

磁気記録媒体の潤滑剤塗布技術

伊藤 芳昭(いとう よしあき)

二村 和男(にむら かずお)

鄭 用一(てい よういち)

① まえがき

固定磁気ディスク装置（HDD）では現在、コンタクトスタートストップ（CSS）方式が一般に用いられている。この方法はディスクが停止しているとき、ヘッドはディスク面に接触していて、ディスクの回転に伴いヘッドは浮上する。そのため起動・停止時にはヘッドはディスク上をしゅう動することになり、必然的に摩擦・摩耗の問題が生じる。最近、ヘッドは硬質の薄膜ヘッドに移行しつつあり、硬質ヘッドに対して実用上十分な耐摩耗性を有することが要求される。

一方、記録密度の向上のためヘッドの浮上量は年々低下し、現在は $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下となっている。浮上量を下げるためにはディスク表面は平滑にしなければならないが、平滑な表面同士では回転停止時、ヘッドとディスク間での吸着の問題が生ずる。ドライブの小形化に伴い、モータは小形化しトルクが小さくなるため、吸着の問題は一層クローズアップされ、より低摩擦が要求される。そのため、ディスクにはテクスチャと呼ばれる形状をコントロールした微小な凹凸を施したり、保護膜や潤滑膜を設けている。

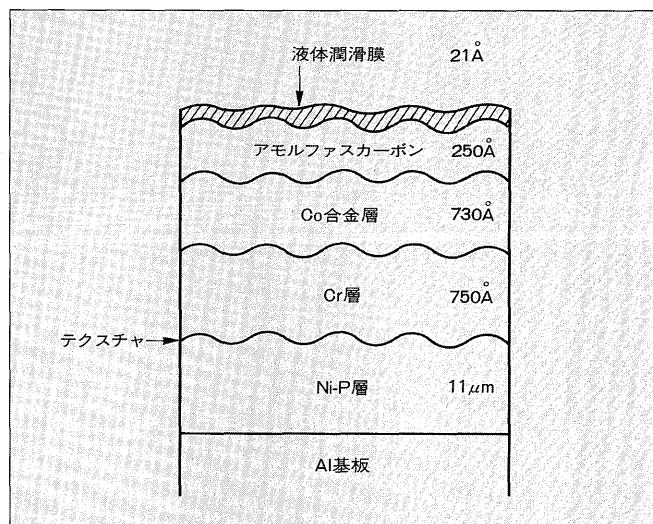
メモリにおいて信頼性は最も重要な課題であり、中でもこの分野はヘッドディスクインタフェース（HDI）のトライボロジーと呼ばれ、学会などでも盛んに議論されているがまだ未知の部分が多い。ここでは HDI トライボロジーの課題を解決する技術の一つである潤滑剤塗布技術について、これまで富士電機が取り組んできた概要を紹介する。

② スパッタ媒体の潤滑膜

図1に磁気記録媒体の基本層構成を示す。潤滑膜は液体の潤滑剤を溶媒で希釈しディッピング法やスピンドル法などでサブ nm 単位で厳密に膜厚制御し形成される。

図2に潤滑剤の有無について、しゅう動試験を行った一例を示す。(a)は潤滑剤を塗布していないディスク、(b)はパーフルオロポリエーテル系潤滑剤を塗布したディスクである。(a)のディスクは短時間で摩擦係数が上昇している。

図1 磁気記録媒体の基本層構成



それに対し潤滑剤を塗布した(b)のディスクは60分しゅう動後も低い摩擦係数を示している。このような状況は硬質の薄膜ヘッドで浮上量が低い場合に顕著であり、低浮上化に対し潤滑剤は不可欠となっている。

潤滑剤に求められる特性は次のようなものである。

- (1) 低摩擦係数を示すこと
- (2) 化学的に安定であること（耐熱性、耐酸化性など）
- (3) 保護膜と適度な密着性を有すること（耐マイグレーション、配向性）
- (4) 適当な溶媒が存在すること（安全、入手容易、低コスト）
- (5) 濡度の影響を受けにくいくこと

