

# 高信頼性薄膜磁気ディスクの開発

黒 澤 聡  
大 貫 由紀夫  
近 藤 昭 夫

## Development of Highly Reliable Thin-Film Magnetic Disks

Satoshi KUROSAWA  
Yukio OHNUKI  
Akio KONDO

Lubricant (Fomblin AM2001) for thin-film magnetic disks was purified by removing relatively low molecular weight component by means of the solvent extraction method. By using this purified lubricant, deviation of lubricant thickness by heating, dissolution into alternative fluorocarbon solvents, and friction characteristics were investigated.

Loss of lubricant on the disks was not observed at 60°C by FT-IR. The purified lubricant dissolved thoroughly into alternative fluorocarbon solvents. Low friction coefficients were observed in continuous wear tests, stiction tests and C. S. S. cycle tests.

### 1. 緒 言

近年、磁気記録方式は、他の記録方式にない長所

- 1) 大容量の情報蓄積が可能
- 2) 情報の不揮発性
- 3) 情報の消去書換えが自由
- 4) 単位情報当りのコストが安価

等を有するため飛躍的な発展を遂げてきた。中でもハードディスクは、記録容量の大きさ、処理速度の速さから、一般社会へ急速に浸透してきており、これに伴い、高い動作安定性、長期間の連続運転など高い信頼性が要求されてきている。現在ハードディスクの起動/停止方式にコンタクト/スタート/ストップ (CSS) 方式が採用されており、そのためディスク表面と磁気ヘッドは、CSS時において互いに接触し摩擦を起こしている。そのためディスク表面には、潤滑特性を向上し耐久性を確保するという観点からパーフルオロカーボン系の液体ルブリカントが塗布されている。しかしながら、この液体ルブリ

カントは高温条件下においてその膜厚が減少し耐久性に影響を与えるという問題が以前から指摘され問題となっていた。

又、これらのルブリカント層形成方法には DiP 法が一般に採用されておりその溶剤としては、ほとんどフレオン113が用いられている。しかしながら、フレオン規制によりフレオン113はまもなく使用できなくなる。このためフレオン代替溶剤の開発が急務である。しかしながら現在一般に使用されている磁気ディスク用ルブリカント (Fomblin AM2001) はこれら代替溶剤に充分溶解しないことが以前からわかっていた。

これらの問題は、ルブリカントの揮発成分や不純物等に起因すると考えルブリカントの精製を行なった。

本研究では、精製ルブリカントにおける加熱による膜厚の変化、フレオン代替溶剤への溶解性及び潤滑特性等について報告する。

## 2. ルブリカント

### 〔1〕 AM2001 の構造

Fig. 1 に Fomblin AM2001 の構造式を示す。これは主鎖と末端官能基からなるパーフルオロポリエーテル化合物である。主鎖は潤滑特性を目的に、末端官能基はハードディスク表面に使用されているカーボン保護膜に対するアンカー効果を目的としてこのような構造が選ばれている。

### 〔2〕 AM2001 の精製方法

ルブリカントの精製には有機溶剤を用いた。有機溶剤をその良溶剤に溶解し均一溶液とした後、これに貧溶剤を加えて攪はんすると相分離する。ルブリカント相を分取し、溶剤を除去することによりルブリカントを精製した。

### 〔3〕 AM2001 の分子量測定

Fig. 2-(a) に未精製ルブリカントの GPC チャートを示す。低分子量側に、ルブリカントの合成の際の未反応物あるいは副生成物と考えられるピークが認められる。

Fig. 2-(b) に精製ルブリカントの GPC チャートを示

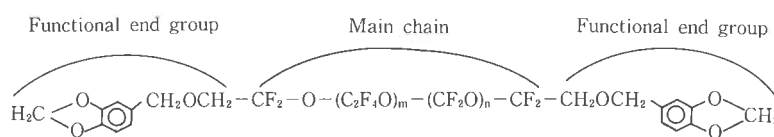


Fig. 1 Structure of Fomblin AM2001.

