

光ファイバプローブを用いたナノ厚さ  
液体潤滑薄膜の粘弾性計測に関する研究

浜本 祐也

2011 年

# 目次

第1章 序論	11
1.1 研究背景	11
1.1.1 磁気ディスク装置	11
1.1.2 ヘッド・ディスクインタフェースにおける潤滑技術	14
1.2 ナノ厚さ液体潤滑薄膜の粘弾性測定	21
1.2.1 コンタクト記録の実現を目指した粘弾性測定	21
1.2.2 従来法とその問題点	23
1.2.3 粘弾性測定のための必要条件と課題	32
1.3 研究目的	34
第2章 ファイバーウォブリング法	37
2.1 測定のコンセプト	37
2.2 せん断力測定	39
2.3 しゅう動隙間の制御	44
2.4 粘弾性測定	48
2.5 測定装置	53
2.5.1 装置構成	53
2.5.2 光ファイバプローブの機械特性	56
2.5.3 キャリブレーション	62
2.5.3.a 変位測定のカリブレーション	62
2.5.3.b 隙間制御用ピエゾステージのカリブレーション	64
第3章 高精度なしゅう動隙間の制御	66
3.1 はじめに	66
3.2 平行度調整	66
3.2.1 原理と理論分解能	66
3.2.2 装置構成と調整手順	72
3.2.3 結果	75
3.3 固体接触点検出	82
3.3.1 検出原理	82
3.3.2 数値解析による検出原理の検証	85
3.3.2.a 数値解析モデル	85
3.3.2.b 数値解析結果	95
3.3.3 装置構成と実験手順	98

3.3.4	試料 .....	100
3.3.5	実験結果 .....	103
3.3.5.a	実験による検出原理の検証.....	103
3.3.5.b	数値解析結果と実験結果の比較.....	105
3.3.5.c	固体接触点の同定方法と検出限界 .....	107
3.4	まとめ .....	111
第 4 章	基板表面の潤滑剤分子の運動性が粘弾性に及ぼす影響の解明 .....	113
4.1	はじめに .....	113
4.2	供試試料.....	114
4.3	実験条件と手順.....	120
4.4	実験結果と考察.....	124
4.4.1	タッチダウン・テイクオフ隙間としゅう動面間における液架橋の形成	124
4.4.2	潤滑剤分子の運動性が粘弾性におよぼす影響.....	138
第 5 章	せん断率が粘弾性に及ぼす影響の解明 .....	144
5.1	はじめに .....	144
5.2	供試試料.....	145
5.3	実験条件と手順.....	146
5.4	実験結果.....	147
5.5	考察 .....	153
第 6 章	結論 .....	158
	参考文献.....	164
	謝辞.....	173
	発表論文目録 .....	175

## 目次

Fig. 1.1 Composition of hard disk drive. ....	12
Fig. 1.2 (a) Longitudinal magnetic recording. (b) Perpendicular recording, using a probe head and a soft underlayer in the medium. (c) Perpendicular recording, using a ring head and no soft underlayer. ....	14
Fig. 1.3 Head to media spacing vs. product areal density <sup>(3)</sup> . ....	15
Fig. 1.4 Head disk interface of the hard disk drive. ....	16
Fig. 1.5 PFPE lubricant molecules on the DLC overcoat. ....	18
Fig. 1.6 Schematic of dynamic flying height control <sup>(24)</sup> . ....	19
Fig. 1.7 Schematic of measurement of flying characteristic using pin on disk tribometer. ....	20
Fig. 1.8 Schematic of modified SFA for the measurement of lateral force. ....	25
Fig. 1.9 SEM image of the AFM cantilever. ....	27
Fig. 1.10 Optical lever method for the detection of deflection of the AFM cantilever. ....	27
Fig. 1.11 Schematic of torsion measurement in FFM. ....	28
Fig. 1.12 (a) Schematic of Bhushan's viscometer and (b) schematic diagram of modified slider head <sup>(54)</sup> . ....	29
Fig. 1.13 Schematic of fiber wobbling method. ....	30
Fig. 1.14 Gap variation due to the tilt of the disk surface to the shearing movement of the probe. ....	33
Fig. 2.1 Concept of the fiber wobbling method. ....	38
Fig. 2.2 (a) Schematic of fiber wobbling method and (b) around the probe tip and (c) magnified image of the laser spot on the position sensitive detector. ....	38
Fig. 2.3 Micrographs of (a) side view of the optical fiber probe, (b) magnified side view of the end ball. ....	39
Fig. 2.4 Micrographs of (a) side view of the optical fiber probe, (b) magnified side view of the end cone. ....	39
Fig. 2.5 Optical system of the probe deflection measurement using the end ball as a micro lens. ....	41
Fig. 2.6 Schematic of the displacement of laser spot on the position sensitive detector. ....	41
Fig. 2.7 Sphere moving parallel to the flat surface. ....	45
Fig. 2.8 Procedure of the determination of gap widths in FWM. ....	47
Fig. 2.9 Mechanical model for the fiber wobbling measurement. ....	49
Fig. 2.11 Experimental setup. ....	55
Fig. 2.12 Magnification of the optical fiber probe. ....	55
Fig. 2.13 Sample stage and the piezo stage. ....	56

Fig. 2.14 Schematic of the spring constant measurement. ....	57
Fig. 2.15 Relationship between the load and the deflection of optical fiber probe. ....	58
Fig. 2.16 Resonance curve of the optical fiber probe. ....	59
Fig. 2.17 Topographical image of of (a) the end-ball and (b) the end-cone probe measured with AFM. ....	60
Fig. 2.18 Surface topography of (a) the end-ball and (b) the end-cone probe used in the experiment. ....	60
Fig. 2.19 Schematic of the optical fiber probe glued on to the glass epoxy plate. ....	61
Fig. 2.20 Attachment of the optical fiber probe. ....	61
Fig. 2.21 Input voltage vs. probe amplitude at oscillation frequency of 1000 Hz. ....	63
Fig. 2.22 Relationship between probe amplitude and oscillation frequency of 100 Hz to 25000 Hz. ....	63
Fig. 2.23 Input voltage vs. the displacement of piezo stage. ....	65
Fig. 2.24 Absolute deviation of the displacement of the piezo stage during the linear drive. ....	65
Fig. 3.1 Concept of the parallelism adjustment method. ....	68
Fig. 3.2 Schematic of the gap displacement when probe moves not parallel to disk plane. ....	70
Fig. 3.3 Schematic of the trajectory of the lase beam passes through the probe located at (a) positon A and (b) position B, which are indicated in Fig. 3.2. ....	70
Fig. 3.4 Schematic of the laser spot displacement on the position sensitive detector. in the case of non-parallel alignment. ....	71
Fig. 3.5 Schematic of the experiment setup used for the tilting-angular alignment. ....	73
Fig. 3.6 Dimensions of the position sensitive detector. ....	73
Fig. 3.7 Schematic of the circuit architecture of signal processor. ....	74
Fig. 3.8 Tilting angle $\theta_p$ vs. normalized displacement and phase shift of laser spot movement in $z$ direction. ....	76
Fig. 3.9 Schematic of relationship between tilting angle and displacement signal. ....	76
Fig. 3.10 Tilting angle $\theta$ vs. normalized displacement and phase shift of laser spot movement in $z$ direction. ....	78
Fig. 3.11 Probe amplitude change and the phase shift measured with Z03 lubricant film with parallelism adjustment. ....	80
Fig. 3.12 Results of shearing experiments of Z03 lubricant film without parallelism adjustment. (a) Negative phase shift and (b) increase in probe amplitude were occasionally observed. ....	81
Fig. 3.13 Lubricant confined between two parallel surfaces. ....	85
Fig. 3.14 (a)Mechanical model of the probe and (b)the modeled impulsive force. ....	86

<b>Fig. 3.15</b>	<b>Model of the shearing surfaces (a)before the solid contact and (b)during the solid contact.</b>	<b>87</b>
<b>Fig. 3.16</b>	<b>Schemartic of apparent toatal contact area and real total vontact area between the probe and the substrate in numerical model.</b>	<b>91</b>
<b>Fig. 3.17</b>	<b>Effect of friction coefficient on resonant oscillation component of probe amplitude with indentation depth of (a) 0.2, (b) 0.3, (c) 0.4 and (d) 0.5 nm.</b>	<b>96</b>
<b>Fig. 3.18</b>	<b>Relationship between the resonant oscillation component of probe amplitude and the indentation depth analyzed by numerical model. Red line shows the result of the substrate with 0.16 nm root-mean-square roughness. Blue dotted line shows the result of the substrate with 0.67 nm root-mean-square roughness.</b>	<b>97</b>
<b>Fig. 3.19</b>	<b>Schematic diagram of the experimental setup of fiber wobbling method modified for the sensitive solid contact detection.</b>	<b>99</b>
<b>Fig. 3.20</b>	<b>Resonance curve of the optical fiber probe.</b>	<b>99</b>
<b>Fig. 3.21</b>	<b>(a) Surface topography, (b) Topographical image and (c) probability distribution of height of etched Si substrate used in experiment.</b>	<b>101</b>
<b>Fig. 3.22</b>	<b>(a) Surface topography, (b) Topographical image and (c) probability distribution of height of Si substrate used in experiment.</b>	<b>102</b>
<b>Fig. 3.23</b>	<b>Probe amplitude, phase shift and normalized resonant component measured with non-lubricated Si substrate using the cone-ended probe.</b>	<b>103</b>
<b>Fig. 3.24</b>	<b>Magnified view of probe amplitude, phase shift and normalized resonant component measured with non-lubricated Si substrate using the cone-ended probe</b>	<b>104</b>
<b>Fig. 3.25</b>	<b>Comparison between experimental and numerical results regarding the relationship between amplitude of excited resonant oscillation and indatation depth.</b>	<b>106</b>
<b>Fig. 3.26</b>	<b>Normalized resonant component of probe amplitude measured with (a) non-lubricated Si substrate, (b) non-lubricated etched Si substrate and (c) magnetic disk using the cone-end probe around the solid contact.</b>	<b>108</b>
<b>Fig. 3.27</b>	<b>Normalized resonant component of probe amplitude measured with (a) Z03 and (b) Zdol4000-lubricated magnetic disk using the cone-end probe around the solid contact.</b>	<b>110</b>
<b>Fig. 3.28</b>	<b>Normalized resonant component of probe amplitude measured with Z03-lubricated etched magnetic disk using the ball-end probe around the solid contact.</b>	<b>110</b>
<b>Fig. 4.1</b>	<b>Cross-section image of the magnetic disk.</b>	<b>115</b>
<b>Fig. 4.2</b>	<b>(a) Height image of the magnetic disk surface measured by using AFM and (b) surface topography at A-A' cross section.</b>	<b>115</b>

<b>Fig. 4.3 Dimension of PFPE Zdol with a molecular weight of 4000 amu.</b> .....	<b>116</b>
<b>Fig. 4.4 Molecular conformation of Zdol4000.</b> .....	<b>117</b>
<b>Fig. 4.5 Conformation of lubricant molecules (a) in bulk state and (b) thin film on the substrate.</b> .....	<b>118</b>
<b>Fig. 4.6 Schematic of dip coating method.</b> .....	<b>119</b>
<b>Fig. 4.7 Schematic to explain how (a) touch-down and (b) take-off gaps were determined.</b> The touch-down gap was the point where the decrease of probe amplitude or the phase shift firstly exceeded the noise level during the gap decrease. In contrast, the take off-gap was the point where both the amplitude and the phase shift agreed with their constant values within the difference of noise level during the gap increase. ...	<b>123</b>
<b>Fig. 4.8 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with no-lubricated magnetic disk in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>125</b>
<b>Fig. 4.9 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.2 in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>125</b>
<b>Fig. 4.10 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.5 in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>126</b>
<b>Fig. 4.11 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 1.0 in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>126</b>
<b>Fig. 4.12 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Z03-lubricated magnetic disk (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>127</b>
<b>Fig. 4.13 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Tetraol-lubricated magnetic disk in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>127</b>
<b>Fig. 4.14 Schematic of configuration of lubricant molecules between the probe tip and the substrate in (a) approaching and (b) separating processes.</b> .....	<b>130</b>
<b>Fig. 4.15 Comparison between experimental result and contact time regarding the relationship between probe to sample gap and damping coefficient with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.2.</b> .....	<b>134</b>
<b>Fig. 4.16 Schematic of breakage of liquid meniscus bridge<sup>(82)</sup>.</b> .....	<b>134</b>
<b>Fig. 4.17 Schematic of flow of lubricant molecule into contact area.</b> .....	<b>136</b>
<b>Fig. 4.18 Relationship between contact time and take-off gap measured by experimental</b>	

results.....	138
Fig. 4.19 Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 0.2 (a) in approaching process at $h < 2.0$ nm and (b) in separating process at $h < 11.1$ nm.	139
Fig. 4.20 Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 0.5 (a) in approaching process at $h < 1.6$ nm and (b) in separating process at $h < 8.4$ nm.	139
Fig. 4.21 Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 1.0 (a) in approaching process at $h < 2.1$ nm and (b) in separating process at $h < 1.9$ nm.	140
Fig. 4.22 Relative viscosity and relative elasticity of Z03 (a) in approaching process at $h < 3.9$ nm and (b) in separating process at $h < 170$ nm.	140
Fig. 4.23 Relative viscosity and relative elasticity of Tetraol (a) in approaching process at $h < 1.6$ nm and (b) in separating process at $h < 1.9$ nm.	141
Fig. 5.1 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 50 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	148
Fig. 5.2 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	148
Fig. 5.3 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 17.5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	149
Fig. 5.4 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 10 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	149
Fig. 5.5 Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	150
Fig. 5.6 Relationship between gap and calculated damping coefficient, $c_f$ and elastic coefficient $k_f$ with oscillation amplitude of 50 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	150
Fig. 5.7 Relationship between gap and calculated damping coefficient, $c_f$ and elastic coefficient $k_f$ with oscillation amplitude of 25 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	151
Fig. 5.8 Relationship between gap and calculated damping coefficient, $c_f$ and elastic coefficient $k_f$ with oscillation amplitude of 17.5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.	151
Fig. 5.9 Relationship between gap and calculated damping coefficient, $c_f$ and elastic	



coefficient $k_f$ with oscillation amplitude of 10 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes. ....	152
<b>Fig. 5.10 Relationship between gap and calculated damping coefficient, <math>c_f</math> and elastic coefficient <math>k_f</math> with oscillation amplitude of 5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes. ....</b>	<b>152</b>
<b>Fig. 5.11 Relationship between shear rate and damping coefficient, <math>c_f</math>, in (a) approaching and (b) separating processes. Both in (a) and (b), damping coefficient decreased exponentially at every gap width. These results indicate the shear thinning behavior of Z03 films on the magnetic disk surface. ....</b>	<b>154</b>
<b>Fig. 5.12 Relationship between shear rate dependence, <math>\alpha</math> and the gap width, <math>h</math>, in (a) approaching and (b) separating processes. ....</b>	<b>155</b>

## 表目次

<b>Table. 1.1</b>	<b>Characteristics of each measurement methods. ....</b>	<b>31</b>
<b>Table. 2.1</b>	<b>Mechanical properties of the optical fiber probe. ....</b>	<b>57</b>
<b>Table. 3.1</b>	<b>Parameters regarding probe used in numerical model ....</b>	<b>93</b>
<b>Table. 3.2</b>	<b>Parameters regarding Si substrate used in numerical model.....</b>	<b>93</b>
<b>Table. 4.1</b>	<b>Properties of PFPE lubricants (Z03, Zdol2000, Zdol4000). ....</b>	<b>116</b>
<b>Table. 4.2</b>	<b>Properties of HFE-7200 and Vertrel XF. ....</b>	<b>119</b>
<b>Table. 4.3</b>	<b>Thickness and bonding ratios of samples. ....</b>	<b>120</b>

# 第1章 序論

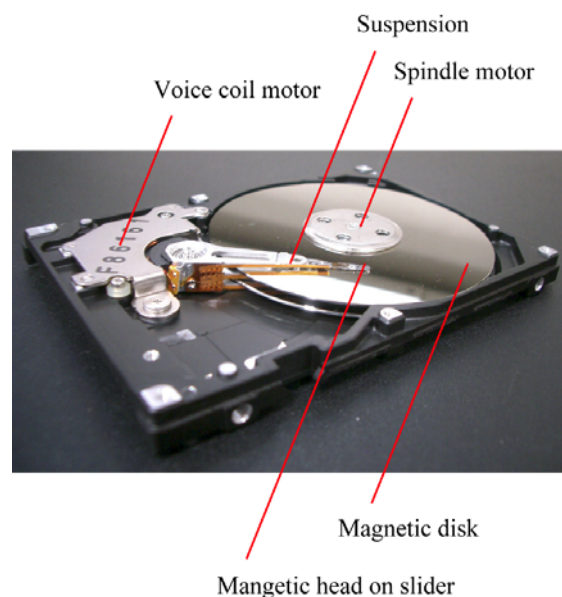
## 1.1 研究背景

### 1.1.1 磁気ディスク装置

情報通信技術(ICT: Information and Communication Technology)の発展は、社会システムの高効率化と省エネルギー化を達成し、持続可能社会の実現と国民生活の質の維持向上に必須である。なかでも情報記録の大容量化は、増大し続けるデジタル情報に受け皿を提供する点で重要であり、ICT発展の根幹を支える技術課題である。現在、全世界で生成あるいは複製されるデジタル情報の総量は爆発的な増加を続けており、その膨張し続ける性質と膨大なスケールからデジタルユニバース(情報の宇宙)とよばれる。デジタルユニバースは 2006 年の 161 エグザバイトから 2010 年中には 1.2 ゼタバイトへと 7 倍以上の増加が予想されている。このようなデジタルユニバースの膨張は、インターネット上における動画・音楽配信の活発化、新興国におけるインターネットアクセスやクラウドコンピューティングをはじめとするネットワークサービスの普及に起因している。なかでも、人々が日常生活の中で意図せずに生成するデジタル情報は“デジタル・シャドウ”とよばれ、その増大がとくに顕著であると指摘されている。デジタル・シャドウには、例えば電子メールに付属する通信記録やメーリングリスト、ウェブサイトの閲覧履歴、デジタル監視カメラの画像などが含まれる。このままの増加率が続くと、デジタルユニバースは 2020 年には 2006 年に比べて 200 倍以上に相当する 35 ゼタバイトに到達すると考えられている。一方、2007 年には既にデジタルユニバースは全世界の情報記録デバイス(磁気ディスク装置・光記録メディア・磁気テープ・フラッシュメモリなど)が記録可能な総データ容量を超過したという報告がなされている<sup>(1)</sup>。前例のないスケールで驚くべき膨張を続けるデジタルユニバースに直面し、情報記録の更なる大容量化は情報社会を支えるインフラストラクチャを構築するために緊急

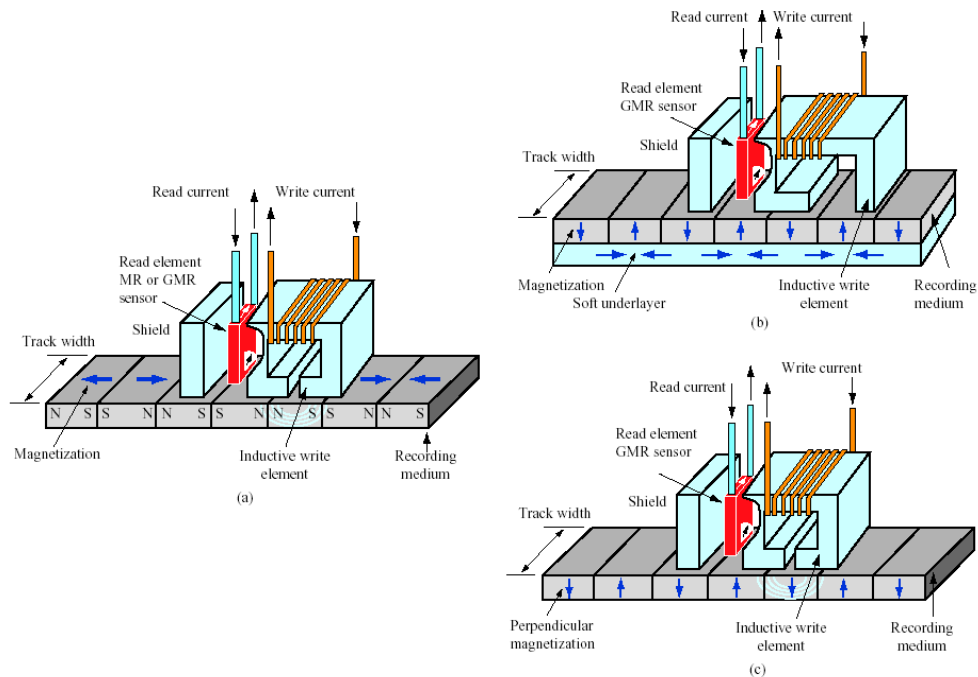
の課題となっている。

情報記録機器のなかでも磁気ディスク装置は、その技術革新により達成された高い記録密度により、大容量記録と低いビットコストを実現しており、現在の情報記録において中核をなすものである。磁気ディスク装置の構成を図 1.1 に示す。磁気ディスク装置では、高速に回転する磁気ディスク(magnetic disk)上を磁気ヘッド(magnetic head)が走査してデジタル情報の記録・再生を行なう<sup>(2)</sup>。磁気ヘッドはスライダ(slidebar)の後端部に搭載されており、スライダとディスクの間に発生する動圧により、ディスク面上を浮上走行している。浮上量は、サスペンション(suspension)によってスライダにかかる荷重と動圧が釣り合うことによって一定に保たれる。磁気ヘッドの磁気ディスク半径方向の位置決めは、ボイスコイルモータ(voice coil motor)によりスライダをディスク面内方向に駆動することによって達成される。磁気ディスクはスピンドルモータ(spindle motor)によって 4000～15000 rpm程度の回転数で回転する。磁気ディスク表面には、ディスクとヘッドとの衝突による破損を防止するために固体潤滑膜と液体潤滑膜の二層構造が形成されている。この潤滑技術の詳細については、第 1.1.2 項において詳しく述べる。図 1.2 に磁気ディスク装置の記録方式を模式的に示す<sup>(3)</sup>。磁気ディスク上に記録されるデジタルデータは、磁性層(recording medium)中に



**Fig. 1.1 Composition of hard disk drive.**

配列されたビットセルに保存される。一つ一つのビットセルはそれぞれ微小な磁性体であり、それらの磁化方向によって 1 と 0 を記録する。磁化の方法によって記録方式は大きく二つに分けられる。一つは図 1.2(a)に示すように、ビットセルのN極とS極をディスク面に対して水平方向に配置する長手磁気記録方式であり、もう一つは図 1.2(b)(c)に示すように、垂直に配置する垂直磁気記録方式<sup>(4)</sup>である。1975 年に発明された垂直磁気記録方式は、2005 年に初めて製品化され、現在では長手磁気記録方式に代わり主流となっている。いずれの記録方式においても磁気ヘッドは大きく分けて、記録ヘッド(inductive write element)と再生ヘッド(read element)から構成される。記録ヘッドには誘導型のコイルが使用されており、ヨークに形成されたギャップから漏洩する磁束によりビットセルの磁化方向を決める。再生ヘッドにはMR(Magneto Resistive)ヘッドもしくはGMR(Giant Magneto Resistive)ヘッドが用いられている。MRおよびGMRはともに磁気抵抗効果を利用し、ビットセルから漏れる磁化方向の変化を電気抵抗の変化として検出する<sup>(5)</sup>。磁気ディスク装置の記憶容量は、磁気ディスク円周方向の線記録密度と半径方向のトラック密度の積である面記録密度により評価される。高記録密度を達成するために、ヘッド技術、ディスク媒体材料、潤滑剤や保護膜の改良、信号処理などにおいて技術革新が進められてきた<sup>(6)</sup>。世界初の磁気ディスク装置であるRAMAC(Random Access Method of Accounting and Control)の面記録密度は 2 kb/in<sup>2</sup>であったが<sup>(7)</sup>、とくに 1990 年を境にして面記録密度の向上率は 10 倍/10 年から 100 倍/10 年に急上昇し<sup>(8)(9)(10)</sup>、2006 年には 2.5 インチ型の磁気ディスク装置により 178 Gb/in<sup>2</sup>が達成され、2010 年現在では約 500Gb/in<sup>2</sup>を達成している。現在の主流である垂直磁気記録方式により、面記録密度は 1 Tbit/in<sup>2</sup>まで達成可能との見通しがなされている。ただし、面記録密度の向上にはビットセルの寸法の微小化が不可欠である。例えば、面記録密度 1 Tbit/in<sup>2</sup>の実現に必要なビットセルのサイズは 10 nm×50 nm程度となる。微小なビットセルの磁化方向を変化させるためには、記録ヘッドの寸法を小さくするだけでなく、記録ヘッドから漏洩する磁束の広がりを抑えるために、記録ヘッドを磁気ディスクに接近させる必要がある。さら



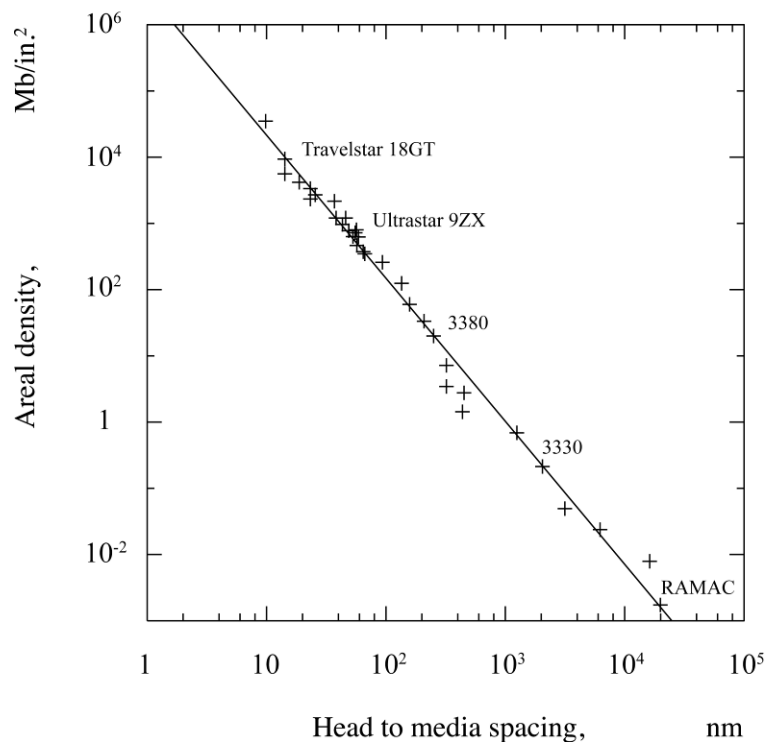
**Fig. 1.2 (a) Longitudinal magnetic recording. (b) Perpendicular recording, using a probe head and a soft underlayer in the medium. (c) Perpendicular recording, using a ring head and no soft underlayer.**

に、微小なビットセルの磁化方向を検出するためには、再生ヘッドを磁気ディスクに可能な限り接近させる必要がある。したがって、記録・再生の両方において、磁気ヘッドと磁気ディスクの隙間(磁気隙間)を狭小化することが面記録密度の向上のために重要な課題となる。磁気隙間と面記録密度の関係を図 1.3 に示す<sup>(3)</sup>。両者には強い相関があることが分かる。1990 年には 100 nm 以上あった磁気隙間は、面記録密度 500 Gb/in.<sup>2</sup>が達成された現在では 10 nm 以下にまで狭小化されており、将来的に面記録密度 1 Tb/ in.<sup>2</sup>を達成するためには GMRヘッドと垂直磁気記録方式を併用した上で、理論上 3.5 nm 以下にまで低減する必要があるといわれている。

### 1.1.2 ヘッド・ディスクインタフェースにおける潤滑技術

磁気ヘッドと磁気ディスクの相対運動に関わる領域はヘッド・ディスクインタフェース

(HDI: Head Disk Interface)とよばれている<sup>(2)(11)</sup>。HDIの構成を図 1.4 に示す<sup>(2)</sup>。磁気ヘッドはナノメートルオーダの磁気隙間を保ったまま、高速に回転する磁気ディスク上を浮上走行する。このような状況においても磁気ディスク装置の信頼性と耐久性を確保するためには、磁気ヘッド・磁気ディスク間の相対運動において低摩擦・低摩耗を実現する潤滑技術が必須となる<sup>(12)(13)</sup>。磁気ヘッドはスライダの後端部に搭載されている。磁気ヘッドの浮上を支えるのは、スライダとディスク表面間で発生する動圧である。スライダの磁気ディスクに對向する面はABS(Air bearing surface)とよばれている。スライダの安定な浮上は、ABS上の微細な凹凸構造により、スライダを磁気ディスク面から引き離そうとする正圧と、引きつけようとする負圧のバランスを調整することで実現されている。ABSとディスク面間の最



**Fig. 1.3 Head to media spacing vs. product areal density<sup>(3)</sup>.**

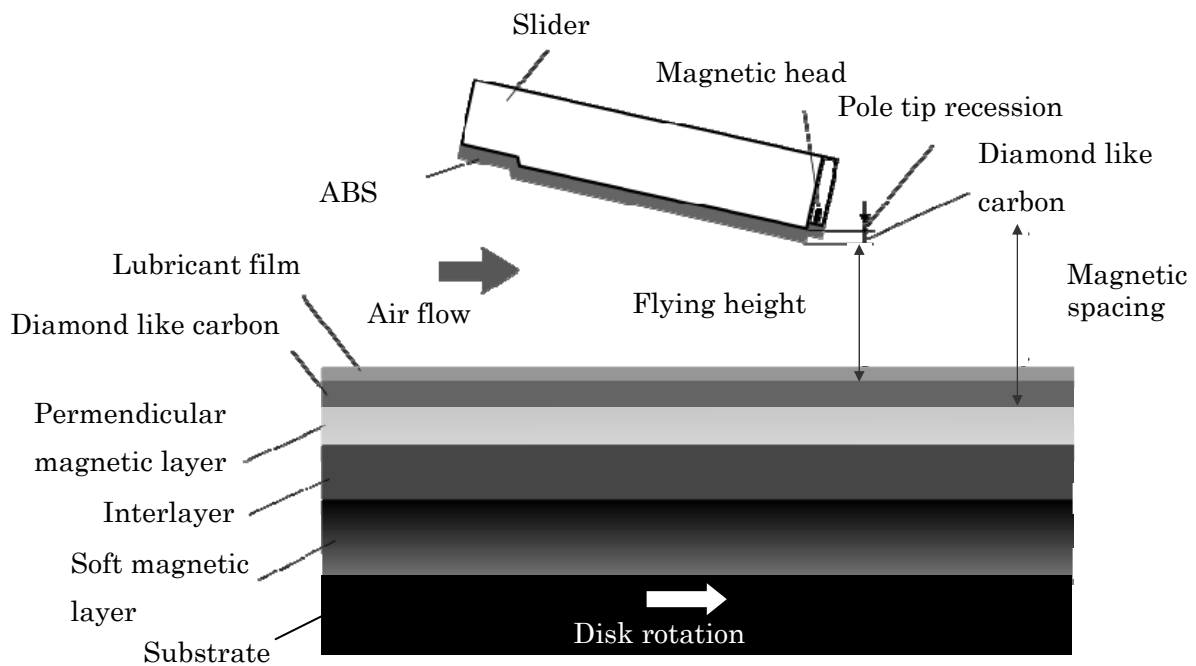


Fig. 1.4 Head disk interface of the hard disk drive.