これらの要求特性に対してわれわれが検討してきた材料探索の結果、および化学的安定性の向上（高品質化）、溶媒のフロン対策について以下具体的に述べる。

③ 液体潤滑剤

3.1 液体潤滑剤の現状

薄膜磁気ディスクには、一般にパーフルオロポリエーテ



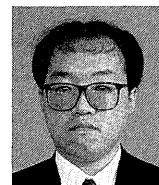
伊藤 芳昭

昭和56年入社。感光体、ディスク媒体の研究・開発に従事。現在、松本機器製作所ディスク媒体部課長補佐。



二村 和男

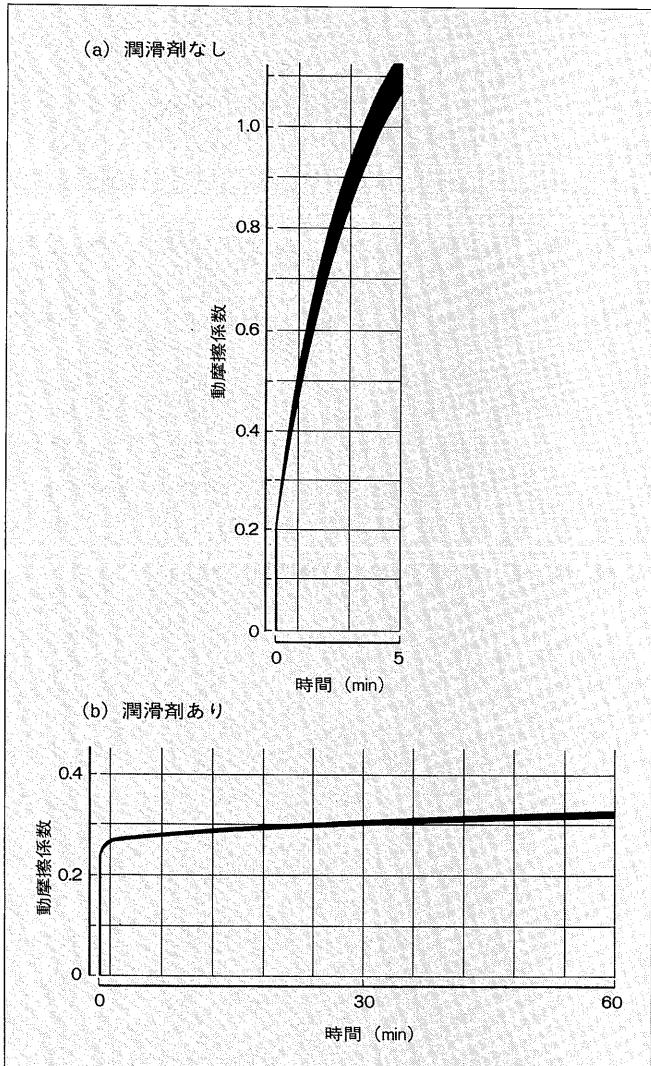
平成元年入社。ディスク媒体の設計・開発に従事。現在、松本機器製作所ディスク媒体部。



鄭 用一

昭和62年入社。磁気記録媒体・IC半導体の材料開発、プロセス開発に従事。現在、松本工場製造支援部。

図2 ディスクのしゅう動摩擦特性



ル (PFPE) 系の液体潤滑剤が用いられている。代表的な潤滑剤の種類と特性を表1に示す。潤滑剤の分子構造は表1に示した (A), (B), (C) のような主鎖構造を持ち、その末端に $-COOH$, $-CH_2OH$ やベンゼン環を含む極性基を結合させたものであり、さまざまな組合せの PFPE が合成されている。当然のことながら潤滑特性はこの潤滑剤自身の分子構造、分子量、末端構造に強く影響を受ける。分子構造、分子量は摩擦係数、ヘッド吸着と関係し、末端構造は下地保護膜との密着性に影響し、マイグレーションや潤滑剤寿命などの品質安定性に影響を与える。そこで最適な潤滑剤材料を選択する必要がある。

