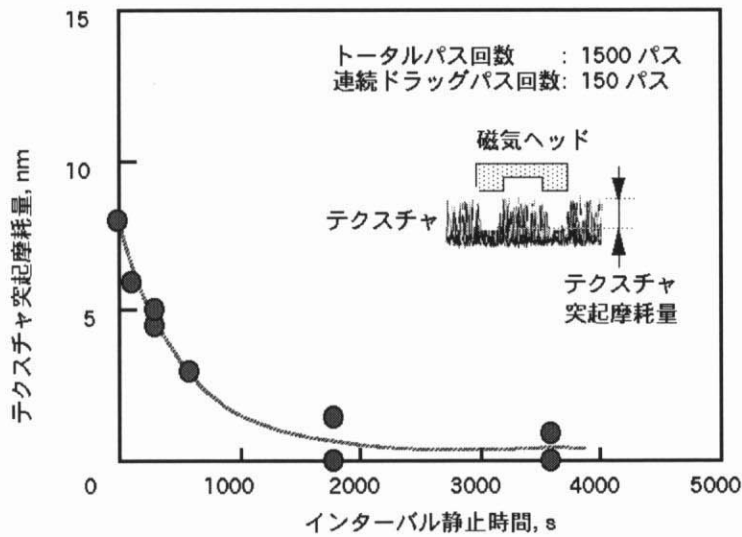


図 4-7. 触針式面粗さ計で測定したテクスチャ突起摩耗量のインターバル静止時間依存性

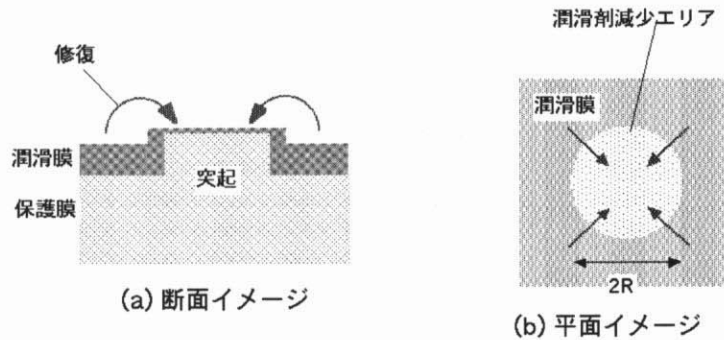


図 4-8. テクスチャ突起先端の潤滑膜摩耗部への潤滑膜の修復イメージ

図 4-6 の実験結果で、磁気ヘッドの摺動により潤滑膜厚は減少することを示した。しかし、テクスチャ突起サイズのスケールで潤滑膜厚の減少を考察すると、磁気ヘッドが接触する部分はテクスチャ突起の頂部に限定されるため、テクスチャ突起の頂部の潤滑膜厚は周辺部より減少しているはずである。そこで、摺動後のインターバル静止時間に、図 4-8 に示したようにそのテクスチャ突起の周辺から潤滑剤分子が突起頂部へ移動し、結果的に潤滑膜は修復すると考えられる。

このように修復過程を仮定し、突起の周辺から流れ込む潤滑剤の流速が一定ならば、突起部での潤滑膜の修復に要する時間（修復時間）は、突起の面積と突起境界線の長さとの関係で決定される。すなわち、単位境界線長さを横切る潤滑剤の修復速度は突起の面積に依存せず一定であるため、突起に流れ込む潤滑剤の量は境界線の長さに比例し、突起頂部の潤滑剤の修復時間は突起面積に反比例する。つまり、突起頂部のサイズが大きくなると潤滑膜の修復時間は大きくなり、逆に、突起頂部のサイズが小さくなると潤滑膜の修復時間は小さくはらずである。

そこで、テクスチャ突起のサイズをパラメータとしてドラッグ試験を行った。試験ディスクには、テクスチャの平均突起径がそれぞれ 0.3、0.6、1.2  $\mu\text{m}$  の磁気ディスクを用いた。テクスチャの見かけの突起面積比率は突起数を変えて 2%と一定になるよう調整した。ドラッグ試験はインターバル静止時間を入れずに周速 0.5m/s で 60,000 パス行った。この試験条件における、潤滑膜の修復可能な時間は、磁気ディスクの一点をヘッドと摺動した後、再びヘッドと摺動するまでの磁気ディスクが一回転する時間（0.4sec）である。

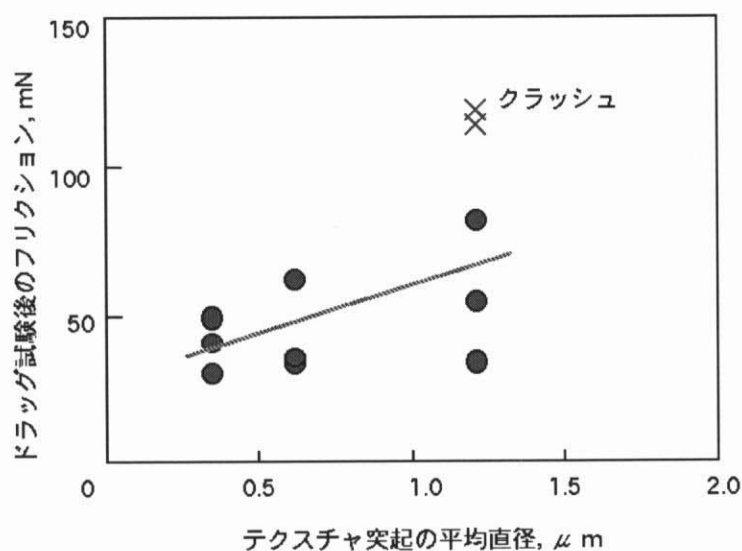


図 4-9. ドラッグ試験後フリクションのテクスチャ突起径依存性

試験直後のフリクション測定値を図4-9に示す。平均突起径が大きくなると、フリクションは増加する。また、 $1.2\mu\text{m}$ の突起径のサンプルでは磁性膜に至る傷（以下、クラッシュと呼ぶ）が発生しているものもあった。この結果から、突起頂部のサイズが大きくなると頂部潤滑膜の修復時間は大きくなり、逆に、突起頂部のサイズが小さくなると頂部潤滑膜の修復時間は小さくなるという仮説が正しいことが検証され、図4-8に示した潤滑膜の修復過程が実際に起こると考えた。