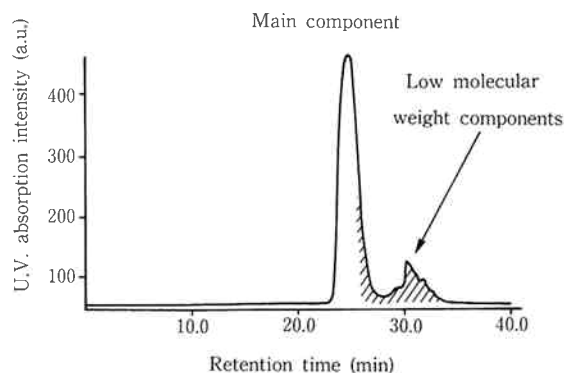


Fig. 2-(a) GPC chart of non purified Fomblin AM2001.

す。精製前後の数平均分子量、重量平均分子量、分子量分布を Table 1 に示す。精製により、重量平均分子量は2900から4200に増加し、また分子量分布は1.61及び1.13であった。Fig. 2-(a) 及び (b) を比較すると、精製により Fig. 2-(a) に示した斜線部分の低分子量成分が除去されたことがわかる。

## 3. 実 験

### 〔1〕 精製ルブリカントの膜厚変化

今回精製ルブリカントを使用しその膜厚変化を未精製ルブリカントと比較する。今回使用したサンプルディスクを Table 2 に示す。膜厚変化の原因としては、低分子量成分の加熱による揮発や、ディスク回転による潤滑剤の飛散が考えられるため試験には、市販のハードディスクドライブを使用し、加熱温度については通常使用される条件の範囲で設定した。ルブリカント膜厚は20~30 Å に調整し、加熱温度は60°C、試験時間は240時間とした。ルブリカント膜厚は、FT-IR 法によって各時間に膜厚を測定しその膜厚減少率を比較した。

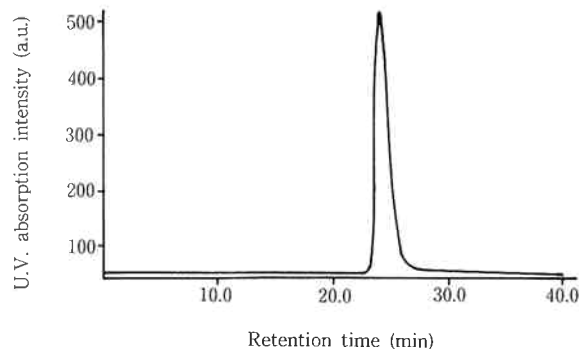


Fig. 2-(b) GPC chart of purified Fomblin AM2001.

Table 1 Average molecular weight and molecular weight distribution of the lubricant, AM2001.

| AM2001       | Number-average molecular weight (Mn) | Weight-average molecular weight (Mw) | Molecular weight distribution (Mw/Mn) |
|--------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------|
| Purified     | 3700                                 | 4200                                 | 1.13                                  |
| Non purified | 1800                                 | 2900                                 | 1.61                                  |

Table 2 Sample disks in this study

|                          |                                   |
|--------------------------|-----------------------------------|
| Substrate                | Ni-P/Al Textured<br>3.5 inch size |
| Sputtered film structure | C/CoNiCr/Cr                       |
| Surface roughness (Ra)   | 60~70 A                           |

## (2) 精製ルブリカントの潤滑特性

今回精製したルブリカントの潤滑特性を未精製のものと比較した。評価項目は連続摺動摩擦試験、吸着試験、及び CSS 試験である。

試験に使用した磁気ディスクは、Table 2 に記すディスクを使用し、磁気ヘッドにはヘッド荷重 9.0 g の Mn, Zn-フェライト製モノリシックヘッドを使用した。

### (1) 連続摺動摩擦試験

連続摺動摩擦試験ではヘッドとディスクを接触状態に保ったままディスクを回転させ、ヘッド-ディスク間の摩擦係数を測定し、ディスクの耐久性を評価する。常温、相対湿度50%の環境において、ディスクと磁気ヘッドを半径 21 mm の位置で回転数 100 rpm にて連続摺動させ、歪ゲージにより1時間後の摩擦係数を測定した。ルブリカント膜厚は 13 A~30 A まで変化させ、摺動摩擦特性のルブリカント膜厚に対する依存性を調べた。