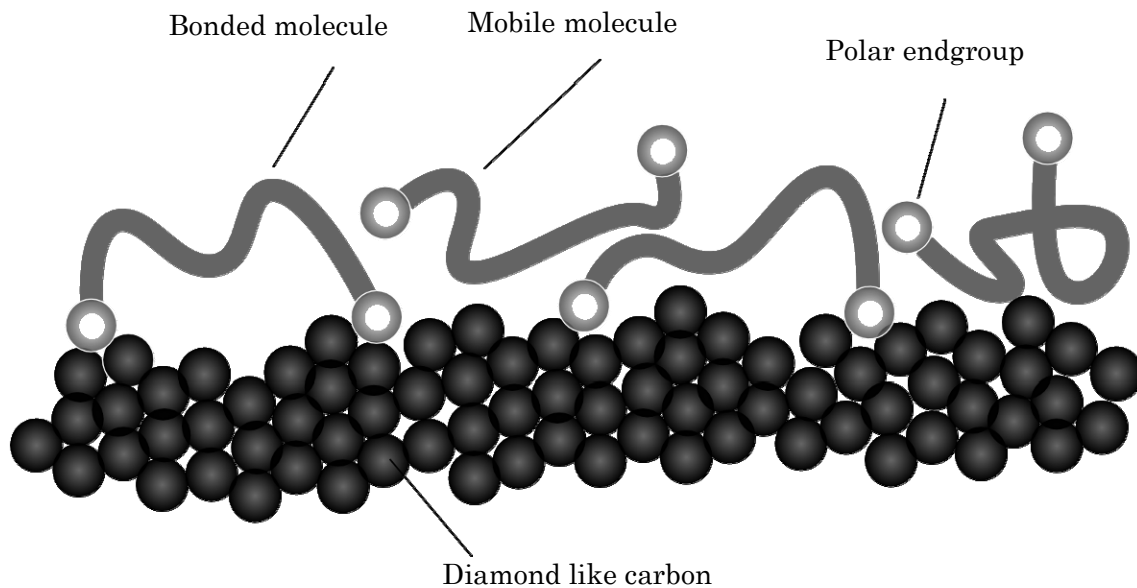
小隙間は浮上隙間(flying height)と呼ばれており、磁気隙間の低減のためには浮上隙間の狭小化が必須である。スライダの表面は、腐食や摩耗を防止するためにダイヤモンド・ライク・カーボン(DLC:Diamond Like Carbon)で被膜されている。垂直磁気記録方式の磁気ディスクはアルミニウムやガラスなどを基板として、その上に軟磁性層、中間層、垂直記録層、DLC保護膜が順に形成され、最表面には液体潤滑膜が塗布されている。軟磁性層はノイズの低減を図るため、中間層は垂直記録層の配向制御および粒子制御のためのものである。ディスク表面上のDLC保護膜はスライダと同様に耐摩耗性と耐腐食性の向上を目的としている。液体潤滑膜は磁気ヘッドと磁気ディスクが接触した際に、それぞれのDLC保護膜同士が直接接触するのを防止する緩衝材として機能する。また、耐腐食性の向上においても重要な役割を担っている。ここでHDIにおいて主に用いられているPerfluoropolyether (PFPE)系潤滑剤の概要と液体潤滑膜の潤滑機能について述べる。PFPE系潤滑剤の主な特徴は以下のようまとめられる<sup>(14)</sup>。



- 熱的・化学的に安定しているため分解しにくい。
- 表面エネルギーが低いため固体表面を被覆しやすい。
- 蒸気圧が低いため気化による損失が少ない。
- 温度による粘性係数の変化が小さい。
- 末端基の効果により基板への親和性を変化させることができる。

従来HDIに用いられてきたPFPE系潤滑剤はいずれも直鎖状の分子構造をもつ。直鎖部分の柔軟性が高いためにバルク状態の潤滑剤分子はランダムコイル形状をとる。PFPE系潤滑剤のなかには、分子鎖の末端に極性基をもつものがあり、極性潤滑剤とよばれる。極性潤滑剤の分子は末端の極性基の効果により、基板上に化学吸着する。化学吸着した潤滑剤分子はとくに固定分子(bonded molecule)とよばれる。ただし図 1.5 に示すように、基板上的潤滑剤分子がすべて固定分子となるわけではなく、一部の分子は物理吸着するのみであり、固定分子に比べ流動性の高い状態で存在する。このような状態にある分子は流動分子(mobile molecule)とよばれる。固定分子は磁気ヘッドと磁気ディスクの直接接触を防止する緩衝材として機能し、DLC保護膜の耐摩耗性を向上させる。一方、流動分子は磁気ヘッドの接触しゅう動時に摩擦力を低減させるようにはたらくだけでなく、しゅう動によって潤滑膜が剥離した場所を自己拡散により修復する役割を果たしている。このように液体潤滑膜の中に、基板に化学吸着する分子と物理吸着する分子を共存させることにより、低摩擦化と緩衝材としての表面保護の機能を両立させている<sup>(15)-(18)</sup>。

第 1.1.1 項で述べたように、記録密度を向上させるためには、磁気隙間の狭小化が必須である。磁気隙間は磁性層と磁気ヘッド間の隙間であるため、スライダ側および磁気ディスク側のDLC保護膜厚さ、液体潤滑膜厚さ、動圧を発生する空気膜厚さからなる。したがって、磁気隙間を微小化するには、これらの膜厚を可能な限り薄膜化することが求められる。DLC保護膜においては、薄くても十分な稠密性と高い強度をもつ膜の研究が進められ<sup>(19)(20)</sup>、その厚さは 2.5 nm以下が実現されている。また、液体潤滑膜の厚さは潤滑剤分子の大きさ



**Fig. 1.5 PFPE lubricant molecules on the DLC overcoat.**

と同程度の 1~2 nmにまで薄膜化されている<sup>(21)(22)(23)</sup>。HDIの潤滑に用いられている厚さ 1~2 nmの液体潤滑膜を本研究ではナノ厚さ液体潤滑薄膜とよぶこととする。DLC保護膜と液体潤滑膜の薄膜化により、空気膜厚さは 3~4 nmが達成されているが、さらにヘッドを近づけるために、熱支援隙間制御法(DFH方式: Dynamic Flying Height control)が実用化されている。DFH方式の概略図を図 1.6 に示す。DFH方式とはヘッド素子の上部に微小な電熱ヒーターを導入し、熱膨張により記録ヘッドの先端を突出させることで磁気ヘッドの先端とディスク面間の隙間を小さくすることを可能とする技術である<sup>(24)(25)</sup>。これにより突出した磁気ヘッドの先端は液体潤滑膜表面に対して、わずか 0.5~2 nmの距離にまで近接させることが可能となる。今後、更なる磁気隙間の狭小化を考えた場合、磁気ヘッドと液体潤滑膜は常に接触した状態となる<sup>(26)(27)</sup>。本研究ではこのようなHDIの方式を、コンタクト記録とよぶこととする。したがって、超高記録密度を達成する次世代の磁気ディスク装置の開発のためには、コンタクト記録においてスライダの安定した走行を実現することが技術的課題となっている。

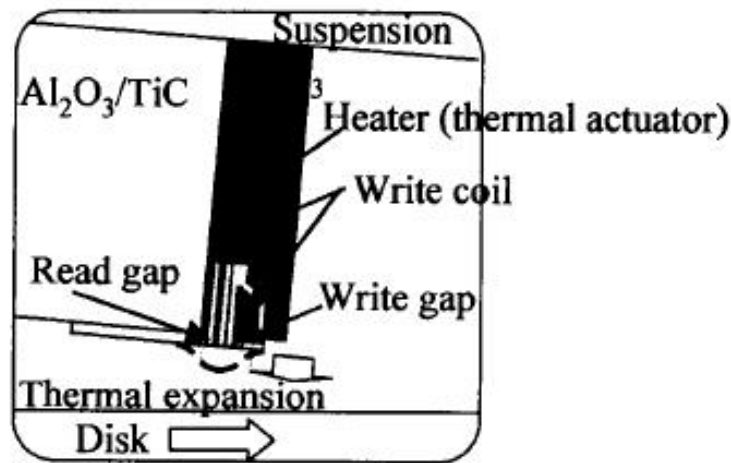
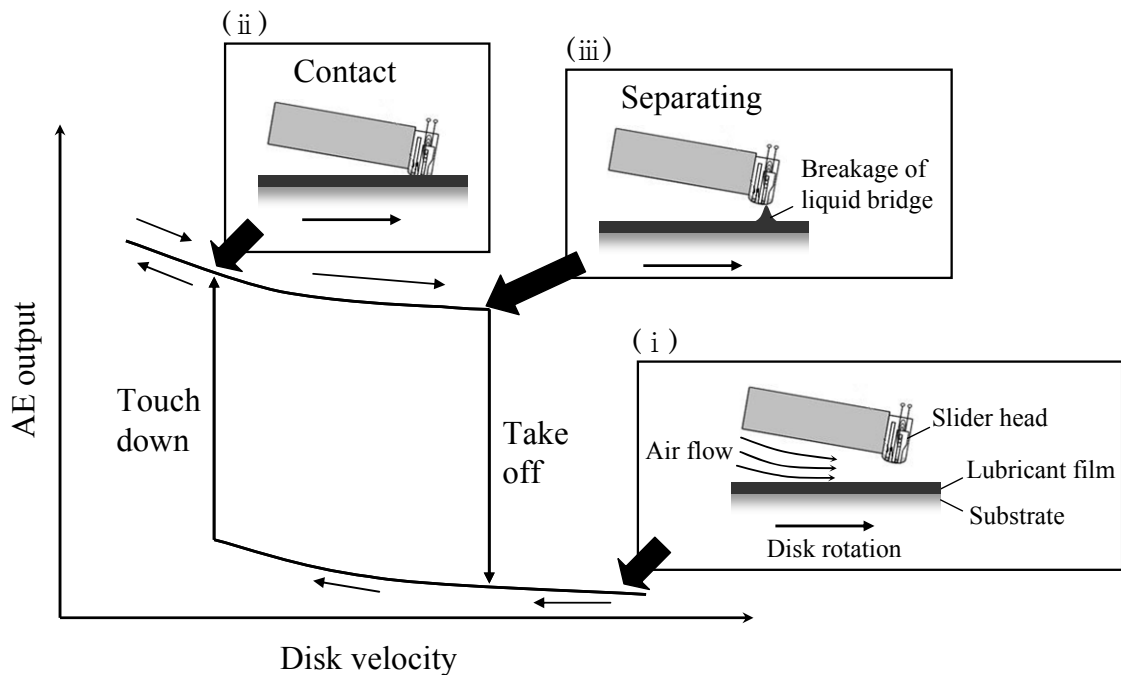


Fig. 1.6 Schematic of dynamic flying height control<sup>(24)</sup>.

ナノ厚さ潤滑膜が塗布された磁気ディスク上を走行するスライダの浮上特性は、実機とほぼ同等の仕様で構成された試験用の磁気ディスク装置によるタッチダウン・テイクオフ試験により評価される<sup>(28)(29)</sup>。図 1.7 は典型的な測定結果の概略図とスライダの浮上走行の様子を模式的に示したものである。横軸はディスクの回転速度を示し、縦軸はスライダ近傍に取り付けられたAE(Acoustic Emission)センサの出力を示す。AEセンサは、スライダとディスクとの固体接触の際に発生する弾性波を検出するものである。すなわち、AEセンサの出力が急増する点はスライダとディスクが接触を開始したことを意味し、さらにその出力値が大きいほどスライダの不安定な走行を表している。これとは反対に、AEセンサの出力が大きな値から急減する点は、固体接触しながら走行していたスライダが安定的な浮上走行に移行したことを意味する。ディスクの回転速度を変化させることで、ヘッドに加わる動圧を制御し、ヘッド-ディスク間の浮上隙間を変化させることができる。図 1.7 に示すように、ヘッドが安定的に浮上走行している状態(図 1.7 中(i)) からディスクの回転速度を上げていくと、スライダにはたらく動圧が小さくなり、ある回転数以下においてAE信号が急増する。すなわち、ヘッドとディスクが接触を開始し、スライダの安定的な走行が困難



**Fig. 1.7 Schematic of measurement of flying characteristic using pin on disk tribometer.**

となる(図 1.7 中(ii)). この現象をタッチダウンとよび、このときのディスクの回転速度をタッチダウン速度とよぶ。タッチダウンが起こった後に、再びディスクの回転速度を上げていくと、ある速度以上においてスライダが再び浮上走行する状態に移行する(図 1.7 中(iii))。この現象をテイクオフとよび、このときの速度をテイクオフ速度とよぶ。タッチダウン速度およびテイクオフ速度はいずれも、ディスクに対して浮上走行するヘッドの安定性の度合いを示す値であり、いずれにおいても低速であるほど低浮上量でのヘッドの安定走行が実現されていることを意味する。また、それらの速度差はスライダヒステリシスとよばれ、ヘッドの浮上特性を測定する指標のひとつとして用いられている。タッチダウンやテイクオフの起こりやすさは、ナノメートルオーダーの微小隙間を介して相対運動するスライダ-ディスク間の相互作用に依存する。したがって、コンタクト記録においてスライダの安定走行を実現するには、スライダ-ディスク間の相互作用を制御する表面設計が重要となる。これまでのタッチダウン・テイクオフ試験の結果から、スライダの浮上特性はとくに液体潤

滑膜の設計に大きく影響されることが見出されている<sup>(28)</sup>。すなわち、液体潤滑剤の種類や膜厚、固定分子と流動分子の割合などにより、タッチダウン速度やテイクオフ速度が顕著に異なる。これは、スライダの安定走行が磁気ヘッドと液体潤滑膜との接触を要因として阻害されることを意味している。磁気ヘッドと液体潤滑膜との接触面積はABS全体に比べると微小であるが、潤滑剤の粘性は空気の粘性に比べ一万倍以上大きい<sup>(30)</sup>ため、空気膜で浮上している状態に比べると磁気ヘッドが潤滑膜をせん断した際にはたらく摩擦抵抗力は急激に増大すると考えられる。また、液体潤滑膜が変形し磁気ヘッドとディスク間に液体架橋を形成することがスライダの走行に悪影響を及ぼす可能性についても指摘されている。コンタクト記録の実現可能性は、磁気ヘッドとの常時接触においてもスライダの安定走行を阻害せず、かつ十分な耐久性を有する液体潤滑膜をいかに設計・実現するかにかかっているといても過言ではない。しかし、現状では磁気ヘッドとの接触しゅう動時におけるナノ厚さ潤滑膜の力学特性については十分に解明されておらず、その測定法さえ確立されていない。

## 1.2 ナノ厚さ液体潤滑薄膜の粘弾性測定

### 1.2.1 コンタクト記録の実現を目指した粘弾性測定

コンタクト記録の実現を目的としたナノ厚さ潤滑膜の力学特性の解明には、まず測定法を確立する必要がある。HDIに用いる液体潤滑剤は、たとえバルク状態ではニュートン流体に近いものでも、ナノ厚さまで薄膜化し微小隙間でせん断された際には粘弾性的な力学応答を示すことがこれまでの研究成果により明らかとなっている<sup>(31)(32)</sup>。したがって、力学特性の測定は潤滑膜のせん断による粘弾性測定が基本となる。さらに、ナノメートルオーダーの厚さの潤滑膜を測定対象とするため、高感度なせん断力検出と、高精度なしゅう動隙間の制御が必須となる。特に、しゅう動隙間の制御においては、ナノ厚さ潤滑膜の厚さが1~2

nmであることから、その十分の一程度の 0.1~0.2 nmの精度が要求される。さらに、磁気ヘッドは磁気ディスク上を高速に走査し、そのせん断速度をせん断率に換算すると  $10^9 \text{ s}^{-1}$ 程度にまで及ぶ。したがって、粘弾性測定においても実際のHDIに近いせん断率領域を達成することが要求条件となる。ナノ厚さ潤滑膜のせん断による粘弾性測定、特にコンタクト記録の実現を目指した測定を達成するためにはこれらの高度な要求を同時に満たした測定方法が必須であるが、従来の測定方法ではそうした要求を満たした測定は原理的に困難であった。従来の測定方法においてのナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定に対する困難性については次項で詳しく述べる。

次に、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性の測定において着目すべき点について以下に述べる。

第一に、潤滑膜を構成する潤滑剤分子の磁気ディスク上における運動性が粘弾性に与える影響を解明することが重要である。バルク状態における粘弾性は主に分子同士の相互作用により決まる分子の運動性に依存している。しかし、本研究で解析の対象としている潤滑膜のように、その厚さが分子の大きさと同程度であるような場合には、基板上の分子の運動性は分子同士にはたらく相互作用だけでなく、分子と基板との間にはたらく相互作用の影響を強くうけると考えられる。また、第 1.1.2 項で前述したように、分子鎖の末端に極性基をもつ潤滑剤分子は基板上に化学的に吸着して固定分子を形成することが知られている。こうした固定分子は、基板に化学吸着していない流動分子に比べて、その吸着末端を基点にして運動性が大幅に抑制される。すなわち、磁気ディスク上に塗布された潤滑膜の粘弾性は、潤滑剤分子と基板との分子間相互作用や、固定分子と流動分子の存在比率に依存すると考えられるため、その影響を解明することが必要である。

第二に、潤滑膜形状の変形による粘弾性への影響の解明が挙げられる。タッチダウン・テイクオフ挙動を決める一つの要因として、液膜の形状が変化することで磁気ヘッドとディスク間に形成される液架橋の影響が考えられる。液架橋の形成は局所的に潤滑膜厚が厚くなることを意味しており、磁気ヘッドと潤滑膜の接触を助長することになる。さらには

空気膜が形成されるはずの隙間が潤滑剤で満たされることになり、摩擦抵抗の急増につながると思われる。したがって、潤滑膜しゅう動時の液架橋の形成とそれが粘弾性に及ぼす影響を解明することが必要となる。

第三に、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性においてせん断率依存性の解明が重要と考えられる。液体の粘弾性はせん断率の影響をうけることが知られている<sup>(33)</sup>。せん断率とは相對運動する2面間の相對速度と距離によって決まる。磁気ディスク装置のHDIにおいては、浮上隙間が数nm、ヘッドとディスクの相對速度が数m/s以上であることから、せん断率は $10^9 \text{ s}^{-1}$ 以上と見積もられる。このような高せん断率でしゅう動された潤滑膜は、非ニュートン流体挙動のひとつとして、せん断率の増加に伴いその粘性係数が低下するシアニング挙動を示すと考えられる<sup>(33)</sup>。また、従来研究により、ナノ厚さの液体膜はバルク状態に比べシアニングが起りやすいと指摘されている<sup>(34)</sup>。磁気ディスク装置の動作中においては、磁気ヘッドは常にディスク半径方向への走査を繰り返す。ディスクはその半径位置によって周速が異なるため、磁気ヘッドによる潤滑膜のしゅう動においてはせん断率が常に変化することとなる。つまり、潤滑膜の粘弾性がせん断率依存性をもつ場合、半径方向の走査によって磁気ヘッドにかかる摩擦抵抗は動的に変動することとなり、スライダの安定走行を阻害する要因となりうる。したがって、コンタクト記録においてスライダの安定走行を実現するためには、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性のせん断率依存性を解明し、その依存性を考慮したHDI設計が必要である。

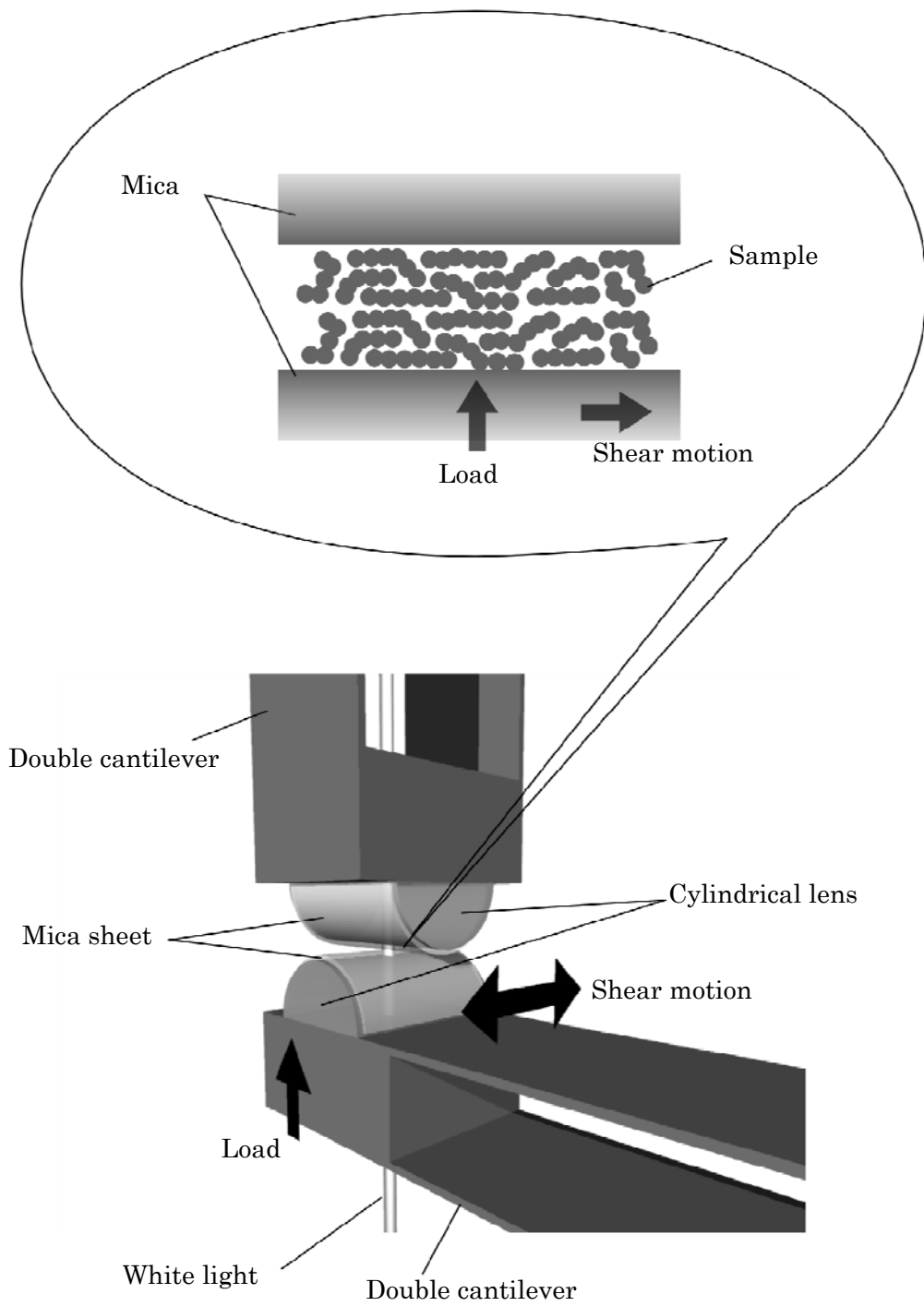
### 1.2.2 従来法とその問題点

固体基板上に塗布された液体薄膜の粘弾性を測定する従来法として、代表的なものについて以下に述べる。それぞれについて、測定法の概略と代表的な結果について述べたうえで、本研究で目的とするナノ厚さ潤滑膜の測定に対する適用性について論じる。

TaborとIsraelachviliらは表面力測定装置(Surface Force Apparatus: SFA)<sup>(35)</sup>を開発し、ナノメ

一トリスケールの微小隙間に介在する液体の動力学的特性について、バルク状態とは大きく異なることを示す先行的な研究を行った<sup>(36)-(43)</sup>。SFAの測定原理を図 1.8 に示す。SFAの最大の特徴の一つは、試料となる液体を閉じ込める固体表面として、雲母表面を利用する点である。雲母の薄片をへき開すると、およそ 1 cm 四方、原子数でいえば 1000 万個以上を並べた長さにわたって、原子レベルで平坦な表面を得ることができる。SFAでは雲母の薄片を張り付けた二つの半円筒レンズを交差させて配置する。一方の表面は平行板ばねによって支持し、それを上下に移動することによって表面間距離を変え、二つの雲母表面間に液体試料を挟み込んで接触させる。液体分子は原子レベルで平滑な二表面間に閉じ込められ、平行板ばねによる垂直荷重により薄膜化される。これにより表面粗さに影響されずに、ナノメートルの隙間に閉じ込められた液体の粘弾性測定が可能となる。垂直荷重によって薄膜化された液体膜に対して、下側の表面を水平方向に駆動し、上側の表面にかかるせん断力を平行板ばねの変位を測定することにより求める。下側表面を正弦的に駆動したときの上側表面の応答を測定すれば、粘弾性の測定が可能となる。また、二表面間の隙間は等色次数干渉法(Fringes of Equal Chromatic Order: FECO)<sup>(44)</sup>を用いて 0.1 nm の分解能で測定できる。FECO法では雲母板の裏側に銀薄膜を蒸着し、接触面に対して垂直方向から白色光を入射する。白色光は銀薄膜の間で多重干渉を起こし、面間の距離に応じてある特定の波長の光だけが反射面を透過する。この透過光を分光器に導入し、等色次数干渉縞のスペクトルを得る。干渉縞の解析から表面間の隙間を求めることができる。また縞の形状が表面の幾何学的形状を反映していることから、表面の曲率や接触面積も知ることができる。Granickらはせん断による粘弾性の測定により、ナノメートルの隙間に閉じ込められた液体薄膜の粘性係数はバルクに比べ数倍から数十倍以上に増加し、非ニュートン挙動を示すことを明らかにした<sup>(40)(45)(46)</sup>。また、粘性係数のせん断速度に対する依存性を測定し、シアシニング挙動が顕在化することを明らかにした<sup>(40) (43)</sup>。以上のように、SFAを用いた測定はしゅう動隙間を高分解能で制御できるだけでなく、しゅう動面の幾何形状や接触面積を知ることが

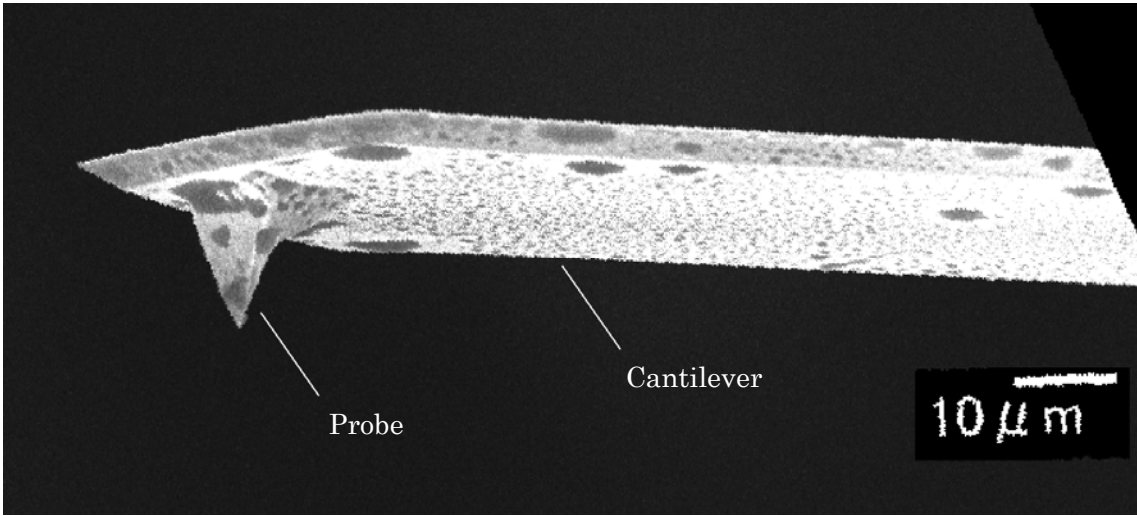




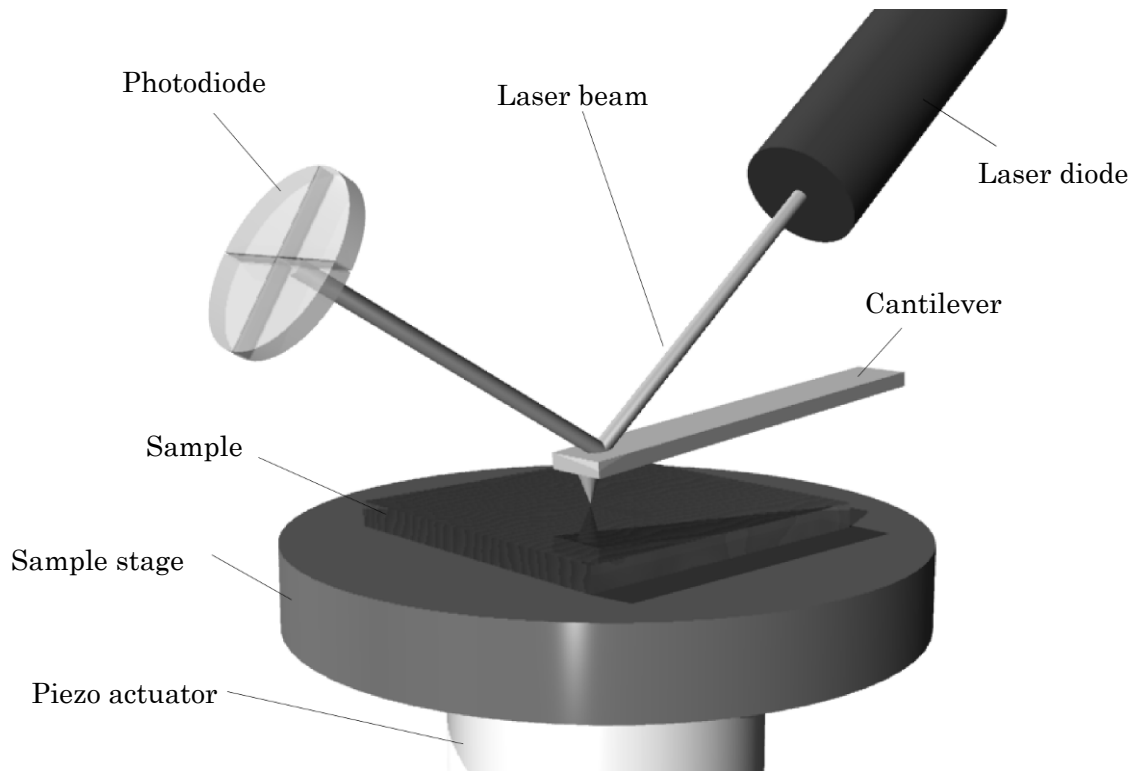
**Fig. 1.8 Schematic of modified SFA for the measurement of lateral force.**

可能であり、ナノメートルオーダーの隙間に閉じ込められた液体の粘弾性測定には非常に有効と考えられる。しかし、固体表面が雲母に限定されるため、潤滑剤分子の磁気ディスク基板への吸着性や固定分子の形成がナノ厚さ膜の粘弾性に与える影響を測定することができない。また、高精度な隙間制御が可能ではあるが、隙間は垂直荷重としゅう動面間に挟まれた液体の発生する反力との釣り合いによって決まるものであるため、任意の隙間を設定したしゅう動実験を行うことはできない。さらに、SFAで用いられるしゅう動子は半径1 cm程度の半円筒レンズと平行板ばねにより構成されており、比較的そのサイズが大きいため高速しゅう動が困難である。また、粘弾性測定における最大の加振周波数は100 Hz程度であるため<sup>(39)</sup>、準静的な測定に限定される。

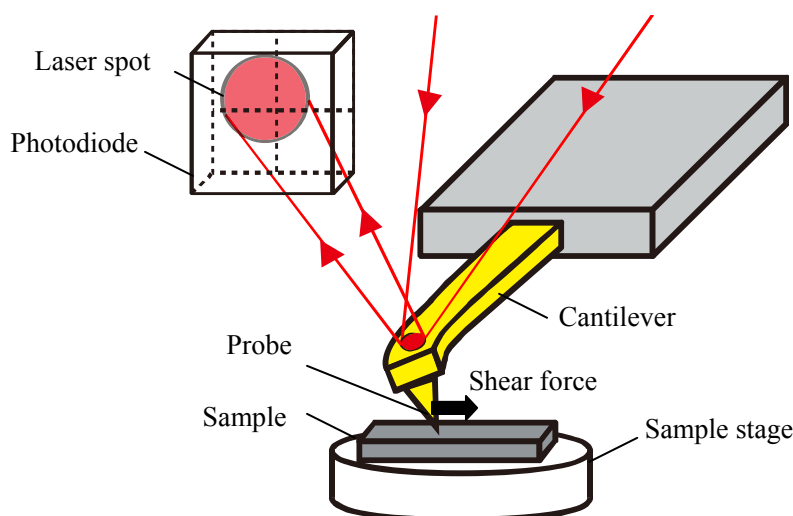
原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope: AFM)<sup>(47)</sup>を応用した摩擦力顕微鏡(Friction Force Microscope: FFM)<sup>(48)</sup>によっても液体薄膜の力学特性の測定が行われる。AFMは、図1.9に示すような微小な片もち梁(カンチレバー)の自由端に、先端径が数ナノメートルの探針を作製したものをを用いる。試料表面に探針を接触させると、カンチレバーは試料面に対して垂直方向にたわみ、垂直力を測定することができる。そしてこのたわみを一定に保つように試料表面を走査することで、試料の表面形状像をサブナノメートルスケールの精度で測定することができる<sup>(49)</sup>。カンチレバーのたわみを高感度に測定するためには、図1.10に示すような光てこ方式とよばれる非接触な測定方法が採用されている<sup>(50)</sup>。光てこ方式ではレーザー光をカンチレバー背面に斜めから入射し、反射光を四分割型フォトダイオードで受光する。カンチレバーがたわむと、反射角が変化するので四分割型フォトダイオード上でレーザースポットが移動する。この移動量を測定することによりカンチレバーのたわみ量を知ることができる。FFMでは、図1.11に示すように試料を走査する探針にはたらくせん断方向の力を、カンチレバーのねじれ量を測定することにより同定する。BhushanらはFFMを用いた研究により、探針の曲率、湿度、温度、せん断速度が基板上に塗布されたPFPE系潤滑剤のトライボロジー特性に及ぼす影響について明らかにした<sup>(51)(52)</sup>。FFMでは、高感



**Fig. 1.9 SEM image of the AFM cantilever.**



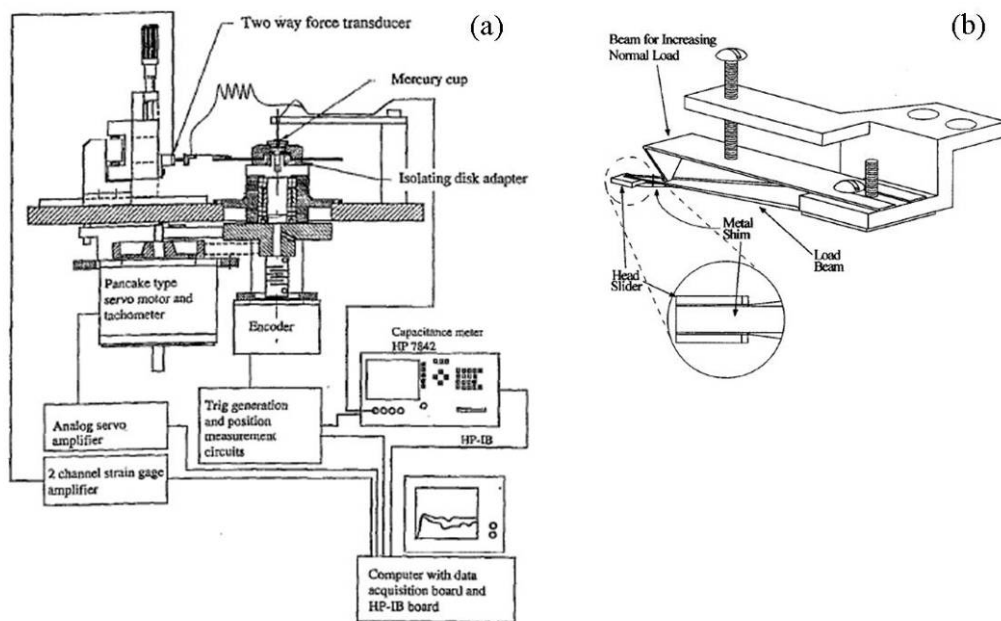
**Fig. 1.10 Optical lever method for the detection of deflection of the AFM cantilever.**



**Fig. 1.11 Schematic of torsion measurement in FFM.**

度な力検出を実現するためにカンチレバーは隙間方向に非常にたわみやすい構造となっているため、プローブ先端と基板との隙間を厳密に設定することができない。例えば、プローブと試料との隙間を変化させたときに、第 1.1.2 節で前述したタッチダウンに相当するプローブ先端と潤滑膜が接触する瞬間や、テイクオフに相当するプローブ先端と潤滑膜が離れる瞬間においては、ジャンプインやジャンプアウトと呼ばれる不連続な隙間変化が起こる<sup>(53)</sup>。ジャンプインやジャンプアウトが起こる隙間領域では、プローブのばね力と潤滑膜の発生する力が非平衡状態にあるため、その間の力学特性やしゅう動隙間を正確に規定することが難しい。したがって、本研究で目的とする測定に適用することは困難であると考えられる。

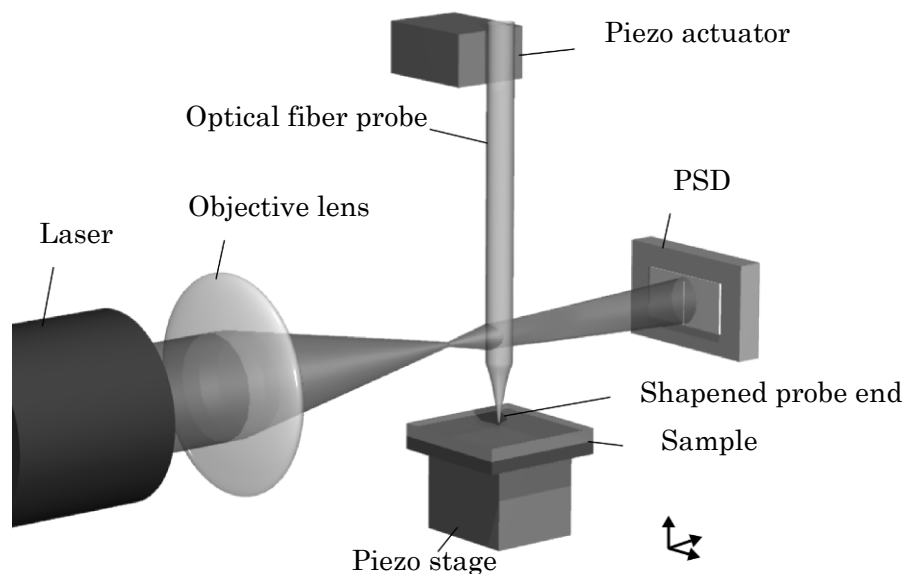
Bhushanらは、独自に開発したピン・オン・ディスク型の試験機を用いて、磁気ディスク上に塗布されたPFPE系潤滑薄膜の粘性係数を測定した<sup>(54)(55)</sup>。測定装置の概略を図 1.12 に示す。しゅう動子と円板の構成はHDIにおける磁気ヘッドと磁気ディスクの構成を模擬したものとなっている。しゅう動子の根元に取り付けられた二軸の歪みゲージにより、その先端に働いた垂直力とせん断力を検出する。しゅう動隙間は静電容量センサにより測定する。ディスクは電気モーター駆動のスピンドルによって高速回転しており、 $10^4 \sim 10^7 \text{ s}^{-1}$ と



**Fig. 1.12 (a) Schematic of Bhushan's viscometer and (b) schematic diagram of modified slider head<sup>(54)</sup>.**

いう実際のHDIの条件に近い高いせん断率でのしゅう動実験が可能である。Bhushanらは磁気ディスク上に塗布された厚さ 50~100 nmの8種類のPFPE系潤滑膜について、粘性係数のせん断速度に対する依存性を測定し、いずれの潤滑剤の場合においてもシアシニングが観測されないことを示した<sup>(55)</sup>。Bhushanらの方法は高せん断率での測定が可能であるだけでなく、基板に磁気ディスクを用いることができ、潤滑剤分子の基板への吸着性がナノ厚さ潤滑膜の粘弾性に与える影響を測定することも可能となる。しかし、しゅう動隙間の測定に静電容量センサを用いているため、ナノメートルオーダの精度は達成されておらず、正確にしゅう動隙間を規定した測定は困難である。

福澤らは、しゅう動子として先端を球面に加工した光ファイバーを用い、高感度なせん断力の検出と同時にナノメートルオーダの厳密なすき間制御を可能とするファイバーウォブリング法(Fiber Wobbling Method: FWM)<sup>(56)-(61)</sup>と呼ばれる測定法を開発した。FWMを模式的に図1.13に示す。FWMでは、 piezoelectric素子を用いて光ファイバプローブを正弦的に加振し、



**Fig. 1.13 Schematic of fiber wobbling method.**

その先端により基板上の液体試料をしゅう動する．プローブのファイバー部分を円筒形レンズとして用いることにより，潤滑膜をしゅう動したときのプローブ先端の振動振幅と位相遅れを検出し，液体試料の粘弾性を得る．試料面に対して垂直に光ファイバープローブを配置するため，プローブの剛性は垂直方向に高く，せん断方向に低くなるために，精密にしゅう動隙間を設定した高感度なせん断力測定が可能となる．せん断力の検出限界は0.1 nNを達成しており，しゅう動隙間の相対的な変位はピエゾステージ (piezo stage) を用いて0.1 nmの精度で調整することができる．FWMではしゅう動隙間を直接測定することができないため，しゅう動隙間の原点，すなわちしゅう動面同士の固体接触が開始した点を検出し，それを隙間が0である点としてピエゾステージの相対的な変位量からしゅう動隙間の絶対値を同定する．これまでに伊藤らはFWMを用いた液体潤滑剤の粘弾性測定により，液体潤滑剤の粘性は隙間の狭小化とともに増加すること，またバルクでは観測されない弾性的な性質が発現することを明らかにした<sup>(56)</sup>．前述したように，FWMでは試料面に対して垂直に光ファイバープローブを配置するため，プローブの剛性は隙間方向に高い．つまり，

