

## 論文の内容の要旨

論文題目 凍結レプリカ法による磁気ディスク用潤滑液の耐摩耗性の解明

氏名 坂根 康夫

近年、インターネットの普及と情報のマルチメディア化が進み、コンピュータの高速化と取り扱うデータの巨大化とが進んでいる。そのような中で現在まで、このコンピュータで取り扱う各種データの内部／外部主記憶装置として、ハード磁気ディスクドライブがその主役の座を占め、絶え間無い高速化／大容量化が図られてきている。この理由として、

- (1) 面記録密度が高く、小型化も容易である。
- (2) データ書き込みと読み出しが速い。
- (3) メインCPUからのアクセスが高速で、データ転送レートが高い。
- (4) ビットあたりの単価が他のメモリと比較して安い。
- (5) 不揮発メモリであり、データの保存が容易である。

等が挙げられる。中でも面記録密度の上昇は速く、最近では年率100～150%での増加している。このようなハード磁気ディスクドライブの優位性を常に確保し、さらなる高密度化を達成するため、磁気ヘッドと磁気ディスクのすきま（スペーシング）を小さくし続けることが重要になる。なぜなら、磁気スペーシングが小さいほどヘッドからの書き込み磁束は鋭くなり、より小さなエリアを1ビットとして記録できるからである。同時に、磁気ヘッドと磁気ディスクの狭スペーシング化は、両者の接触を原因とするお互いの摩耗の発生を引き起こし、両者の破壊に至る可能性を高くする。このため、通常、磁気ディス

ク表面はアモルファスのカーボン保護膜で覆われ、更にその表面にはフッ素系の潤滑液が塗布される。磁気ディスク装置の安定した長期間の信頼性を確保するためには、磁気ディスク表面のうねりの低減（面の平坦度の向上）や、薄い保護膜の強靱化とともに、潤滑液の付着形態とその作用機構を詳細に解析し、耐久性の高い潤滑液層の設計をすることが、必須である。ちなみに、2001年には面記録密度が約8 [GB/cm<sup>2</sup>]程度に達し、その場合のスペーシングは10 [nm]を下回る。

潤滑液の解析には、従来から赤外分光法、エリプソメトリ法、X線光電子分光法、二次イオン質量分析法、走査型トンネル顕微鏡観察などが試みられているが、いずれの手法もnmオーダーの空間分解能は有さず、潤滑液の付着状態を損なわずに形態観察することができなかった。

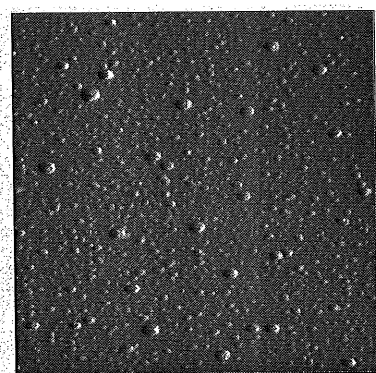
そこで本研究は、以下のような項目を目的として実施した。まず、潤滑液のサブ $\mu\text{m}$ オーダーの付着形態を観察するために、nmオーダーの空間分解能を持つ新しい観察手法を開発する。次に、この手法を用いて、磁気ディスク保護膜表面に存在する潤滑液が、初期状態としてどのように付着しているかを直接観察する。これにより、従来からの議論となっている、潤滑液のアイランド構造での付着の有無について明確な結論を出す。そしてさらに、この手法を用いて、磁気ヘッドと磁気ディスクとを接触摺動させた後の摺動エリアでの、潤滑液の付着状態観察を行い、接触する磁気ヘッドと磁気ディスクとの間で発生する摩耗に関して、潤滑液の耐摩耗性を明らかにする。この時、潤滑液の分子量の変化が付着形態と耐摩耗性とに対してどのように影響するかについても、直接観察を通して明らかにする。最後に、これらの知見を統合して潤滑液の付着状態のミクロなモデルを新しく提案し、次世代の磁気ディスクに求められる潤滑液の層構造の設計指針を得る。

本研究の結論を次にまとめる。

(1) 本研究では、磁気ディスク上のnmオーダーの極薄有機膜である潤滑液層の付着状態を観察するために、試料を凍結状態にしたままプラズマ重合カーボン膜で覆い、そのカーボン膜を潤滑液表面の凹凸の形状レプリカとして利用し、透過型電子顕微鏡もしくは原子間力顕微鏡で常温で観察する、「凍結レプリカTEM法/凍結レプリカAFM法」を新たに開発した。これにより、nmオーダーの空間分解能での潤滑液の付着形態の観察が可能となった。