### (2) 吸着試験

ハードディスク装置は、CSS 方式を採用しているため停止時はヘッドとディスクは接触しておりこの時ヘッドとディスクの間で吸着が発生すると装置の起動ができなくなる場合がある。吸着試験では、静止したディスクにヘッドを接触させた状態で、比較的吸着が発生しやすい高湿な環境に放置し、ヘッド-ディスク間の吸着特性のルブリカント膜厚に対する依存性を評価した。

試験条件は、常温、相対湿度80%の環境において、ディスクと磁気ヘッドを半径 21 mm の位置に設定し24時間放置後の摩擦係数を歪ゲージにより測定した。ルブリカント膜厚は 20 A~35 A まで変化させ、摩擦特性のルブリカント膜厚に対する依存性を調べた。

### (3) CSS 特性

試験条件は市販のドライブを使用し、常温、相対湿度80%の環境において、磁気ヘッドを測定半径 26.5 mm に設定した。回転数 3560 rpm にて CSS 回数 0 回、10000回後の摩擦係数をトルクメーターにより測定した。ルブリカント膜厚は最適条件に設定した。

## (3) フレオン代替溶剤への溶解性

本研究で検討した溶剤を、Table 3 に示す。これらの溶剤は、毒性、引火性共に問題無いレベル

Table 3 Alternative fluorocarbon solvents.

| Solvent             | Structure                                     | b. p. (°C) | Ozone depletion potential |
|---------------------|---|------------|---------------------------|
| Fluorinert<br>FC-72 | Perfluoro-<br>paraffin                        | 56         | 0                         |
| FC-84               |   | 80         | 0                         |
| FC-77               |   | 97         | 0                         |
| Fomblin<br>ZS-70    | Perfluoro-<br>poly ether                      | 68         | 0                         |
| Freon 113           | C <sub>2</sub> F <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub> | 48         | 0.8                       |

であった。溶解性、面内膜厚分布および潤滑特性を評価した。

### (1) 溶解性

精製ルブリカントを各溶剤に対し 0.1~10 vol% の濃度範囲でその溶解性を検討し未精製ルブリカントと比較した。

### (2) 面内膜厚分布

精製ルブリカントを代替溶剤に溶解し、Dip 法によって塗布した後の面内膜厚分布を、FT-IR 法によって評価した。測定半径は 30 mm とし、45度の間隔で面内の膜厚を測定した。

### (3) 潤滑特性

各代替溶剤を用いて精製ルブリカントを塗布したディスクについて、連続摺動摩擦試験、吸着試験および CSS 試験を行なった。

## 4. 結果及び考察

### (1) 精製ルブリカントの膜厚変化

結果を Fig. 3 に示す。未精製ルブリカントを用いた場合にはルブリカントの膜厚は加熱時間の経過に従い急速に減少し、その後飽和する傾向が観察された。この減少率は約20%であったが、これに対して精製ルブリカントでは、1%以内とほとんど変化は認められなかった。

精製による低分子量成分の除去によって、加熱による膜厚変化は改善したと考えられる。

通常ルブリカント塗布後には、膜厚変化を抑えるために加熱工程を必要とするが、精製ルブリカントの場合には、この工程が不要であり、工程の簡略化が可能である。

今回の試験では、潤滑剤の飛散による膜厚の減少はほとんど認められなかった。

### (2) 精製ルブリカントの潤滑特性

#### (1) 連続摺動摩擦試験

Fig. 4 に摩擦係数のルブリカント膜厚依存性を示す。

未精製ルブリカントでは膜厚が減少するにしたいが、摩擦係数は上昇する傾向を示した。しかしながら精製ルブリカントでは膜厚の変化に対してほとんど変化をしなかった。20 Å以上の領域では摩擦係数は $\mu=0.4$ 以下で特に差は認められないが、それ以下の領域では精製ルブリカントは未精製ルブリカントに比べ摩擦係数は低い値を示した。この結果は精製ルブリカントの最適膜厚範囲が未精製ルブリカントに比べ広いことを示している。この摩擦係数の相違は、次のように考えられる。すなわち、今回の試験条件における摩擦は、ディスクの表面粗さおよびルブリカント膜厚から考慮すると境界潤滑領域における挙動と考えられ、摩擦係数( $\mu$ )はFig. 5に示すよ