しゅう動隙間の相対的な制御精度はピエゾステージの変位分解能と同等となり 0.1 nm程度の高精度を達成している。さらに、FWMでは試料となる固体基板の材料を限定しない。つまり、基板に磁気ディスクを用いることで、潤滑剤分子の磁気ディスクへの吸着性が粘弾性に与える影響を測定することが可能である。また、プローブの大きさがSFAのプローブに比べると一桁小さく、数kHzから数十kHzでの高速しゅう動が可能である<sup>(62)</sup>。コンタクト記録の実現を目指したナノ厚さ潤滑膜の粘弾性の解明においては、FWMの高精度な隙間制御、高感度なせん断力検出、高速しゅう動、基板の種類が限定されない点が他の方法に対して優位な長所であるといえる。

表 1.1 は以上に述べた 4 つ方法について、本研究で目的としているナノ厚さ潤滑膜の測定に対する適用可能性に関してまとめたものである。表中の隙間方向に対する剛性とは、せん断時に液体試料の発生する圧力や、液架橋形成によるしゅう動面間の相互作用の変化に対するしゅう動隙間の変化のしにくさを表す。FWM 以外の方法ではプローブの隙間方向に対する剛性が低く、しゅう動隙間が面間にはたらく隙間方向の相互作用力に依存するために、任意にしゅう動隙間を設定した測定が困難である。また、FWM は高速しゅう動や固体基板として磁気ディスクを用いることができる点においても他の測定法に対して優位性をもつ。したがって、コンタクト記録の実現を目標としたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定には、FWM を用いるのが最も適当であると考えられる。

**Table. 1.1 Characteristics of each measurement methods.**

Measurement method	SFA	FFM	Pin on disk type tester	FWM
Rigidity in the gap direction	Low	Low	Low	High
Share rate	$1 \sim 10 \text{ s}^{-1}$	$\sim 10^3 \text{ s}^{-1}$	$10^4 \sim 10^7 \text{ s}^{-1}$	$10^3 \sim 10^7 \text{ s}^{-1}$
Substrate of sample	Only mica	Not limited	Not limited	Not limited

### 1.2.3 粘弾性測定のための必要条件と課題

前 1.2.2 項で述べたように、コンタクト記録の実現を目的としたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性のためには、FWM が最も適当である。しかし、これまでの FWM をナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定に用いるには、しゅう動隙間制御の同定において以下に述べる 2 つの課題があった。

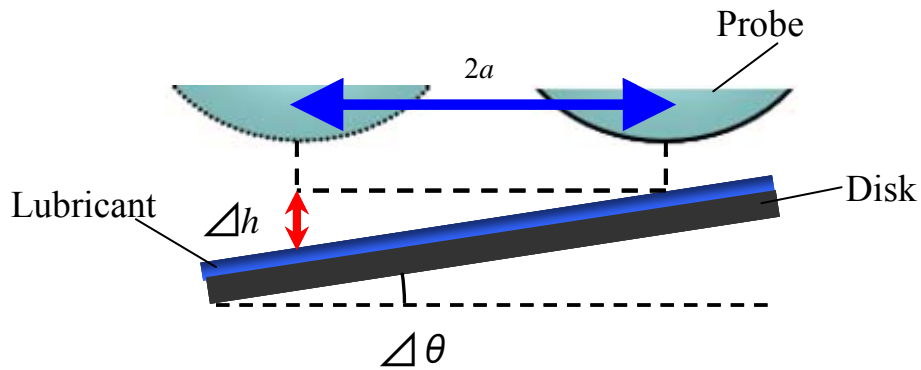
まず 1 点目は、プローブのしゅう動方向の基板に対する傾きによるしゅう動隙間の変動である。基板に傾きがある場合、すなわち、図 1.14 に示したようにプローブのしゅう動方向が基板面に対して平行でない場合、しゅう動隙間はプローブの位置により変動する。しゅう動隙間を一定とした測定を行うには、プローブの軌跡と基板を平行にする必要がある。プローブの振幅を  $a$ 、隙間の変動量を  $\Delta h$ 、プローブのしゅう動方向と基板面のなす角を  $\Delta\theta$  とすると  $\Delta h$  は以下の式で表される。

$$\Delta h = 2a \tan \Delta\theta \quad (1.1)$$

ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定には、隙間制御の精度として 0.1~0.2nm 程度が必要である。FWM を用いた粘弾性測定では、プローブ振幅は通常 50 nm 以下であることから、式(1.1)より平行度の調整には 1 mrad オーダの精度が必須である。しかし、これまでの FWM ではこの調整精度は達成されていない。

もうひとつの課題は、固体接触の検出精度である。FWM においてはしゅう動隙間を直接測定していないため、しゅう動面同士の固体接触が開始した点を検出し、それを隙間の原点と定義としてピエゾステージの相対的な変位量からしゅう動隙間の絶対値を同定する。したがって、しゅう動隙間の絶対値の同定における誤差は、隙間方向に試料を送るピエゾステージの精度と、固体接触の検出精度の両者に起因することとなる。つまり、隙間制御の精度において 0.1~0.2nm を達成するためには、ピエゾステージの分解能と固体接触の検出





**Fig. 1.14 Gap variation due to the tilt of the disk surface to the shearing movement of the probe.**

精度はともに 0.1~0.2nm 程度が必要となる．従来の FWM では，次のようにして固体接触の開始する点(以下では固体接触点とよぶ)を実験的に同定していた．FWM による粘弾性測定では，プローブをピエゾアクチュエータにより一定の振動振幅および振動数で加振して液体試料をしゅう動しながら，準静的にしゅう動隙間を狭小化させる．隙間の狭小化に従い，プローブは液体試料をしゅう動する状態から，基板表面をしゅう動する状態へと移行する．このときプローブにかかる摩擦力が急増するためプローブ先端の振動振幅は急激に減少する．その変化点を検出し，固体接触点と定義する．この方法による固体接触点の同定精度は，振幅の信号の SN 比から 0.8 nm 程度であり，本研究で目的としているナノ厚さ潤滑膜の粘弾性特性の測定に必要と考えられる隙間制御精度を達成していなかった．

以上をまとめると，FWM を用いたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定を行うには，プローブのしゅう動方向と試料表面の平行度のずれをミリラジアンオーダーで調整する方法を確立し，さらに固体接触点を 0.1~0.2 nm の隙間変化に対して高感度に検出する方法を確立することが必要である．

### 1.3 研究目的

超高記録密度を達成する次世代の磁気ディスク装置を開発するためには、HDIにおいてコンタクト記録を実現しなければならない。コンタクト記録では定常動作時においても磁気ヘッドが磁気ディスク上を接触しゅう動することになるため、スライダの安定した走行を達成するには、ヘッドとディスクとの相互作用を理解する必要がある。なかでも、ディスク表面に塗布されたナノ厚さ潤滑膜の接触しゅう動時における力学特性の解明が重要となる。しかし、現状では十分な解明には至っておらず、その測定法さえ確立されていない。HDIに用いる液体潤滑剤は、ナノメートルオーダーの微小な隙間に挟まれた状態でせん断されると、粘弾性的な力学応答を示すことがこれまでの研究成果により明らかとなっている。したがって、力学特性の測定は潤滑膜のせん断による粘弾性測定が基本となる。さらに、ナノメートルオーダーの厚さの潤滑膜を測定対象とするため、高感度なせん断力検出と、高精度なしゅう動隙間の制御が必須となる。とくに、しゅう動隙間の制御においては、潤滑膜の厚さが1~2 nmであることから、その十分の一程度の0.1~0.2 nmの精度が要求される。磁気ヘッドは磁気ディスク上を高速に走査するため、しゅう動速度はせん断率に換算すると $10^9 \text{ s}^{-1}$ 程度にまで及ぶ。したがって、粘弾性測定においても実際のHDIに近いせん断率領域を達成することが要求条件となる。本研究では、これらの要求条件を達成するためにもっとも有力な測定方法と考えられるFWMを用いることとした。FWMでは試料面に対して垂直に光ファイバプローブを配置するため、プローブの剛性は隙間方向に高い。そのため、しゅう動隙間の相対的な制御精度はピエゾステージの変位分解能と同等となり、0.1 nm程度の高精度を達成している。また、その剛性の高さから、しゅう動面間にはらたく隙間方向の相互作用力の影響は無視できるほど小さい。これにより、任意のしゅう動隙間を精確に設定した粘弾性測定が可能となる。さらに、FWMでは試料となる固体基板の材料を限定しないために、基板に磁気ディスクを用いることが可能である。FWMに用いる光ファイバプローブのサイズは直径100  $\mu\text{m}$ 、長さ2~4 mm程度と小さく、その共振周波数を数kHzから

数十kHzと高くすることができるため、高いせん断率での測定が可能である。従来のFWMを用いた研究では、プローブの先端をマイクロメートルオーダーの液滴に完全に浸漬させた状態でしゅう動隙間を狭小化させ、数から数百ナノメートルの隙間に閉じ込められた液体潤滑剤の粘弾性測定が行われてきた。その結果、液体潤滑剤の粘性は数百ナノメートル以下のしゅう動隙間から隙間の狭小化とともに増加し、バルク粘度の最大 30 倍程度にまで至ることが明らかとなった。また数nm以下の隙間では、バルクでは観測されない弾性的な性質が発現し、液体潤滑剤が固体的な力学特性を有することを明らかにした<sup>(67)</sup>。ただし、従来研究のようにプローブの先端が完全に潤滑剤の液滴に浸漬した状態でのしゅう動実験（以下、浸漬しゅう動実験）では、薄膜に特有の力学特性を解明することが困難である。すなわち、第 1.2.1 項で述べたように、コンタクト記録の実現を目指したナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定には、基板表面上での潤滑剤分子の運動性が粘弾性に及ぼす影響を解明することが重要となる。しかし、浸漬しゅう動実験においては、プローブ先端の曲面と基板平面との間に充填された潤滑剤の粘弾性を測定するため、得られる測定結果はプローブ先端の曲率に沿って分布をもつしゅう動隙間においてせん断された潤滑剤の平均的な力学応答を反映するものとなる。すなわち、たとえプローブ最下点と基板との隙間が 1~2 nmとナノ厚さ膜の膜厚と同程度であったとしても、最下点より離れた場所では膜厚以上のしゅう動隙間となり、そこでせん断される潤滑剤の力学応答も含むこととなる。したがって、基板表面上での分子の運動性が顕著に影響するような薄膜の粘弾性を測定することができない。また、浸漬しゅう動実験ではしゅう動隙間に完全に潤滑剤が充填されているために、液架橋の形成のような気体-液体界面の変形に起因する力学応答の変化を測定することはできない。つまり、第 1.2.1 項で挙げたコンタクト記録の実現を目指したナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定には、浸漬しゅう動実験ではなく、基板表面に塗布されたナノ厚さの薄膜を対象とした粘弾性測定を実現することが必須である。しかし、従来のFWMにおいては、しゅう動隙間の絶対値の同定精度において 0.1~0.2 nmを達成できておらず、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測

定は困難であった。

そこで本研究ではまず、従来用いられてきた FWM に、課題を克服する新たな計測法を導入することで 0.1~0.2 nm の精度でしゅう動隙間を同定可能にすることを目的とした。具体的な課題としては以下の 2 点が挙げられる。

- プロブのしゅう動方向と試料表面の平行度をミリラジアンオーダーの精度で調整する方法を確立すること。
- しゅう動隙間の原点となる固体接触点を 0.1~0.2 nm の隙間変位に対して高感度に検出可能とする方法を確立すること。

開発した計測法の導入により、0.1~0.2 nm の精度でしゅう動隙間の制御を達成し、FWM によるナノ厚さ液体潤滑膜の粘弾性測定を実現する。さらに、確立した計測法を用いて具体的にコンタクト記録の実現のキーとなる以下の 3 点に着目した粘弾性測定を行う。

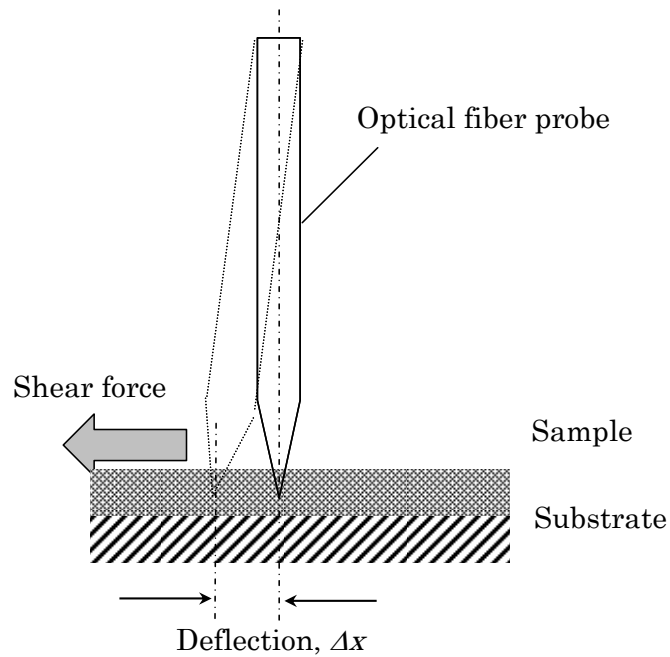
- 潤滑剤分子のディスク表面における分子運動性が、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性に与える影響を解明する。
- 潤滑膜をしゅう動した時の液架橋の形成と、それが粘弾性に及ぼす影響を解明する。
- 実際の HDI におけるせん断率  $10^9 \text{ s}^{-1}$  に近いせん断率領域において、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性のせん断率依存性を解明する。

## 第2章 ファイバーウォブリング法

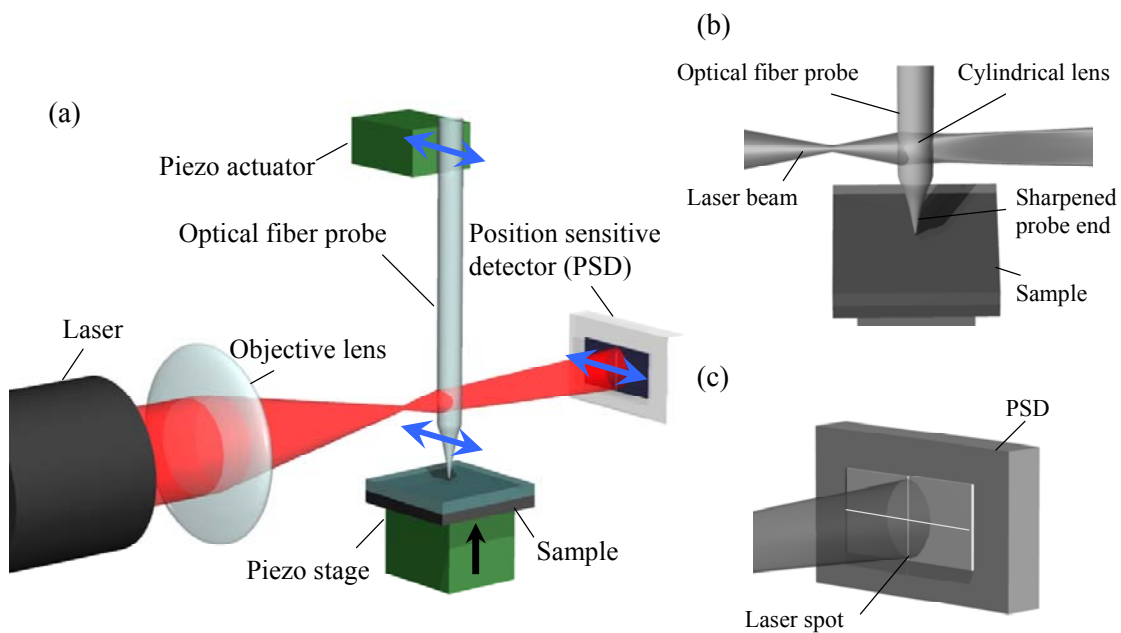
### 2.1 測定のコンセプト

ファイバーウォブリング法は、しゅう動プローブとして先端を加工した光ファイバーを使用する。プローブを試料面に対して垂直に配置し面内方向に相對運動させて、その先端で試料表面をしゅう動する。その時のプローブのたわみ量を測定することにより、プローブ先端にはたらくせん断力を検出する（図 2.1）。試料面に対して垂直に配置したプローブは、隙間方向には剛性が高く面内方向にはたわみやすいため、高感度なせん断力検出と高精度な隙間制御の両立が可能となる。プローブのたわみ量の測定には、プローブの側面を円筒レンズとして利用する。具体的には図 2.2(a)に示すように、プローブの振動面に対して垂直方向からレーザー光を入射し、プローブの側面部によって集光させて、光位置センサ (Position Sensitive Detector: PSD) 上にレーザースポットを形成する(図 2.2(b) (c))。プローブがたわむと、レーザースポットも移動するので、プローブのたわみ量は PSD 上のレーザースポットの位置より測定することができる。基板上に塗布された液体潤滑膜の粘弾性測定においては、プローブを正弦的に加振して、その先端で潤滑膜をしゅう動する。レーザースポットの動きから検出したプローブ先端の振動の振幅変化ならびに位相変化から、液体潤滑膜の粘弾性を得る。粘弾性測定の詳細については第 2.4 節で述べる。光ファイバープローブの拡大観察像を図 2.3 および 2.4 に示す。図 2.3 は先端の曲率半径が約 100  $\mu\text{m}$  のものであり、図 2.4 は曲率半径が約 8  $\mu\text{m}$  のものである。ファイバー部分の直径は約 100  $\mu\text{m}$  であり、長さは 2~5 mm 程度のものを使用する。プローブの固有振動数は数 kHz から数十 kHz と高いため、高周波数領域の粘弾性測定が可能となる。先端曲率半径が大きなプローブを用いると、プローブと試料との接触面積が増大するため、高感度な測定が可能となる。一方、先端曲率半径が小さいプローブを用いると、プローブ先端にはたらくせん断力は小さくな

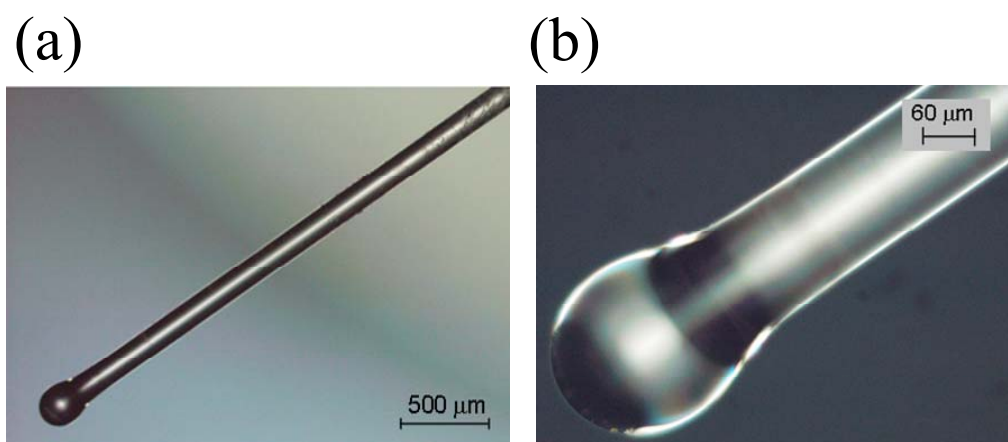
るものの試料表面の局所領域の粘弾性が測定可能となる。また、本研究で新規に提案する固体接触検出法では、先端曲率半径の小さいプローブが高感度検出に必須となる(第 3.3 節に詳述)。



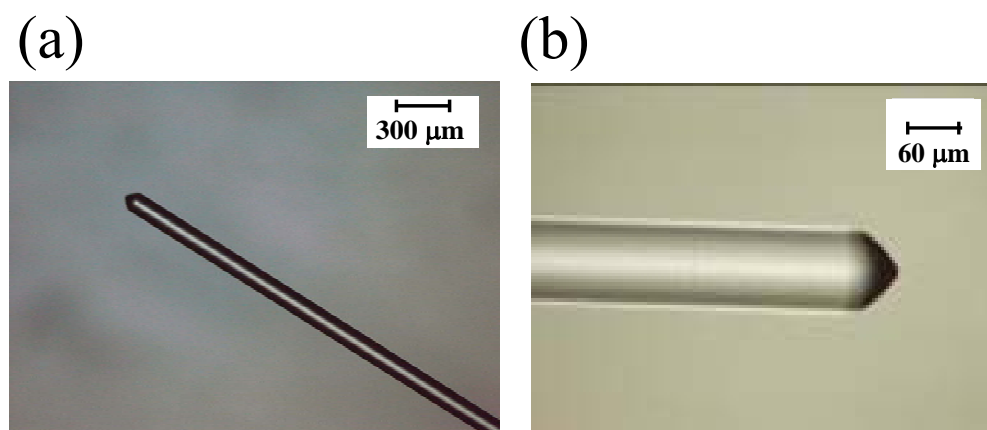
**Fig. 2.1 Concept of the fiber wobbling method.**



**Fig. 2.2 (a) Schematic of fiber wobbling method and (b) around the probe tip and (c) magnified image of the laser spot on the position sensitive detector.**



**Fig. 2.3** Micrographs of (a) side view of the optical fiber probe, (b) magnified side view of the end ball.



**Fig. 2.4** Micrographs of (a) side view of the optical fiber probe, (b) magnified side view of the end cone.

## 2.2 せん断力測定

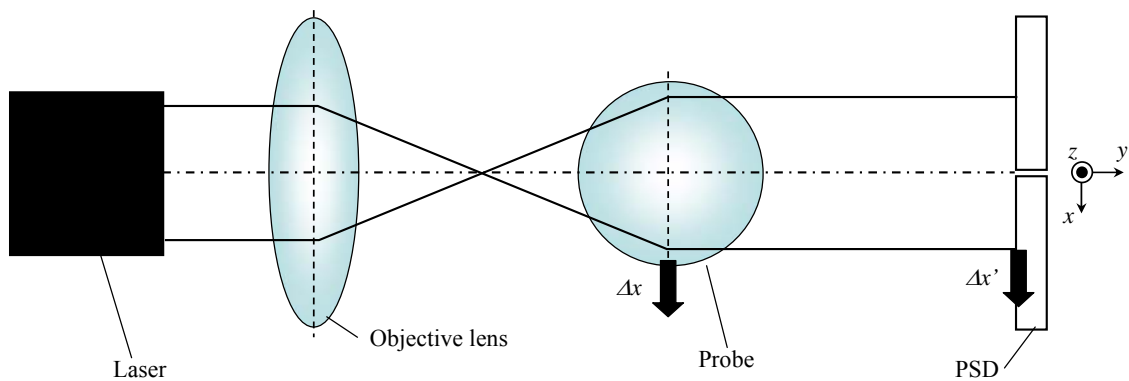
ファイバーウォブリング法において、試料をしゅう動したときにプローブ先端にはたらくせん断力はプローブのたわみ量を測定することによって同定する。本節では、たわみ量の測定法についての詳細と、せん断力の検出限界について述べる。第2.1節で述べたように、プローブのたわみ量はファイバーを円筒レンズとして利用した光学的な手法により測定す

る。図2.5にはプローブの軸方向からみたときの光学系を示す。図2.5中  $x$ ,  $y$ ,  $z$  軸は、それぞれプローブのたわみ方向、光学系の光軸方向、プローブの軸方向を示す。 $x$  軸、 $z$  軸の原点は光位置検出器(PSD)の中心とする。光軸方向からみたPSD上でのレーザースポットの動きを模式的に図2.6に示す。図2.6(a)はレーザースポットが変位する前の状態、つまりPSDの中心にレーザースポットが位置している状態を示し、図2.6(b)は変位した後の状態を示す。光ファイバプローブのファイバー部分を円筒レンズとして用いるため、レーザー光は  $x$  軸方向のみに集光され  $z$  方向には集光されない。そのため、図2.6に示すようにレーザースポットは  $z$  軸方向を長軸とする楕円形状となる。本研究で用いたPSDは四分割型のものであり、四つの隣接する四角形のフォトダイオード(図2.6中のa~d)から構成される。光ファイバプローブ先端が  $\Delta x$  変位したときの、PSD上のレーザースポットの変位を  $\Delta x'$  とすると、図2.6に示すように左半分のフォトダイオード(aとc)におけるレーザーの照射面積は  $\Delta S$  だけ減少し、同じ面積分だけ右半分のフォトダイオード(bとd)では増加する。四つのフォトダイオードからの出力をそれぞれ  $I_a \sim I_d$  とすると、PSD上でのレーザースポットの変位は、PSDを構成する左半分のフォトダイオードと右半分のフォトダイオードそれぞれからの信号出力の差分  $\Delta I_x = (I_a + I_c) - (I_b + I_d)$  として得られる。同様に、上下のフォトダイオードからの出力差  $\Delta I_z = (I_a + I_b) - (I_c + I_d)$  から、レーザースポットの  $z$  軸方向の変位も測定可能である。ただし、 $\Delta I_z$  は第3.2節に後述する平行度調整に用いるのみであり、せん断力測定には必要としない。左右のフォトダイオードからの光電流の差  $\Delta I_x$  と光ファイバプローブ先端の変位  $\Delta x$  の関係は次式(2.1)のように表される<sup>(63)</sup>。

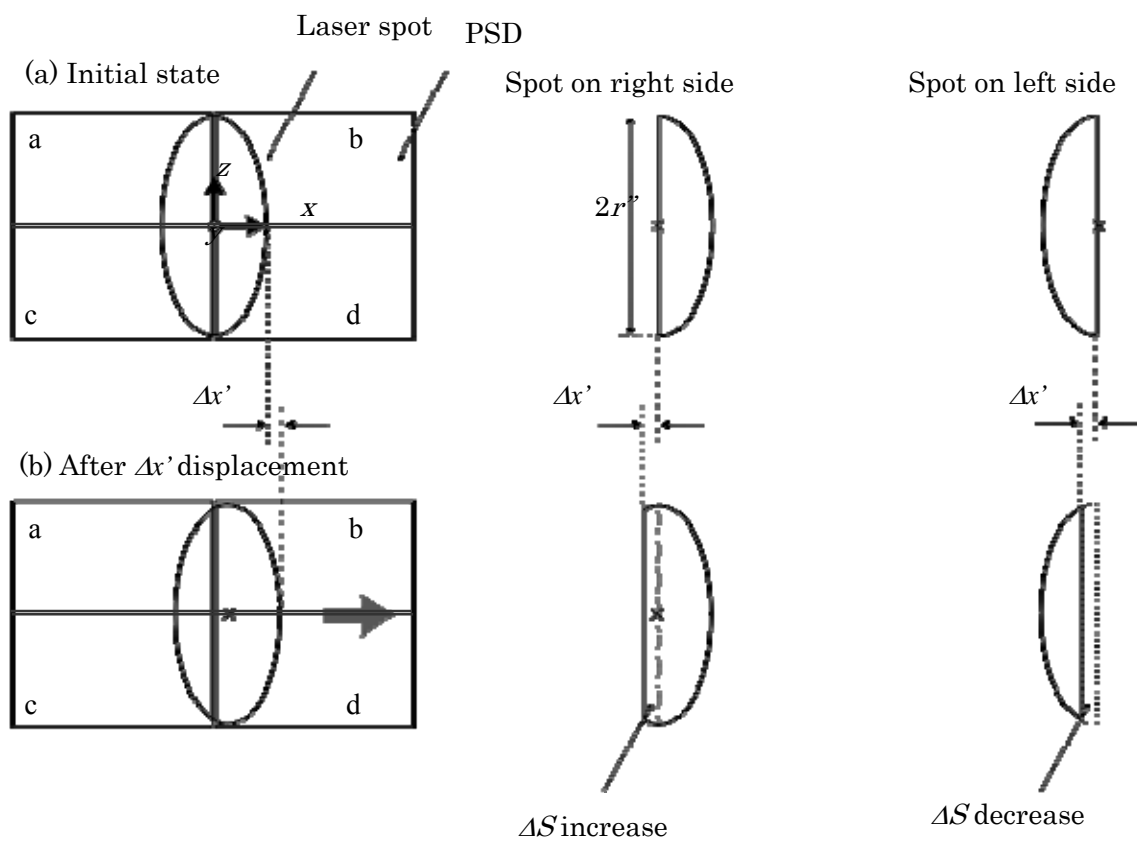
$$\Delta I_x = 2s \cdot \frac{\alpha NP}{0.61\lambda} \cdot \Delta x \quad (2.1)$$

ただし、 $\alpha$ は次式(2.2)で表される。





**Fig. 2.5 Optical system of the probe deflection measurement using the end ball as a micro lens.**



**Fig. 2.6 Schematic of the displacement of laser spot on the position sensitive detector.**

$$\alpha = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \operatorname{erf}(\sqrt{2}) \quad (2.2)$$

ここで、 $s$ はPSDの感度、 $P$ はレーザースポット全体の光強度の合計、 $\lambda$ はレーザの波長、 $N$ は対物レンズの開口数を表す。また、 $\operatorname{erf}$ は誤差関数を意味する。本変位測定法においてはPSDで検出するレーザ光の強度が比較的大きいので、ショットノイズが熱雑音や暗電流に比べ支配的になる。一般に、ショットノイズは次式により表される<sup>(64)</sup>。

$$I_n = \sqrt{2Pbqs} \quad (2.3)$$

ここで $b$ 、 $q$ はそれぞれPSDからの出力電流を検出する電子回路の帯域、電子電荷を表す。式(2.1)および(2.3)から本変位測定法における信号対雑音比(Signal to Noise Ratio: SNR)は以下のように表される。

$$\operatorname{SNR} = \frac{\Delta I_x}{I_n} = \frac{2sP_{center}\Delta x}{\sqrt{2Pbqs}} = \frac{2\alpha N}{0.61\lambda} \sqrt{\frac{Ps}{2bq}} \Delta x \quad (2.4)$$

$\operatorname{SNR}=1$ となる $\Delta x$ の値を $\Delta x_{min}$ とすると、 $\Delta x_{min}$ 理論的な最小検出限界を与える。例えば、代表的な値として $N=0.25$ 、 $P=3\times 10^{-3}$  W、 $s=0.65$  A/W、 $b=10$  kHz、 $\lambda=633$  nmを式(2.4)に代入すると、 $\Delta x_{min}=0.002$  nmとなる。したがってばね定数が $k=10$  N/mのとき、せん断力の理論的な最小検出限界は0.02 nNと見積もられる。伊藤らは図2.5に示した変位測定のための光学系について、最小の検出限界を達成するための最適設計を行った<sup>(58)</sup>。その結果、実験的に0.01 nmオーダーの最小検出限界を達成した。これは、ばね定数を $k=10$  N/mとしたとき、せん断力の最小検出限界として0.1 nNを実験的に達成したといえる。

潤滑膜のしゅう動において、プローブの先端の曲率半径が小さくなると、潤滑膜との接

触面積が小さくなるためにプローブにはたらくせん断力が小さくなる。プローブにはたらくせん断力が力検出感度を下回った場合、潤滑膜の粘弾性測定が困難となる。そこで、せん断力測定における力検出感度の観点から、先端曲率半径の下限について以下に検討する。まず、プローブ先端と潤滑膜の接触面積 $S_L$ については、膜厚 $h_L$ の液膜に対して十分大きい半径 $R$ を有する球が浸漬している状態を考えると近似的に次式(2.5)で表される。

$$S_L = 2\pi R h_L \quad (2.5)$$

潤滑膜の減衰係数を $c_f$ とすると、潤滑膜のしゅう動においてプローブにかかる力 $F$ は半径 $R$ を用いて次式で表される。

$$F = c_f v = \frac{S_L \eta v}{h} = \frac{2\pi R h_L \eta v}{h} \quad (2.6)$$

ここで、半径 $R$ は膜厚 $h_L$ に比べ十分に大きく、潤滑剤は平板-平板間の表面積 $S_L$ の領域に充填されているものと仮定した。また、 $v$ はしゅう動速度、 $h$ は平板-平板間の隙間、 $\eta$ は潤滑剤の粘度を表す。典型値として $v = 1 \times 10^{-3}$  m/s、 $\eta = 0.05$  Pas、 $h = 1 \times 10^{-9}$  m、 $h_L = 2 \times 10^{-9}$  mとし、 $F$ にFWMにおいて実験的に達成されたせん断力の最小検出限界 $1 \times 10^{-10}$  Nを代入すると、その場合の先端曲率半径 $R$ は $1.6 \times 10^{-6}$  mと求められる。すなわち、本研究で測定の対象となる潤滑膜の力学応答を検出するためには、 $1.6 \times 10^{-6}$  m以上の先端曲率半径が必要となる。本研究で主に用いるプローブの先端曲率半径は8  $\mu\text{m}$ であり、せん断力の検出感度の観点からは、ナノ厚さ液体潤滑膜の力学特性の測定に必要な条件を十分に満足するものである。

## 2.3 しゅう動隙間の制御

FWM におけるしゅう動隙間の制御方法について述べる。図 2.7 に示すように、FWM では光ファイバプローブを試料面に対して垂直に配置し、プローブが垂直力に対しては剛性が高く、せん断力に対してはたわみやすい状態にすることで、隙間を精密に制御した高感度なせん断力測定が可能となる。ただし本測定法では、サブナノメートルオーダーの隙間制御を目的としているので、垂直力によるプローブの微小な変形の影響が無視できない可能性がある。そこで本節では、プローブの垂直方向への変形量を見積もり、隙間制御の分解能について検討する。また、垂直力が大きいと座屈する可能性もある。そこで、光ファイバプローブの座屈荷重を見積もり、垂直力と比較して座屈が発生する可能性についても検討する。

図2.7に示すように液体中で球が平板上を平行方向に運動したとき、球と平板間に流入する液体の非圧縮性によってはたらく垂直方向の力  $F_z$ 、すなわち負荷容量は次式により計算することができる<sup>(65)</sup>。

$$F_z = \frac{3\pi\nu\eta}{5} \sqrt{\frac{(2R)^3}{h}} \quad (2.7)$$

ここで  $\nu$  は球の速度、 $\eta$  は潤滑剤の粘性係数、 $R$  は球の半径、 $h$  は球と平板との隙間を表す。プローブ先端の球面が潤滑膜をしゅう動する場合を想定して、球の半径にプローブ先端の曲率半径(8  $\mu\text{m}$ )を適用し、潤滑剤の粘性係数の典型値として  $\eta = 0.1 \text{ Pas}$  とすると、速度  $\nu = 1 \times 10^{-3} \text{ m/s}$ 、しゅう動隙間  $h = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$  のとき、 $F_z = 3.8 \times 10^{-7} \text{ N}$  となる。プローブの長さを  $l$ 、垂直力によるプローブの垂直方向の変形量を  $\Delta l$ 、ガラスのヤング率を  $E$ 、プローブの円筒部分の直径を  $d_p$  とすると、フックの法則から垂直力  $F_z$  と変形量  $\Delta l$  の関係は次式により表される<sup>(66)</sup>。

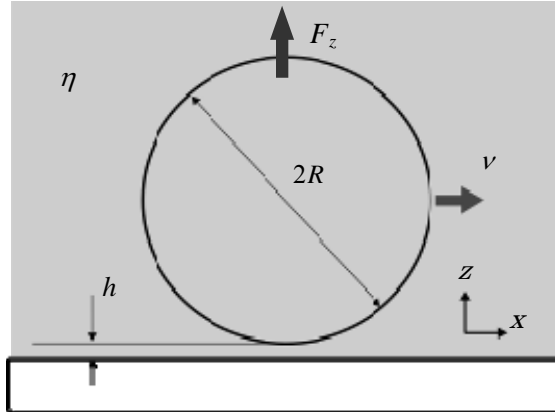


Fig. 2.7 Sphere moving parallel to the flat surface.

$$\Delta l = \frac{F_z l}{(\pi d_p^2 / 4) E} \quad (2.8)$$

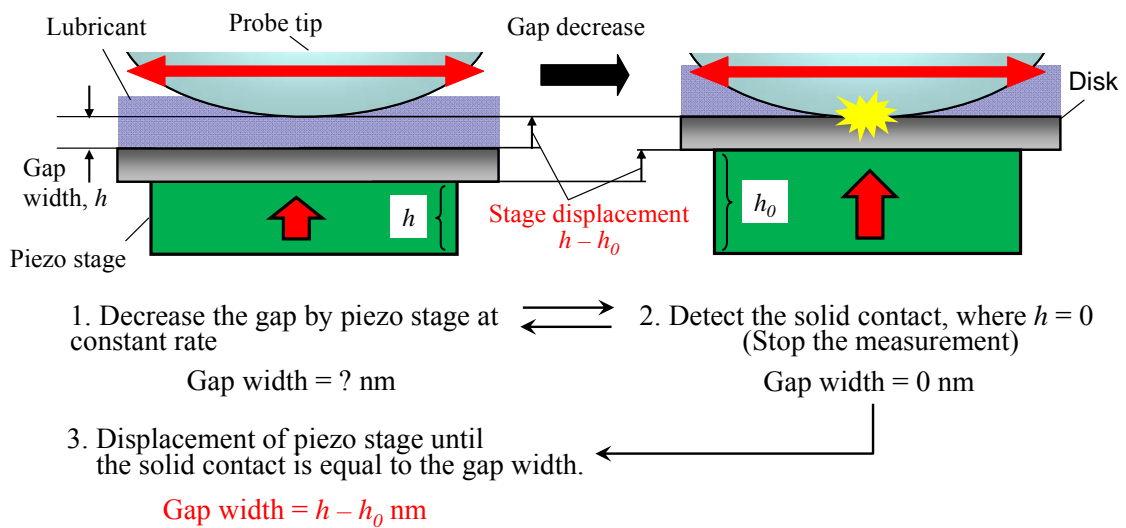
典型値として  $l = 4 \times 10^{-3}$  m,  $d_p = 100 \times 10^{-6}$  m,  $E = 8 \times 10^{10}$  N/m<sup>2</sup> とすると,  $F_z = 3.8 \times 10^{-7}$  N の垂直力がはたらいたときの変形量  $\Delta l$  は 0.1 nm となる. したがって, 使用する光ファイバプローブの長さを 4 mm 以下にすれば, プローブの垂直方向の剛性は十分に高く, サブナノメートルオーダーの隙間制御が可能であるといえる. ただし, 高感度なせん断力検出のためには, プローブの長さをできる限り長くし, ばね定数を小さくすることが必要となる. 本研究では, ナノ厚さの潤滑膜を測定対象としており, 高感度なせん断力検出も必要とされるため, 使用するプローブの長さは高精度な隙間制御に許容される最大の長さである 4 mm とすることとした.