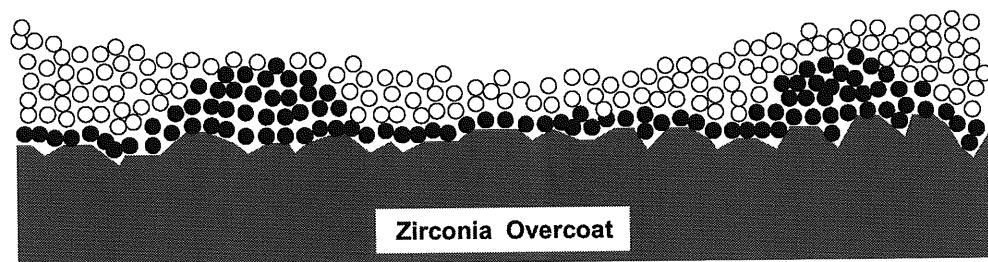
(2) 凍結レプリカTEM法を用いた観察の結果、潤滑液のボンド層の付着形態は、均一に全面を覆う付着層（均一分布層）と、その中に潤滑液が離散的に凝集したクラスタ群（凝

集クラスタ群) とからなる2元構造であることを明らかにし、従来信じられてきたような単純なアイランド状の付着状態ではないことが明らかになった。観察像と付着形態を模式的に示す。クラスタは表面に半球状に存在しており、高さとの直径のアスペクト比は約1 : 10であり、クラスタの高さは分子量が大きい方が高くなるが、数nmである。



< Differentiated Image >  
3 x 3 ミクロン (ボンド層のみ)

### 潤滑液表面の凍結レプリカTEM像



○ Mobile Lubricant Molecule  
● Bonded Lubricant Molecule

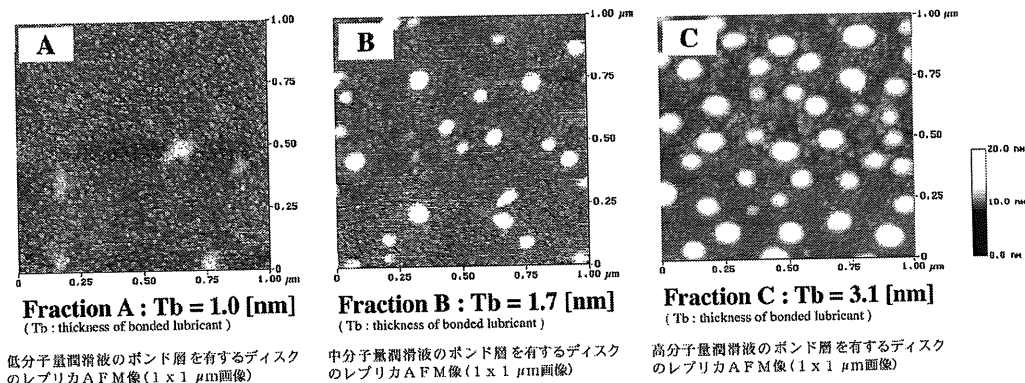
### 磁気ディスク表面の潤滑液の付着形態を示す模式図

(3) 凍結レプリカAFM法でCSS後の磁気ディスク表面を観察すると、摩耗で発生した新生面にも潤滑液が観察された。これから、磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触することで潤滑液層は摩耗するが、同時に摩耗した潤滑液が新生面へ供給されることを確認した。この潤滑液の摩耗と再付着との繰り返しがバランス良く発生しているために、固体表面の摩耗の進行が防止されることが磁気ディスクにおける潤滑の基本メカニズムである。

(4) 凍結レプリカAFM法による観察とCSS・連続摺動試験とでわかったことだが、局所的に偏ることなく2元構造で表面に分布して、より高い被覆率で表面を覆う潤滑液ボ

ンド層は、より高い耐摩耗性を示す。そのためには、ボンド層の均一分布層を保護膜カーボン上に、これ以上厚く化学吸着しなくなるまでディップさせる、飽和吸着処理が重要である。また、ボンド層の上に少量のモバイル層をプラスすると、耐摩耗性は更に大きく改善する。

(5) 超臨界流体抽出法と凍結レプリカAFM法での観察とでわかったことだが、潤滑液を飽和吸着させた場合、その分子量が大きくなるに従って、ボンド層の2層構造における均一分布層の厚みが増加する。また、凝集クラスタ群の形状は分子量で決まり、分子量が大きいほど、クラスタの高さと直径は大きくなり、付着量が増えるとその数が増加する。そしてそのクラスタの高さは分子量に寄らず常に、その分子のジャイレーション半径の約3倍であった。



(6) 超臨界流体抽出法とCSS・連続摺動試験とでわかったことだが、分子量が大きいボンド層が付着した表面ほど、耐摩耗性も向上する。これは、分子量が大きいほど潤滑液分子のポリエーテル主鎖が長くなるために、分子内のモビリティが大きくなり、自己潤滑性が高くなるためと考えられる。

最後にまとめると、磁気ディスクの潤滑液の耐摩耗性を向上するには、表面に存在する潤滑液の量だけが問題ではなく、潤滑液が高い被覆率で均一に分布していることが高い耐摩耗性を実現する。そのためには、潤滑液の付着状態をnmオーダーで観察して潤滑液の種類やその分子量や付着量を磁気ディスクドライブの方式に合わせて適切に設計することが重要である。また、本研究で得られた知見である、「表面を分子レベルでできる限り覆うように潤滑液のボンド層を形成した上に、潤滑性と修復性に優れる薄い潤滑液のモバイル層を形成するという2層構造による潤滑」という考えは、磁気ディスクに限らず一般的に応用できる薄膜潤滑液の基本デザインである。