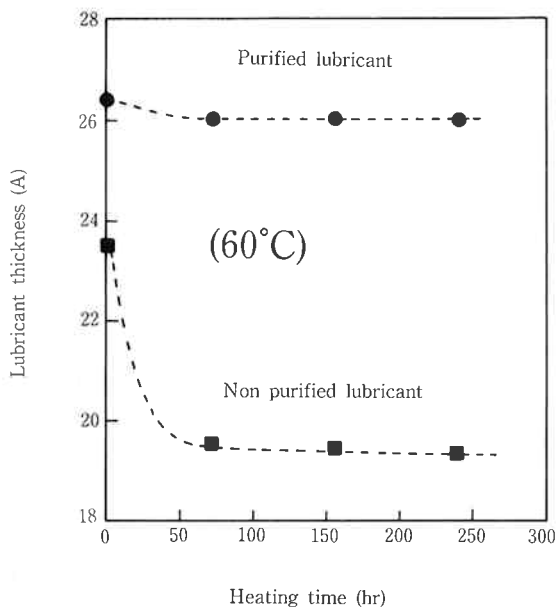


Fig. 3 The lubricant thickness vs. heating time for purified lubricant (●) and non purified lubricant (■) at 60°C.

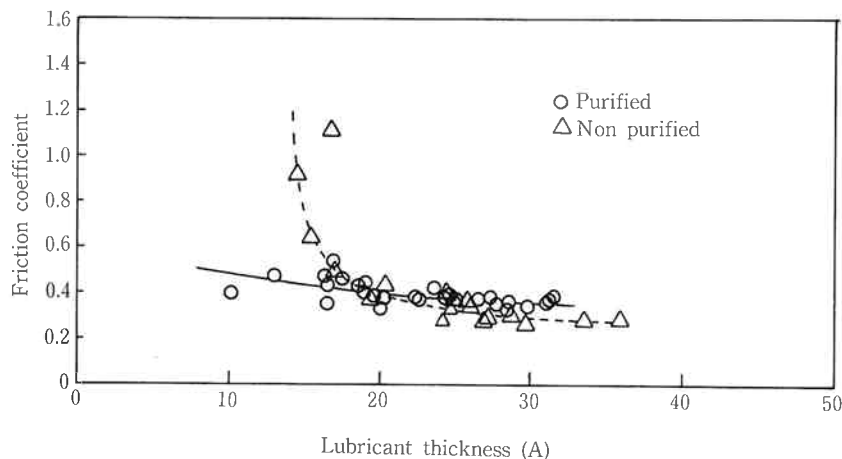


Fig. 4 The friction coefficient vs. lubricant thickness for purified lubricant (○) and non purified lubricant (△) in continuous wear test at 100 rpm.

うに精製によりルブリカントの分子量が大きくなり、粘度が増加したため減少したと考えられる<sup>1)</sup>。近年、記録密度の上昇に伴い磁気ディスクの表面粗さは低下する傾向にある。ルブリカントの膜厚もヘッド-ディスク間の吸着を回避するため薄く設定する傾向があり、精製ルブリカントは、高記録密度磁気ディスク用ルブリカントとして十分対応できる可能性があると考えられる。

## (2) 吸着試験

Fig. 6に摩擦係数のルブリカント膜厚依存性を示す。未精製ルブリカントでは膜厚の値が26 Åから急激に増加するが、精製ルブリカントにおいては37 Åまで一定であった。

これらの相違は、次のように考えられる。すなわち未精製ルブリカント中にはルブリカントの合成に用いた未反応物や副生成物などが十数%程度含まれており、疎水性の強い比較的高分子量成分からなる精製ルブリカントに比べ、これらに対する水蒸気の吸着、未反応成分の析出などの影響により摩擦係数は大きくなると考えられる。これにより、精製ルブリカントは未精製ルブリカントに比べ吸着現象が発生しにくく、又、使用可能な膜厚範囲が未精製ルブリカントに比べ広いことが明らかとなった。ルブリカント膜厚は、耐久性の観点より吸着が発生しない範囲内で厚く設定するほうが望ましいと考えられ、この点からも、精製ルブリカントは耐久性向上に寄与できると予想される。

## (3) CSS 試験

結果をTable 4に示す。精製ルブリカントを用いた場合のCSS=10000回後の摩擦係数の値は、 $\mu=0.95$ 以下であった。この値は未精製ルブリカントを用いた場合に比べ小さく、同等以上の特性であった。