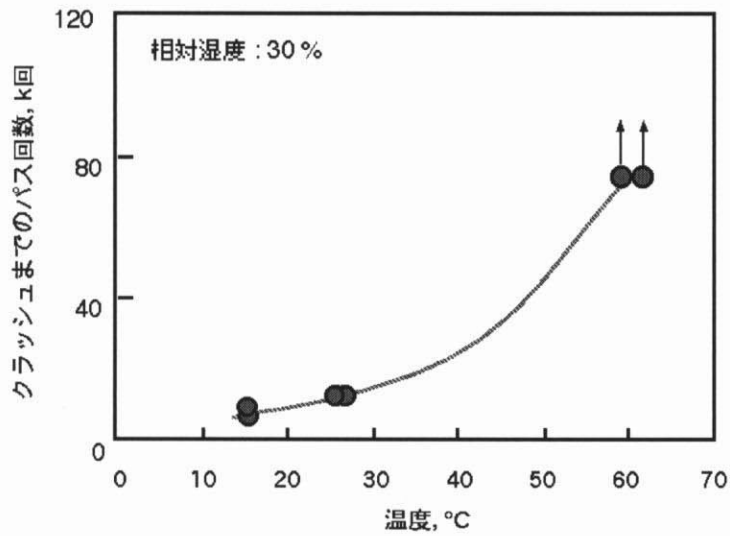


図4-10. クラッシュに至るまでのパス回数の試験環境温度依存性

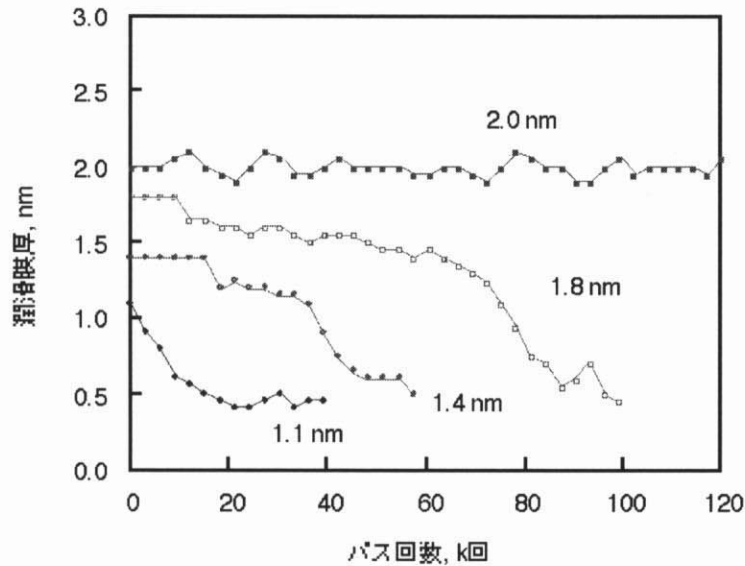


図4-11. 潤滑膜厚の異なる磁気ディスクのドラッグ試験中の潤滑膜厚変化（テクスチャ径  $1.2\mu\text{m}$ 、周速  $1.0\text{m/s}$ ）



次に、別の観点から、潤滑膜の修復による潤滑性向上効果を確認した。潤滑膜の潤滑剤分子は温度が高くなると易動度が増加するため、潤滑膜の修復速度も増大する。J. W. Brown らは環境温度の増加とともに潤滑剤の修復速度が増大することを報告している<sup>(112)</sup>。そこで、温度の増加にともなって修復速度が増大し、その結果、潤滑性が変化するか否かをドラッグ試験で確認した。前述の潤滑膜厚 2.0nm、テクスチャ突起径 1.2 $\mu$ m の磁気ディスクを用意して、試験環境温度を 15~60℃と変化させて、上記の連続ドラッグ試験を行った。結果を、図 4-10 に示す。環境温度の増加とともに、潤滑性は向上し、クラッシュに至るまでの時間が長くなることが確認できた。

また、潤滑膜厚を厚くすると潤滑性が向上することは、一般的に知られている<sup>(32,33)</sup>。一方、潤滑膜厚が厚いと移動できる潤滑剤分子の数が多いため、当然のことながら、潤滑膜の修復速度も大きいと推定できる。そこで、潤滑膜厚 1.1、1.4、1.8、2.0 nm の磁気ディスクをサンプルとして、周速 1.0m/s で連続ドラッグ試験を行った。試験中一定時間間隔で磁気ディスクの回転を停止し、摺動部の潤滑膜厚をエリプソメータで測定して、潤滑膜厚の推移を測定した。結果は図 4-11 に示したとおり、潤滑膜厚が大きいほど、摺動部の潤滑膜厚の減少速度は小さい。

#### 4-2-3 実験結果のまとめ

4-2-1~4-2-2 節で述べた実験から以下の結果を得た。いずれも潤滑膜修復による潤滑性向上効果を支持しており、潤滑膜の修復は潤滑性を向上させる要因であることが検証できた。

- (1) インターバル静止時間を組み入れたドラッグ試験を行い、インターバル静止時間を増加させるとスティクション、フリクション、潤滑膜の減少量、テクスチャ突起の摩耗量が減少することを確認した。この結果は、潤滑膜が修復することによる潤滑性の向上を示している。
- (2) テクスチャの突起径の異なる磁気ディスクでドラッグ試験を行い、突起径が小さい磁気ディスクほど耐摩耗性が向上することを確認した。この結果は、テクスチャの突起径が小さいほど、突起頂部の潤滑膜の修復が速いことを示している。
- (3) 試験環境温度を変化させてドラッグ試験を行い、試験環境温度が高温になるほど、潤滑性が増加することを確認した。この結果は、高温ほど潤滑膜の修復速度が速いことを示している。
- (4) 潤滑膜厚の異なる磁気ディスクでドラッグ試験を行い、潤滑膜厚の小さい磁気ディスクほど、潤滑膜厚の減少速度が大きいことを確認した。

#### 4-3 修復モデルの検証

3-1 節で述べた修復モデルを検証するため、まず、潤滑膜の修復過程を実験的に調査した。まず、潤滑膜をプラズマエッチングして、エッチング部への潤滑膜の修復過程をエリプソメータで観察した。さらに、潤滑膜の修復過程を詳細に観察するため、AFM を用いて潤滑膜の吸着状態の変化を調べた。そして、上記の実験結果と修復モデルに基づいたモンテカルロ法を用いた計算結果とを比較して、修復モデルの妥当性を検証した。