スパッタカーボン保護膜を有するディスクにこれらの潤

滑剤を塗布した場合の潤滑特性を図3に示す。A-1, B が低い摩擦係数を示している。一方、C は摩擦係数が高い。これまでのさまざまな構造の潤滑剤を検討してきた結果、C のような側鎖構造のものに比べ、A や B のような直鎖構造の方が低い摩擦係数を示すことが分かった。これは直鎖構造の方が構造柔軟性が高いためと考えられる。

いずれの潤滑剤も膜厚の厚い方がより動摩擦係数は低くなり耐摩耗性は向上するが、膜厚が表面粗さの数分の1程度の厚さを超えると急激に静摩擦係数が上昇し吸着の危険性が増してくる。逆に膜厚が薄いと潤滑効果を示さない。したがって、低摩擦と耐吸着性を同時に満足する適性膜厚範囲が存在することが分かる。最近は低浮上化に伴い表面

図3 潤滑剤の種類と潤滑特性

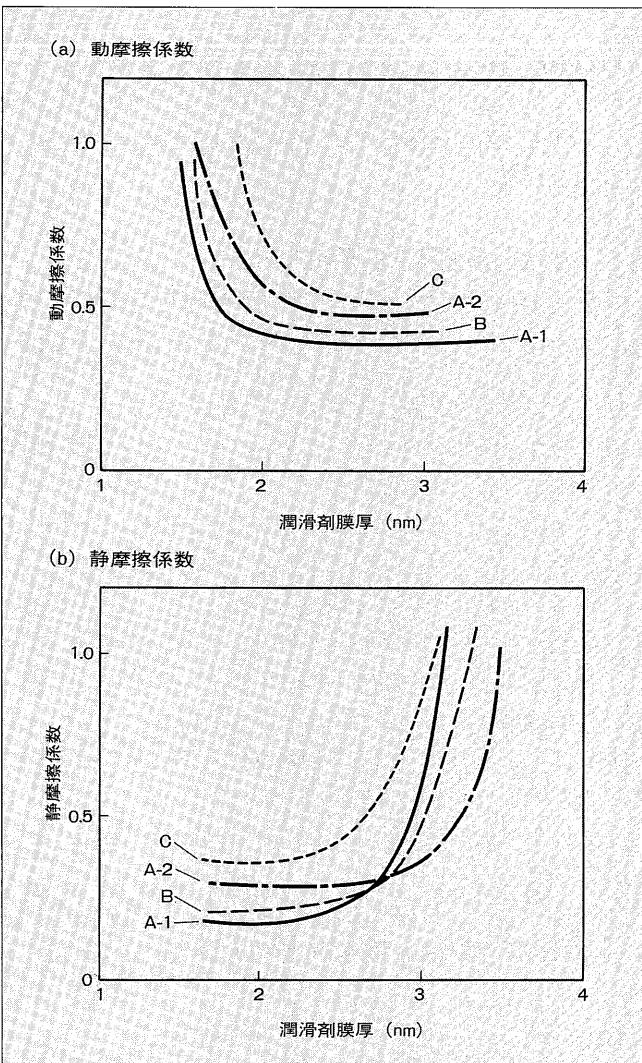
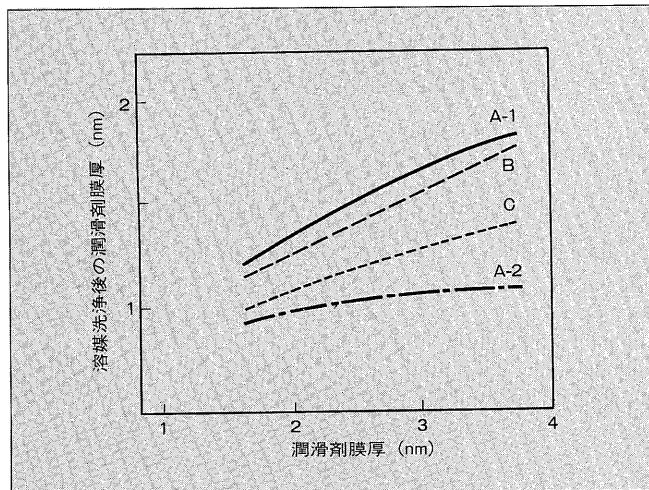