次に, 光ファイバプローブの座屈について考える. 座屈荷重  $F_c$  は次式により求められる<sup>(66)</sup>.

$$F_c = C \frac{\pi^2 EI}{l^2} \quad (2.9)$$

ここで  $C$  は末端条件係数,  $I$  は断面二次モーメントを表す. 末端条件係数  $C$  は光ファイバプローブのように上端固定, 下端自由の場合  $C = 0.25$  となる. 典型値として  $l = 4 \times 10^{-3}$  m,  $d_p = 100 \times 10^{-6}$  m,  $E = 8 \times 10^{10}$  N/m<sup>2</sup> とすると, 式(2.9)から座屈荷重は  $F_c = 4.8 \times 10^{-1}$  N となる. 負荷容量による垂直力は  $F_z = 3.8 \times 10^{-7}$  N 程度であり, 座屈が発生する荷重に比べ六桁も小さい. したがって, 本研究で想定する潤滑膜のしゅう動実験においては, 負荷容量によるプローブの座屈は起こらず, 隙間制御には影響しないと考えられる.

FWM ではプローブを固定し, 試料をピエゾステージに搭載して, プローブ先端と試料表面との距離を制御する(図 2.2). ピエゾステージは入力した電圧に比例した変位を発生し, その分解能は 0.05 nm である. 本研究で用いたピエゾステージのキャリブレーション方法, およびその制御精度の同定方法については第 2.5.3 項で詳しく述べる. プローブの長さを 4 mm 程度とすると, 本節冒頭で述べたように潤滑膜をしゅう動した時のプローブの垂直方向のたわみ量は十分に小さいため, ピエゾステージの変位量がしゅう動隙間の変化量に等しいと見なすことができる. すなわち, サブナノメートルオーダーの分解能をもつピエゾステージを用いることにより, しゅう動隙間をサブナノメートルオーダーで制御することが可能となる. ただし, FWM では, しゅう動隙間の直接的な測定は困難であるため, しゅう動面同士の固体接触が開始した点(以下, 固体接触点とよぶ)を実験的に検出し, これをしゅう動隙間がゼロとなる原点としてピエゾステージの伸長量からしゅう動隙間の絶対値を同定する. すなわち, 任意のしゅう動隙間で粘弾性測定を行う前もしくは後のいずれかにおいて, 隙間の原点を決めるために固体接触が起こるまで隙間を狭小化する必要がある. そこで, FWM を用いた粘弾性測定では, 図 2.8 に模式的に示すように, プローブが基板と離れた状態から隙間を一定速度で準静的に狭小化し, 固体接触が起こるまでのプローブ先端の振幅変化および位相遅れを連続的に測定する. 固体接触を原点としたピエゾステージの変位量から各時点におけるしゅう動隙間を同定し, その点で測定された振幅変化と位相遅れから



**Fig. 2.8 Procedure of the determination of gap widths in FWM.**

粘弾性を得る。同様の測定は、隙間を拡大する過程においても可能である。すなわち、プローブ先端と基板が完全に接触した状態から、ピエゾステージによりプローブを一定速度で基板から引き離し、その過程におけるプローブ先端の振幅変化と位相遅れを連続的に測定する。これらの実験手順に依れば、しゅう動隙間の同定精度はピエゾステージの分解能と、隙間の変化に対する固体接触の検出感度に依存する。本研究では 0.1~0.2 nm 程度の精度でしゅう動隙間を同定することを目標としているため、ピエゾステージの分解能と固体接触の検出感度ともに同程度の精度が必要となる。ピエゾステージにはフィードバック制御可能な市販の高精度ステージを用いることで実験的に 0.1 nm オーダの分解能が達成可能である。ただし、固体接触の検出精度については、第 1.2.3 項で述べたように、従来の FWM では 0.8 nm 程度の精度しかなく、厚さ 2 nm 程度の潤滑薄膜の測定には不十分であった。そこで本研究では、0.1~0.2 nm 程度のしゅう動隙間変化に対して高感度に固体接触を検出する新しい方法を確立した。詳細は第 3.3 節に述べる。また、プローブのしゅう動方向が基板面に対して平行でない場合、しゅう動隙間はプローブの位置により変動する。しゅう動隙

間を一定とした測定を実現するためには、しゅう動方向と基板面との平行度を調整する必要がある。本研究では、平行度を 1 mrad のオーダーで調整可能な方法を確立し、プローブの振動振幅が 50 nm の時の隙間変動量を 0.1~0.2 nm 程度に抑制することが可能となった。平行度調整の詳細は第 3.2 節に述べる。

## 2.4 粘弾性測定

本節では、FWMを用いた粘弾性の測定方法について述べる。潤滑膜をしゅう動する光ファイバプローブを図 2.9 に示すようにばね・質点・ダンパの 1 自由度の振動系と仮定し、振幅を  $F_0$ 、角振動数を  $\omega$  とする外力  $F_0 e^{i\omega t}$  で加振した場合の運動方程式は、プローブの先端の位置を  $x$ 、質量を  $m$ 、減衰係数を  $c$ 、ばね定数を  $k$  とし、接触しゅう動する液体試料の減衰係数を  $c_f$ 、弾性定数を  $k_f$  とすれば、以下のように表される。

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + (c + c_f) \frac{dx}{dt} + (k + k_f)x = F_0 e^{i\omega t} \quad (2.10)$$

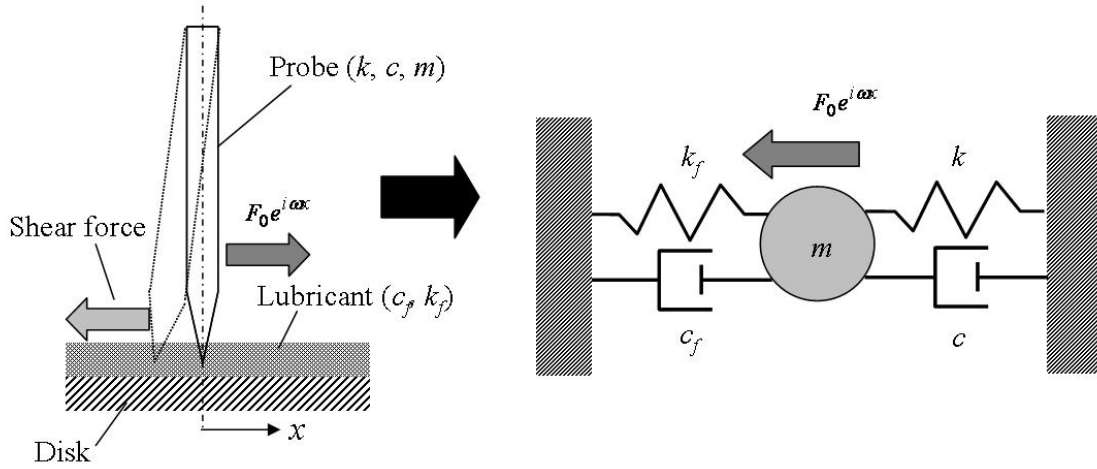
この方程式の強制振動解は、次式で与えられる。

$$x = a \cos(\omega t - \delta) \quad (2.11)$$

ここで、 $a$  は振幅、 $\delta$  は位相であり、それぞれ次式で表される。

$$a = \frac{F_0}{\left[ \left( (k + k_f) - m\omega^2 \right)^2 + \omega^2 (c + c_f)^2 \right]^{1/2}} \quad (2.12)$$





**Fig. 2.9 Mechanical model for the fiber wobbling measurement.**

$$\delta = \tan^{-1} \left( \frac{\omega(c+c_f)}{(k+k_f)-m\omega^2} \right) \quad (2.13)$$

式(2.12), (2.13)から減衰係数  $c_f$ , 弾性定数  $k_f$  を求めると次式を得る.

$$c_f = \frac{F_0 \sin \delta}{a\omega} - c \quad (2.14)$$

$$k_f = \frac{F_0 \cos \delta - a((k+k_f)-m\omega^2)}{a\omega} - k \quad (2.15)$$

右辺の  $\omega$ ,  $c$ ,  $k$  は既知であるので,  $a$ ,  $\delta$  を測定すれば, この式より減衰係数  $c_f$ , 弾性定数  $k_f$  として潤滑膜の粘弾性を定量的に求めることができる.

ただし, 上述のように算出される  $c_f$  および  $k_f$  は, 潤滑剤としゅう動面の接触面積やしゅう動隙間といったしゅう動面の幾何学的な形状の効果も含んだ値である. 潤滑剤の粘弾性を物性値である粘性係数や弾性係数として定量的に求める方法について以下に述べる. しゅう動する二面間に充填された潤滑剤の粘性係数を  $\eta$  とすると, 減衰係数  $c_f$  と  $\eta$  の関係は

次式で表される。

$$\eta = \frac{c_f}{\Omega} \quad (2.16)$$

ここで $\Omega$ はしゅう動面の幾何形状から決まる幾何パラメータである。つまり式(2.16)が示すように、物性値である粘性係数 $\eta$ が求めれば、任意のしゅう動面について、その面に固有の $\Omega$ と粘性係数 $\eta$ の積より、減衰係数 $c_f$ を知ることができる。潤滑剤が粘性と弾性を合わせもつような場合、その動的特性を測定するためには、見かけの粘性係数 $\eta_{\text{eff}}$ を次式のように複素粘性係数で表す<sup>(33)</sup>。

$$\eta_{\text{eff}} = \eta' - i\eta'' \quad (2.17)$$

$\eta'$ は動的粘性係数とよばれる。 $\eta''$ には正式な邦名が定まっていないため、ここでは動的弾性係数とよぶことにする。式(2.16)、(2.17)を用いると、式(2.14)、(2.15)から次式を得る。

$$\eta' = \frac{c_f}{\Omega} = \frac{F_0 \sin \delta}{a\omega\Omega} - \frac{c}{\Omega} \quad (2.18)$$

$$\eta'' = \frac{k_f}{\Omega} = \frac{F_0 \cos \delta - a\left((k+k_f) - m\omega^2\right)}{a\omega\Omega} - \frac{k}{\Omega} \quad (2.19)$$

ここで、動的粘性係数 $\eta'$ と動的弾性係数 $\eta''$ の示す意味について考える。潤滑剤に次式(2.20)に示すような周期的なひずみが作用する場合、発生する応力は次式(2.21)のように表される。

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin \omega t \quad (2.20)$$

$$\tau(t) = \gamma_0 (\omega\eta'' \cdot \sin \omega t + \omega\eta' \cdot \cos \omega t) \quad (2.21)$$

式(2.21)より,  $\eta''$  はひずみと同位相ではたらく応力成分に寄与し,  $\eta'$  はひずみに対して位相が  $\pi/2$  進んだ応力成分に寄与することがわかる. つまり, 粘弾性をもつ液体をしゅう動した際にはたらく抵抗力において,  $\eta''$  は弾力的な力応答を示す成分の寄与を,  $\eta'$  は粘性的な力応答を示す成分の寄与を表す値となる. また, 液体内で一周期の振動運動により散逸するエネルギー  $\Phi$  を計算すると, 次式により表される.

$$\Phi = \int_0^{2\pi/\omega} \tau \cdot d\gamma = \omega \eta' \cdot \pi \cdot \gamma_0^2 \quad (2.22)$$

(2.22)より, 散逸するエネルギーは  $\eta'$  に比例し,  $\eta''$  には依存しない. したがって,  $\eta'$  による力のなす仕事は散逸するが,  $\eta''$  による力のなす仕事は保存される. ゆえに, エネルギーの面から見ても  $\eta'$  は粘性的であり,  $\eta''$  は弾性的であるといえる.

動的粘性係数および動的弾性係数の絶対値を式(2.18), (2.19)により算出するためには, 幾何パラメータ  $\Omega$  を同定する必要がある. 直径  $2R$  の球がニュートン流体中に完全に浸っており, かつ隙間  $h$  を介した平板に平行に運動する場合には,  $\Omega$  は次式で表される<sup>(67)</sup>.

$$\Omega = 3\pi l \left[ \frac{8}{15} \log\left(\frac{R}{2h}\right) + \dots \right] \approx \frac{8}{5} \pi l \log\left(\frac{R}{2h}\right) \quad (2.23)$$

ここで右辺の近似式は  $h \ll R$  の時に成立する. また, 隙間  $h$  を介して平行に運動する 2 平板のしゅう動においては,  $\Omega$  は次式で表される<sup>(67)</sup>.

$$\Omega = \frac{S_L}{h} \quad (2.24)$$

ここで $S_L$ はしゅう動面と潤滑剤の接触面積を示す。前述したように、式(2.14)および(2.15)に $a$ ,  $\delta$ の測定値を代入することで得られる減衰係数 $c_f$ , 弾性定数 $k_f$ はしゅう動面の幾何学的な形状に依存する値であるため、潤滑膜の粘弾性を潤滑剤に固有の物性値として議論するには、動的粘性係数 $\eta'$ と動的弾性係数 $\eta''$ を求めることが望ましい。しかし、本研究においてしゅう動面となるプローブ先端の表面や磁気ディスク基板は0.2~0.4 nm程度の表面粗さを有しており(第2.5.2項および第4.2節に詳述)、これは測定対象とする潤滑膜の厚さ約2 nmに対して無視することができない大きさである。また、しゅう動中における液膜の微小な変形やしゅう動面間における液架橋の形成の可能性を考えると、接触状態の同定は困難である。すなわち、しゅう動面を球面や平板に近似するなどして幾何パラメータ $\Omega$ を式(2.23)や(2.24)のような解析式で表した上で、式(2.18)および(2.19)から $\eta'$ ,  $\eta''$ を算出することは困難である。そこで本研究では、次式で表されるように複素粘性係数の大きさ $\sqrt{\eta'^2 + \eta''^2}$ で $\eta'$ と $\eta''$ を除算した値を用いて粘弾性を比較することとした。

$$\zeta' = \frac{\eta'}{(\eta'^2 + \eta''^2)^{1/2}} = \frac{c_f}{(c_f^2 + k_f^2)^{1/2}} \quad (2.25)$$

$$\zeta'' = \frac{\eta''}{(\eta'^2 + \eta''^2)^{1/2}} = \frac{k_f}{(c_f^2 + k_f^2)^{1/2}} \quad (2.26)$$

本研究では $\zeta'$ を相対的粘性係数,  $\zeta''$ を相対的弾性係数とよぶ。すなわち,  $\zeta'$ および $\zeta''$ により, しゅう動面の幾何形状に関係なく, 試料の粘弾性応答における粘性と弾性の寄与の割合を相対的に比較することが可能となる。第4章で述べるFWMを用いた粘弾性測定においては, 異なる試料で測定された粘性と弾性の寄与を分子運動性の観点から相対的に比較し, それらの相関を調べるために相対的粘性係数 $\zeta'$ と相対的弾性係数 $\zeta''$ を用いた。一方, 第5章では粘性と弾性をそれぞれのせん断率に対する依存性を定量的に比較することを目的とするため, 減衰係数 $c_f$ と弾性定数 $k_f$ を用いて解析を行った。

実験において試料の $c_f$ ,  $k_f$ および $\zeta$ ,  $\zeta'$ を求める具体的な手順を以下に述べる. まず, プローブの加振振幅 $a_0$ および加振振動数 $\omega$ , プローブのばね定数 $k$ , プローブをばね質点系とおいた場合の質量 $m$ を式(2.12)に代入し,  $c_f=0$ および $k_f=0$ として加振力 $F_0$ を求める. このとき,  $\omega^2 c^2$ は $(k-m\omega^2)^2$ に比べ無視できる程度に小さいと考えられ,  $\omega^2 c^2 \approx 0$ とした. 潤滑膜しゅう動時のプローブ先端の振動振幅 $a$ , 位相遅れ $\delta$ を測定し, 先に求めた $F_0$ と式(2.14)と(2.15), もしくは(2.23)と(2.24)からそれぞれしゅう動された液体潤滑膜の粘弾性として $c_f$ ,  $k_f$ および $\zeta$ ,  $\zeta'$ が求められる.

## 2.5 測定装置

### 2.5.1 装置構成

装置全体の構成および概観を図 2.10~2.13 に示す. 加振用ピエゾアクチュエータにしゅう動子となる光ファイバプローブを取り付けて正弦的に駆動することにより, プローブを試料面に対して面内方向に相対運動させる. 加振用ピエゾアクチュエータは, 電圧増幅器により増幅されたファンクションジェネレータからの正弦波信号により駆動する. PSDからの出力電流は, 信号処理回路において電流-電圧変換され, さらに PSD の左半分と右半分それぞれのフォトダイオードからの出力差を得るために演算処理が行われる. これら信号処理回路はすべてオペアンプを用いたアナログ回路により構成した. この演算結果である差信号がプローブのしゅう動方向への変位信号となる. この変位信号について, ロックインアンプによりプローブの加振振動数 $f$ を参照信号とした同期検波を行う. 同期検波により得られたプローブの振動信号の振幅 $a$ と位相 $\delta$ は, AD ボードを介してパーソナルコンピュータに記録される. 図 2.10 の点線枠内の構成は, 本研究で新規に提案した固体接触検出法を実現するために導入したものであり, 詳細は第 3.3.3 項に述べる. プローブの先端と基板表面との隙間は, ステージ駆動用ピエゾステージにより制御した(図 2.13). ピエゾの

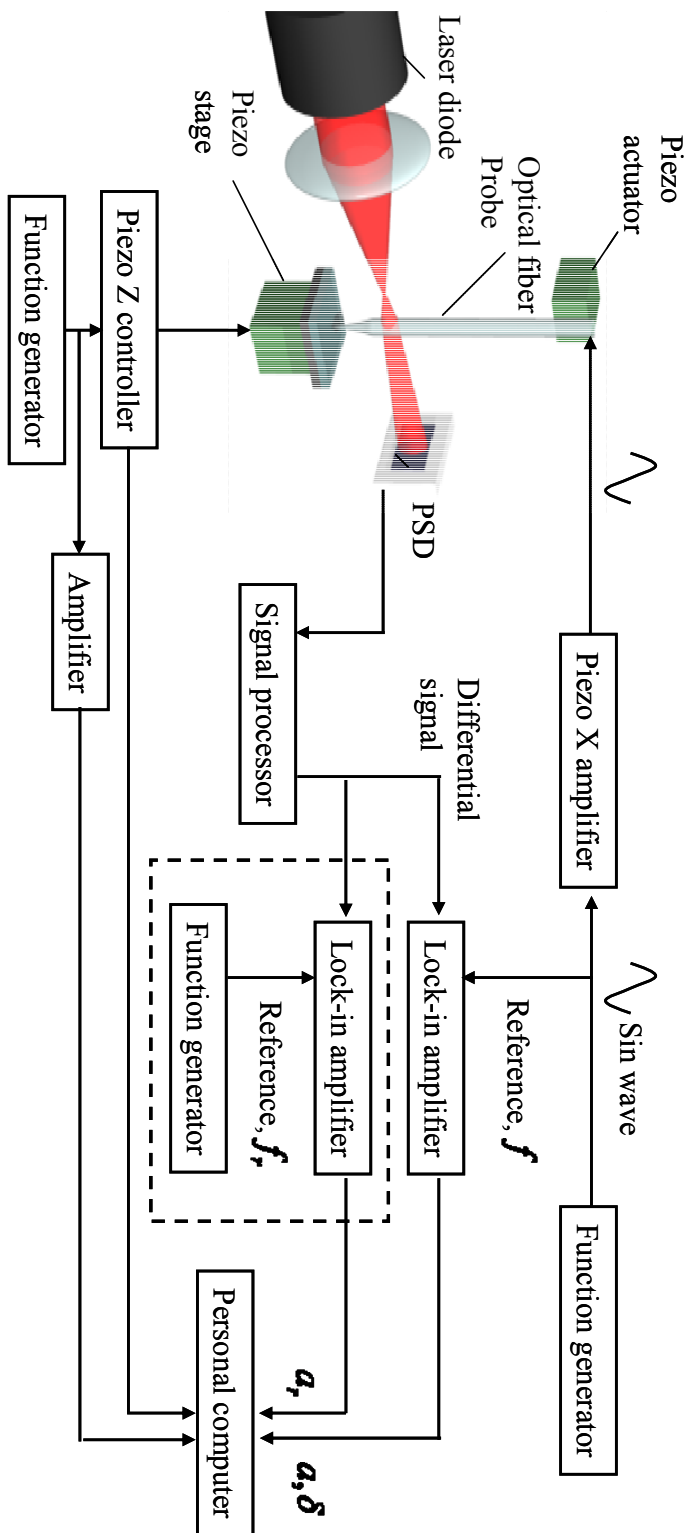
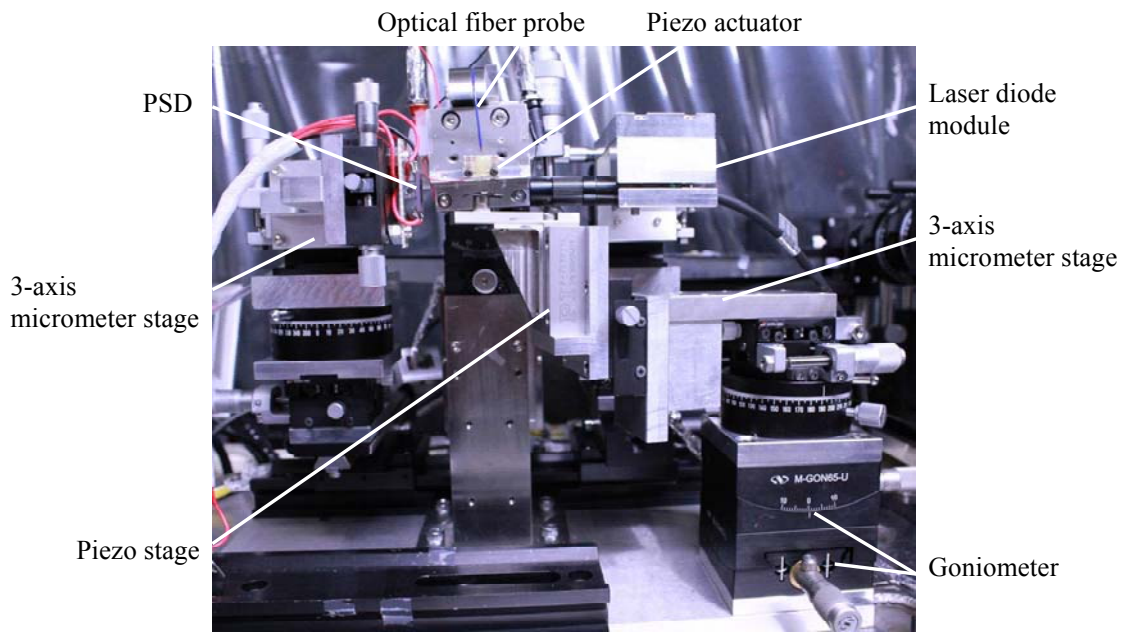
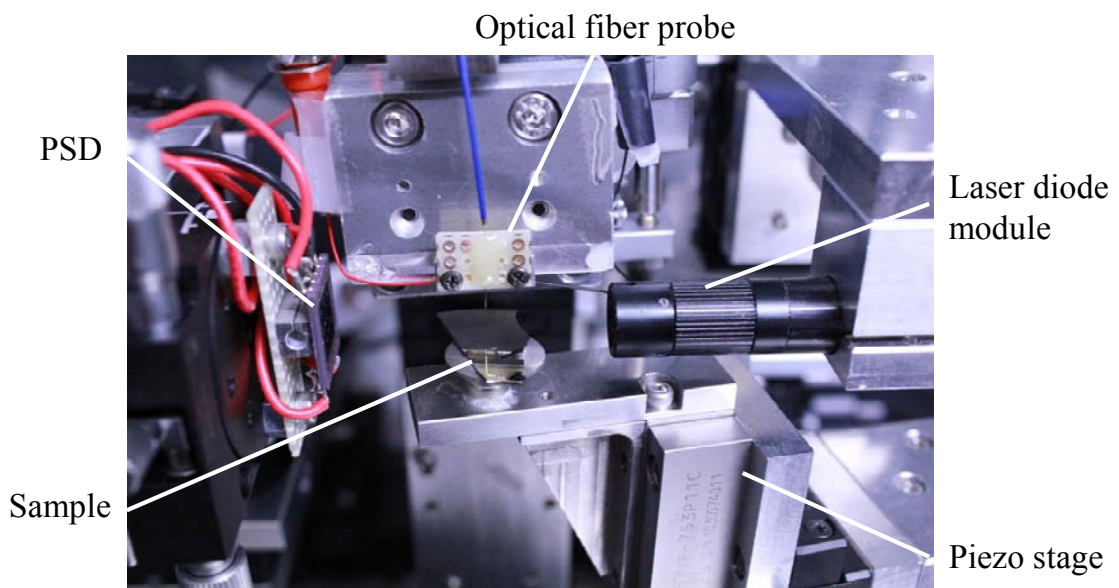


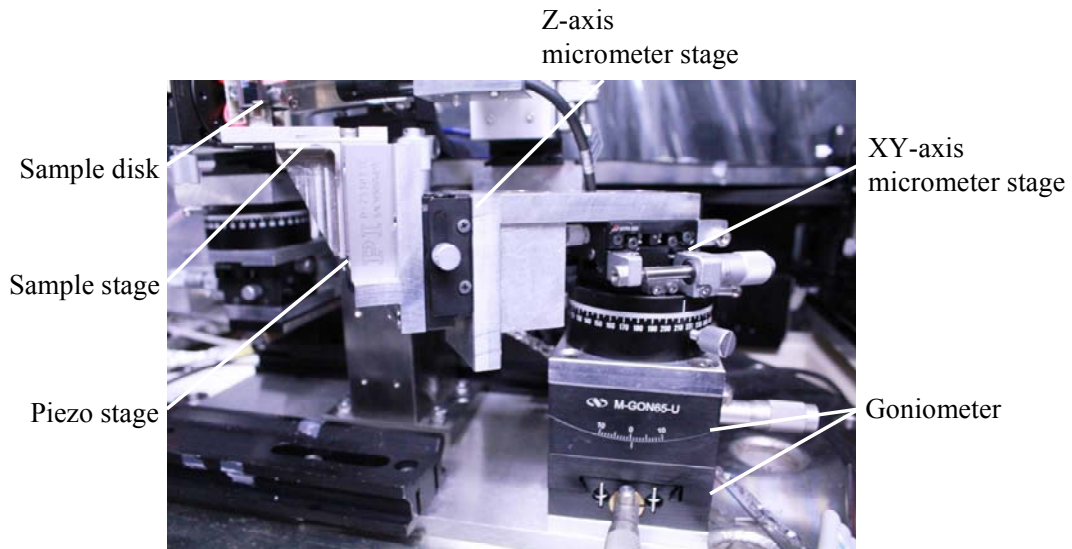
Fig. 2.10 Schematic of the experimental setup of the fiber wobbling method.



**Fig. 2.11 Experimental setup.**



**Fig. 2.12 Magnification of the optical fiber probe.**



**Fig. 2.13 Sample stage and the piezo stage**

発生変位は、ファンクションジェネレータから電圧信号をピエゾコントローラに入力して制御する。

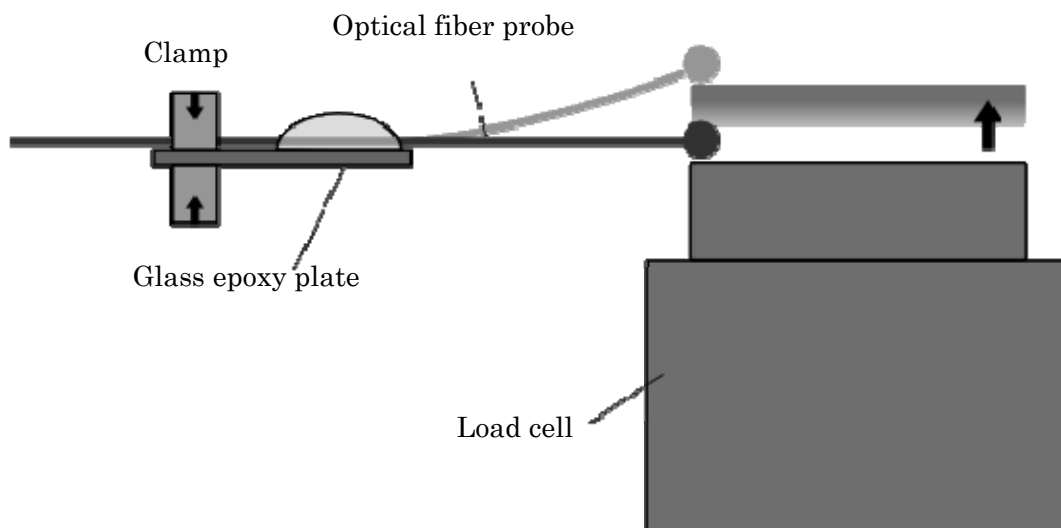
## 2.5.2 光ファイバプローブの機械特性

本研究で使用するプローブの代表的なものについて、機械特性を表 2.1 にまとめた。プローブの寸法測定には、光学顕微鏡を用いた。代表的なプローブの拡大観察像は図 2.1 および 2.2 に示した。プローブのばね定数は MAGNEBIT 社製グラムロードテスター (GRAMMER) を使用して測定した。GRAMMER は磁気ディスク装置におけるヘッド・ジンバル・アセンブリ (HGA) のばね定数測定用に開発されたものである。GRAMMER による光ファイバプローブのばね定数測定の概要を図 2.14 に示す。プローブはガラスエポキシ基板に接着固定した。この基板をクランプ固定し、プローブ先端にロードセルを押し付けた。ロードセルの荷重測定分解能は 1mg である。ロードセルはマイクロメータを用いて送った。マイクロメータによる送り量がプローブの相対的なたわみに相当する。マイクロメータによる送り量と、ロードセルにより測定した力の関係を最小二乗法で直線近似し、その傾きからプローブのばね定数を求めた。測定例を図 2.15 に示す。図

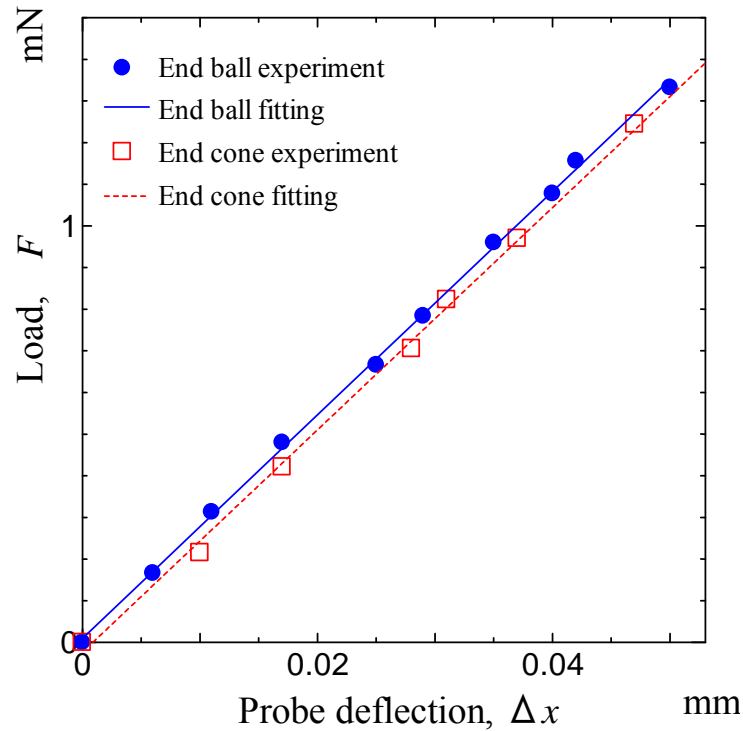


**Table. 2.1 Mechanical properties of the optical fiber probe.**

Shape of the end	Ball	Cone
Material	Silica glass	Silica glass
Density	2210 kg/m <sup>3</sup>	2210 kg/m <sup>3</sup>
Length, $l$	4.2 mm	4.2 mm
Diameter of the fiber, $d_p$	115 $\mu\text{m}$	115 $\mu\text{m}$
Diameter of the end, $R$	191 $\mu\text{m}$	16 $\mu\text{m}$
Mass of the end, $m$	$8.06 \times 10^{-9}$ kg	$2.99 \times 10^{-8}$ kg
Resonant Frequency, $f_r$	4.98 kHz	5.03 kHz
Spring constant, $k$	27.2 N/m	26.68 N/
Average of roughness, $R_a$	0.15 nm	0.2 nm
Route mean square of roughness, $R_{rms}$	0.21 nm	0.27 nm
Max roughness, $R_{max}$	1.44 nm	1.27 nm



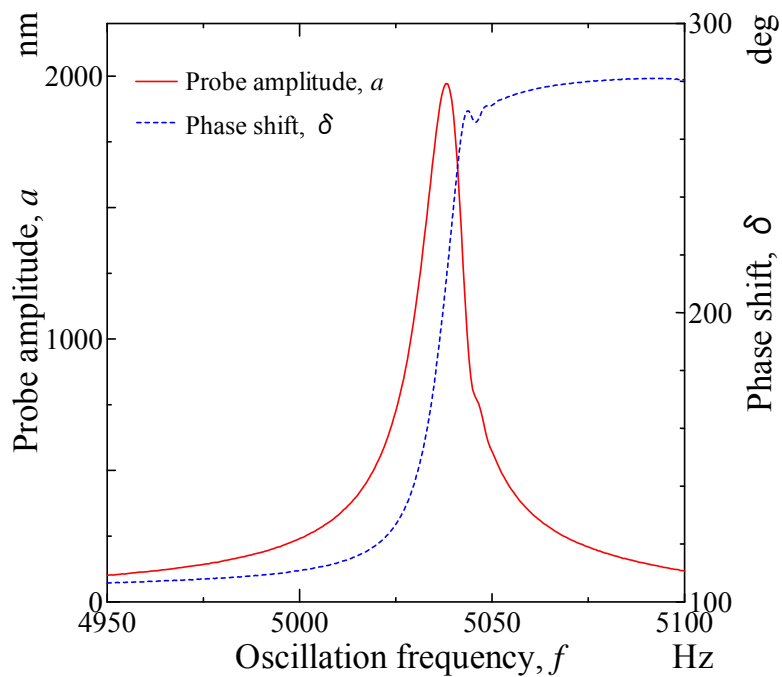
**Fig. 2.14 Schematic of the spring constant measurement.**