##### 4-3-1 潤滑膜修復過程の観察

潤滑膜の修復過程を観察するため、潤滑膜のマスクエッチングを行った。その手法を図 4-12 に示す。直径 1.2 または 1.4mm の穴を開けたマスクを、ディスク面に載せ、酸素プラズマエッチングを行い、潤滑膜を蒸発させた。その後に、エッチング部とその近傍の潤滑膜厚を、エリプソメータを用いて 2 次元測定した。磁気ディスクは、一定温度 25℃ の恒温槽で保管した。

まず、初期膜厚 2.0nm の潤滑膜を 1.4mm の径でマスクエッチングし、エッチング部分の潤滑膜の修復過程を測定した。結果を図 4-13 に示す。左図は、エッチング部分の中心線上の潤滑膜厚をエリプソメータを用いて測定した結果である。右図は、エッチング部分の潤滑膜厚を等高線表示した 2 次元測定結果である。エッチング部分の潤滑膜厚は、時間とともに徐々に増加している。

潤滑膜厚は 216 時間後に約 1nm 修復している。前節で議論した磁気ディスクが 1 回転する時間に相当する修復時間と、この実験結果に示した修復時間は大きく異なる。この理由は、潤滑膜の修復する面積が 1000 倍以上異なるためと考えられる。

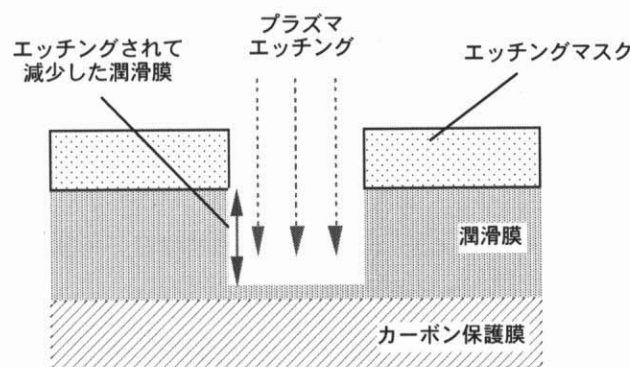
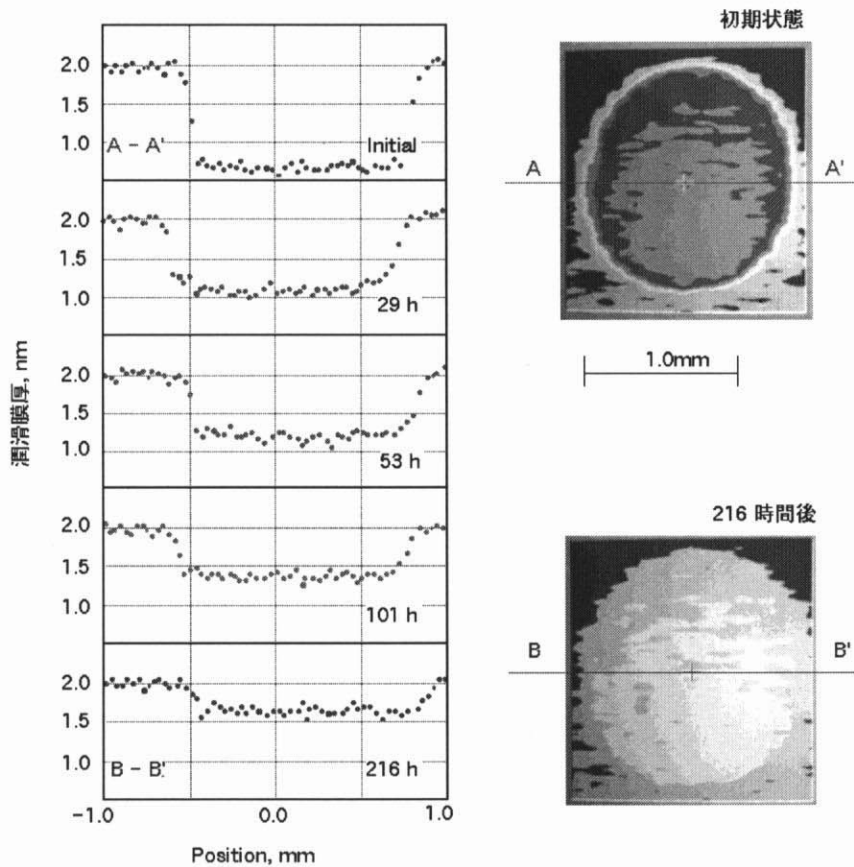


図4-12. マスクエッチング処理の概要



(a) 中心線に沿った潤滑膜厚プロファイル (b) 潤滑膜厚の分布

図 4-13. エッチング部の潤滑膜修復過程の観察結果例

次に、潤滑膜厚 1.2nm の磁気ディスクをマスクエッチングし、エッチング直後と 24 時間後に、潤滑膜のエッチング部分を AFM を用いて観察した。その AFM 像を図 4-14 に示す。比較のためにエッチングされていない部分の潤滑膜の AFM 像も示す。右下の各図は AFM 像を 2 値化した図であり、白い部分が潤滑膜を表している。エッチングされていない部分の潤滑膜の表面被覆率は 70% 程度である。エッチング直後の潤滑膜の表面被覆率は約 10% である。24 時間後の潤滑膜の表面被覆率は 100% になった。

これらエリプソメータでの潤滑膜厚測定結果と、AFM での表面被覆率観察結果から、(1) 潤滑膜の膜厚は修復するということが、(2) 修復した結果、表面被覆率が変化するということがわかった。

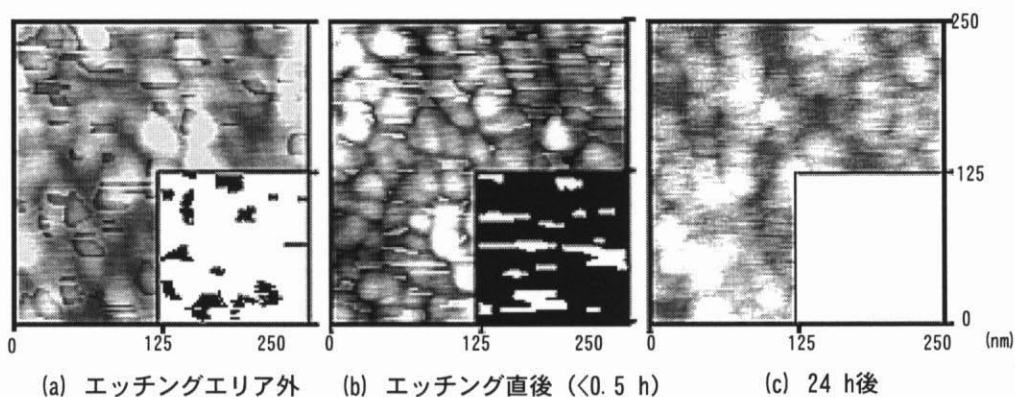


図 4-14. エッチング部の潤滑膜の AFM 観察像：潤滑膜厚 1.2nm  
(右下の図中、白いエリアが潤滑膜、黒いエリアがカーボン保護膜)