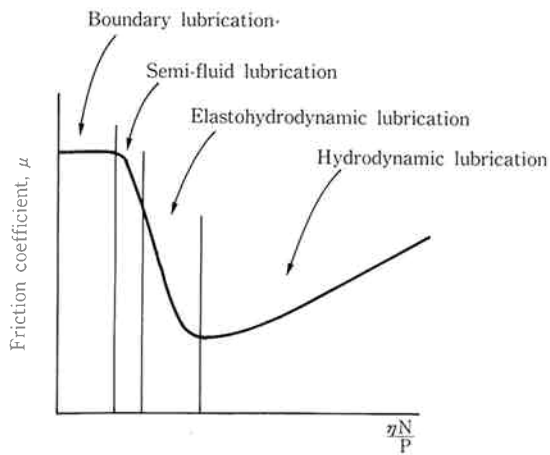


Fig. 5 Relationship between friction coefficient,  $\mu$  and  $\eta N/P$ .  $\eta$ ,  $N$  and  $P$  represent lubricant viscosity, rotational numbers and loading force, respectively.

Table 4 Comparison of friction coefficient between purified lubricant and non purified at 0 cycle and 10000 cycles in C. S. S. test.

| Sample | Lubricant (AM2001) | Friction coefficient |                 |
|--------|--------------------|----------------------|-----------------|
|        |                    | at 0 cycle           | at 10000 cycles |
| Disk 1 | Purified           | 0.20                 | 0.95            |
| Disk 2 |                    | 0.16                 | 0.60            |
| Disk 3 |                    | 0.18                 | 0.34            |
| Disk 4 |                    | 0.18                 | 0.73            |
| Disk 5 | Non purified       | 0.15                 | 1.08            |

〔3〕 フレオン代替溶剤への溶解性

(1) 溶解性

結果を Table 5 に示す。今回検討を行なった濃度範囲において、精製ルブリカントはいずれの代替溶剤にも溶解することが判明した。これは、代替溶剤に不溶な低分子量成分が、精製によって除去された為と考えられる。

(2) 面内膜厚分布

溶剤に FC-77 を使用した場合の結果を Fig. 7-(a) に、フレオン113を用いた場合の結果を Fig. 7-(b) に示す。両者を比較すると、面内膜厚分布にはほとんど差異は認められず、他の溶剤においても同様の結果を得た。

(3) 連続摺動摩擦特性、吸着特性および CSS 特性

Fig. 8, Fig. 9 に、それぞれ連続摺動摩擦試験、吸着試験結果を示す。各溶剤を用いて作製したディスクの摩擦係数の値は、フレオン113を用いた場合の結果と同様な膜厚依存性を示している。Table 6 に CSS 試験結果を示す。CSS 10000回、20000回後の摩擦係数の

Table 5 Comparison of solubility for solvent between purified lubricant and non purified lubricant.

| Solvent   | Purified AM2001 | Non purified AM200 |
|-----------|-----------------|--------------------|
| FC-72     | Soluble         | Insoluble          |
| FC-84     | Soluble         | Insoluble          |
| FC-77     | Soluble         | Insoluble          |
| ZS-70     | Soluble         | Insoluble          |
| Freon 113 | Soluble         | Soluble            |

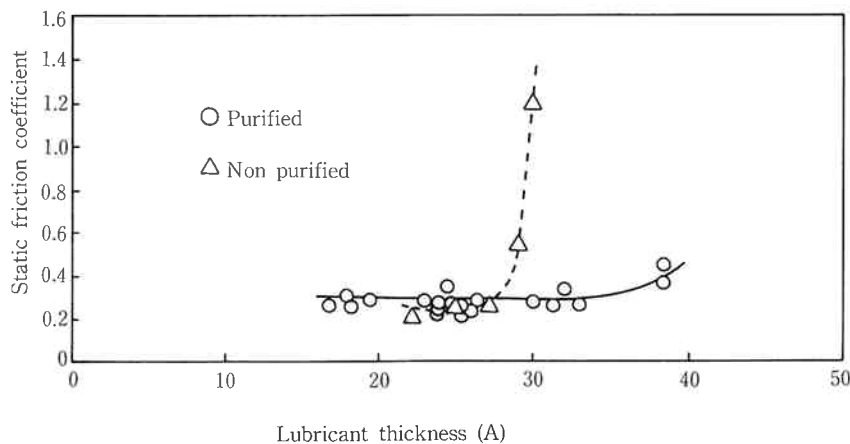


Fig. 6 The static friction coefficient vs. lubricant thickness for purified lubricant (O) and non purified lubricant ( $\Delta$ ) in stiction test at room temperature 80% RH 24 hr.