表1 代表的な潤滑剤と基本特性

No.	主鎖構造	末端極性基	平均分子量	粘度 (cSt)	蒸気圧 (Torr)
A-1	(A) : $-(CF_2CF_2O)_m - (CF_2O)_n -$	ベンゼン系	2,300	80	2×10^{-6}
A-2		なし	4,000	30	2×10^{-5}
B	(B) : $-(CF_2CF_2CF_2O)_m -$	ベンゼン系	2,000	60	—
C	(C) : $-(CFCF_2O)_m - CF_3$	なし	2,450	85	4×10^{-5}

図4 潤滑剤の付着量



粗さも小さくなっていることから、適性膜厚範囲が狭くなる傾向にあり、より厳密な膜厚制御が要求される。潤滑剤としては適性膜厚範囲が広い方が工程上のマージンが大きく有利である。

3.2 カーボン保護膜との密着性

下地力一ボン保護膜に対する密着性を評価した結果を図4に示す。これは潤滑剤を塗布したディスクをフロンに浸漬し、ディスクに残留する潤滑剤膜厚で密着性を評価したものである。末端に極性基を持たないA-2はカーボン膜との密着性が低く、ベンゼン環を含む極性基を持つ潤滑剤は高い密着性を示すことが分かる。下地との密着性のよい潤滑剤は適性膜厚範囲が広く、ディスクの回転に伴う潤滑剤の移動（スピンドルミグレーション）に対しても安定であり、潤滑剤として優れた特性を示す。

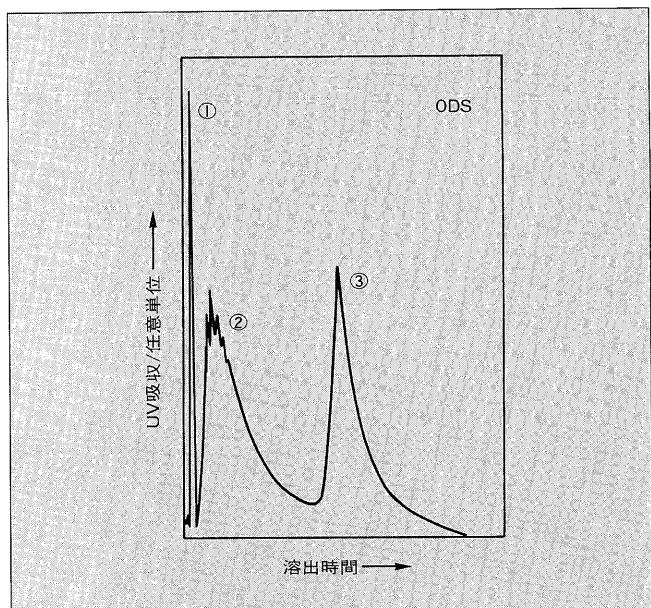
スパッタカーボン保護膜に対しては上の検討結果と同様に、A-1のような主鎖の末端にベンゼン環を含む極性基を持つ潤滑剤が広く一般的に用いられているようである。これまでカーボンとの密着性の観点から各種の主鎖と末端極性基の組合せについて検討を行ってきた結果、A-1以外にも同等以上の潤滑特性が得られる潤滑剤を見だしている。

4 液体潤滑剤精製技術（高品質潤滑剤）

現在、スパッタカーボン保護膜に対しては低摩擦であること、優れた密着性を示すことから、一般にA-1の構造の潤滑剤が用いられている。しかし、A-1市販品はその合成ロットにより、180°Cの加熱試験で析出物が生じ化学的安定性の低いものや、100°C程度の比較的低温で蒸発減量が大きいもの、比較的薄い膜厚から静摩擦係数が上昇し始め、耐吸着性に問題のあるものなどがあり、品質が安定しないという問題があった。また、フロン以外の溶媒に溶解せず、フロン対策が急務となっている状況下で問題となっていた。