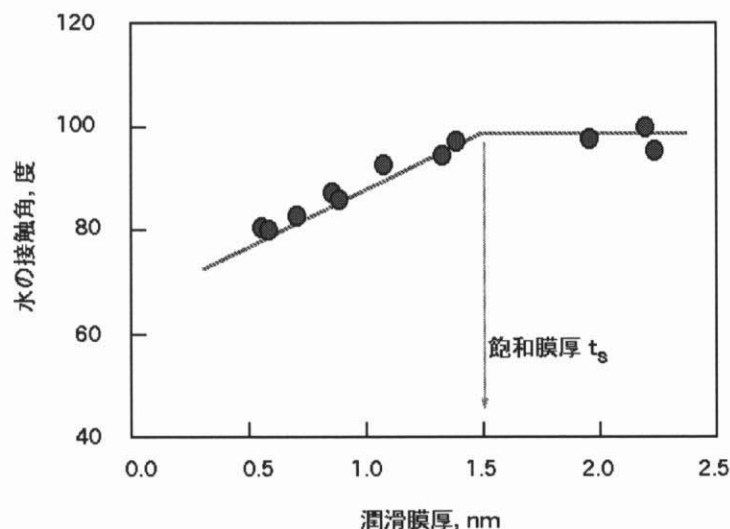


図 4-15. 水の接触角の潤滑膜厚依存性

一方、潤滑膜厚を変化させて水の接触角を測定した結果を、図 4-15 に示す。水の接触角は潤滑膜厚の増加とともに増加し、潤滑膜厚が約 1.5nm のとき飽和潤滑膜厚  $t_s$  となって、飽和する。第 2 章に示したように、飽和潤滑膜厚は、潤滑膜の表面被覆率が 1 になるときの潤滑膜厚に等しい。ところが、図 4-14 に示した潤滑膜の膜厚はエッチング前で 1.2nm であり、飽和潤滑膜厚 1.5nm より小さいにもかかわらず、エッチング部分の潤滑膜の表面被覆率が 1 に達している。この結果は第 2 章で述べた潤滑膜厚の増加に伴い表面被覆率は増加するという結論と矛盾する。しかし、第 2 章の結論は静止した潤滑膜の観察結果に基づいているので、修復途中の被覆状態を表していない可能性がある。つまり、潤滑膜厚が薄く潤滑剤分子密度が小さいにも関わらず表面被覆率が大きいということは、静止状態にある潤滑剤分子の占有面積（1 個の分子が保護膜に吸着したときに占有する面積）より修復途中の潤滑剤分子の占有面積が大きいことを示している。そこで、この結果は潤滑膜が修

復する途中で潤滑剤分子のランダムコイル形態が乱れ、分子占有面積が大きくなり、エッチング部の表面被覆率が増加したためと推定される。

#### 4-3-2 修復モデルに基づくモンテカルロ計算

3-1 節の修復モデルを検証するため、モンテカルロ法で修復過程にある潤滑剤分子挙動の計算（以下、モンテカルロ法による計算をモンテカルロ計算と略す）を行い、4-3-1 節で述べた実験結果とを対比する。修復モデルでは、潤滑剤分子の移動確率  $P_r$  は次式で表される。

$$P_r = f \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (4-1)$$

モンテカルロ法で修復モデルを忠実に再現するには、計算対象の総ての分子について (4-1) 式の移動確率を求め、移動可能か否かを乱数で判断し、分子を移動させる、という作業を繰り返して行う。この計算では、取り扱う分子数が膨大になるとデータ量と計算時間が多大となるため、取扱いデータ量を減らして、計算時間を短くする必要がある。そこで、現実の分子系の分子間距離  $d$  ( $=2Rg$ ) および分子移動時間  $\Delta t$  ( $=1/p_r$ ) と、計算上の分子間距離  $\Delta L$  および分子移動時間  $\Delta T$  との関係を求め、分子移動確率を現実の分子系から計算上の系へと変換した。変換の概念図を、図 4-15 に示す。

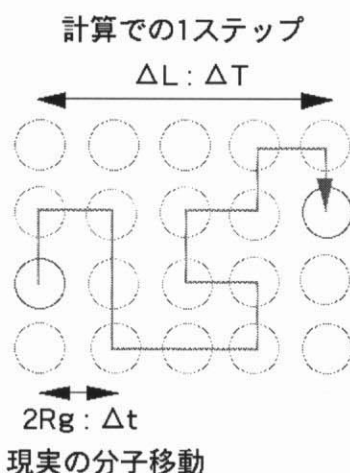


図 4-16. 現実の分子振動数から計算上の分子振動数への変換

現実の分子系において、移動距離  $l$  と移動する時間  $t$  との間にはランダムウォーク理論<sup>(102-104)</sup> から、 $\alpha$  を係数として (4-2) 式が成り立つことがわかっている。

$$l^2 = \alpha \cdot t \quad (4-2)$$

ここで分子が隣のサイトへ移動する場合を想定すると、分子移動確率  $p_r$  は単位時間あたりの分子が隣のサイトへ移動に要する時間に等しいと考えられるので、(4-2) 式から分子間距離  $d (=2Rg)$ 、および分子移動時間  $\Delta t (=1/p_r)$  と、計算上の系における分子間距離  $\Delta L$ 、および分子移動時間  $\Delta T (=1/p_r')$  には、それぞれ (4-3) (4-4) 式が成り立つ。

$$(2Rg)^2 = \alpha \cdot \Delta t = \frac{\alpha}{p_r} \quad (4-3)$$

$$\Delta L^2 = \alpha \cdot \Delta T = \frac{\alpha}{p_r'} \quad (4-4)$$

ここで  $p_r$  は現実の分子系の分子移動確率、 $p_r'$  は計算上の分子移動確率である。 $p_r'$  は次式で定義する。

$$p_r' = f' \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (4-5)$$

また、この式の計算上の分子振動数  $f'$  は、(4-3) ~ (4-5) 式より単位移動距離  $\Delta L$  と実際の分子振動数  $f$ 、移動距離  $2Rg$  で次式で表される。

$$f' = \frac{4Rg^2}{\Delta L^2} f \quad (4-6)$$

計算上の単位移動距離  $\Delta L$ 、すなわち計算上の吸着点間の距離を大きくすると (4-6) 式から計算上の分子振動数  $f'$  は小さくなる。単位移動距離  $\Delta L$  を大きく設定することで、計算に要する時間も短縮可能となる。