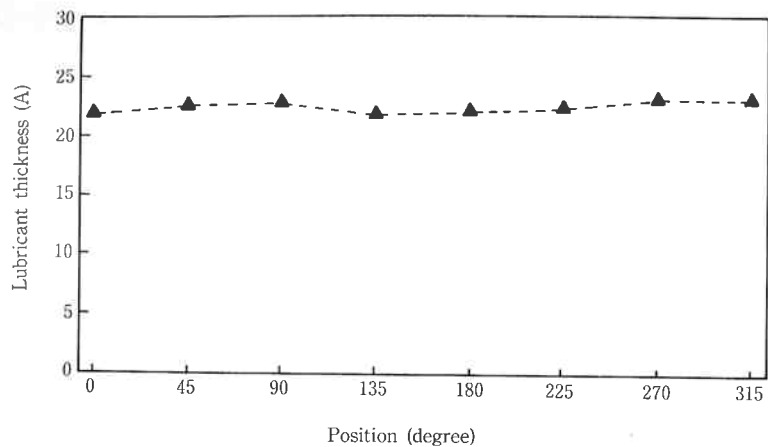


Fig. 7-(a) Lubricant thickness distribution of circumferential direction of the disks. The freon 113 was used for the solvent of lubricant.

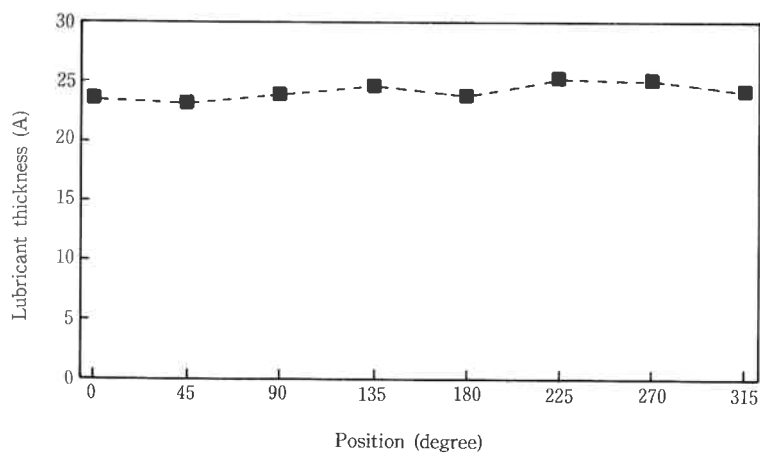


Fig. 7-(b) Lubricant thickness distribution of circumferential direction of the disks. The FC-77 was used for the solvent of lubricant.

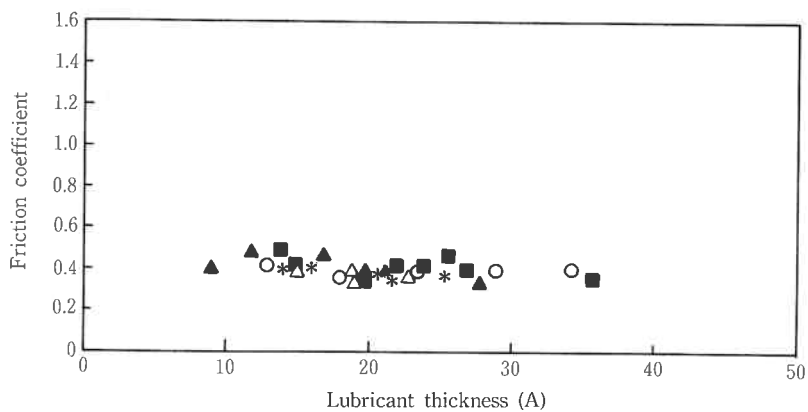


Fig. 8 Dependencies of friction coefficient on coating thickness of purified lubricant coated disk. Solvent of lubricant: ( $\Delta$ ) FC-77; ( $\circ$ ) FC-84; ( $*$ ) FC-72; ( $\blacksquare$ ) ZS-70; ( $\blacktriangle$ ) Freon 113.