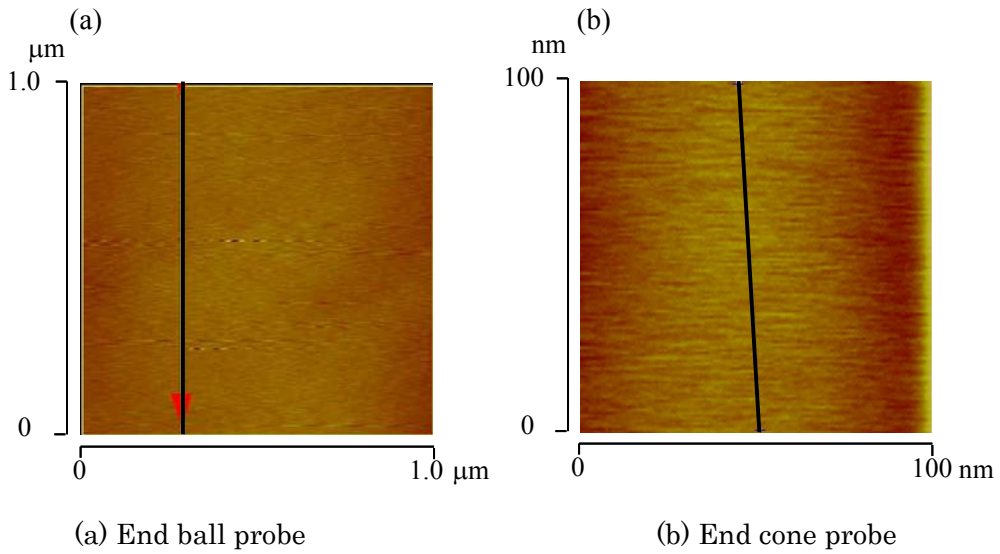
**Fig. 2.15 Relationship between the load and the deflection of optical fiber probe.**

2.15 中○, □印が測定値であり, 実線および点線は測定結果を直線近似した結果を示す. プロブの固有振動数は, プロブの加振振動数を 1 kHz から 8 kHz までスイープさせ, プロブの共振曲線を測定することで同定した. 測定結果の一例を図 2.16 に示す. プロブ先端の質量  $m$  および減衰係数  $c$  の値は, プロブを 1 自由度のばね質点系とおき, 図 2.16 に示されるような共振曲線にフィッティングを行うことで同定した. しゅう動面となるプロブ先端部分の表面粗さは AFM により測定した. 先端半径が大きく先端が球型につくられているプロブは, 球の底面の  $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$  の範囲を測定した. 先端半径が小さく先端が円錐型につくられているプロブについては, 先端の頂点部分の測定が困難であったため, 測定場所は円錐の母線上とし, 測定範囲は  $100 \text{ nm} \times 100 \text{ nm}$  とした. それぞれのプロブについての AFM による観察像を図 2.17(a)および(b)に示す. 図 2.17(a)および(b)中の点線部分の断面形状を図 2.18(a)および(b)に示す. 算術平均粗さ  $R_a$ , 二乗平均粗さ  $R_{\text{rms}}$ , 最大高さ  $R_{\text{max}}$  は先端が球のものは  $R_a = 0.15 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{rms}} = 0.21 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} =$

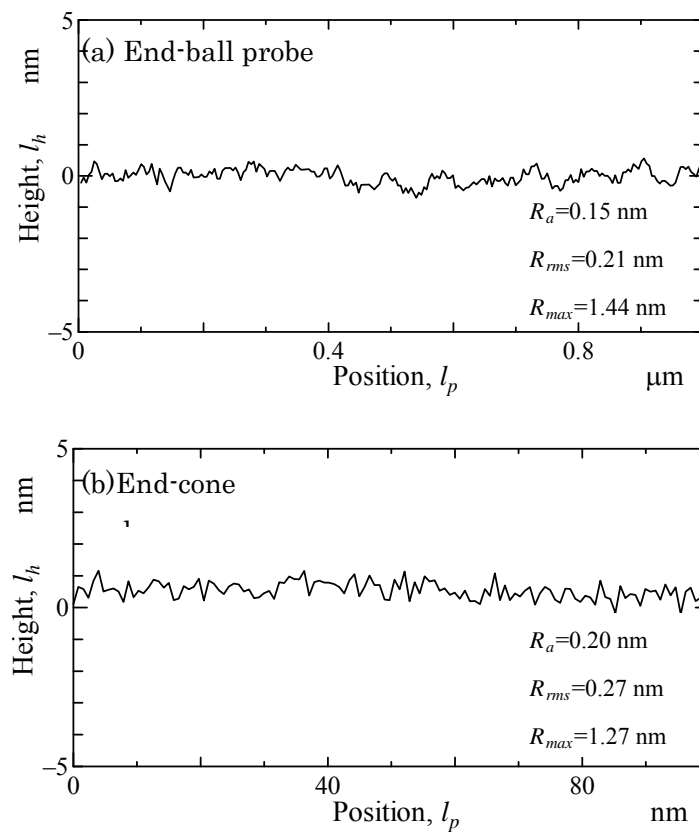
1.44 nm, 円錐のものは  $R_a = 0.20$  nm,  $R_{rms} = 0.27$  nm,  $R_{max} = 1.27$  nm であった. 測定結果から, 本研究で主に用いる先端が円錐のプローブの表面粗さは, 潤滑剤分子の回転半径に比べて十分小さく, 分子レベルで平滑な面であるといえる. 図 2.19 に示すように, プローブはエポキシ樹脂系接着剤を用いてプローブ固定用基板(ガラスエポキシ基板)に接着固定した. このときプローブ先端から固定点までの長さを任意に調節することにより, プローブのばね定数を調節した. プローブ固定用基板は, プローブ加振用ピエゾアクチュエータの先端に接着したアルミ板にねじ止めした(図 2.20).



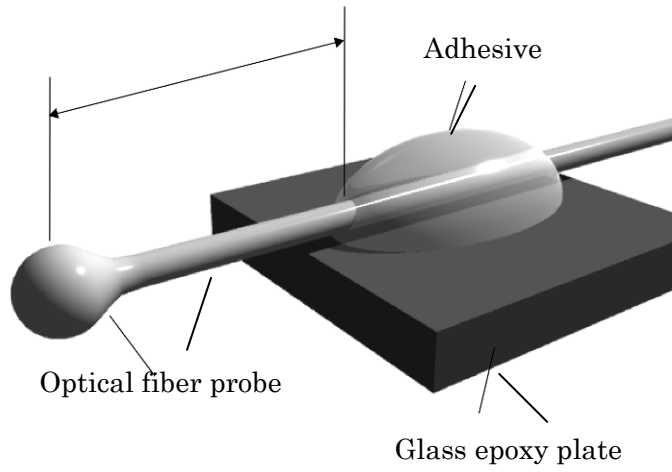
**Fig. 2.16 Resonance curve of the optical fiber probe.**



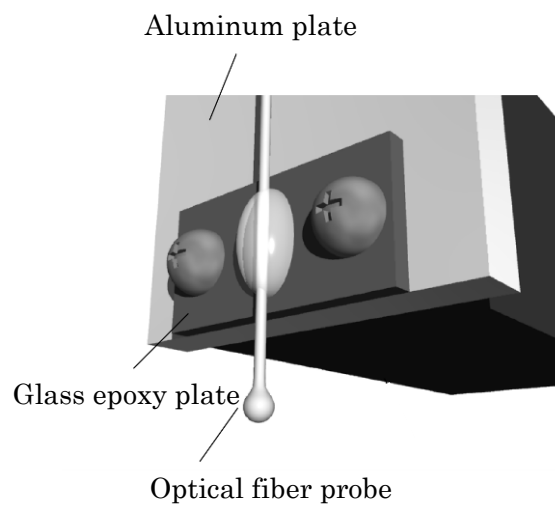
**Fig. 2.17** Topographical image of (a) the end-ball and (b) the end-cone probe measured with AFM.



**Fig. 2.18** Surface topography of (a) the end-ball and (b) the end-cone probe used in the experiment.



**Fig. 2.19 Schematic of the optical fiber probe glued on to the glass epoxy plate.**



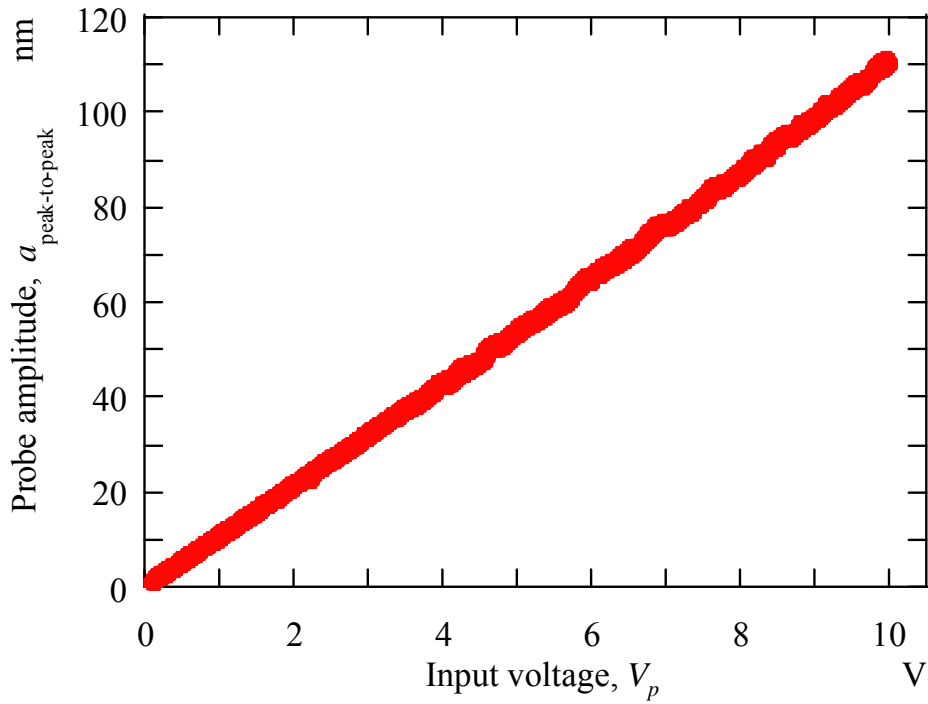
**Fig. 2.20 Attachment of the optical fiber probe.**

## 2.5.3 キャリブレーション

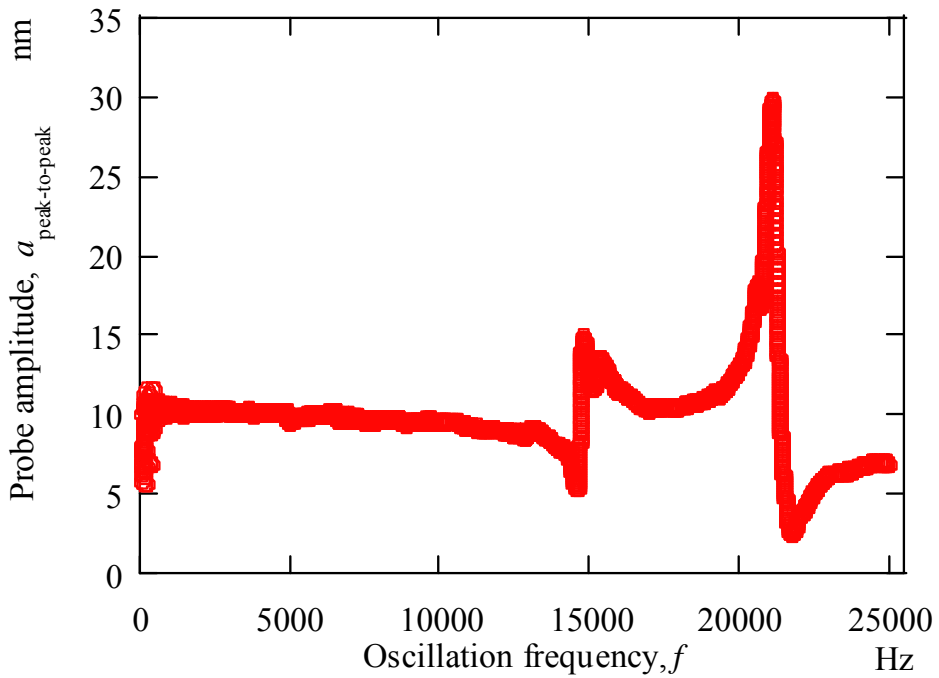
### 2.5.3.a 変位測定のカリブレーション

まず、印加電圧に対するピエゾアクチュエータの変位のカリブレーションを行った結果を図 2.21 に示す。印加電圧の周波数は 1000 Hz で一定とし、振幅 (peak to peak 値) を 0.1 V から 10 V までスイープさせ、そのときのピエゾアクチュエータの振幅 (peak to peak 値) をレーザードップラー振動計により測定した。測定の結果、印加電圧と発生変位の関係は高い線形性を有することを確認した。測定結果を最小二乗法により直線近似し、近似式の傾きを印加電圧と発生変位の変換係数  $\kappa \text{ nm/V}$  とした。以降の実験では、この変換係数と印加電圧を用いることで、ピエゾアクチュエータによる加振振幅を算出した。つまり、印加電圧の周波数を 1000 Hz としたとき、任意の印加電圧に対するプローブの変位量は印加電圧と変換係数  $\kappa$  の積で表せる。また、図 2.22 に、印加電圧を一定とし、加振周波数を 100 Hz から 25000 Hz までスイープさせてピエゾアクチュエータの振幅をレーザードップラー振動計により測定した結果を示す。本研究で行った実験は全てその加振周波数が 1000 Hz であり、測定結果からピエゾアクチュエータの固有周波数であるおよそ 15 kHz からは十分離れていることから、ピエゾアクチュエータの固有周波数による変位測定への影響はないとみなせる。

次に、プローブの変位のカリブレーションについて述べる。プローブの変位を LDV で直接測定することは困難である。これは、プローブが曲率をもっていることと、材質がガラスであり光の反射率が低いことから、十分な反射光強度を得ることができないためである。そこで、プローブ先端の変位とピエゾアクチュエータの変位の違いが無視できるように、加振周波数をプローブの共振周波数に比べて十分に小さい周波数に設定することとした。式 (2.4) からプローブ先端の変位と PSD からの出力は線形関係にある。したがってこのとき、ピエゾアクチュエータの振幅を  $\Delta x_{st}$ 、周波数を  $f$ 、PSD からの変位信号を  $V'_{out}$  とすると、任意の  $f$  および  $\Delta x_{st}$  におけるプローブの変位  $\Delta x$  は、そのときの PSD の変位信号  $V'_{out}$  を用いて次式により求められる。



**Fig. 2.21** Input voltage vs. probe amplitude at oscillation frequency of 1000 Hz.



**Fig. 2.22** Relationship between probe amplitude and oscillation frequency of 100 Hz to 25000 Hz.

$$\Delta x = \frac{\Delta x'_{st}}{V'_{out}} V_{out} \quad (2.27)$$

つまりプローブの変位は、任意の周波数において、プローブの変位と変位信号の変換率  $\Delta x'_{st}/V'_{out}$  を用いることで PSD からの変位信号から求めることができる。プローブの変位と変位信号の変換率  $\Delta x'_{st}/V'_{out}$  は毎回の実験の前に予め測定した値を用いた。

### 2.5.3.b 隙間制御用ピエゾステージのキャリブレーション

プローブ先端と試料とのしゅう動隙間を調整するピエゾステージは、静電容量型の変位センサを内蔵しており、フィードバック制御により、電圧値で指定した変位量を発生させることができる。発生変位の分解能は 0.05 nm である。図 2.24 に印加電圧とピエゾステージの変位の測定結果を示す。横軸が指定する電圧値であり、縦軸が発生変位を表す。+10 V に対応する最大の変位は 11990.5 nm であった。ピエゾステージには静電容量センサによる伸長量のフィードバック制御が施されているので、ピエゾステージの発生変位は良好な線形性をもち、フィードバック制御を行わない一般的なピエゾアクチュエータに特有の伸長時と収縮時のヒステリシスはみられなかった。図 2.24 の測定結果から、指定する電圧値と発生変位の換算係数を得る。しゅう動実験においては、ピエゾステージのコントローラに入力する電圧信号をパーソナルコンピュータに記録し、それに換算係数を乗算してピエゾステージの変位量を同定した。印加電圧に対するピエゾステージの変位量を線形近似した直線からの発生変位のばらつき  $\Delta d_z$  を実験的に測定した。結果の一部を図 2.24 に示す。図 2.24 から、標準偏差  $\sigma$  は 0.04 nm であった。測定誤差の分布が正規分布に従う場合、統計的に約 99.7% の偏差は平均値  $\pm 3\sigma$  の範囲に含まれる。よって、本研究においても正規分布を仮定すると、隙間制御において  $\pm 0.12$  nm の駆動精度を実現していることとなる。



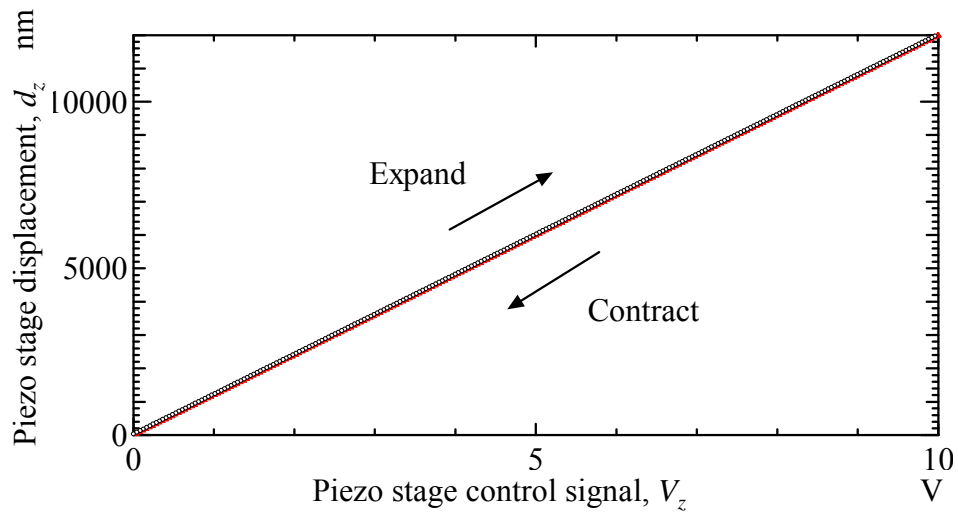


Fig. 2.23 Input voltage vs. the displacement of piezo stage.

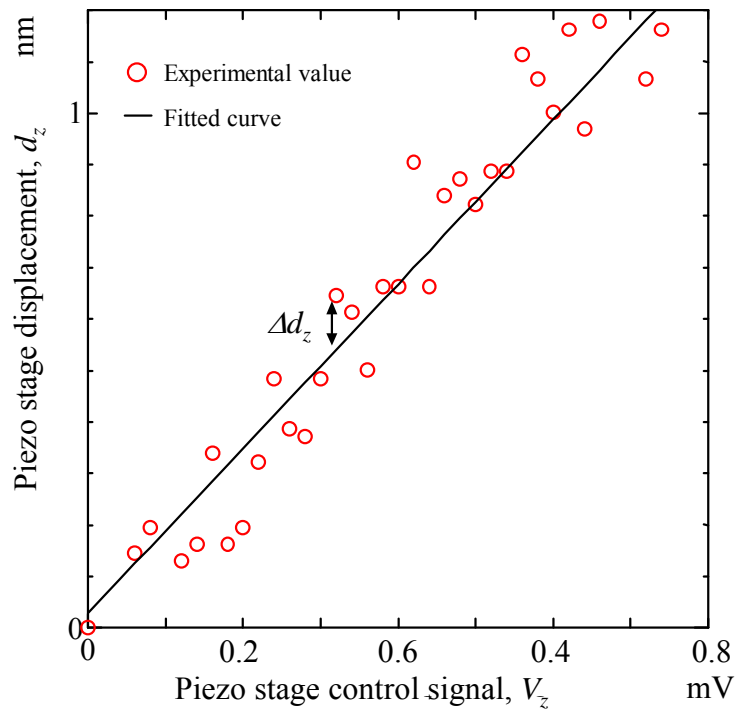


Fig. 2.24 Absolute deviation of the displacement of the piezo stage during the linear drive.

## 第3章 高精度なしゅう動隙間の制御

### 3.1 はじめに

第 1.2.2 項で述べたように、ナノメートル厚さの液体潤滑膜の粘弾性を測定するためには、しゅう動隙間をサブナノメートルオーダの精度で精確に設定し、かつサブナニュートンオーダの高感度なせん断力検出を実現する測定法が必要である。FWM は、試料面に対して垂直に配置した光ファイバプローブにより、高精度なしゅう動隙間の制御と高感度なせん断力測定の両立をねらいとした測定方法である。しかし、従来の FWM ではしゅう動方向と基板面との平行度調整、ならびにしゅう動隙間の原点となる固体接触点の検出精度が不十分であったために、ナノメートル厚さの液体潤滑膜を測定することが困難であった。そこで本研究では、プローブのしゅう動方向と基板表面の平行度を高精度に調整する方法を新たに確立することとした。さらに、従来法に比べ高感度な固体接触点の検出を可能とする新規な方法を確立することとした。これらの方法を従来の FWM に導入し、しゅう動隙間制御において 0.1~0.2 nm の精度を達成することを目標とした。以降本章では、新規に提案する平行度調整法ならびに固体接触点検出法についてその詳細を述べる。

### 3.2 平行度調整

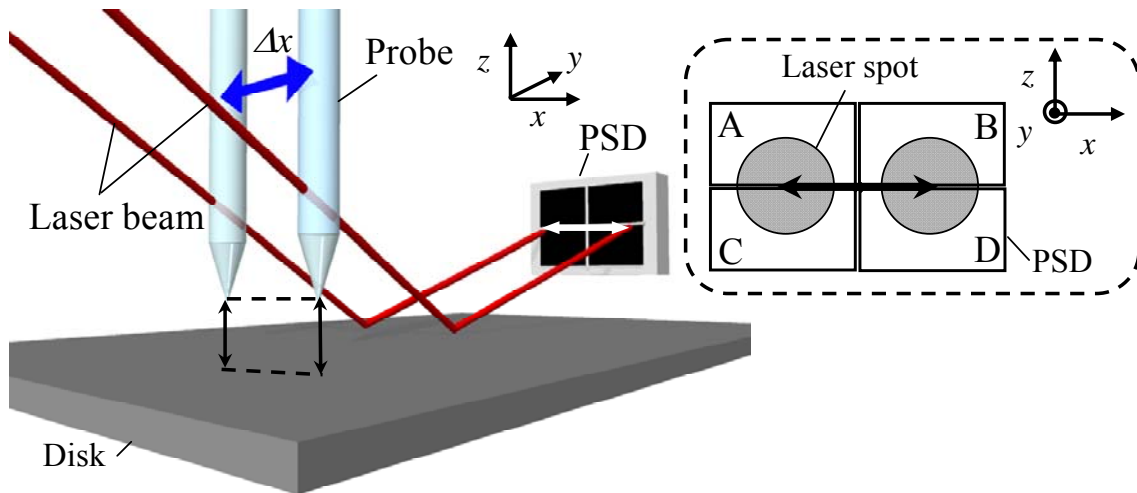
#### 3.2.1 原理と理論分解能

プローブのしゅう動方向が基板表面面内に対して平行でない場合、しゅう動隙間はプローブの位置により変動する。しゅう動隙間を一定とした測定を実現するためには、しゅう動方向と基板面内との平行度を調整する必要がある。本研究では、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定を実現するために、この平行度のずれによるしゅう動隙間の変動を、0.1~0.2 nm 程度に抑制することを目標とした。これはプローブの振動振幅が 50 nm 程度とすると、平行度の

調整において 1 mrad オーダの精度が必要であることを意味する(第 1.2.3 項). そこで, FWM におけるプローブの変位測定法を応用した新規な平行度調整法を考案した. 本項ではその原理について述べる.

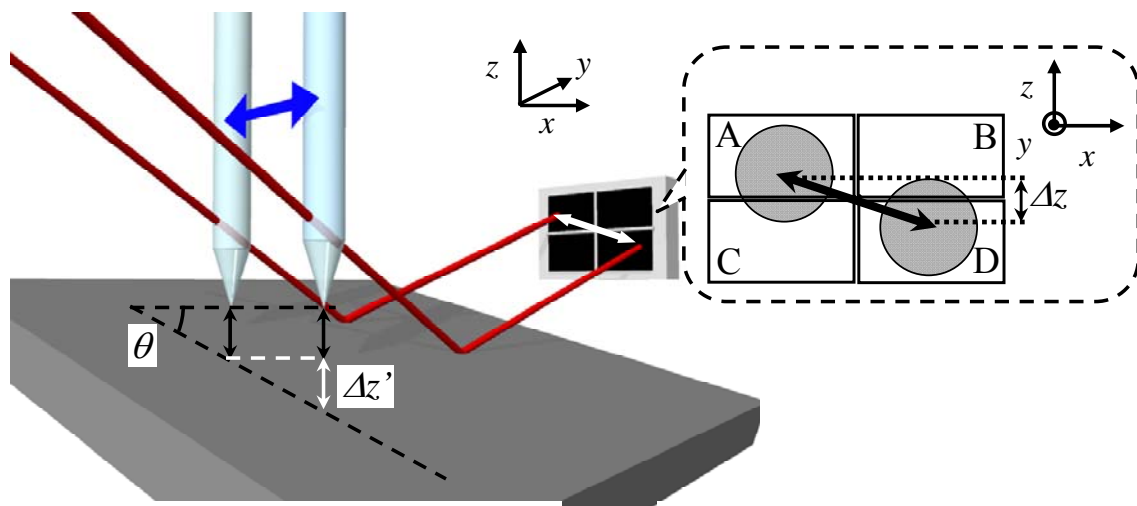
平行度調整法の概略を図 3.1 に示す. 本調整法では, 従来の FWM においてプローブの変位測定に用いるレーザービームを, 図 3.1 に示すように基板に対して斜め方向から入射し, 基板表面上で反射させてから光位置検出器(Position Sensitive Ditector: PSD)上に照射する. さらに, 四分割型の PSD を使用することで, PSD の受光面上に照射されたレーザースポットの動きを二次元的に測定する. 図 3.1 中の  $x$ ,  $y$ ,  $z$  軸はそれぞれ, 四分割型 PSD を上下に二分する分割線の方向, PSD 面の法線方向, 四分割型 PSD を左右に二分する分割線の方向を示す. プローブのしゅう動方向は  $x$  軸方向である. 実際の調整においては, 基板としゅう動方向との平行度調整の前に,  $x$  軸方向とプローブのしゅう動方向を平行に調整する必要があるが, この詳細については後の第 3.2.2 項で説明する.

図 3.1(b)と(d)は, (a)と(c)それぞれの状態に対応する PSD 面上でのレーザースポットの動きを,  $y$  軸方向からみた模式図である. 基板表面とプローブのしゅう動方向が平行である場合には, 図 3.1(b)が示すように PSD 上に形成されるレーザースポットは  $x$  軸方向のみに変位する. しかし, 図 3.1 (c)に示すように基板表面とプローブのしゅう動方向が平行でない場合, プローブの位置によってプローブと試料との隙間が変化する. そのため, 斜めに入射したレーザービームの基板表面での反射位置が  $y$  軸および  $z$  軸方向にずれる. これにより, 図 3.1(d)に示すように PSD 面上に形成されるレーザースポットは,  $x$  軸方向に対して傾きをもって動く. すなわち, レーザースポットの変位は  $x$  軸方向だけでなく  $z$  軸方向の変位成分をもつことになる. 平行度のずれが大きくなるほど, レーザースポットの  $z$  軸方向の変位成分が大きくなる. つまり, 四分割型 PSD を用いてレーザースポットの  $z$  軸方向の変位成分を測定し, それが最小になるように基板表面の傾きを調整することで, 基板表面とプローブのしゅう動方向を平行に設定することができる.



(a) Trajectory of laser beam when probe moves parallel to disk plane.

(b) Movement of laser spot on PSD in parallel alignment.



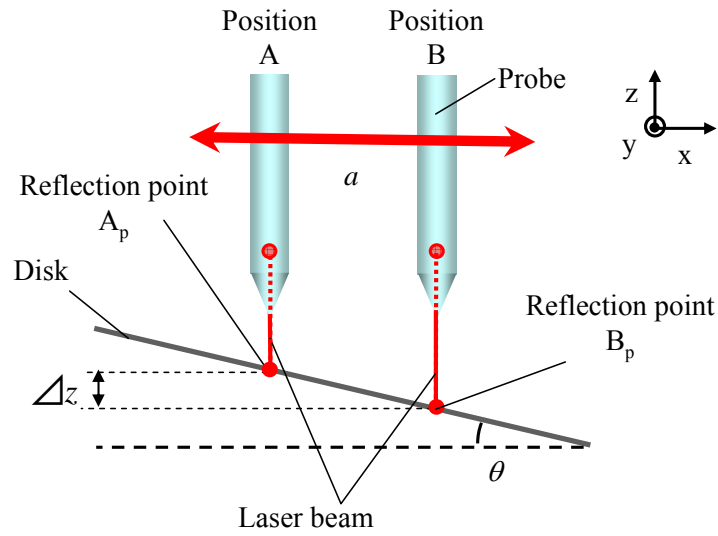
(c) Trajectory of laser beam when probe moves not parallel to disk plane.

(d) Movement of laser spot on PSD in non-parallel alignment.

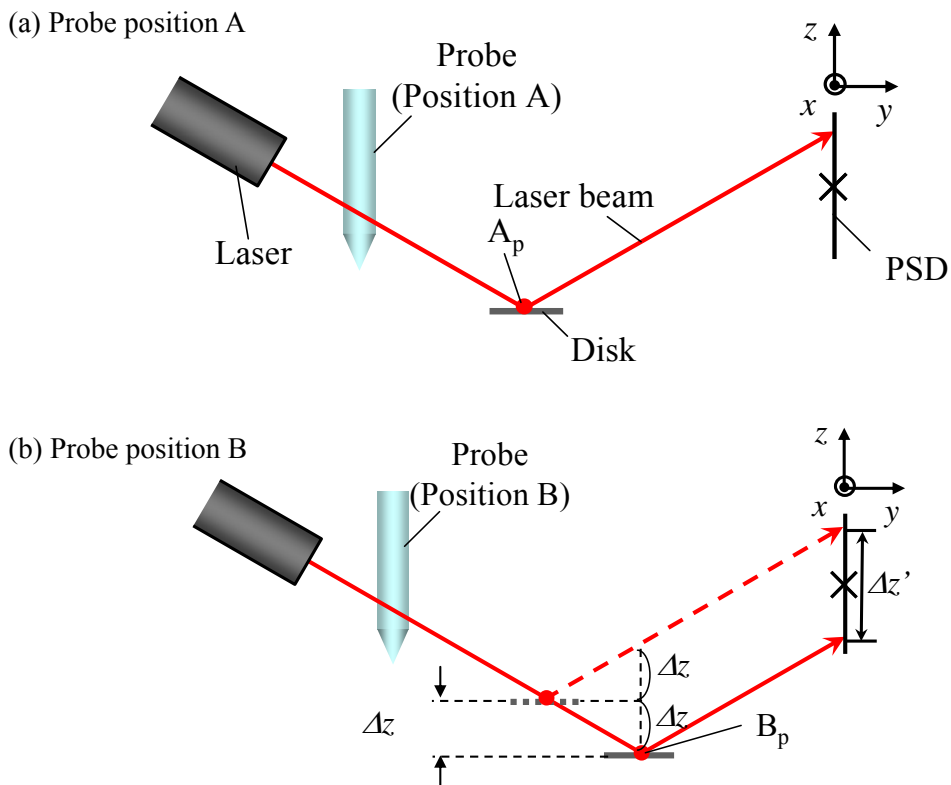
**Fig. 3.1 Concept of the parallelism adjustment method.**

次に、この平行度調整法で理論的に達成可能な調整精度を求める。基板表面とプローブのしゅう動方向が平行でない状態について、 $y$  軸方向からみた様子を図3.2に、 $x$  軸方向からみたときの様子を図3.3(a)および(b)にそれぞれ示す。基板のしゅう動方向に対する傾きを  $\theta$  とする。図3.3(a)は、図3.2中に示したPosition Aにプローブが位置するときの様子を  $x$  軸方向からみた模式図であり、同様に図3.3(b)はposition Bに位置するときの様子を示す。ファイバーをマイクロレンズとして利用した変位測定において、高感度な変位検出を実現する最適な光学配置では、ファイバーを通過したレーザービームはほぼ平行光となる<sup>(69)</sup> (第2.2節図2.5参照)。したがって、ここでは簡単化のために、レーザービームの広がりを見捨てて考える。図3.3(a)および(b)が示すように、しゅう動方向と基板が平行でない状態( $\theta \neq 0$ )では、基板の傾きによってレーザーの反射点が  $z$  軸方向に  $\Delta z$  ずれ、それによってPSD上に形成されるレーザースポットの位置も  $z$  軸方向に  $\Delta z'$  ずれる。図3.4には、 $y$  軸方向からみた四分割型PSD上でのレーザースポットの動きを示した。本調整法では、プローブの円筒部をレンズとして使用しているため、集光は  $x$  軸方向のみに起こり、図3.4で示したようにPSD上に形成されるレーザースポットは楕円形状となる。図3.4(a)はスポットが変位する前の状態、図3.4(b)は変位した後の状態を示す。プローブが変位し四分割型PSDの上半分のフォトダイオードにおけるレーザーの照射面積  $S_1$  が  $\Delta S$  増加したとすると、等しい面積  $\Delta S$  だけPSDの下半分の照射面積  $S_2$  は減少する。したがって、PSD上でのレーザースポットの  $z$  軸方向への変位  $\Delta z'$  は、PSDを構成する上半分のフォトダイオードと下半分のフォトダイオードそれぞれからの信号出力の差分  $\Delta I$  として得られる。これは、第2.2節で述べた変位測定法の原理と同じである。ゆえに、上下のフォトダイオードからの光電流の差  $\Delta I_z$  とレーザースポットの  $z$  軸方向への変位  $\Delta z'$  の関係は式(2.1)を適用して、つぎの式(3.1)で表される。

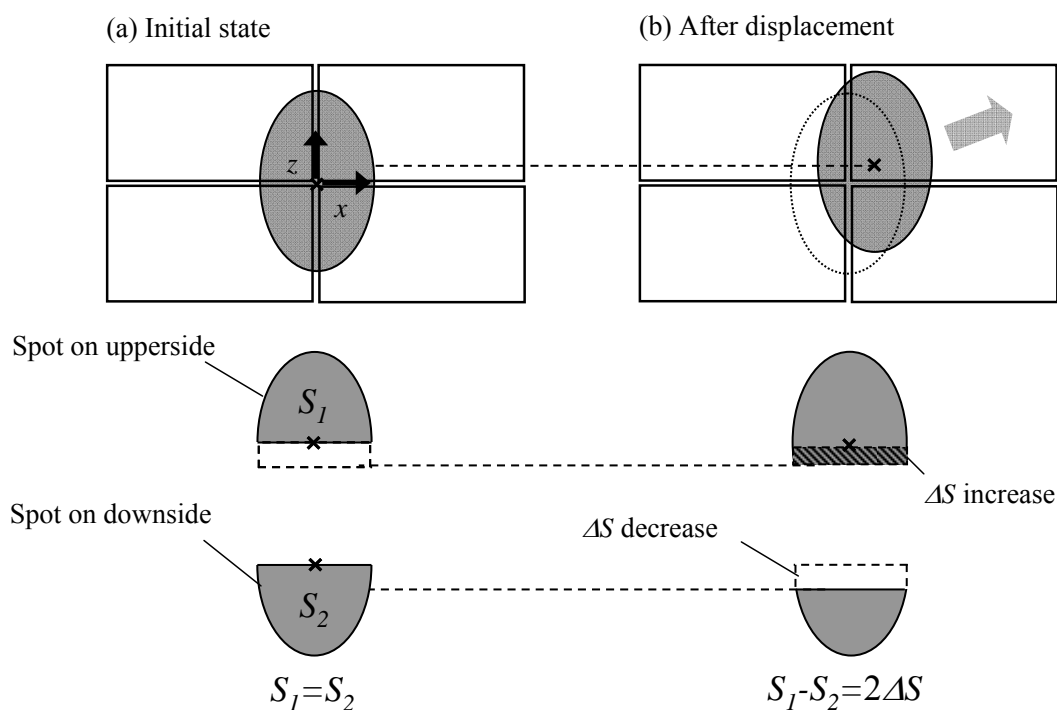
$$\Delta I_z = 2s \cdot \frac{\alpha NP}{0.61\lambda} \cdot \Delta z' \quad (3.1)$$