次に、モンテカルロ計算で用いた分子の配置方法の概念図を、図 4-16 に示す。分子の吸着点は格子点で表わされており、その位置は大きさ  $(100 \times 100 \times 2)$  の行列  $(i, j, k)$  で表される。潤滑膜は 2 層まで仮定している。計算エリア内の中央には、エッチングされて潤滑膜厚が小さくなった

領域、すなわち、潤滑剤分子の個数が少ない領域を作った。磁気ディスク面の各格子点への潤滑剤分子の配置は、次のように行った。第1層目の吸着点が完全に埋まる潤滑膜厚を飽和潤滑膜厚  $t_s$ 、潤滑膜厚を  $t_{LB}$  として0~1の規格化乱数と  $t_{LB}/t_s$  の大小関係とで分子を配置した。すなわち、

$t_{LB}/t_s < 1$  の時 規格化乱数  $< t_{LB}/t_s$  ならば 1層目へ分子を配置する。  
規格化乱数  $\geq t_{LB}/t_s$  ならば 1層目へ分子を配置しない。

$t_{LB}/t_s \geq 1$  の時 1層目の全ての吸着点へ分子を配置する。さらに、  
規格化乱数  $< t_{LB}/t_s$  ならば 2層目へ分子を配置する。  
規格化乱数  $\geq t_{LB}/t_s$  ならば 2層目へ分子を配置しない。

飽和潤滑膜厚  $t_s$  は、潤滑膜の表面被覆率が100%になる膜厚を用いた。第1層の全ての格子点を固定潤滑剤分子に対応する格子点とモバイル潤滑剤分子に対応する格子点とに乱数を使って区別した。その格子点の比率が固定膜厚比率 **BR** になるように決定した。最終的な各格子点の平均潤滑膜厚は、100回のモンテカルロ計算を繰り返し、各格子点の潤滑剤分子の平均存在個数  $N_{ave}$  から次式で求めた。

$$t_{LB} = N_{ave} \cdot t_s \quad (4-7)$$

実際の計算のフローチャートを、図4-17に示す。潤滑剤分子の配置を終えた後、格子点をランダムに選択し、そこに存在する分子が移動するかどうかを乱数で判断する作業を繰り返すことで潤滑膜の時間推移を求めた。このときの時間ステップは、モバイル潤滑剤分子の移動確率が常に1以下になるように設定した。標準的な計算上の各格子点間の距離  $\Delta L$  は0.04mmであり、計算領域は4.0×4.0mmである。

次に実際に計算に用いたパラメータを表4-2に示す。Konoらは、Fomblin Z-DOLの活性化エネルギーが約33kJ/molであることを報告している<sup>(114)</sup>。そこで、モバイル潤滑膜の末端官能基1個あたりの吸着エネルギー  $E_m$  を35kJ/molと設定した。一方、Rhheらは、シリカ表面に吸着するZ-DOLの膜厚の温度依存性から、活性化エネルギーを59kJ/molと算出している<sup>(115)</sup>。Iierらも、同じくシリカ表面への低分子アルコールの吸着量を測定して、活性化エネルギーを54~84kJ/molと算出している<sup>(116)</sup>。そこで、「固定潤滑膜は、カーボン保護膜表面の-OH基に吸着しやすい」との報告<sup>(51)</sup>などを考慮して、固定潤滑膜の末端官能基1個あたりの吸着エネルギー  $E_b$  を75kJ/molと見積もった。固定膜厚比率 **BR** は、4-2節で用いた試験サンプルの値0.4を用いた。潤滑剤分子の平均分子回転直径  $2Rg$  は、平均分子量2.0kg/molのZomblin Z-Dolの潤滑膜をAFMで測定し求めた分子膜厚1.2nmとした。飽和潤滑膜厚  $t_s$  は、水の接触角の測定結果(図4-15)から1.5nmとした。

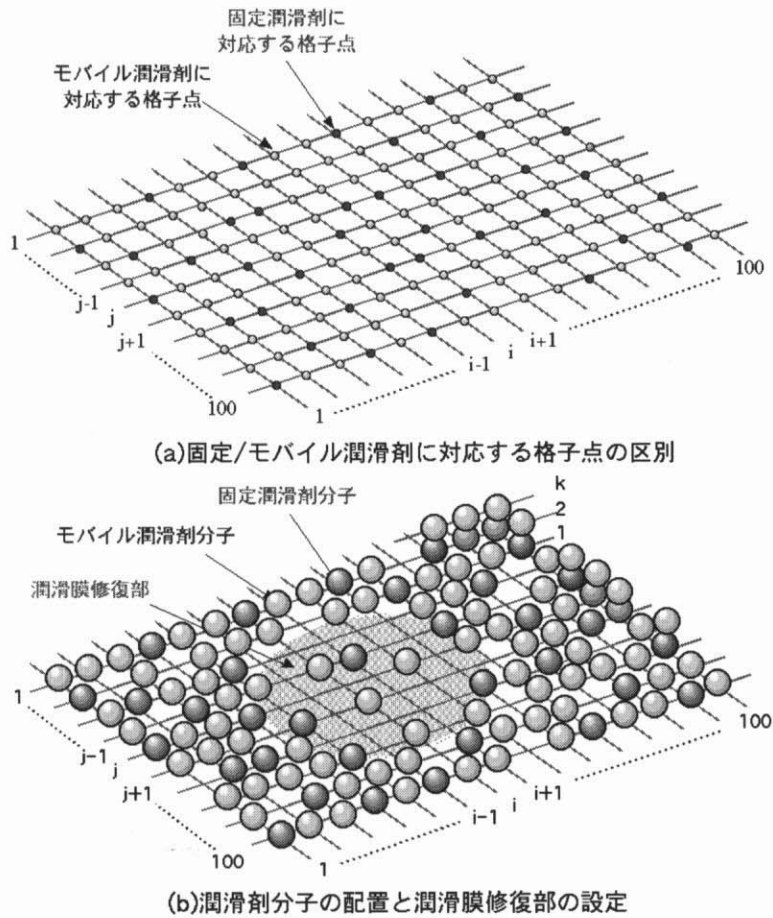


図 4-17. モンテカルロ法に用いた潤滑剤分子の配置の概念図

次に表 4-2 の各パラメータ値を使って、モンテカルロ計算し、実験結果（図 4-13）と比較をした。比較した結果を図 4-19 に示す。実線で示してある計算結果と点で示した実験結果は、概ね整合している。この比較結果から、提案した修復モデルに基づくモンテカルロ計算で潤滑膜の修復を予測可能であることが確認できた。