そこで、合成ロットによる品質のばらつきの原因を明ら

図5 潤滑剤の分析結果



かにするため、析出物の分析や100°C程度で蒸発する成分の分析などを行った。その結果の一例を図5に示す。図5はODS (Octa Decyl Silicate) 液体クロマトグラフィにより、A-1を各成分に分離した結果を示すものである。ODSカラムはシリカゲルにオクタデシル基 ($-C_{18}H_{37}$) を化学的に吸着させたものであり、物質の極性の違いにより成分を分離する手法である。図5のクロマトグラムには三つのピークが現れており、各ピーク成分を分離し詳細な分析を行った結果、ピーク①は分解した末端基成分および未反応成分、ピーク②は主鎖の短い分子量1,000~1,500程度の低分子成分、ピーク③が分子量3,000程度の本来の潤滑剤成分と同定された。ピーク①成分は加熱試験での析出の原因となっている成分である。ピーク①成分の多いものは、保存中にも析出物が生じやすく、ピーク①成分が化学的安定性が低い原因となっていることが判明した。

図6は、ピーク②およびピーク③成分を塗布したディスクの潤滑剤膜厚に対する動摩擦係数と吸着の強さを示す静摩擦係数を測定した結果である。ピーク②成分は動摩擦係数も高く、また静摩擦係数も比較的薄い膜厚から上昇し始め、耐吸着性も良くないことが分かる。水の接触角の測定結果を図7に示すが、ピーク②成分に対してかなり低い接触角を示している。これは、ピーク②成分は水分が吸着しやすいことを示すものである。図8は下地力一ボンに対する密着性を先に述べた方法と同じ方法で評価した結果であるが、ピーク②成分は密着性が劣ることが分かる。各成分のカーボンに対する付着モデルとしては、図9のようなものが考えられる。ピーク②成分を塗布した場合では、末端の極性基が表面側に出ているため、それが水分の吸着点として作用し耐吸着性が劣る原因となっていると考えられる。このようにヘッドの吸着には潤滑剤に吸着する水分が関与し、水分の吸着は末端極性基が下地と密着しているか表面側に出ているかといった潤滑剤の配向性の影響を受けている。

図6 潤滑剤成分の摩擦特性

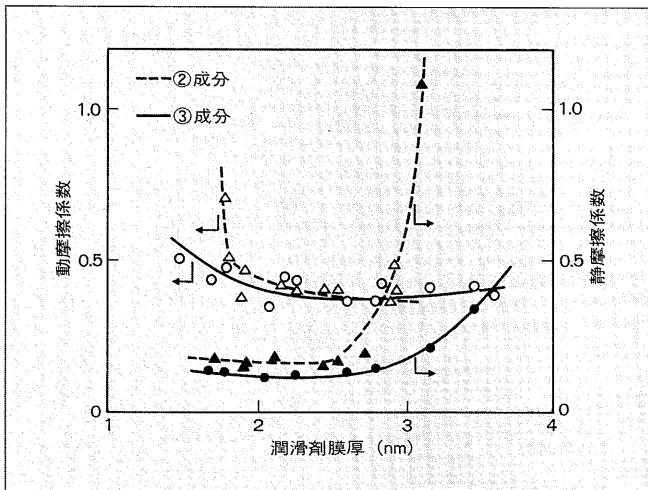


図7 潤滑剤成分と水の接触角

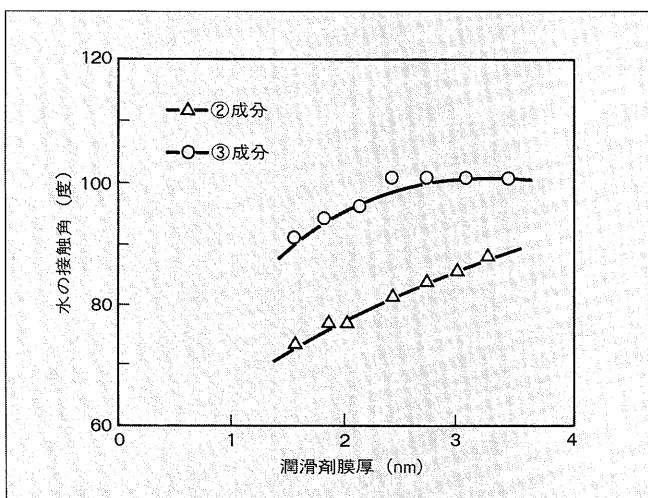
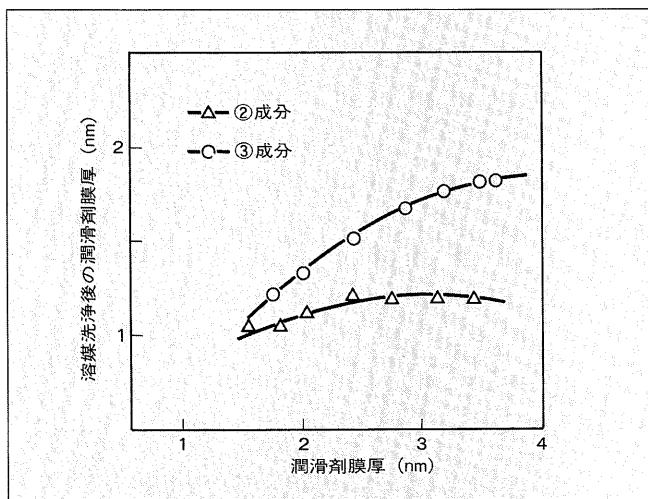