**Fig. 3.2 Schematic of the gap displacement when probe moves not parallel to disk plane.**



**Fig. 3.3 Schematic of the trajectory of the laser beam passes through the probe located at (a) position A and (b) position B, which are indicated in Fig. 3.2.**



**Fig. 3.4 Schematic of the laser spot displacement on the position sensitive detector. in the case of non-parallel alignment.**

ここで、 $s$ はPSDの感度、 $P$ はレーザースポット全体の光強度の合計、 $\lambda$ はレーザの波長、 $N$ は対物レンズの開口数を表す。 $\alpha$ は式(2.2)で表される。また、信号対雑音比(Signal to Noise Ratio: SNR)は次式で表される。

$$SNR = \frac{\Delta I_z}{I_n} = \frac{2\alpha N}{0.61\lambda} \sqrt{\frac{Ps}{2bq}} \Delta z' \quad (3.2)$$

ここで $b$ 、 $q$ はそれぞれ PSD からの出力電流を検出する電子回路の帯域および電子電荷を表す。 $SNR=1$ となる $\Delta z'$ の値を $\Delta z'_{min}$ とすると、 $\Delta z'_{min}$ が理論的な最小検出限界を与える。第2.2節で挙げた代表的な値を用いると、 $\Delta z'$ の最小検出限界は0.002 nmと見積もられる。図3.3より $\Delta z'$ と $\Delta z$ の関係は幾何的に次式で表される。

$$\Delta z' = 2\Delta z \quad (3.3)$$

図 3.2 より  $\theta$  が十分小さいとき， $\theta$  はプローブの振動振幅  $a$  と  $\Delta z$ ， $\Delta z'$  を用いて次式で表される。

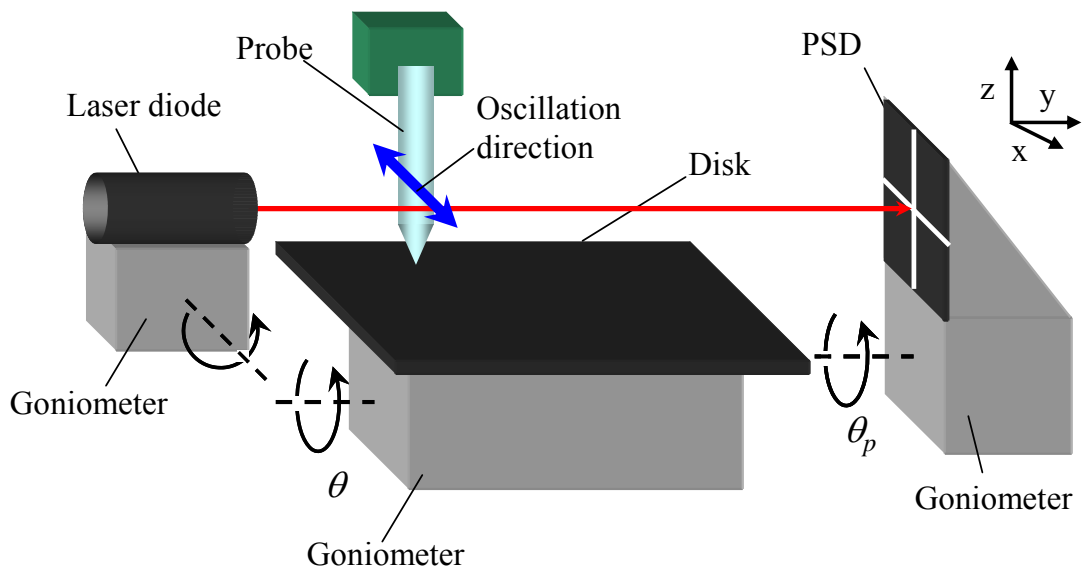
$$\theta = \frac{\Delta z}{2a} = \frac{\Delta z'}{4a} \quad (3.4)$$

$\Delta z'$  に  $\Delta z'_{min}$  を代入したときの  $\theta$  を  $\theta_{min}$  とすると， $\theta_{min}$  が調整可能な傾きの理論的な最小値を与える。代表的な値として  $a=50$  nm を式(3.4)に代入すると， $\theta_{min}=0.02$  mrad と見積もられる。したがって，本調整法を用いることにより，ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定のために必要な 1 mrad オーダの精度での平行度調整を実現することができる。

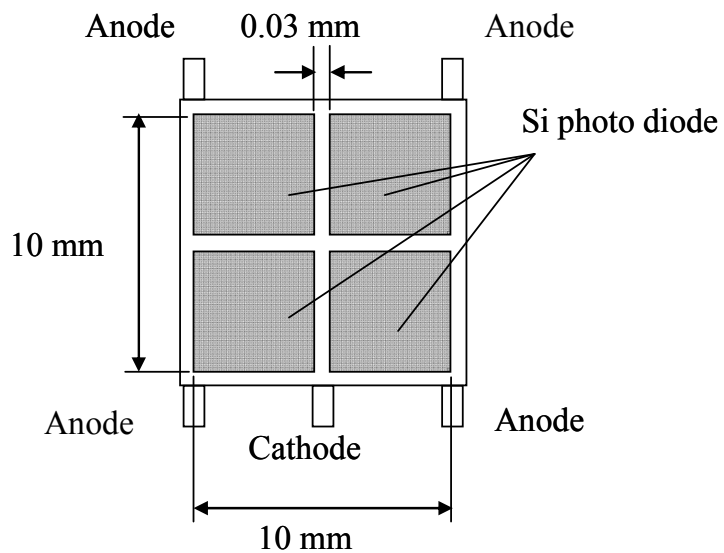
### 3.2.2 装置構成と調整手順

提案した平行度調整法を実現するために，従来の FWM の測定装置に新たに 3 つの傾斜ステージを導入した。詳細を図 3.5 に示す。試料台にはプローブのしゅう動方向と基板表面との平行度を調整するために y 軸周りに回転する傾斜ステージを用いた。平行度調整法を行う際，基板に対してレーザーを斜めに射出させる必要があるため，レーザーは x 軸周りに回転する傾斜ステージに搭載した。また，プローブのしゅう動方向と x 軸方向，すなわち PSD を上下に二分する分割線(図 3.1 の x 軸)の方向との平行度を調整するために，PSD は y 軸周りに回転する傾斜ステージに搭載した。さらに，前項でも述べたように光位置検出器(PSD)は，レーザースポットの z 軸方向の変位成分を測定するために，従来の二分割型から四分割型に変更した。四分割型 PSD の外径および受光面サイズを図 3.6 に示す。PSD の変更に伴い，PSD からの出力電流について，電流 - 電圧変換ならびに加算・減算処理を行う信号処理回路についても変更した。その構成を図 3.7 に示す。図 3.7 において，四分割されている PSD の受光面はそれぞれ a, b, c, d とした。各受光面からの出力電流を  $I_a \sim I_d$ ，またそれぞれを電圧に変換した値を  $V_a \sim V_d$  とした。せん断力の測定には，PSD の左半分(受光面 a





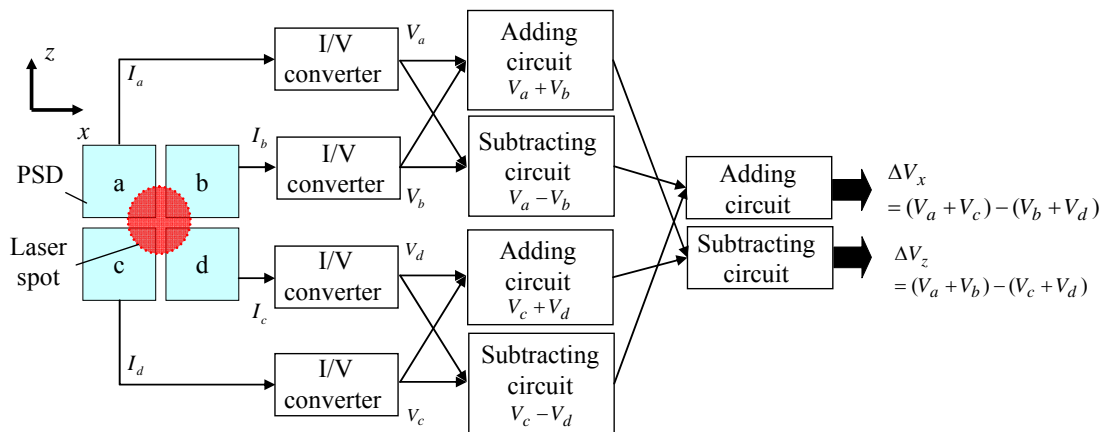
**Fig. 3.5 Schematic of the experiment setup used for the tilting-angular alignment.**



**Fig. 3.6 Dimensions of the position sensitive detector.**

と c)と右半分の受光面(b と d)との出力信号の差, すなわち  $\Delta V_x = (V_a + V_c) - (V_b + V_d)$  により  $x$  軸方向の変位を得る. 平行度調整法には, 上半分の受光面(a と b)と下半分の受光面(c と d) との出力信号の差, すなわち  $\Delta V_z = (V_a + V_b) - (V_c + V_d)$  を用いる.

次に平行度調整法の調整手順について説明する. 平行度調整においては, ピエゾアクチ によりプローブを一定の振動数および一定の振幅で正弦的に加振し, プローブ先端の振動 振幅の $z$ 軸方向成分を同期検波により測定して  $\Delta V_z$  を得る. しゅう動方向と基板との平行度 調整の前に, プローブのしゅう動方向と, PSDの $x$ 軸方向の平行度を調整する必要がある. この調整は以下の手順で行う. ファイバーにより集光したレーザービームを基板に反射さ せずに直接PSDに入射する. しゅう動方向と $x$ 軸方向の成す角度を  $\theta_p$  とする. プローブのし ゅう動方向と $x$ 軸方向が平行でない場合( $\theta_p \neq 0$ ), 図 3.4 と同様に, レーザースポットの移



**Fig. 3.7 Schematic of the circuit architecture of signal processor.**

動に伴って、PSDの上半分の受光面(aとb)と下半分の受光面(cとd)における照射面積に差が生じ、出力差 $\Delta V_z$ が有限の値をとる。PSDを搭載した回転ステージを用いて、 $\Delta V_z$ が最小となるように $\theta_p$ を調整する。これにより、プローブのしゅう動方向とx軸方向を平行に設定することができる。この $\theta_p$ の調整法は、原理的に第3.1節で述べた平行度調整法と同じであるため、その理論的な調整分解能は式(3.4)を用いて求められる。すなわちプローブの振動振幅を50 nmとすると、 $a=20$  nmおよび $\Delta z'=\Delta z'_{min}=0.002$  nmとなり、 $\theta_{min}=0.02$  mradと見積もられる。次に、レーザーを搭載した傾斜ステージを用いて、図3.1に示すように、プローブに対してレーザー光を斜め方向から入射する。基板を搭載した傾斜ステージによりプローブのしゅう動方向(x軸方向)に対する基板の傾き $\theta$ を変化させて $\Delta V_z$ を測定する。 $\Delta V_z$ が最小となるように $\theta$ を調整することでプローブのしゅう動方向と基板表面を平行に設定する。

### 3.2.3 結果

本項では、第3.2.2項で説明した手順に従い、本研究で考案した平行度調整法の実験的な調整分解能について検証した。はじめに、プローブのしゅう動方向とPSDを上下に二分する分割線方向(x軸方向)を一致させる調整を行った。プローブの振動振幅は50 nm、振動数は1000 Hzとした。PSDを搭載した傾斜ステージを回転させたときの、傾斜角度 $\theta_p$ に対するレーザースポットのz軸方向の変位成分 $\Delta V_z$ 、および $\Delta V_z$ の加振信号に対する位相差 $\delta_p$ をロックインアンプを用いた同期検波により測定した。測定結果を図3.8に示す。 $\theta_p$ の刻み幅は傾斜ステージの分解能の制限から1.7 mradとした。 $\Delta V_z$ については測定値の最小値で正規化した結果を示す。図3.8より、 $\Delta V_z$ はある傾斜角度において最小値をとることがわかる。この点において、プローブのしゅう動方向とx軸方向が最も平行な状態であると考えられる。 $\Delta V_z$ が最小値をとるときの $\theta_p$ を横軸の原点とした。この原点を境界に、位相差 $\delta_p$ が180°変化していることがわかる。これは図3.9に示すように、しゅう動方向とx軸方向が平行な状態を境界として、 $\Delta V_z=(V_a+V_b)-(V_c+V_d)$ の符号が反転するためである。以上より、第3.2.2

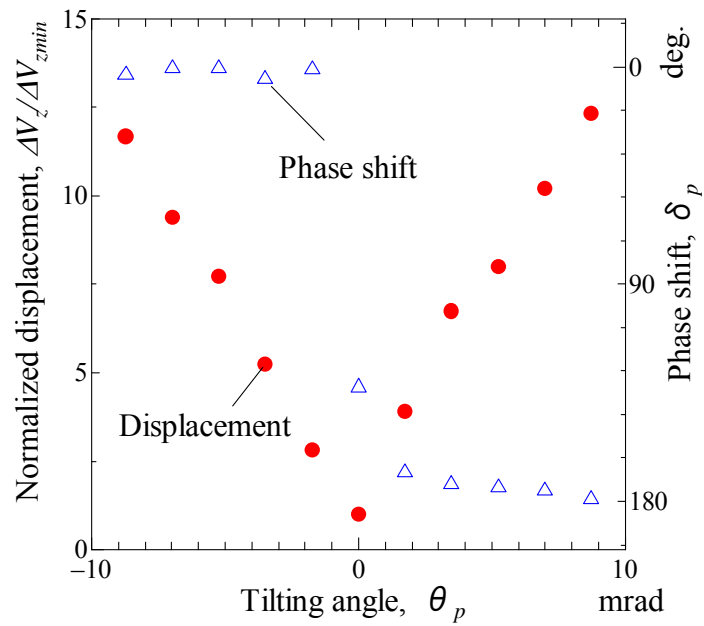


Fig. 3.8 Tilting angle  $\theta_p$  vs. normalized displacement and phase shift of laser spot movement in z direction..

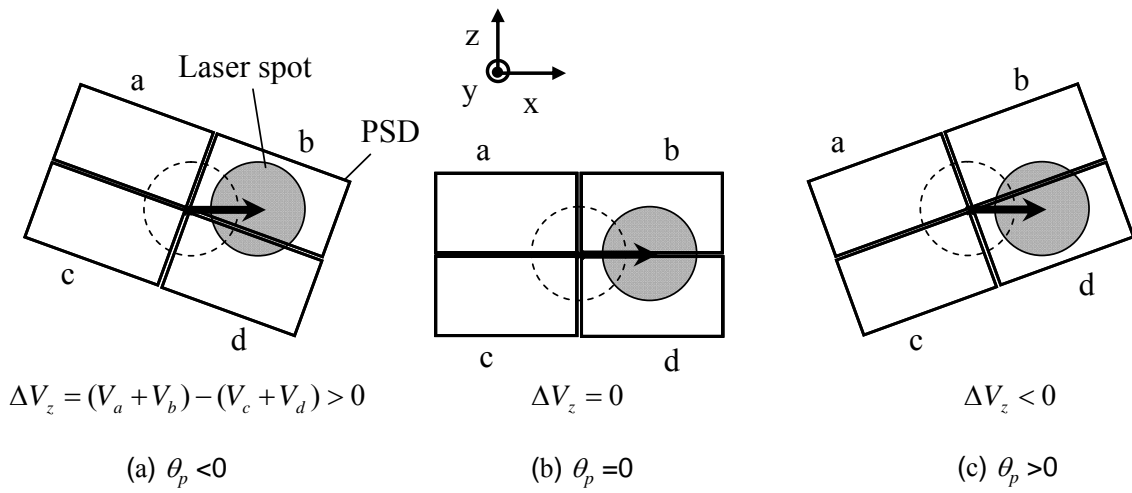


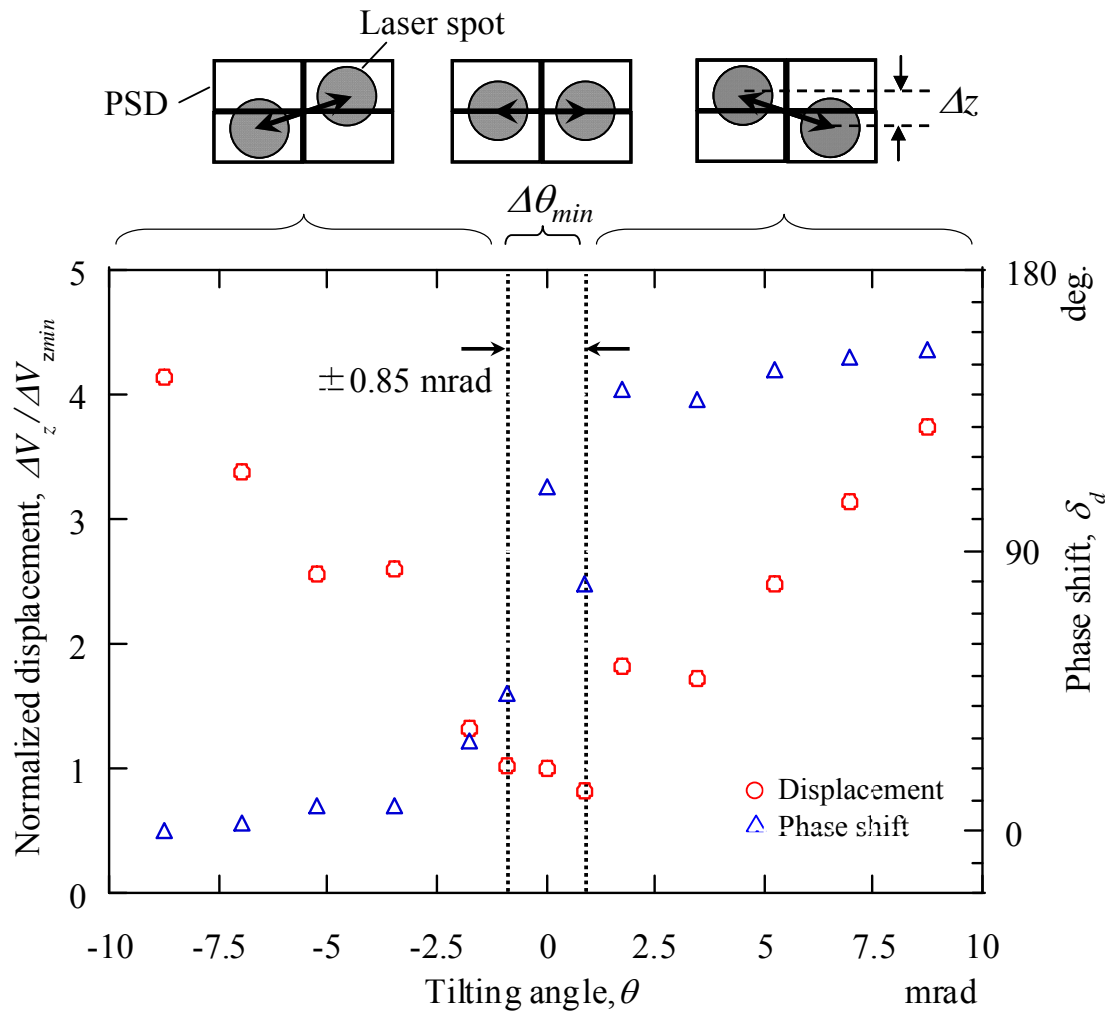
Fig. 3.9 Schematic of relationship between tilting angle and displacement signal.

項で述べた方法により、プローブのしゅう動方向と $x$ 軸方向との平行度調整が可能であることを実験的に確認した。また図 3.8 の測定結果からわかるように、1.7 mradの刻み幅で $\Delta V_z$ の有意な最小値が得られたことから、この平行度調整の誤差範囲は $\pm 0.85$  mrad程度であるといえる。理論的な調整分解能は0.02 mradであるので、より高分解能の傾斜ステージを導入することによってさらに精度の高い平行度調整が可能と考えられる。

次に、プローブのしゅう動方向と基板の平行度を調整した。プローブの振動振幅は50 nm、振動数は1000 Hzとした。基板を搭載した傾斜ステージを回転させたときの、傾斜角度 $\theta$ に対するレーザースポットの $z$ 軸方向の変位成分 $\Delta V_z$ 、および $\Delta V_z$ の加振信号に対する位相差 $\delta_d$ をロックインアンプを用いた同期検波により測定した。測定結果を図 3.10 に示す。 $\theta$ の刻み幅は傾斜ステージの分解能の制限から最小で0.85 mradとした。 $\Delta V_z$ については測定値の最小値で正規化した結果を示す。図 3.10 より、しゅう動方向と $x$ 軸方向の平行度調整と同様に、 $\Delta V_z$ はある傾斜角度において最小値をとり、さらに、それを境界に位相差 $\delta_d$ が180°反転していることがわかる。このことから、しゅう動方向と基板の平行度が、第3.2.1項で述べた原理に基づき実験的に調整可能であることが確かめられた。また、測定結果より $\Delta V_z$ の最小値が測定された傾斜角度の範囲は $\pm 0.85$  mradであった。

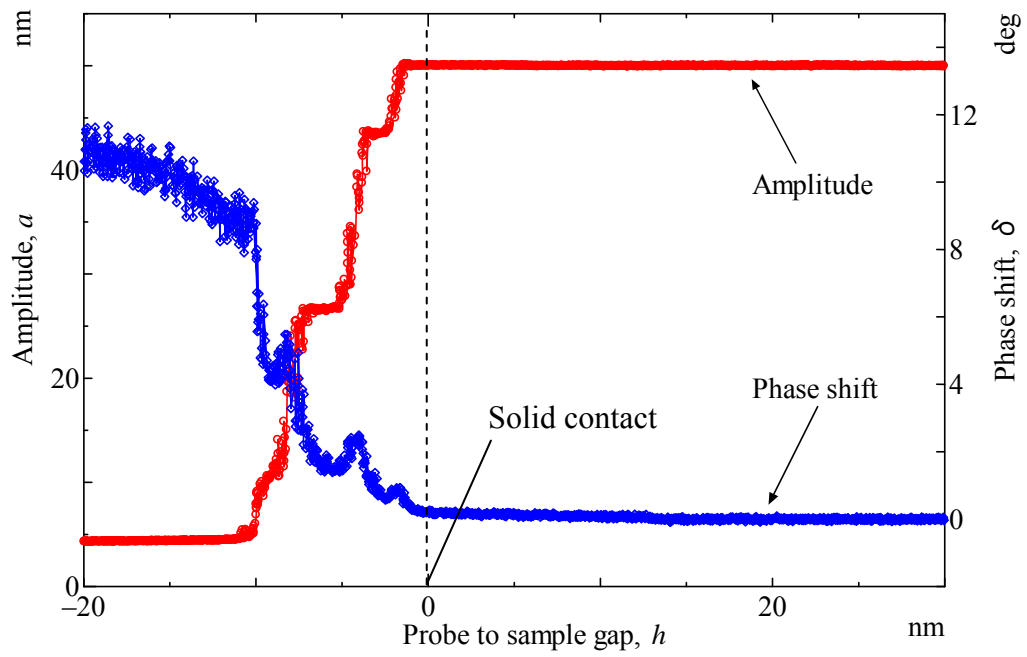
以上のように調整したプローブのしゅう動方向と基板表面との平行度には、しゅう動方向と $x$ 軸方向の調整誤差と、しゅう動方向と基板表面との調整誤差の両者が含まれる。したがって、本調整方法による実験的な調整誤差はそれらを加算して $\pm 1.7$  mradとなった。これは、振動振幅50 nmに対して最大0.17 nmの隙間変動量となる。以上の結果から、本研究で提案した平行度調整法により、プローブのしゅう動方向と基板の平行度を目標とした1 mradオーダーで調整することが可能になったといえる。すなわち、振動振幅を50 nm以下とすれば、平行度のずれによるしゅう動隙間の変動量を0.1~0.2 nmに抑えることができる。

さらに、平行度調整の有無がナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定へ与える影響について実験により検証した。プローブには先端が円錐型のものを使用した。プローブの加振振動数は1000



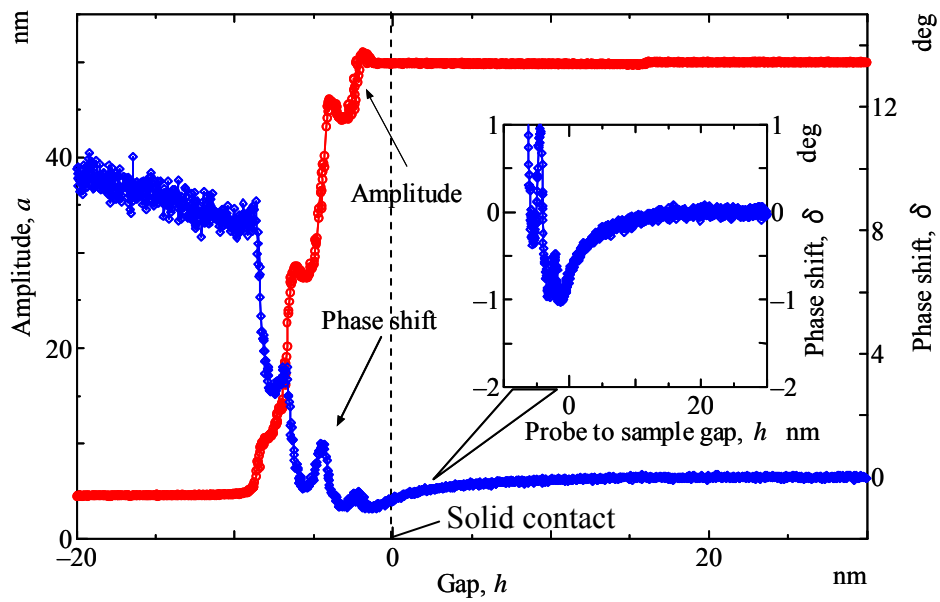
**Fig. 3.10** Tilting angle  $\theta$  vs. normalized displacement and phase shift of laser spot movement in  $z$  direction.

Hz, 振幅は 50 nm とした. プローブの加振を維持したまま, ピエゾステージを用いて速度 2.0 nm/sec でプローブ先端と基板との隙間を狭小化し, プローブが試料と接触しない状態から潤滑薄膜をしゅう動する状態を経て固体接触に至るまで, プローブ振動の振幅  $a$  と, 位相遅れ  $\delta$  を測定した. 試料はカーボン保護膜付きの磁気ディスクに Perfluoropolyether(PFPE)系潤滑剤の Z03 を塗膜したものをを用いた. 実験試料と成膜方法についての詳細は第 4.2 節で述べる. 図 3.11 には, 平行度調整を行った場合の代表的な実験結果を示す. 横軸は試料とプローブ先端間のしゅう動隙間を表しており, その原点の決め方については第 3.3.5 項で詳しく述べる. 平行度調整を行った場合, 図 3.11 に示した結果と同様の測定結果を再現性よく得ることができた. 平行度調整を行わなかった場合には, 図 3.12 に示すように, 図 3.11 の測定結果とは異なる結果が得られ, 測定において十分な再現性を得られなかった. とくに, 潤滑膜をしゅう動している状態において図 3.12(a)では位相遅れ  $\delta$  が減少し, 図 3.12(b)では振動振幅  $a$  が増加した. これらの結果が正しいとすると, 潤滑膜と接触したことによりプローブにはたらく摩擦力は減少することとなり, 実際の現象とは明らかに矛盾する. このような結果が得られる原因としては, しゅう動方向に対する固体基板の傾きによって, プローブに非対称なせん断力や垂直力がかかり, プローブの変形が単純な曲げだけではなく, 複雑なねじれなどを伴ったためと考えられる.

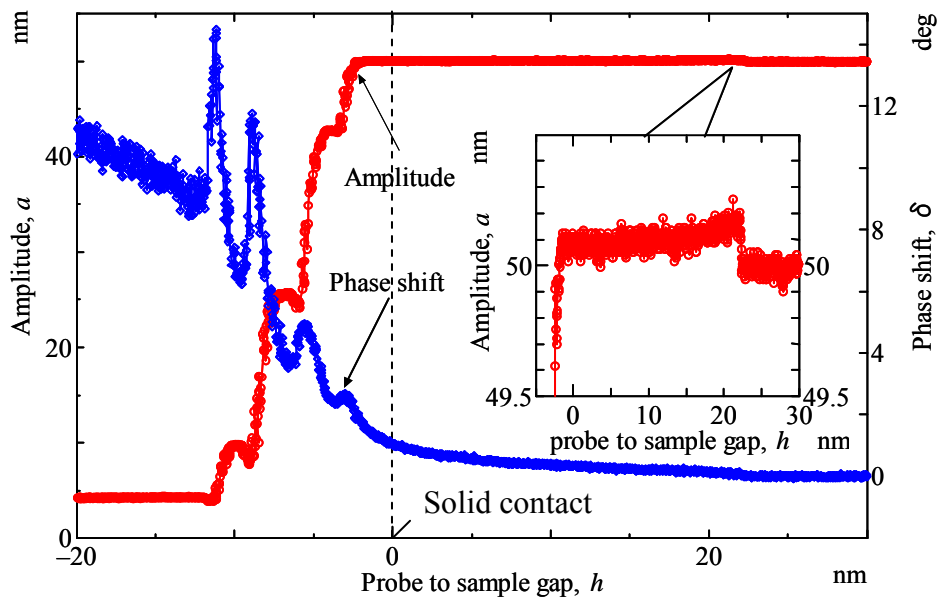


**Fig. 3.11 Probe amplitude change and the phase shift measured with Z03 lubricant film with parallelism adjustment.**





(a) Negative phase shift



(b) Increase of probe amplitude.

**Fig. 3.12 Results of shearing experiments of Z03 lubricant film without parallelism adjustment. (a) Negative phase shift and (b) increase in probe amplitude were occasionally observed.**

## 3.3 固体接触点検出

### 3.3.1 検出原理

FWMを用いた粘弾性測定においては、プローブを一定の振動数および振幅で加振しながら、プローブ先端と基板表面とのしゅう動隙間を連続的に狭小化し、固体接触が発生するまでのプローブ先端における振幅変化と位相遅れを測定する。つまり、しゅう動隙間を狭小化する過程において、プローブは試料と接触していない状態から、基板上の潤滑膜のみをしゅう動する状態を経て、基板と固体接触する。第2章で述べたように、FWMにおいては固体接触が開始した点（固体接触点）を検出し、これをしゅう動隙間の原点とする。しゅう動隙間の絶対値は隙間を調整するピエゾステージの原点からの変位量により知ることができる。これまでのFWMでは、プローブ先端と固体基板が潤滑膜を介してしゅう動する状態から、固体接触してしゅう動する状態へと移行した際の、摩擦力の急増に起因した急激な振動振幅の減少から固体接触点を同定していた<sup>(57)</sup>。しかし、この方法による固体接触点の検出精度は、振幅信号のSN比から0.8 nm程度であった。本研究で測定の対象とする潤滑膜の厚さは1~2 nm程度であることから、その粘弾性の測定には、少なくとも膜厚の十分の一程度に相当する0.1~0.2 nmの精度でしゅう動隙間の原点を同定する必要がある。そこで本研究では、従来に比べより高感度な固体接触の検出を実現する新規な方法を考案した。しゅう動面となるプローブ先端と基板表面はいずれも表面粗さをもつため、しゅう動面同士の固体接触はその開始時において突起同士の間欠的な接触となる。その際、プローブ先端にはインパルス状の接触力が印加され、プローブにはその固有振動数での振動が励起されることが考えられる。したがって、プローブの振動振幅中に含まれる固有振動数成分を測定することにより、固体接触点を検出することとした。FWMによる粘弾性測定では、加振の振動数はプローブの固有振動数よりも十分に小さく設定する。したがって、粘弾性の定量化に必要な加振振動数成分の振動と、固体接触の検出に用いる固有振動数成分での振動は

異なる周波数帯域で測定することが可能である。この検出原理に基づいて固体接触点を精度良く検出するためには、インパルス状の加振力によってプローブにより大きな固有振動の励起が得られることが望ましい。ここで、簡単のために振動系にステップ上の力入力があるときの応答を考える。ばね定数 $k$ 、質量 $m$ 、減衰係数 $c$ のばね質点系に、 $t=0$ で大きさ $F$ のステップ状の力入力があったとき、質点の変位 $I(t)$ は次式で表される<sup>(68)</sup>。

$$I(t) = \frac{F}{\omega_n^2} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1-\zeta^2}} \exp(-\zeta\omega_n t) \cos(\omega_d t - \phi') \right) \quad (3.5)$$

ここで、 $\omega_n$ は固有角振動数を示す。また $\omega_n$ 、 $\zeta$ 、および $\omega_d$ 、 $\phi'$ は次式で表される。

$$\zeta = \frac{c}{2\sqrt{mk}} \quad (3.6)$$

$$\omega_n = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (3.7)$$

$$\omega_d = \sqrt{1-\zeta^2} \omega_n \quad (3.8)$$

$$\phi' = \tan^{-1} \frac{\zeta}{\sqrt{1-\zeta^2}} \quad (3.9)$$

式(3.5)より、励起される正弦的な振動の振幅 $I_{amp}$ は次式で表される。

$$I_{amp} = F \frac{m}{k} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1-\frac{c^2}{4mk}}} \exp(-\zeta\omega_n t) \right) \quad (3.10)$$

式(3.10)において時間 $t$ に依存する指数関数の項は、時間の経過によって振幅 $I_{amp}$ がその最大

値から減衰する現象を表すものである。したがって、振幅の最大値 $I_{amp\_max}$ は $\exp(-\xi\omega_d t)=1$ として次式で表される。

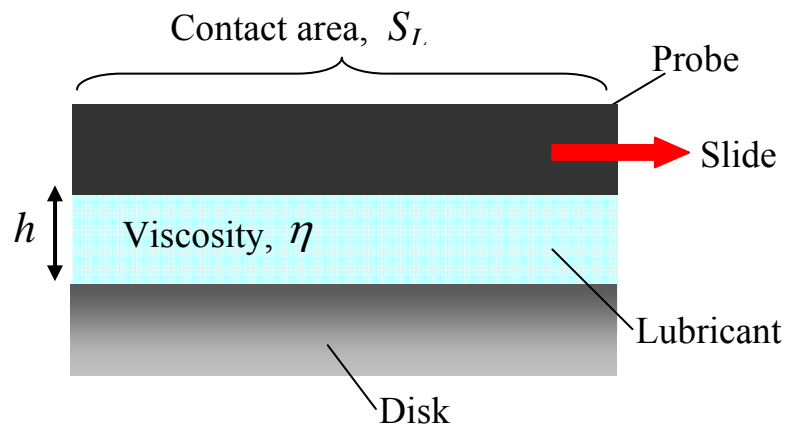
$$I_{amp\_max} = F \frac{m}{k} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1 - \frac{c^2}{4mk}}} \right) \quad (3.11)$$

式(3.11)より、本研究で用いる光ファイバプローブをばね質点系と仮定した場合、固体接触によりプローブ先端に励起される固有振動を大きくするためには、振動系の減衰係数 $c$ を小さくする必要がある。しかし、プローブが潤滑膜をしゅう動している状態では、潤滑膜のもつ粘性によって振動系の減衰係数 $c$ が大きくなることが想定され、これは固体接触の検出感度を低下させる原因となりうる。潤滑膜しゅう動時の減衰係数 $c$ は、接触面積 $S_L$ 、潤滑剤の粘性係数 $\eta$ 、しゅう動隙間 $h$ を用いて次式で表される<sup>(67)</sup>。

$$c = \frac{S_L \eta}{h} \quad (3.12)$$

ここでプローブ先端の曲率半径はナノメートルオーダーのしゅう動隙間に対して十分大きいため、図3.13に示すように潤滑膜は二つの平面間に挟まれた状態と仮定した。式(3.12)より、接触面積 $S_L$ を小さくすることによって、減衰係数 $c$ を小さくすることができる。つまり、プローブにより大きな固有振動を励起するには、より接触面積が小さいプローブの使用が適していると考えられる。そこで、本研究では第2.1節の図2.2に示したような先端の曲率半径 $8\ \mu\text{m}$ の光ファイバプローブを用いることとした。

次項では、突起接触におけるインパルス加振と突起高さの正規分布を仮定した数値解析モデルにより、提案した検出法の実現可能性について検討した結果を述べる。さらに実験



**Fig. 3.13 Lubricant confined between two parallel surfaces.**

による原理確認を行った。本法の検出原理から、励起されるプローブの固有振動振幅は、表面粗さとしゅう動隙間に依存すると考えられる。そこで、実験結果と数値解析結果について、固有振動振幅の表面粗さおよび隙間の変化量に対する依存性を比較し、本検出原理の妥当性を検証した。また、得られた実験結果について固体接触点の同定およびその最小検出限界について算出した結果を述べる。

### 3.3.2 数値解析による検出原理の検証

#### 3.3.2.a 数値解析モデル

本研究で用いた数値解析モデルの概略を図 3.14 に示す。本モデルにおいては、強制振動させたプローブと基板が接触しゅう動する際に、突起接触によってプローブにインパルス力が加わると仮定し、そのときプローブに励起される固有振動の振幅 $a_r$ を数値計算により求めた。プローブは、ばね・質点・ダンパから構成される 1 自由度の振動系と仮定した (図 3.14(a))。図 3.14(b)にはプローブにはたらくインパルス加振力を模式的に示す。図 3.14(b)中、 $T_d$ 、 $T_{in}$ 、 $F_{in}$ は、インパルス加振力の印加時間、印加の周期、加振力の大きさをそれぞれ表す。これらの値はプローブ先端および基板の表面形状や接触しゅう動条件に基づいて決定した。

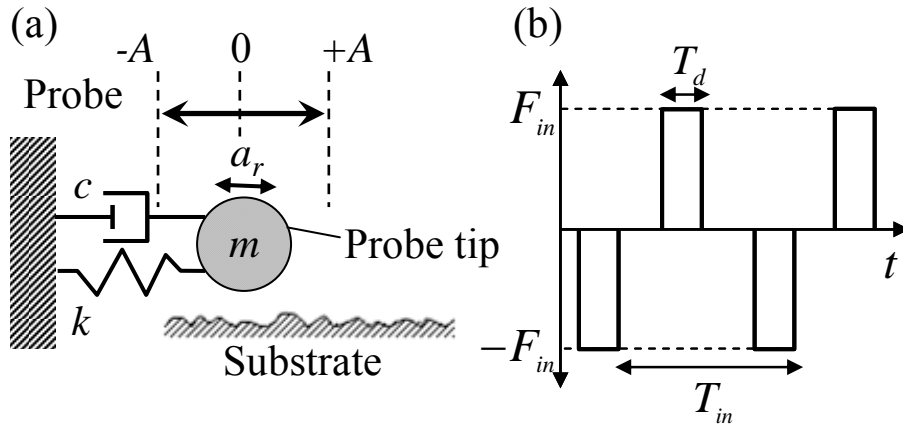


Fig. 3.14 (a)Mechanical model of the probe and (b)the modeled impulsive force.