表4-2. モンテカルロ計算に用いたパラメータ

潤滑膜厚	2.0 nm
減少部潤滑膜厚	0.7 nm
減少エリア半径	0.6 $\mu\text{m}$
固定潤滑比率 BR	0.4
固定潤滑膜吸着エネルギー $E_b$	75 kJ/mol
モバイル潤滑膜エネルギー $E_m$	35 kJ/mol
飽和潤滑膜厚 $t_s$	1.5 nm
潤滑剤分子直径 $d$	1.2 nm
潤滑剤密度	1.8 mg/mm <sup>3</sup>
潤滑剤分子量	2000
温度 $T$	25 °C
計算領域 $L$	4mm
格子間距離 $\Delta L$	0.04 mm
平均回数	100 回
時間ステップ	720 s

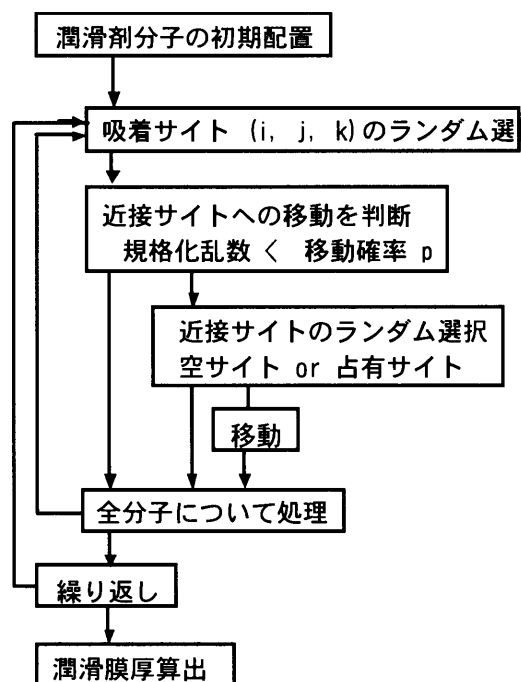


図 4-18. モンテカルロ計算の計算フローチャートの概要

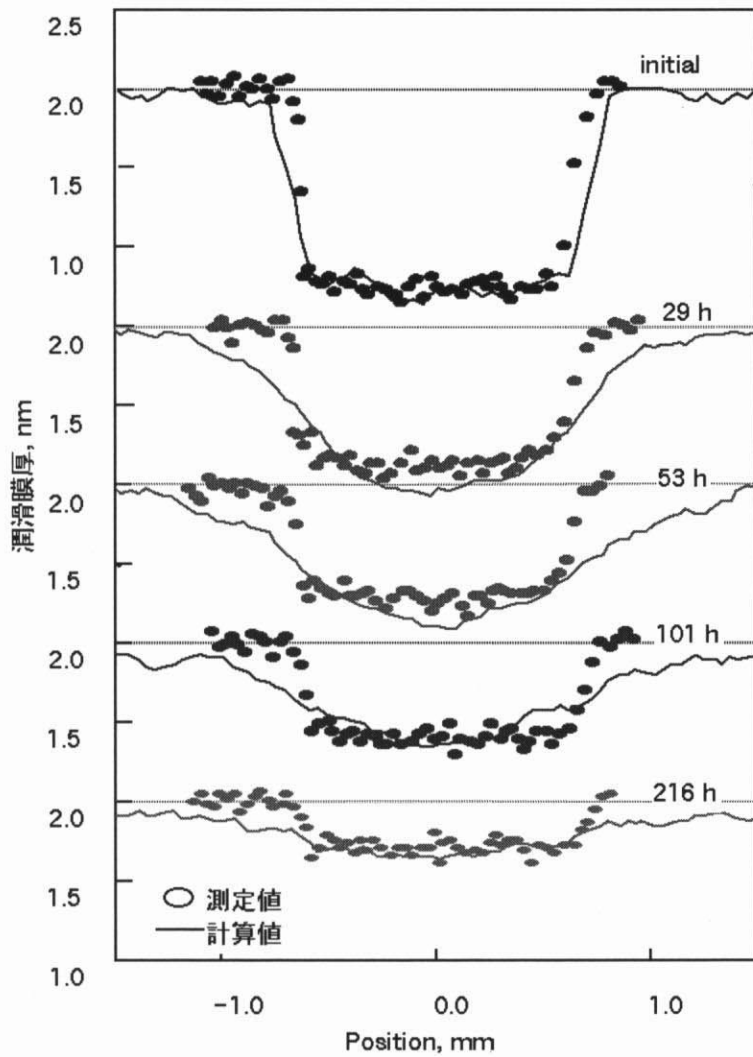


図 4-19. 表 4-2 に示したパラメータ値を用いて  
モンテカルロ計算した結果と実験結果との比較

### 4-3-3 修復モデルを用いた実験結果の解析

まず、4-2 節で述べた、テクスチャ突起径のサイズが大きくなると耐摩耗性が劣化するというドラッグ試験結果を、修復モデルで説明できるか否か、実験とモンテカルロ計算の両方から検討した。そこで、実験では、潤滑膜をマスクエッチングして直径 0.6mm と 1.4mm の潤滑膜厚減少部分を作り、エッチング部分の潤滑膜の修復をエリプソメータで測定し、修復時間が異なるかどうかを調べた。また、モンテカルロ計算でも、0.6mm、1.4mm の円形の領域の潤滑膜の修復過程を計算した。

エッチング部分中心の潤滑膜厚を測定した実験結果を点で、計算結果を線で図 4-20 に示す。実験結果と計算結果は、概ね一致しており、エッチング部分の直径が小さい方が、その部分の潤滑膜の修復時間が短いことがわかる。