図8 潤滑剤成分と付着量



そこで化学的安定性や耐吸着性を改善し品質の安定化を図るために、ピーク①およびピーク②成分を除去してやればいいことになる。富士電機では、大量処理が可能な方法として分子量の違いにより各成分に分離し、高分子成分ほど早く溶出するGPC(Gel Permeation Chromatography)液体クロマトグラフィによる精製法を確立した。その結果

図9 潤滑剤付着モデル

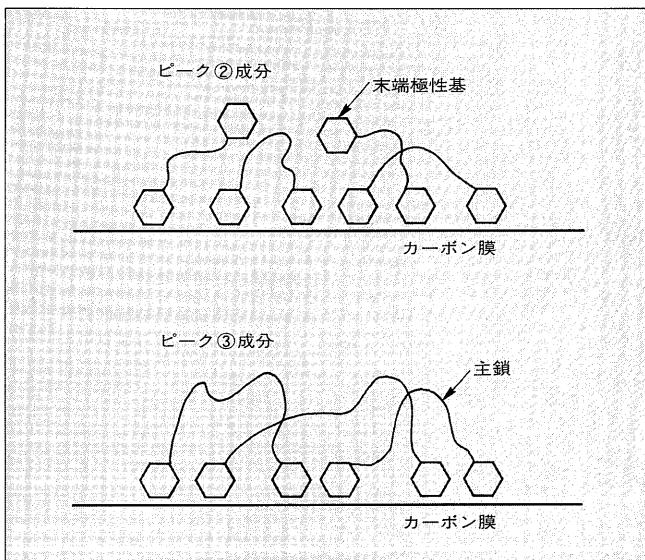
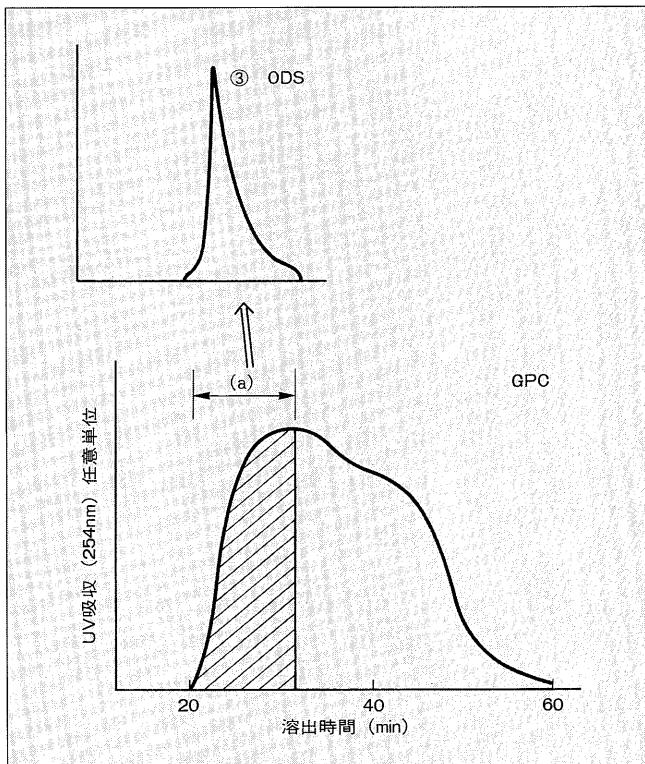