まず、しゅう動面の表面形状のモデル化について述べる (図 3.15). 表面粗さのモデルには、Greenwood-Williamsonモデル (以下、GWモデル) を適用した<sup>(69)</sup>. GWモデルでは、表面粗さの各突起先端部を同一半径をもつ球と仮定し、それらの高さが正規分布するものとして表面粗さを表現する. 各突起の接触はヘルツ接触とする. 本研究で考える系のように、二つのしゅう動面がともに粗さをもつ場合は、一方を粗さのない面とし、もう一方を二面の複合表面粗さをもつ面として、GWモデルを適用することができる<sup>(70)</sup>. ここでは、二つの接触しゅう動面のうち、プローブ側を粗さのない曲率半径 $L$ の完全な球面、そして基板側を基板とプローブの複合表面粗さをもつ面とした. プローブと基板それぞれの二乗平均粗さを $\sigma_p$ ,  $\sigma_s$ , 最大粗さを $R_{max\_p}$ ,  $R_{max\_s}$ とすると、複合表面粗さにおける二乗平均粗さ $\sigma$ , 最大粗さ $R_{max}$ は次式で表される<sup>(71)</sup>.

$$\sigma = \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_s^2} \quad (3.13)$$

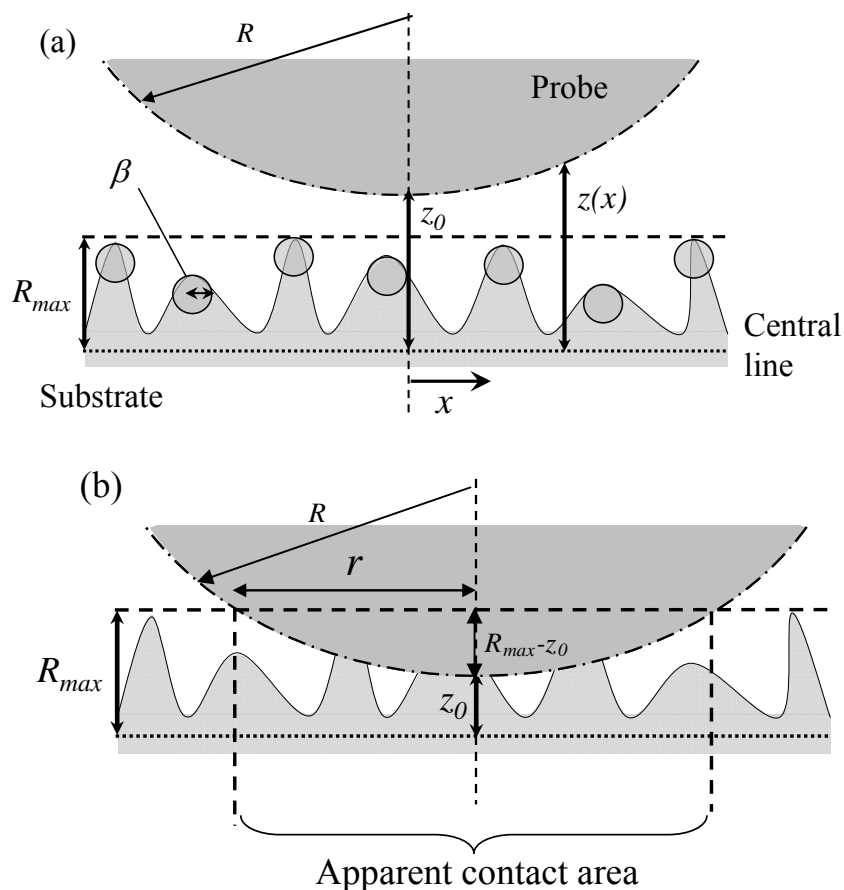
$$R_{max} = R_{max\_p} + R_{max\_s} \quad (3.14)$$

GWモデルを用いることにより、粗さをもつ表面の接触において、接触面積および垂直荷重

を算出することができる．図 3.15 に示すように，プローブ先端は曲率をもつため，その中心からの位置 $x_s$ によって固体基板の粗さの中心線(central line)とプローブ面間の距離は変化する．この距離を $z(x_s)$ とすると，次式で表される．

$$z(x_s) = z_0 + \frac{x_s^2}{2R} \quad (3.15)$$

ここで $z_0$ はプローブ先端の最下点と固体基板の粗さの中心線との距離を意味する．また，実験においてはしゅう動隙間の狭小化に対してプローブの最下点が固体基板に最初に接触



**Fig. 3.15 Model of the shearing surfaces (a)before the solid contact and (b)during the solid contact.**

する点を固体接点、すなわち隙間 0 の点とする。したがって、数値解析モデルにおいては図 3.15 中において、 $z_0 = R_{max}$  となるときが実験における固体接点に対応し、 $z_0 - R_{max}$  が実験におけるしゅう動隙間に対応する。

次に、プローブに印加されるインパルス力のモデル化について述べる。固体表面同士が接触しゅう動する間、プローブと基板との間欠的な突起接触は見かけの接触領域の至る所でランダムに起こると考えられる。それら突起接触のひとつひとつにおける接触力と接触時間をモデル化するのは困難である。そこで、本モデルではプローブが同一方向にしゅう動する半周期の間、すなわちプローブの振動振幅を  $A$  として、振動の中心位置を基準に  $-A$  の位置から  $+A$  の位置まで、もしくは  $+A$  から  $-A$  の位置までプローブがしゅう動する間に、ランダムに起こる複数の突起接触を等価な力積を与える単一のインパルス加振力に置き換えることとした。突起接触によってプローブに与えられる力積は、印加される力の大きさとその印加時間の積で表される。ここで、プローブにはたらくインパルス力の起源として、プローブ先端と基板表面との間にはたらく摩擦力を仮定した。つまり、図 3.14(b)に示すインパルス力の大きさ  $F_{in}$  は、次式に示すように、GWモデルにより算出した垂直荷重  $N$  に摩擦係数  $\mu$  を乗算することで求めた。

$$\begin{aligned} F_{in} &= \mu N \\ &= \mu E \rho \sigma \sqrt{\pi \beta \sigma} \iint_{S_a} \exp\left(-\frac{R_{max} - z(x_s)}{\sigma}\right) dS_a \end{aligned} \quad (3.16)$$

ここで  $\rho$  は固体基板における単位面積あたりの突起数、 $\beta$  は単一突起の曲率半径である。ある表面突起と次の突起との間には必ず谷が存在するため、ある突起とその隣の谷を一つの波と考えその波長を一定と仮定すると、単位長さあたりの突起数  $n$  は単位長さあたりの波の数を与える。簡単のために、突起の曲率半径  $\beta$  を波長の四分の一と仮定し、次式で表すこととした。



$$\beta = \frac{1}{4n} = \frac{1}{4\sqrt{\rho}} \quad (3.17)$$

また、 $E$ は接触する二つの固体の複合弾性率を意味し、プローブと基板それぞれのヤング率を $E_p$ ,  $E_s$ , ポアソン比を $\nu_p$ ,  $\nu_s$ としたとき、次式で表される。

$$\frac{1}{E} = \frac{(1-\nu_p^2)}{E_p} + \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} \quad (3.18)$$

また、式(3.16)の積分領域である $S_a$ は、図 3.15(b)に示したプローブと固体基板の見かけの接触領域 (apparent contact area) を意味する。見かけの接触面積の半径 $r$ は幾何的な関係から次式により表される。

$$\begin{aligned} r &= \sqrt{R^2 - (R - (R_{max} - z_0))^2} \\ &= \sqrt{R^2 - \{R^2 - 2R(R_{max} - z_0) + (R_{max} - z_0)^2\}} \end{aligned} \quad (3.19)$$

本研究で解析対象としているような固体接触の直後、つまりプローブを固体基板に押し込んでいる量 $R_{max} - z_0$ がサブナノメートルオーダーでプローブの先端半径 $R$ に比べ十分小さい場合、式(3.19)は近似的に次式で表される。

$$r = \sqrt{2R(R_{max} - z_0)} \quad (3.20)$$

そして、見かけの接触領域の面積 $S_a$ については $S_a = \pi r^2$ とした。

次に 1 回のインパルス力の印加時間 $T_d$ およびインパルス力が加わる周期 $T_{in}$ について述べ

る。複数の突起接触と力積を等価とするためには、単一のインパルス力の印加時間 $T_d$ を複数の突起接触の接触時間の総和に一致させる必要がある。そこで、しゅう動の半周期における接触時間の総和の概算値を、次式により見積もることとした。

$$T_d = \frac{1}{2f} \sqrt{\frac{D}{D_a}} \quad (3.21)$$

ここで $D_a$ は半周期のしゅう動において、プローブが通過する見かけの接触面積の総和、 $D$ は同じく半周期において真実接触領域がしゅう動する面積の総和を表す。また、 $f$ は強制振動させるプローブの加振振動数を表す。すなわち半周期( $1/2f$ )を見かけの接触面積と真実接触面積の平方根で比例配分し、半周期における接触時間の総和とした。図 3.16 は見かけの接触面積の総和 $D_a$ および真実接触領域がしゅう動する面積の総和 $D$ の算出法を模式的に示したものである。 $D_a$ は図 3.16 に示すように、見かけの接触面積 $S_a$ をもつ円領域が、平行にしゅう動距離  $2A$  移動する際に通過する総面積と考えると幾何的に次式で表される。

$$D_a = 4rA + S_a \quad (3.22)$$

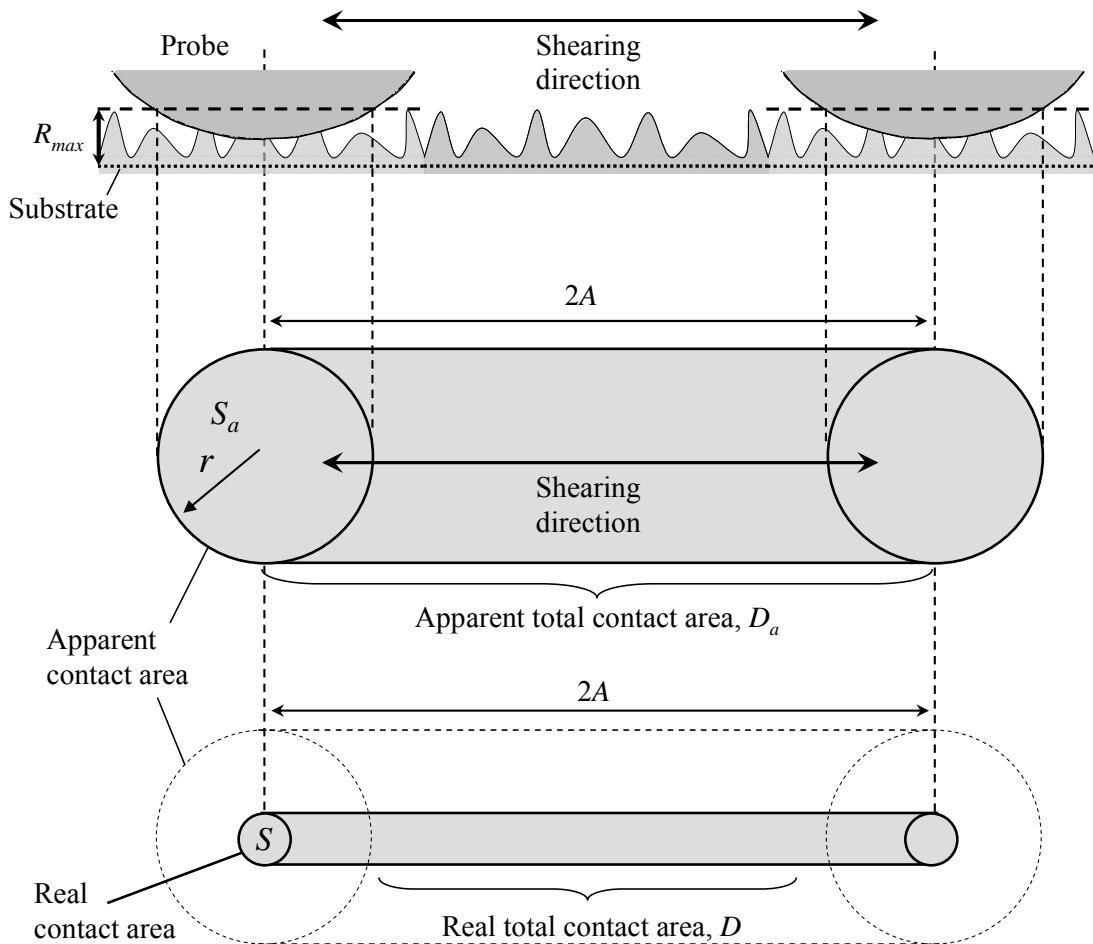
静止状態のプローブと固体基板の接触は、見かけの接触領域内でランダムに起こる複数の突起同士の接触である。しかし、個々の突起接触をモデル化し、その接触面積を算出することは容易ではない。そこで、GWモデルを用いて $\sigma$ 、 $R_{max}$ から統計的に得られる静止時の真実接触面積 $S$ を算出し、面積 $S$ を有する単一突起の接触で代表させるものとした。すなわち、複数の突起接触を単一突起の接触で代表させた。このとき、 $D$ は図 3.16 に示すように、真実接触面積を $S$ を有する円領域が距離  $2A$  を平行移動する際に通過する総面積と考えられ、幾何的に次式で表される。

$$D = 4\sqrt{S/\pi} \cdot A + S \quad (3.23)$$

ここで、 $S$  は GW モデルより次式で表される。

$$S = \pi\rho\sigma\beta[S_a \exp(-\frac{R_{max} - z(x_s)}{\sigma})] \cdot 2\pi d S_a \quad (3.24)$$

本モデルでは、半周期のしゅう動における複数の突起接触を単一のインパルス加振力に代



**Fig. 3.16 Schemartic of apparent toatal contact area and real total vontakt area between the probe and the substrate in numerical model.**

表させるため、その周期 $T_{in}$ は次式で表される。

$$T_{in} = \frac{1}{f} \quad (3.25)$$

以上の解析手順をまとめると、まず、プローブに印加されるインパルス力の大きさ $F_{in}$ は式(3.16)にプローブと基板の複合弾性率 $E$ と複合表面粗さにおける二乗平均粗さ $\sigma$ 、最大粗さ $R_{max}$ 、基板における単位面積あたりの突起数 $\rho$ と単一突起の曲率半径 $\beta$ 、とプローブと基板間の摩擦係数 $\mu$ を代入し、図 3.16 で表される見かけの接触面積領域(apparent contact area)で積分することで得る。次に、インパルス加振力の印加時間 $T_d$ は、強制振動させるプローブの加振振動数 $f$ と、 $D_a$ および $D$ を用いて式(3.21)から求められる。 $D_a$ および $D$ は、GWモデルより式(3.24)から求められる $S$ 、見かけの接触領域 $S_a$ および式(3.20)で表されるその半径 $r$ 、しゅう動振幅 $A$ を用いて式(3.22)および(3.23)より算出される。また、印加の周期 $T_{in}$ は式(3.25)に加振振動数 $f$ を代入することで得られる。得られた $F_{in}$ 、 $T_d$ 、 $T_{in}$ より表されるインパルス力が図 3.14(a)で示した振動系に加わった際に、励起される固有振動数成分の振動振幅 $a_r$ を数値解析により求めた。

数値解析モデルで用いる各パラメータと計算において適用した値を表 3.1 および 3.2 にまとめる。プローブ先端の曲率半径 $R$ は実際に使用したプローブに合わせて  $8 \mu\text{m}$  とした。また、プローブの材質はガラスであるので、プローブの物性値としてヤング率 $E_p$ は  $70 \times 10^9 \text{ Pa}$ 、ポアソン比 $\nu_p$ は  $0.17$  とガラスのものを用いた。プローブのばね定数 $k$ は実測値より  $26.7 \text{ N/m}$  とした。プローブを一自由度のばね質点系にモデル化したときの質点の質量 $m$ および減衰係数 $c$ は、プローブの共振曲線を測定し、この測定結果を最小二乗法で 1 自由度振動系の解析式にフィッティングして求めた。得られた値より、 $m=3 \times 10^{-8} \text{ kg}$ 、 $c=10^{-4} \text{ Ns/m}$  とした。プローブの強制振動の振幅 $A$ 、振動数 $f$ については実験で用いた値より、 $A=25 \text{ nm}$ 、 $f=1000 \text{ Hz}$  とした。実験で用いたプローブについてAFM測定の結果から、しゅう動面となる先端の表

**Table. 3.1 Prameters regarding probe used in numerical model**

Parameter, symbol	Value
Radius of end of fiber, $R$	8 $\mu\text{m}$
Sprin constant, $k$	26.7 N/m
Mass, $m$	$3 \times 10^{-8}$ kg
Damping coefficient, $c$	$10^{-4}$ Ns/m
Oscillation amplitude, $A$	25 nm
Oscillation frequency, $f$	1000 Hz
Route mean square of roughness, $\sigma_p$	0.27 nm
Max roughness, $R_{max_p}$	1.27 nm
Young's modulus of probe, $E_p$	$70 \times 10^9$ Pa
Poisson ratio of probe, $\nu_p$	0.17

**Table. 3.2 Prameters regarding Si substrate used in numerical model**

Parameter, symbol	Substrate	
	No-etched Si	Etched Si
Route mean square of roughness, $\sigma_s$	0.16 nm	0.67 nm
Max roughness, $R_{max_s}$	1.1 nm	3.8 nm
Density of asperities, $\rho$	$144 \times 10^{12}$	$25 \times 10^{12}$
Radius of asperities, $\beta$	20 nm	50 nm
Young's modulus of Si substrates, $E_s$	$150 \times 10^9$ Pa	
Poisson ratio of Si substrates, $\nu_s$	0.28	

面粗さ  $\sigma_p$ ,  $R_{max_p}$  はそれぞれ 0.27 nm, 1.27 nm とした.

基板に関するパラメータには, 実験において使用した二種類のシリコン基板に対応した値を用いた. シリコン基板は化学的なエッチングにより, 様々な表面粗さとすることが可能である. 本研究では, 表面粗さがプローブに励起される固有振動の大きさに与える影響を検証するために, エッチング処理をしたシリコン基板と処理をしなかったシリコン基板の二種類を用いた. 数値解析において基板の表面粗さ  $\sigma_s$ ,  $R_{max_s}$  は, AFMによる実測値と対応させて, エッチング処理を施したシリコン基板では 0.67 nm, 3.8 nm, 未処理のものについては 0.16 nm, 1.1 nm とした. プローブ表面と基板表面の複合表面粗さは, 式(3.13)および(3.14)を用いて二乗平均粗さ  $\sigma$  および最大粗さ  $R_{max}$  を求めた. エッチング処理を施したシリコン基板の場合では  $\sigma=0.72$  nm,  $R_{max}=5.07$  nm 未処理のものの場合  $\sigma=0.31$  nm,  $R_{max}=3.37$  nm であった. また基板の突起密度  $\rho$  および突起半径  $\beta$  についても, 実験で用いた二種類のシリコン基板のAFM測定で得られた値を用いた. プローブと基板表面との見かけの接触面積が概ね  $1 \mu\text{m}^2$  以下であることから, AFMにより得た一次元の表面形状について, 走査距離  $1 \mu\text{m}$  における突起数の平均値から単位長さあたりの突起数  $n$  を求め, それを自乗して単位面積あたりの突起数  $\rho$  とした. また突起半径  $\beta$  は, 単位長さあたりの突起数  $n$  が表面形状における単位長さあたりの波の数を表すと仮定し式(3.17)より算出した. その結果,  $\rho$  および  $\beta$  はエッチング処理を施したシリコン基板ではそれぞれ  $25 \times 10^{12}$  個/ $\text{m}^2$ , 50 nm, 未処理のもので  $144 \times 10^{12}$  個/ $\text{m}^2$ , 20 nm とした. 基板のヤング率  $E_s$  とポアソン比  $\nu_s$  についてはエッチング処理をした場合と未処理の場合ともにシリコンの物性値としてそれぞれ  $150 \times 10^9$  Pa, 0.28 とした. 摩擦係数  $\mu$  には, 基板およびプローブの材質であるシリコンとガラスとの摩擦係数を適用すべきであるが, 本研究で解析対象としているような, 二物体の隙間方向への押し込み量が 1 nm 以下であり, かつしゅう動距離が数十 nm という微小な領域の摩擦について, 摩擦係数の正確な値を実験的に得ることは困難である. そこで, まず数値解析においては, 励起される固有振動の摩擦係数に対する依存性を求めた. 次に, プローブの基板に対する押

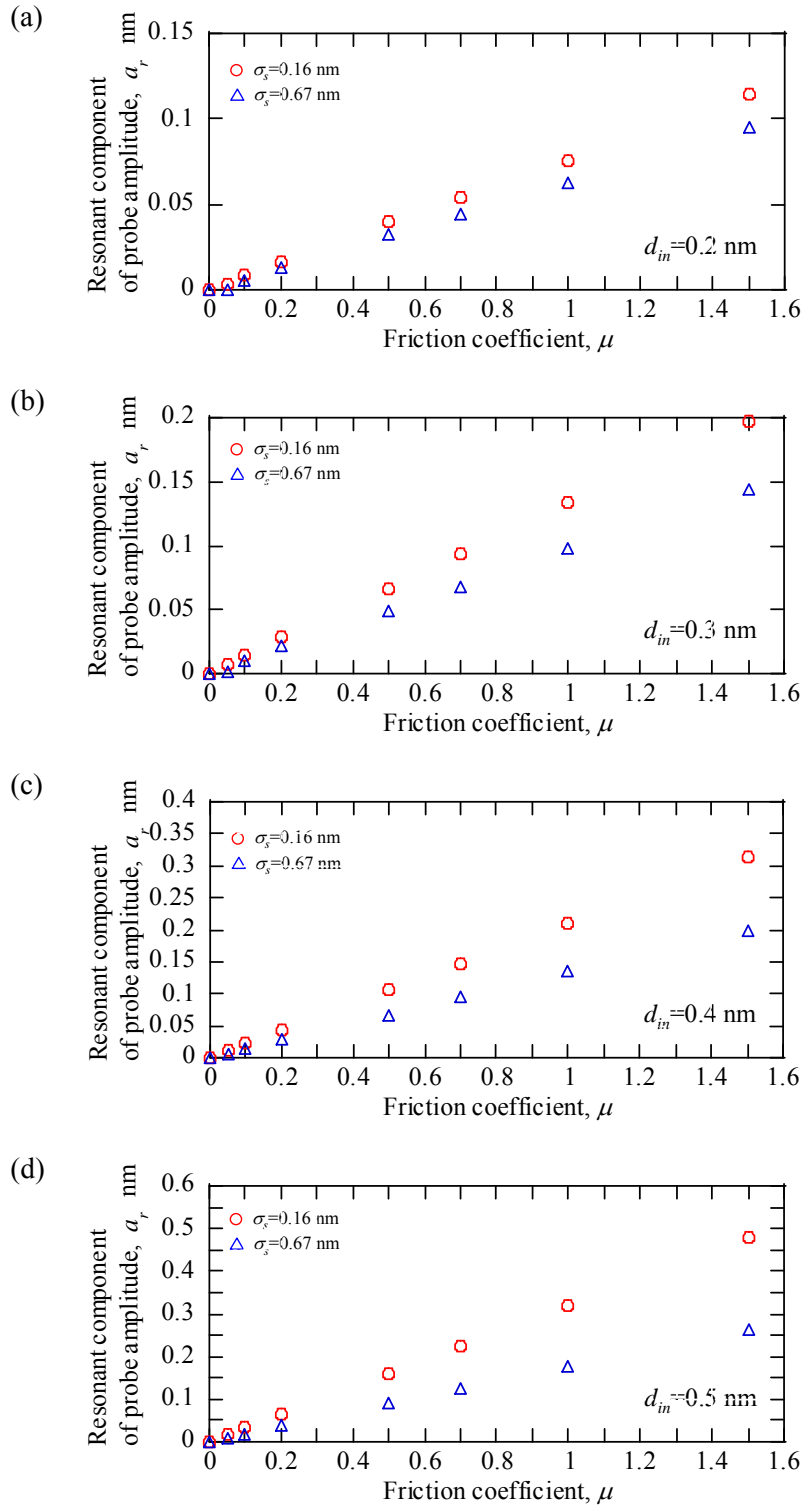
し込み量に対する依存性を求めた．ここでいう押し込み量とは，プローブの最下点と固体基板が接触した点，すなわち固体接触点を基準点としたときのプローブの基板方向への変位量を意味する．つまり，固体接触点を基準点としてしゅう動隙間が負となる領域における隙間の絶対値を押し込み量とよぶこととする．FWMのプローブは隙間方向の剛性が高く，かつ基板は表面粗さをもつため，固体接触が起こっても表面粗さと同程度の隙間は狭小化することができる．すなわち， $0 < z_0 < R_{max}$ の隙間領域において押し込み量 $d_{in}$ は定義される．数値解析モデルにおいては，図 3.15 で示される  $z_0 - R_{max}$  が実験におけるしゅう動隙間 $h$ に対応する．したがって，押し込み量 $d_{in}$ は次式のように示される．

$$d_{in} = -h = R_{max} - z_0 \quad (3.26)$$

### 3.3.2.b 数値解析結果

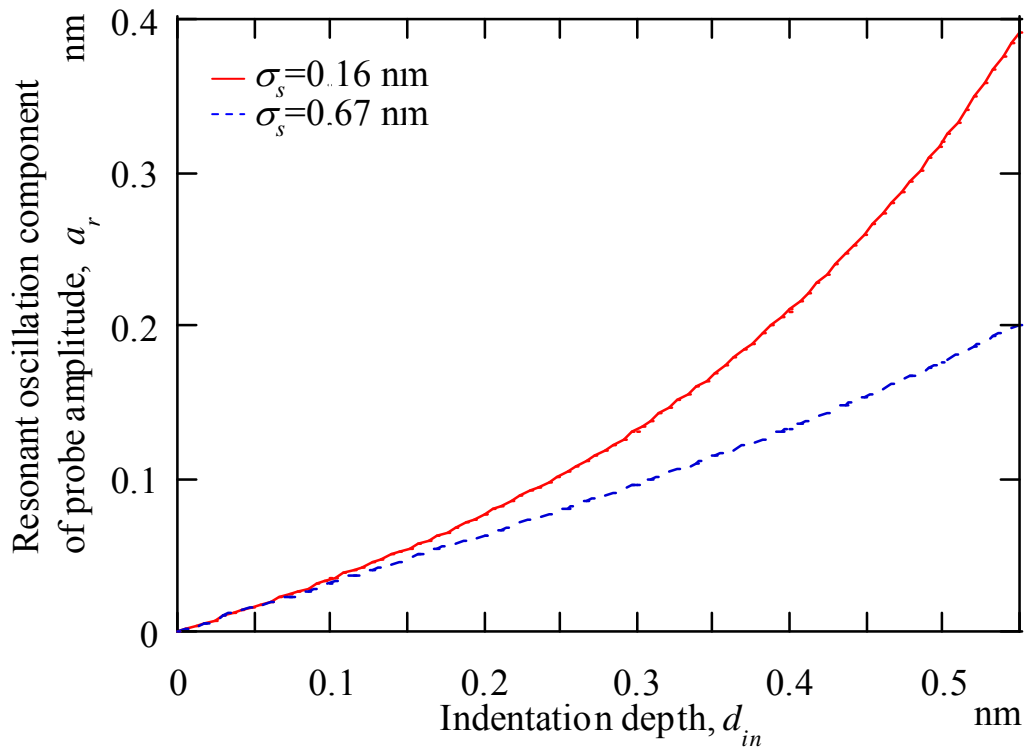
励起される固有振動振幅の大きさの摩擦係数に対する依存性を検証するために，摩擦係数 $\mu$ をパラメータとして，二種類の表面粗さ $\sigma_s = 0.16 \text{ nm}$ ， $\sigma_s = 0.67 \text{ nm}$ についてそれぞれ励起される固有振動振幅 $a_r$ を計算した．結果を図 3.17 に示す．横軸は摩擦係数 $\mu$ ，縦軸はプローブに励起された固有振動振幅 $a_r$ を表す．図 3.17 の(a)~(d)はそれぞれ押し込み量 $d_{in}$ を 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 nmとした場合である．図 3.17 より，摩擦係数と固有振動振幅の間にはほぼ線形関係が成り立つことがわかる．最小二乗法で近似した直線と解析結果との差分から算出される決定係数( $R^2$ 値)により線形性を評価したところすべての結果について 0.99 であった．他の押し込み量についても摩擦係数に対する依存性を計算し，励起される振幅との間に同様の高い線形性が成り立つことが確認された．

次に，押し込み量に対する励起振幅の大きさの依存性について計算した結果を図 3.18 に示す．ここでは摩擦係数は 1 として解析を行った．横軸は基板に対するプローブの押し込み量を示す．縦軸はプローブに励起された固有振動振幅 $a_r$ を示す．図 3.18 に示すように，押し込み量が増加するに従い，励起される固有振動振幅の大きさは増加した．これは接触



**Fig. 3.17** Effect of friction coefficient on resonant oscillation component of probe amplitude with indentation depth of (a) 0.2, (b) 0.3, (c) 0.4 and (d) 0.5 nm.