次に、ドラッグ試験サンプルのテクスチャ突起径と等しい領域で潤滑膜が減少する場合を仮定して、潤滑膜の修復過程を計算した。モンテカルロ計算は、計算領域  $4 \times 4 \mu\text{m}$ 、格子点間隔  $\Delta L$   $0.04 \mu\text{m}$  として行い、潤滑剤減少領域の直径が 0.3、0.6、 $1.2 \mu\text{m}$  の場合を計算した。

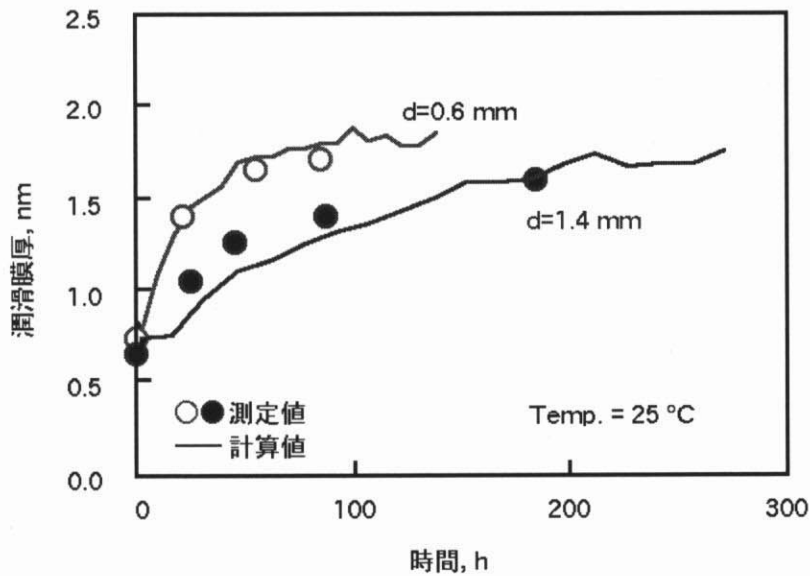


図 4-20. 潤滑膜減少エリアの直径が異なる場合の潤滑膜の修復

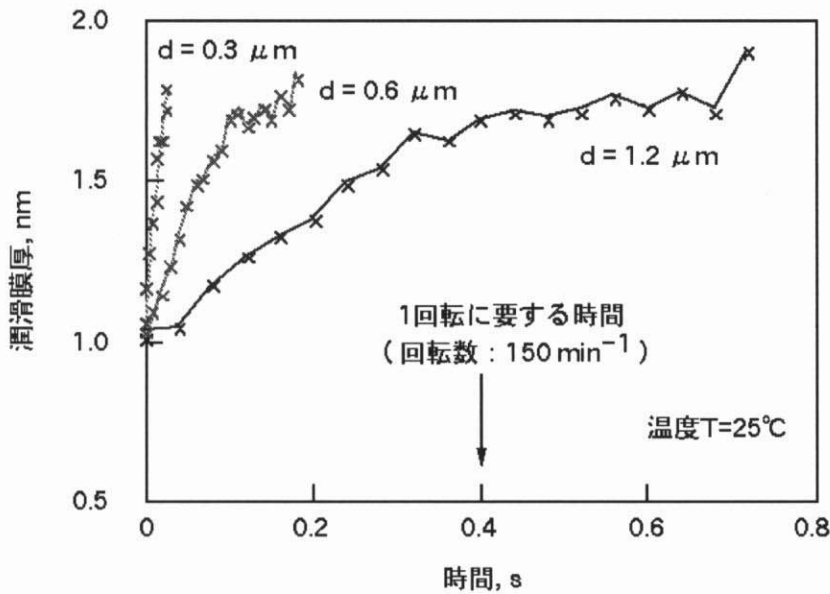


図 4-21. 潤滑減少エリアの直径が異なる場合の潤滑膜の修復  
(初期潤滑膜厚 : 2.0nm)

潤滑剤減少部分中心の潤滑膜厚の時間変化を図 4-21 に示す。潤滑剤減少領域のサイズが小さいほど潤滑膜は速く修復し、どの直径の場合も 1 秒以下の時間で潤滑膜は修復している。ドラッグ試験のディスク回転数は、 $150\text{min}^{-1}$  であるから、磁気ディスクが 1 回転するのに要する時間は 0.4 秒である。すなわち、突起頂部の潤滑膜は、ヘッドと摺動した後、磁気ディスクが 1 回転して次の摺動までの 0.4 秒間に修復する。図 4-21 から、潤滑膜厚が 1.0nm から 1.8nm まで修復にするのに要する時間は、テクスチャ突起径が 0.3、 $0.6\mu\text{m}$  の場合、それぞれ 0.03 秒、0.2 秒であり、突起径  $1.2\mu\text{m}$  の場合、0.9 秒以上要していることが判る。すなわち、突起径  $1.2\mu\text{m}$  のテクスチャを持つ磁気ディスクでは、1 周のディスク回転中に突起頂部の潤滑膜は修復せず、摺動回数の増加とともに潤滑膜厚は減少していくと考えられる。そのため、ドラッグ試験において潤滑性が乏しく、クラッシュが生じると考えられる。

潤滑膜の修復速度の温度依存性についても同様に、実験での修復過程の測定とモンテカルロ計算を行った。実験では、磁気ディスク表面の潤滑膜を直径 1.2mm の領域でマスクエッチングして、エッチング部分の潤滑膜の修復過程を測定した。計算結果と実験結果との比較を図 4-22 に示す。磁気ディスクの放置環境温度は、5、25、 $60^\circ\text{C}$  である。点で示した実験結果、実線で示した計算結果、両者とも温度の増加にともない、潤滑膜の修復速度は大きくなった。

$80\sim 100^\circ\text{C}$  以上の温度で磁気ディスクを熱処理した場合は、モバイル潤滑膜の蒸発や固定潤滑膜厚比率の変化というような別の現象を考慮して結果を考察する必要があるが、この実験では、最高でも  $60^\circ\text{C}$  の温度環境であるため、特にそれらを考慮する必要はない。したがって、温度の増加にと

もなって潤滑膜の修復速度が増加する原因は、潤滑剤分子の熱運動エネルギーが大きくなり、易動度が増加したためである。その結果、高温であるほど潤滑膜の修復速度が大きくなり、ドラッグ試験でのクラッシュまでの時間が増加すると考えられる。