図10 GPCによる精製と精製潤滑剤のODSによる評価



を図10に示す。GPC法で分離した(a)成分は、ほぼ完全にピーク①およびピーク②成分が除去されていることが分かる。

5 フロン対策

薄膜ディスクに広く使われている潤滑剤A-1は、現在溶媒としてCFC113を用い、希釈して塗布を行っている。しかし、周知のようにCFC113はモントリオール協定により全廃が決まり、その時期も前倒しされる情勢にあり、富士電機としても一部では平成5年度内に全廃に向け各工程で脱フロン化が検討されている。

表2 代替フロン溶媒

溶媒		化学構造	オゾン 破壊係数	沸点(°C)	密度 at25°C (g/cm³)	潤滑剤溶解性	
系	名称					市販品	精製品
HCFC	HCFC-1	a <chem>CF3CF2CHCl2</chem>	0.01~0.04	51.1	1.552	○	○
		b <chem>CClF2CF2CHCl</chem>		56.1	1.558		
	HCFC-2	<chem>CF3CHCl2</chem>	0.02	27.6	1.464	○	○
	HCFC-3	<chem>CCl2FCH3</chem>	0.09	32.11	1.228	×	×
HFC	HFC-1	<chem>CF3CF2CH2OH</chem>	0	80.7	1.51	△	△
FC	FC-1	<chem>C6F14</chem>	0	56	1.68	×	○
	FC-2	<chem>C8F18</chem>	0	97	1.78	×	○
	FC-3	<chem>N(C4F9)3</chem>	0	155	1.87	×	○
	FC-4	<chem>N(C5F11)3</chem>	0	174	1.88	×	○
	FC-5	<chem>CF3OC2F5</chem> など	0	70	1.68	×	○
	FC-6	<chem>C4F10</chem>  <chem>C8F10O</chem>	0	100	1.72	×	○
	FC-7	PFPE	0	200	1.79	×	○
CFC	CFC113	<chem>CClF2CCl2F</chem>	0.8	47.6	1.561	○	○

市販されている代替フロン溶媒を表2に示す。市販の潤滑剤A-1はこれらの溶媒のほとんどに溶解しないが、前章で述べた精製処理を行って、ピーク①およびピーク②成分を除去した潤滑剤について各種の代替フロン溶媒に対する溶解性を検討したところ、表2に示すように、ほとんどの溶媒に問題なく溶解することが分かった。入手の容易なFC-1, FC-2, FC-5, FC-6を用いディスクに塗布し、評価を行い、CFC113を用いた場合と同等の潤滑特性を示すことを確認した。従来の工程や装置を変更することなくこれら溶媒に置き換えることが可能であり、現在顧客の認定を取りながら全面的な切換を進めている。

6 あとがき

HDIのトライボロジーは直接信頼性にかかわる重要なテーマである。磁気記録において高記録密度化を進めてゆくうえでヘッドディスクスペーシングがさらに微小になつ

てゆくことは必然であり、HDIのトライボロジーの問題は困難さを増すことはあっても、なくなることは決してない。

CSS過程での潤滑剤の挙動はどうなっているか、保護膜の表面官能基が潤滑剤との密着にどうかかわっているかなど興味深いテーマである。STM(Scanning Tunneling Microscope)やAFM(Atomic Force Microscope)など原子レベルの事象をビジュアルにとらえることができる道具もそろってきた。今後はそれらを駆使し系統だった現象解析を行い、技術の向上に努める所存である。

参考文献

- Miyamoto, T. et al. : J Magn. Soc. Jpn., Vol.13, p.207 (1989)
- Kaneko, R. et al. : STLE SP-29, p.31 (1990)
- 伊藤芳昭ほか：電子情報通信学会技術研究報告, MR91-62, p.47 (1991)



*本誌に記載されている会社名および製品名は、それぞれの会社が所有する商標または登録商標である場合があります。