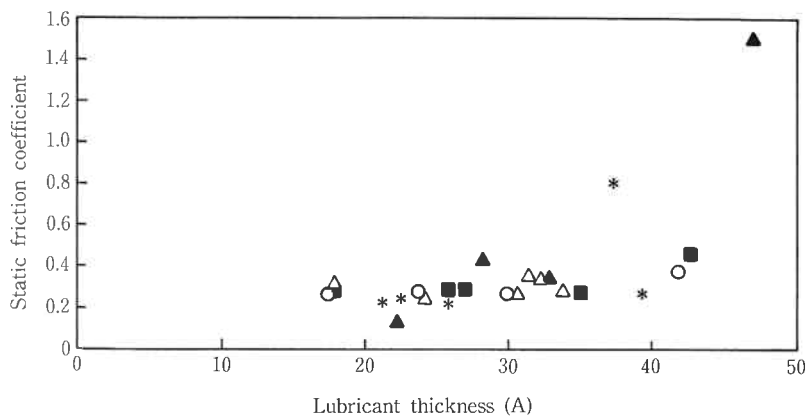


Fig. 9 Dependencies of static friction coefficient on coating thickness of purified lubricant coated disk. Solvent of lubricant: (△) FC-77; (○) FC-84; (\*) FC-72; (■) ZS-70; (▲) Freon 113.

Table 6 Comparison of friction coefficient between purified lubricant and non purified at 0 cycle, 10000 cycles and 20000 cycles in C. S. S. test.

| Sample | Solvent   | Friction coefficient |                 |                 |
|--------|-----------|----------------------|-----------------|-----------------|
|        |           | at 0 cycle           | at 10000 cycles | at 20000 cycles |
| Disk 1 | FC-72     | 0.20                 | 0.16            | 0.22            |
| Disk 2 | FC-84     | 0.34                 | 0.27            | 0.32            |
| Disk 3 | FC-77     | 0.22                 | 0.25            | 0.41            |
| Disk 4 | ZS-70     | 0.19                 | 0.17            | 0.23            |
| Disk 5 | Freon 113 | 0.19                 | 0.20            | 0.40            |

値は、フレオン113を用いた場合と同レベルであった。

### 5. ま と め

精製ルブリカントの諸特性を評価し、以下の結果を得た。

#### (1) 加熱による膜厚変化

従来のルブリカントを精製し、低分子量成分を除去することにより、膜厚変化の改善に成功した。

さらに精製によって塗布工程の一つである加熱工程を省略することが可能であることを見いだした。

#### (2) フレオン代替溶剤への溶解性

精製ルブリカントは代替溶剤に溶解することを見いだした。これによって、従来の塗布工程を変更せずにフレオン規制に対応できることが明らかになった。

### (3) 潤滑特性

精製によって潤滑特性に寄与しない低分子量成分を除去することにより、潤滑特性が向上し、広い最適膜厚範囲が得られた。特に、膜厚が薄い領域での潤滑特性の改善は、今後の高記録密度ディスク対応の潤滑剤として可能性が期待される。

### 6. 謝 辞

本研究を進めるにあたり、東ソーエレクトロニクス(株)米沢工場の方々に多くの協力を得たことを感謝します。

### 文 献

- 1) 桜井俊男; “潤滑の物理科学” 幸書房 (1978)



著 者  
氏名 黒 澤 聡  
Satoshi KUROSAWA  
入社 昭和61年 4 月 1 日  
所属 研究本部  
新材料研究所  
第二研究室  
副主任研究員



著 者  
氏名 大 貫 由紀夫  
Yukio OHNUKI  
入社 昭和60年 4 月 1 日  
所属 研究本部  
新材料研究所  
第二研究室  
副主任研究員



著 者  
氏名 近 藤 昭 夫  
Akio KONDO  
入社 昭和51年 4 月 16日  
所属 研究本部  
新材料研究所  
第二研究室  
第二研究室室長