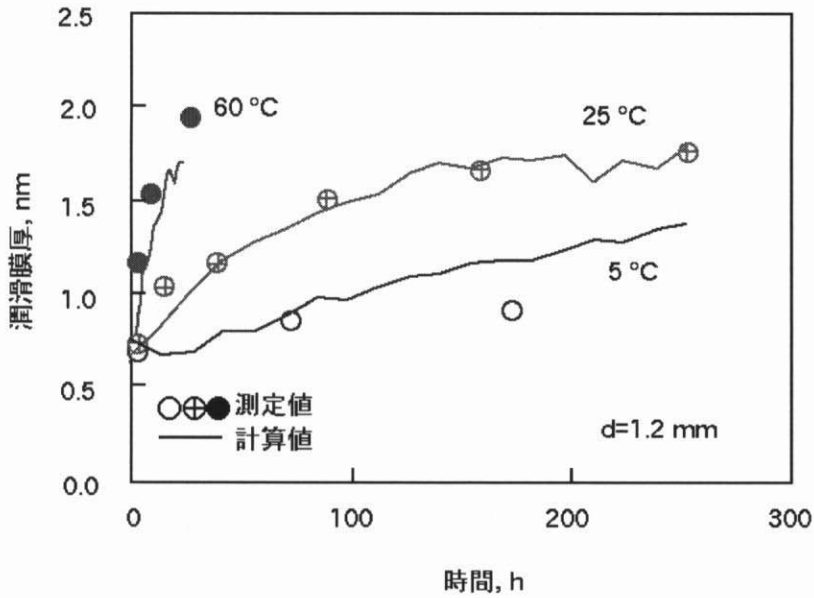


図 4-22. 環境温度が異なる場合の潤滑膜の修復  
(初期潤滑膜厚 : 2.0nm)

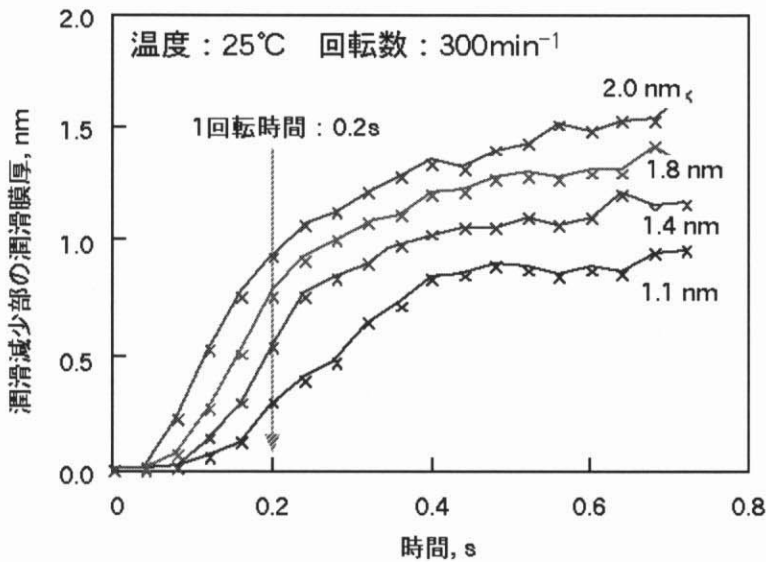


図 4-23. 潤滑膜厚が異なる場合の潤滑膜の修復

最後に、潤滑膜厚が異なる場合の修復過程をモンテカルロ計算した。計算領域  $4 \times 4 \mu\text{m}$ 、格子点間隔  $\Delta L 0.04 \mu\text{m}$  として、潤滑膜厚は、実験結果と対比させるため、図 4-11 に示した実験に用いた磁気ディスクと同じで、1.1、1.4、1.8、2.0nm である。潤滑剤減少部の潤滑膜厚は 0nm、直径は  $1.2 \mu\text{m}$  である。計算結果を図 4-23 に示す。潤滑膜厚が大きい方が、潤滑膜の修復は速い。潤滑膜厚が 1.1nm と 2.0nm の磁気ディスクで修復速度を比較すると、1 回転する時間内 (0.2s) で修復した潤滑膜厚は、0.25nm と 0.9nm であり 3 倍以上異なる。つまり、潤滑膜厚が大きいと修復速度が速くなり、潤滑性が向上すると考えられる。

#### 4-4 本章のまとめ

本章では、インターバル静止時間を組み込んだドラッグ試験を行い、潤滑膜の修復が潤滑性を向上させることを実験により示した。また、実験結果と修復モデルに基づくモンテカルロ法を用いた計算結果との比較から、修復モデルが妥当であることを検証した。

その結論として、以下のことが導かれた。

- (1) 潤滑膜の修復速度や修復時間の違いによって潤滑性は異なる。修復速度が大きい方が、潤滑性は大きい。この結果から、修復は潤滑性に影響する要因であることを検証した。
- (2) テクスチャ突起上の潤滑膜の修復時間はテクスチャの突起のサイズで異なり、突起径が小さいほど潤滑膜の修復が速いため、潤滑性は向上する。また、環境温度が高いほど、潤滑膜厚が厚くなるほど、潤滑性は向上する。
- (3) 潤滑膜をプラズマエッチングし、エッチング部への潤滑膜の修復過程をエリプソメータと AFM を用いて観察し、潤滑膜が修復することを確認した。
- (4) エッチング部の潤滑膜厚の経時変化を修復モデルに基づいたモンテカルロ法を用いた計算結果と対比して、実験結果と計算結果が一致していることにより修復モデルの妥当性を検証した。
- (5) (1) (2) 項の実験結果をテクスチャの突起サイズと潤滑膜厚をパラメータとして計算した修復速度の計算結果を基に解析し、修復モデルで実験結果を説明できることを示した。
- (6) 図 4-24 にまとめたように、修復モデルに基づいたモンテカルロ計算で潤滑膜の修復を予測できる。

検証項目	実験結果	モンテカルロ計算結果
修復面積依存性	<ul style="list-style-type: none"> <li>・エッチング面積が大きい →修復時間が長い</li> <li>・テクスチャ突起径が小さい →耐摩耗性が高い</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・実験結果と一致</li> <li>・テクスチャ突起径が小さい →修復時間が短い</li> </ul>
潤滑膜厚依存性	<ul style="list-style-type: none"> <li>・潤滑膜厚が大きい →潤滑性が高い</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・潤滑膜厚が大きい →修復速度が速い</li> </ul>
環境温度依存性	<ul style="list-style-type: none"> <li>・温度が高い →潤滑性が高い</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・温度が高い →修復時速度が速い</li> </ul>

修復モデルに基づくモンテカルロ計算で  
修復速度・修復時間の見積もりが可能

図4-24. 実験結果とモンテカルロ計算結果との比較