**Fig. 3.18 Relationship between the resonant oscillation component of probe amplitude and the indentation depth analyzed by numerical model. Red line shows the result of the substrate with 0.16 nm root-mean-square roughness. Blue dotted line shows the result of the substrate with 0.67 nm root-mean-square roughness.**

する突起数および接触頻度の増加により、プローブに加わるインパルス力の大きさおよび印加時間が大きくなったためと考えられる。また、表面粗さの小さい試料がより大きな振幅の固有振動を示した。これは、同じ押し込み量では粗さの小さい試料の方が、接触面積が大きいため、突起接触による印加力(摩擦力)が大きくなったことが原因と解釈できる。

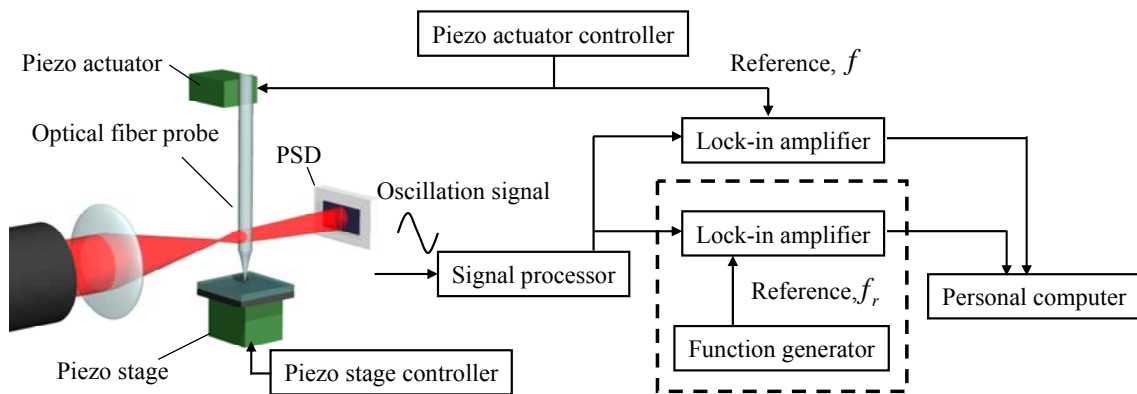
以上の数値解析結果から、プローブに励起される固有振動振幅は、基板に対するプローブの押し込み量の増加に従い単調に増大することが分かった。また、同じ押し込み量では、表面粗さがより小さい基板との接触の方が、より大きな励起振幅が観測されること、つまり隙間の変位に対してより高い感度での固体接触の検出が期待できることがわかった。図 3.18 から押し込み量が 0.2 nm で 0.5 nm 程度の励起振幅が得られる。また、第 2.2 節で挙げた

代表的な値を用いると、 $a_r$ の最小検出限界は 0.002 nmである。図 3.17 から励起振幅は摩擦係数に比例するので、摩擦係数が図 3.18 の場合の 1/10 に相当する 0.1 程度であっても、押し込み量 0.2 nmに対して得られる励起振幅は 0.05 nm程度と見積もられ、十分に検出可能である。一般に大気中での摩擦係数は金属同士で 0.4 以上、また非金属同士であっても 0.2 以上である。以上から、0.2 nm程度の押し込み量であっても、固体接触により励起される固有振動を検出することが可能であると考えられる。

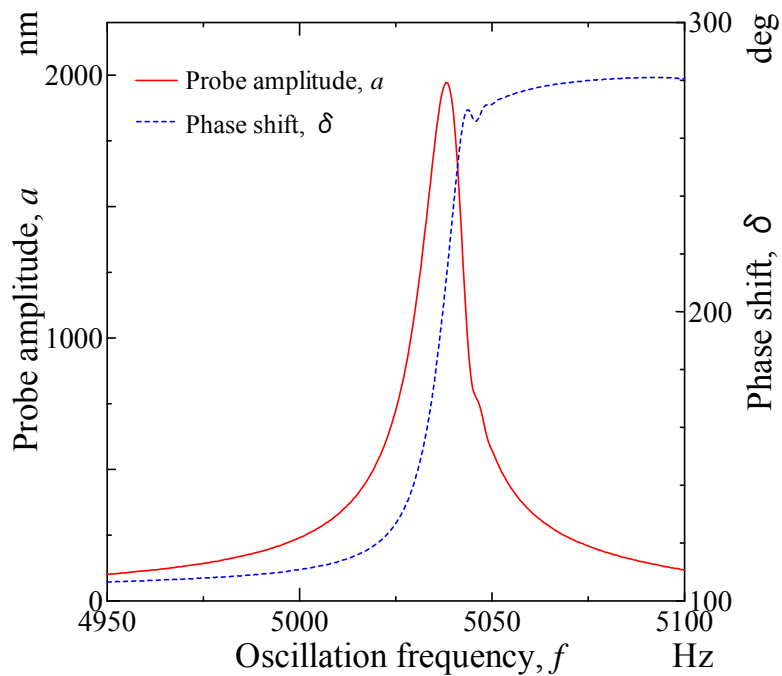
### 3.3.3 装置構成と実験手順

第 2.5 節で述べた FWM の装置構成を図 3.19 に示す。図 3.19 の点線枠内が、提案した固体接触検出法を実現するために追加した装置構成である。従来のロックインアンプに加え、新たに一台ロックインアンプを用意した。追加したロックインアンプを用いて、PSD からプローブの振幅信号について、予め測定したプローブの固有振動数を参照信号とした同期検波を行った。参照信号はファンクションジェネレータにより生成した。これにより、プローブの振幅信号に含まれる加振振動数成分と、固有振動成分を同時に測定することが可能となった。本実験で用いたプローブの共振曲線の測定結果を図 3.20 に示す。プローブの固有振動数は 5.03 kHz であった。光学顕微鏡による観察の結果、プローブの長さは 4.2 mm、先端半径は 8  $\mu\text{m}$  であった。ばね定数は第 2.5.1 項で説明した方法で測定した結果から 26.7 N/m であった。また、AFM による測定の結果、プローブ先端表面の算術平均粗さ  $R_a$ 、二乗平均粗さ  $R_{\text{rms}}$ 、最大高さ  $R_{\text{max}}$  はそれぞれ 0.20 nm, 0.27 nm, 1.27 nm であった。

次に、実験の手順について説明する。光ファイバプローブをピエゾアクチュエータにより、振動数 1 kHz, 振幅 25 nm で加振した。プローブを加振したまま、プローブ先端と試料との隙間をピエゾステージを用いて速度 2.0 nm/sec で狭小化し、プローブが試料と接触しない状態から固体接触に至るまで、プローブの振動振幅の加振振動数成分  $a$  と固有振動成分  $a_r$  を測定した。



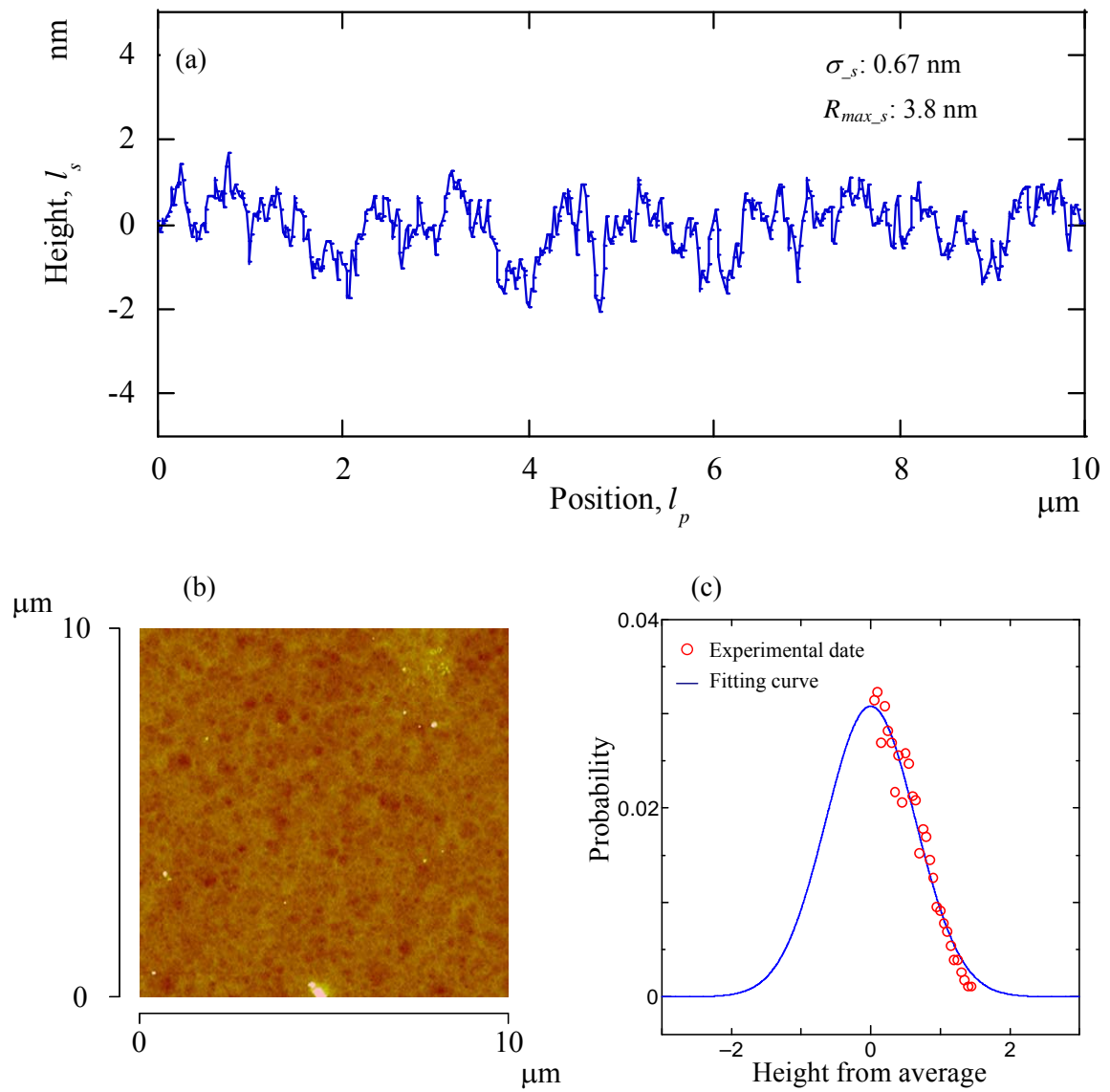
**Fig. 3.19 Schematic diagram of the experimental setup of fiber wobbling method modified for the sensitive solid contact detection.**



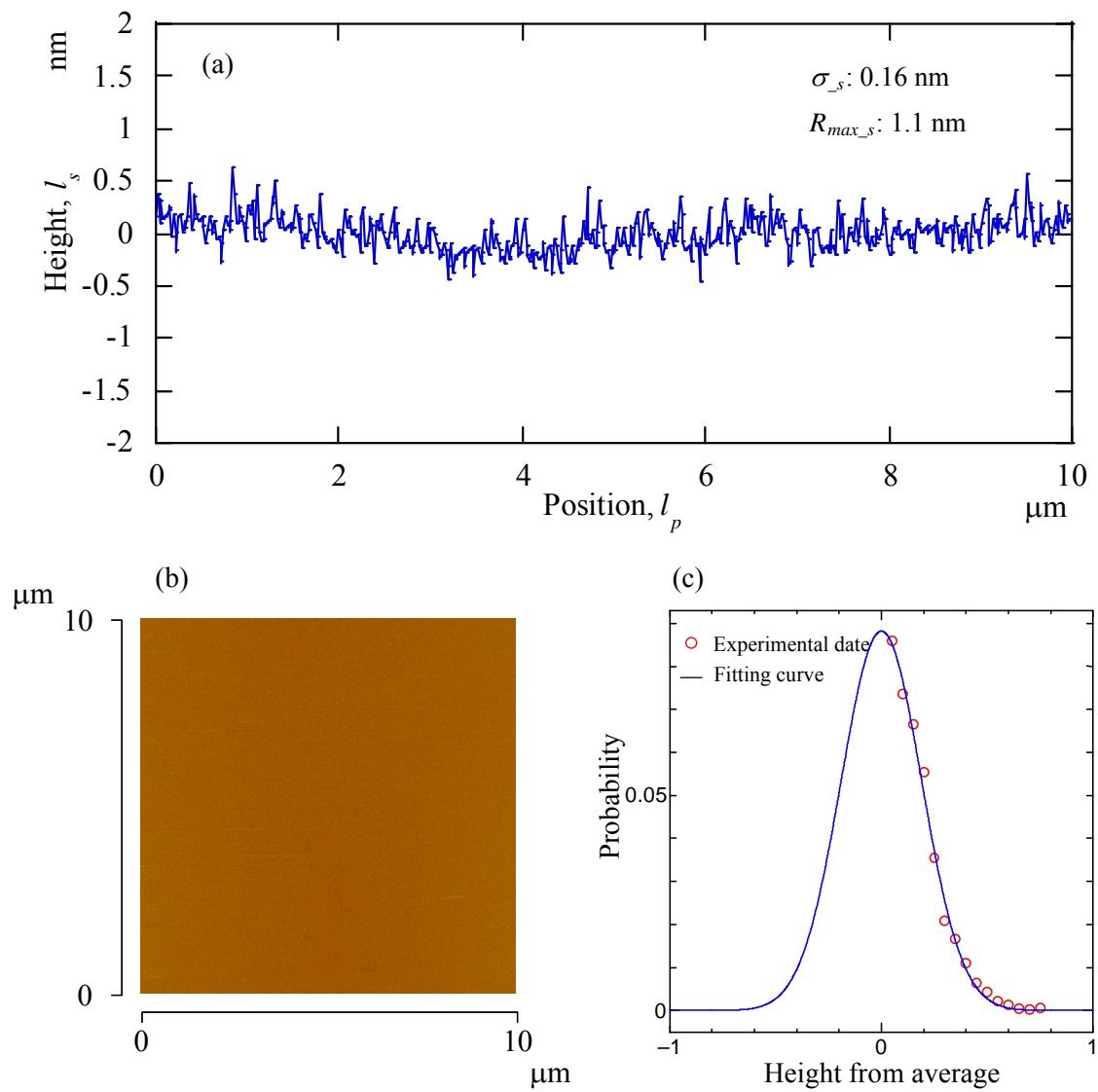
**Fig. 3.20 Resonance curve of the optical fiber probe.**

### 3.3.4 試料

提案した固体接触検出法の実験による原理検証を行うために、基板にはエッチングの処理により表面粗さを変化させることができるシリコン基板を用いた。エッチング液には Tetramethylammoniumhydroxide(TMAH)を用いた。5分間のエッチング処理で表面粗さを大きくしたシリコン基板と、エッチング処理を施さなかったものの二種類を用意した。それぞれのAFMによる測定の結果を図 3.21, 3.22 に示す。二乗平均粗さ $R_{rms}$ および最大粗さ $R_{max}$ はそれぞれエッチング処理したものが 0.67 nm, 3.8 nm, 未処理のものが 0.16 nm, 1.1 nm であった。図 3.21(c)と 3.22(c)は測定された基板表面粗さから、各突起先端の高さ方向に対する確率分布を算出した結果を示す。図中の曲線は実験値を正規分布関数に最小二乗法でフィッティングした近似曲線を示す。本研究で提案した数値解析モデルは、第 3.3.2.a項で述べたように、基板の表面粗さモデルとしてGWモデルを用いている。GWモデルは、表面粗さの突起の高さ分布が正規分布になることを仮定している。図 3.21(c)および 3.22(c)に示すように、本実験で使用したシリコン基板はいずれもその表面形状の高さの分布が正規分布に概ね一致することから、検出原理を検証するうえで実験結果と数値解析との比較は妥当であるといえる。本研究は磁気ディスク上に塗布されたナノ厚さの潤滑薄膜の粘弾性を測定することを目的としている。そこで基板が磁気ディスクである場合でも実験的に固体接触の検出が可能であるかを検証するために、基板としてカーボン保護膜付きの磁気ディスクも用意した。AFMによる測定の結果、二乗平均粗さ $R_{rms}$ 、最大粗さ $R_{max}$ はそれぞれ 0.45 nm, 2.01 nmであった。また、式(3.11)に関して述べたように基板上に潤滑膜が塗布されている場合、潤滑膜のもつ粘性減衰によって固有振動振幅の検出感度が低下する可能性がある。したがって、潤滑膜が塗布された磁気ディスク基板をしゅう動した場合についても実験的に固体接触の検出が可能であるかについても検証することとした。試料には Perfluoropolyether(PFPE)系潤滑剤のZ03 とZdol4000 を磁気ディスク上に塗布したものを用意した。エリプソメータで測定した平均膜厚はともに 2.1 nmであった。磁気ディスクと



**Fig. 3.21 (a) Surface topography, (b) Topographical image and (c) probability distribution of height of etched Si substrate used in experiment.**



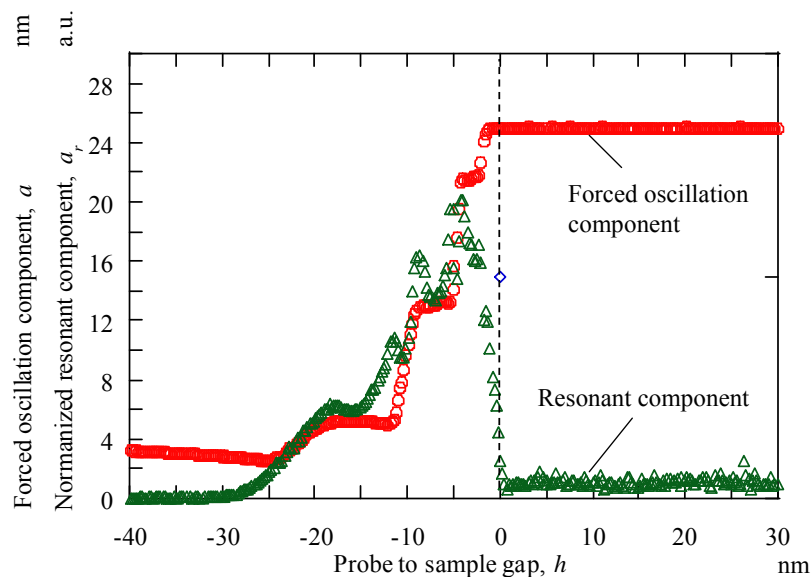
**Fig. 3.22 (a) Surface topography, (b) Topographical image and (c) probability distribution of height of Si substrate used in experiment.**

潤滑剤およびその成膜方法についての詳細は第 4.2 節で述べる。

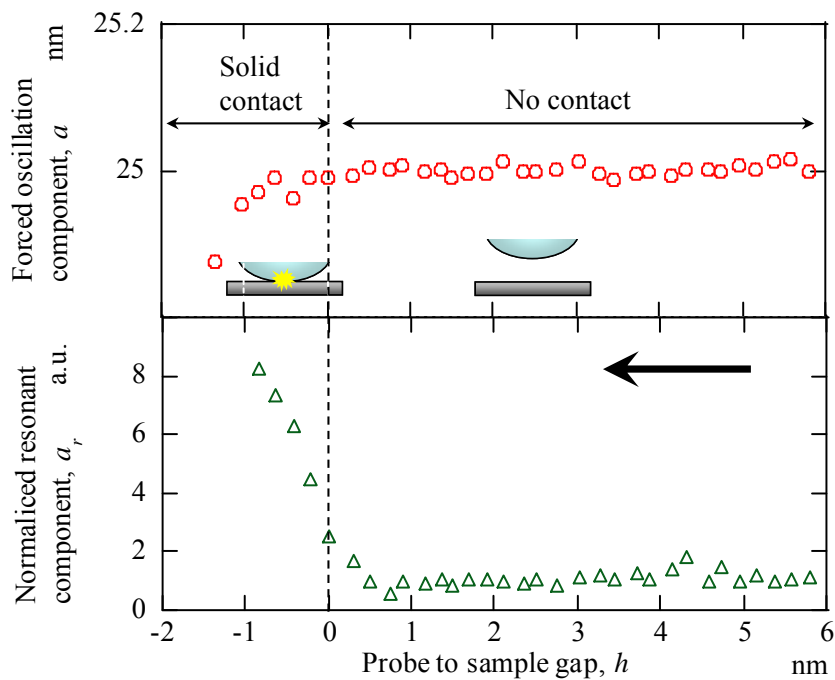
### 3.3.5 実験結果

#### 3.3.5.a 実験による検出原理の検証

エッチング処理を施していないシリコン基板について、プローブの振動振幅の加振振動数成分および固有振動数成分の測定結果を図 3.23 に示す。固有振動数成分は、プローブと試料が接触していないときの信号強度の平均値を用いて正規化した値を示す。横軸はしゅう動隙間調整用のピエゾステージの送り量を表しており、正方向が広い隙間を意味する。点線で示した固体接触点付近の測定結果の拡大図を図 3.24 に示す。図 3.24 より、隙間の狭小化に伴ってある隙間以下から加振振動数成分が減少した。それと同時に固有振動数成分が急激に増加した。この測定に用いたシリコン基板には潤滑膜が塗布されていないことから、加振振動数成分の減少はプローブと基板との固体接触によると考えられる。つまり、加振振動数成分の減少と同時に固有振動数成分が増加したことは、固体接触によりプロー



**Fig. 3.23 Probe amplitude, phase shift and normalized resonant component measured with non-lubricated Si substrate using the cone-ended probe.**



**Fig. 3.24 Magnified view of probe amplitude, phase shift and normalized resonant component measured with non-lubricated Si substrate using the cone-ended probe**

ブに固有振動が励起されたことを意味している。この結果は、プローブの固有振動の励起を検出することで、固体接触点を検出可能であることを示している。図 3.23 と 3.24 について、横軸に示したピエゾステージの送り量の原点は、第 3.3.5 項に述べる同定法を用いて固有振動数成分の測定結果から求めた固体接触点とした。すなわち、横軸の値はしゅう動隙間の絶対値を示している。

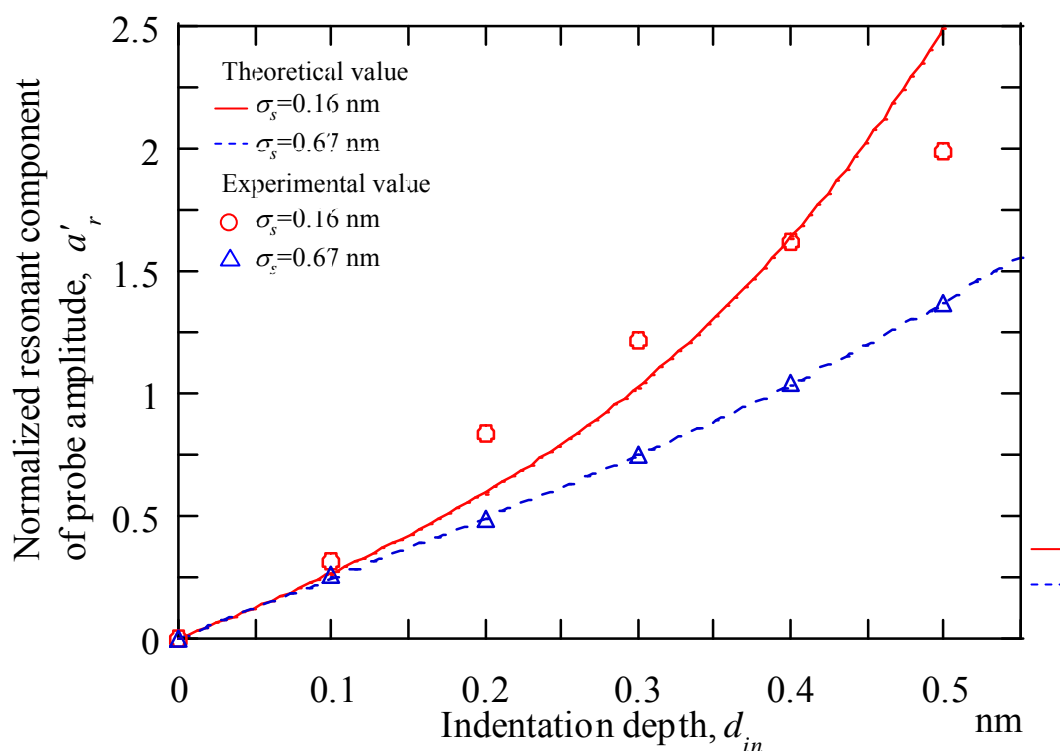
図 3.23 からわかるように、隙間が負の値となる領域において、振幅の加振振動数成分は階段状に減少した。図 3.23 では横軸はピエゾステージの送り量である。したがって、隙間を狭小化する過程において、固体接触の開始した直後は表面粗さ程度の隙間の狭小化が考えられるが、隙間が負の値をとる大部分の領域では、実際隙間は変化せず、ピエゾステージの発生する変位は測定系の隙間以外の部分での変形を引き起こすと考えられる。例えば、基板が押しつけられることによるプローブの座屈が考えられる。座屈と同時に、プロ



ープ先端が面内方向に滑り，その際のスティックスリップ現象によって図 3.23 にみられるような階段状の振幅変化が観測されたのではないかと推察される．ただし，このような階段状の変化はすべての実験結果において見られるわけではなく，同条件での実験においても単調な振幅の減少が測定されることもある．これは，基板を押しつけたことによるプローブ先端での滑りは，必ずしも変位の測定が可能なせん断方向にのみおこる訳ではなく，また座屈はわずかな条件の違いにより影響される不安定現象であるためと考えられる．なお本研究では基板上の液体の力学測定に着目しており，固体接触後のプローブ先端にはたらく力とのプローブの変形との関係を議論しない．

### 3.3.5.b 数値解析結果と実験結果の比較

数値解析結果と実験結果を比較し，提案した方法の検出原理について妥当性を検証することとした．ただし，両者を定量的に比較することは困難である．なぜなら，第 3.3.2.a項で述べたように，数値解析においてインパルス加振力の大きさを見積もるには，突起同士の微小な接触しゅう動における摩擦係数が必要となるが，実験においてこれがどのような値であるかを同定することが困難であるためである．そこで本項では，摩擦係数を 1 として得られた数値解析の結果と実験結果とをともに正規化して比較することとした．数値解析モデルによる解析結果から，第 3.3.2.b項で示したように，励起される固有振動の振幅と摩擦係数の間には線形性が成り立つ．このことから，正規化した結果を用いても表面粗さや隙間変化に対する依存性を比較することができる．正規化は，解析結果と実験結果のいずれにおいても，エッチング未処理のシリコン基板 ( $\sigma_s = 0.16\text{nm}$ ) の結果について，押し込み量 0 nm から 0.5 nm までの範囲における  $a_r$  の平均値を算出し，エッチング処理を施したシリコン基板 ( $\sigma_s = 0.67\text{ nm}$ ) の場合も含め，すべてのデータをその平均値で除算することとした．また，数値解析結果と実験結果との比較において，実験結果は 10 回の平均値を用いた．数値解析と実験を比較した結果を図 3.25 に示す．横軸は固体基板に対するプローブの押し



**Fig. 3.25 Comparison between experimental and numerical results regarding the relationship between amplitude of excited resonant oscillation and indatation depth.**

込み量を示す。実験において押し込み量とは、固体接触開始後のピエゾステージの送り量を意味する。つまり図 3.24 の横軸に示した負の送り量の絶対値と同じである。縦軸にはプローブに励起された固有振動の振幅 $a_r$ を正規化した値 $a'_r$ を示す。図 3.25 に示すように、突起接触におけるインパルス加振と突起高さの正規分布を仮定したモデルによる解析結果が、実験結果と概ね一致した。これは、実験において固体接触時に測定されたプローブの固有振動が、しゅう動面間の突起同士の接触に起因するものであることを示している。以上の結果は、本研究で提案した固体接触の検出原理の妥当性を示している。押し込み量の増加に伴いプローブに励起される固有振動が増加したのは、接触突起数および接触頻度の増加によるものと考えられる。また、同じ押し込み量では表面粗さの小さい試料がより大きな振幅の固有振動を示した。これは、粗さの小さい試料の方が接触面積が大きくなり、突起

接触による印加力が大きくなったためと解釈できる。

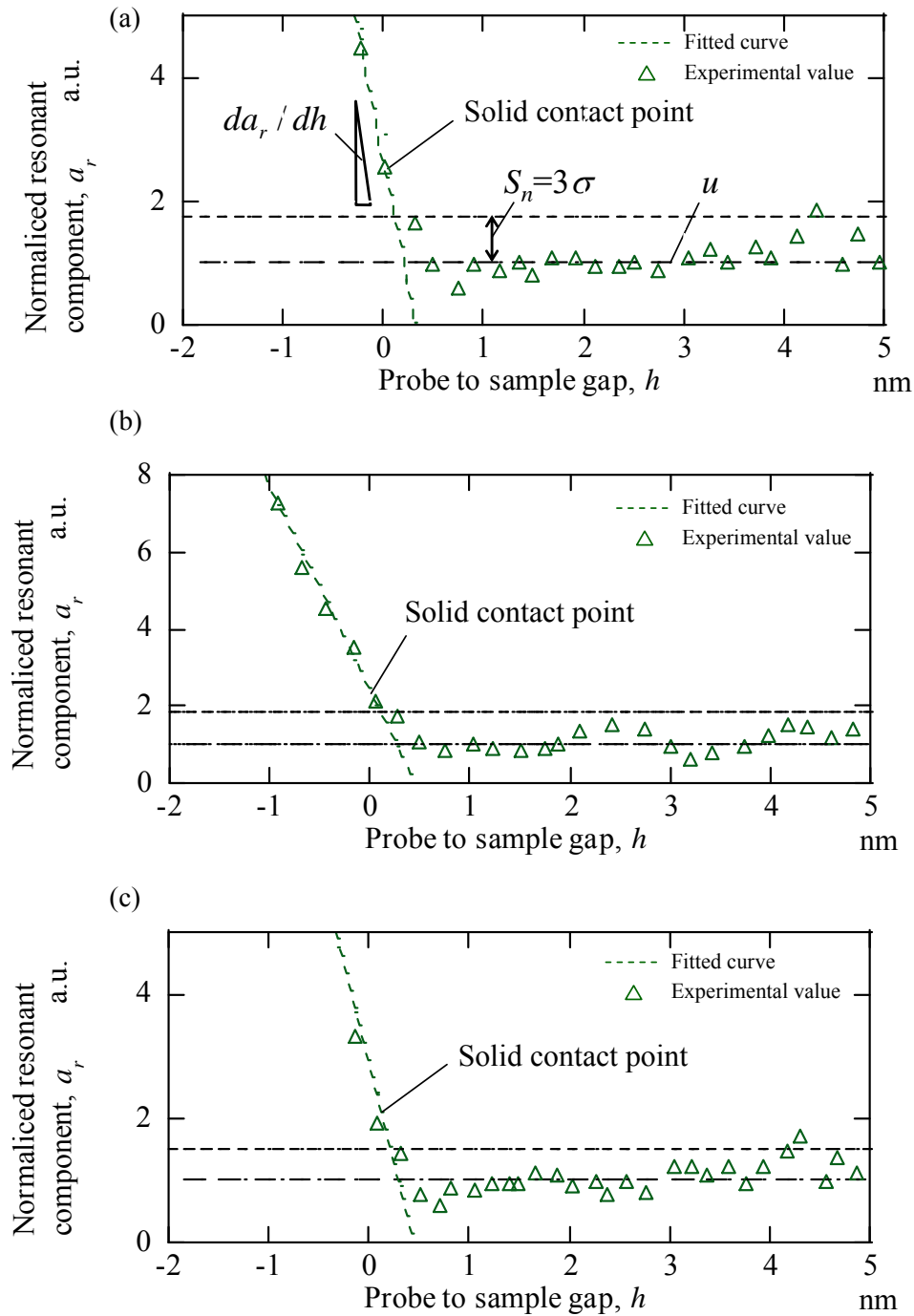
### 3.3.5.c 固体接触点の同定方法と検出限界

エッチング未処理のシリコン基板とエッチング処理のシリコン基板，および潤滑膜を塗布していない磁気ディスク基板について，固体接触時に励起される固有振動振幅の測定結果を図 3.26 に示す．実験結果から固体接触点を同定する方法について述べる．固体接触が開始する直前の固有振動成分の信号強度の平均値を $u$ ，標準偏差を $\sigma$ とし，隙間の狭小化に対して振幅 $a_r$ が始めて $u+3\sigma$ を上回る点を固体接触点とした(図 3.26(a))．横軸に示したピエゾステージの送り量の原点を固体接触点とすることにより，横軸の値はしゅう動隙間の絶対値を示すものとなる．

本研究で考案した固体接触検出法における最小検出限界を実験的に算出した．まず，その算出方法について述べる．固有振動成分の信号強度を $S_r$ ，雑音強度を $S_n$ ，しゅう動隙間の変位量を $\Delta h$ とすると，固体接触検出における信号対雑音比 (Signal to Noise Ratio:  $SNR$ ) は次式により表される．

$$SNR = \frac{S_r}{S_n} = \frac{\left(\frac{da_r}{dh}\right)\Delta h}{S_n} \quad (3.27)$$

ここで $S_r$ は，固有振動成分の信号強度の増加率にしゅう動隙間の変位量 $\Delta h$ を乗算したものとした．増加率は，固体接触直後の測定結果に対して最小二乗法による直線近似で得られた一次関数の傾きとした (図 3.26(a))．雑音強度 $S_n$ は，固体接触が開始する直前の固有振動成分の標準偏差 $\sigma$ の三倍，すなわち $S_n = 3\sigma$ とした． $SNR$ が 1 となる $\Delta h$ を，固体接触点の最小検出限界 $\Delta h_{min}$ とした．つまり， $\Delta h_{min}$ は本測定法におけるしゅう動隙間の絶対値の同定精度を意味する．図 3.26 に示したようにエッチング処理を施しておらず，潤滑膜が塗布されて

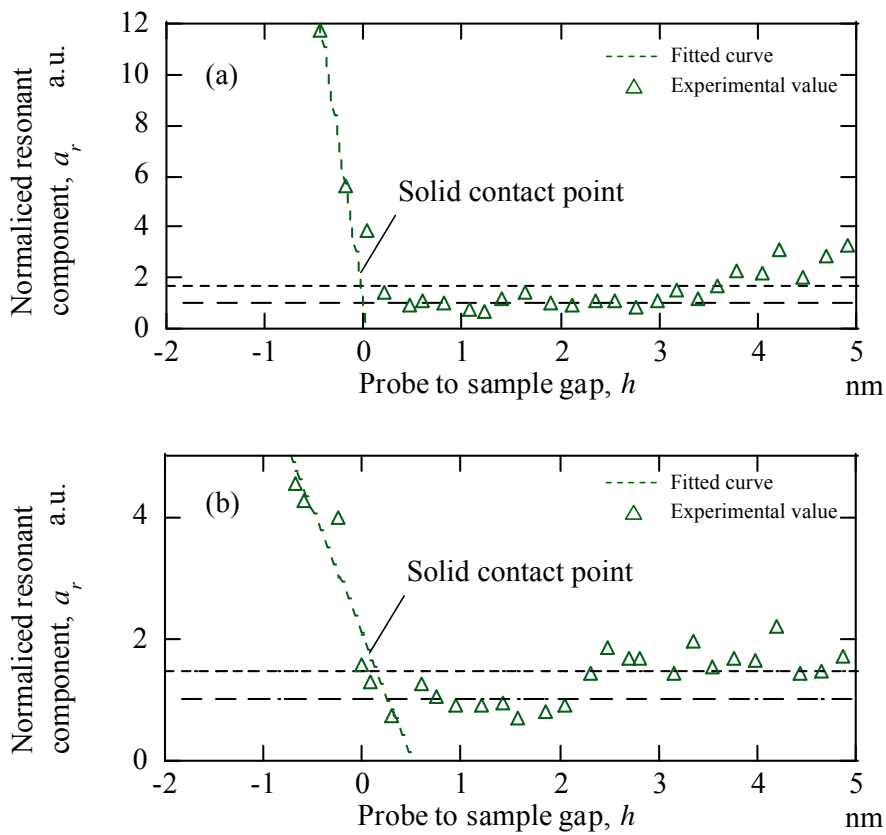


**Fig. 3.26** Normalized resonant component of probe amplitude measured with (a) non-lubricated Si substrate, (b) non-lubricated etched Si substrate and (c) magnetic disk using the cone-end probe around the solid contact.

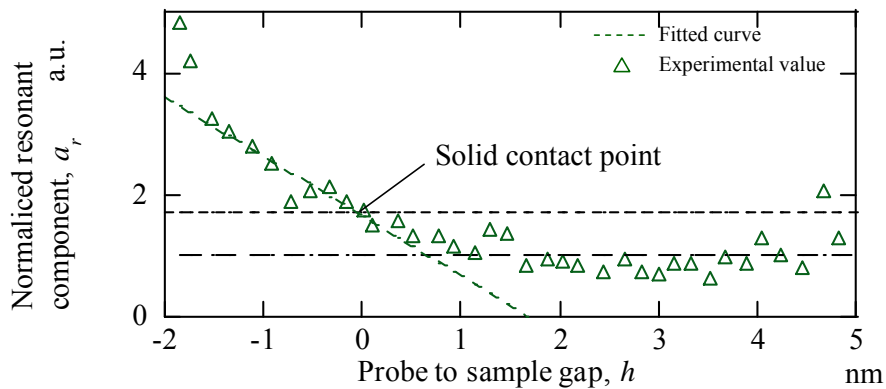
いないシリコン基板の場合、固体接触点の最小検出限界は、5回の測定の平均値で0.15 nmであった。エッチング処理を施したシリコン基板、潤滑膜を塗布されていない磁気ディスク基板をしゅう動した場合、 $\Delta h_{min}$ はそれぞれ0.25 nm, 0.21 nmであった。基板によって検出感度に差が生じたのは、表面粗さの違いが原因と考えられる。第3.3.5.b項で示したように、数値解析と実験のいずれにおいても、同じ押し込み量では表面粗さの小さい試料の方が突起接触による印加力が大きくなるため、より大きな固有振動が励起される。より大きな固有振動が励起されれば、より高い検出感度が得られることとなる。エッチング未処理のシリコン基板、エッチング処理を施したシリコン基板、磁気ディスクの二乗平均表面粗さはそれぞれ0.16 nm, 0.67 nm, 0.45 nmであり、表面粗さの大きな基板ほど検出感度が低下していることがわかる。

潤滑膜が存在する場合には、潤滑膜の減衰の効果により本検出法の感度の低下が予想される。そこで、ナノ厚さ潤滑膜を塗布した磁気ディスクについても検出感度の測定を行った。実験結果の代表的なものを図3.27に示す。図3.26と同様に、固有振動成分については、プローブとディスクとが接触していないときの信号強度の平均値を用いて正規化したものを示す。Z03とZdol4000の潤滑膜が塗布された試料においてそれぞれ検出限界は5回の測定の平均0.15 nm, 0.20 nmであった。これは、提案した固体接触点検出法により、潤滑膜がある場合においても、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性の測定に十分な精度で固体接触点の同定が可能であることを意味している。

潤滑膜の減衰効果の大きさは第3.3.1項の式(3.12)について述べたように、潤滑膜とプローブの接触面積の大きさに依存すると考えられる。接触面積による影響を検証するために、先端の曲率半径が大きい先端球型のプローブ（先端曲率半径: 100  $\mu\text{m}$ ）を用いた場合についても固体接触の検出感度を測定した。実験結果を図3.28に示す。試料には磁気ディスク基板の上にZ03の潤滑膜（膜厚2 nm）を塗布したものをを用いた。実験の結果、先端半径が大きいプローブを用いたときには、3回の測定の平均検出限界は1.5 nmであり、先端半径が小さい



**Fig. 3.27 Normalized resonant component of probe amplitude measured with (a) Z03 and (b) Zdol4000-lubricated magnetic disk using the cone-end probe around the solid contact.**



**Fig. 3.28 Normalized resonant component of probe amplitude measured with Z03-lubricated etched magnetic disk using the ball-end probe around the solid contact.**

プローブ(先端曲率半径: 8  $\mu\text{m}$ )に比べて検出感度が大幅に低下した。この結果は、先端半径が大きいプローブは潤滑膜との接触面積が大きくなるために、潤滑膜による減衰の効果が大きくはたらいだためと考えられる。一方、先端半径が小さいプローブは、接触面積が小さいために潤滑膜の減衰による感度の低下を抑制することができたと考えられる。

潤滑膜は厚さが一定であっても、固体基板に沿って分布するため、固体基板の表面粗さを反映して隙間方向の高さ分布をもつ。したがって、潤滑膜との接触が開始する際にも、プローブ先端にはインパルス的な力が印加され、プローブに固有振動が励起される可能性が考えられる。しかし、図 3.27 に示すように、潤滑膜による粘弾性応答がはたらいだしている隙間領域において、固有振動数成分の増大は測定されなかった。増大とは反対に、潤滑膜をしゅう動している隙間領域において、固有振動数成分はわずかに減少した。これは、外部環境からの雑音振動に励起された固有振動が、潤滑膜の粘性により減衰されたためと考えられる。

### 3.4 まとめ

FWM において高精度なしゅう動隙間の制御を実現するために、新規に二つの計測法を確立した。ひとつはプローブのしゅう動方向と基板の面との平行度を高精度に調整する方法であり、もうひとつはしゅう動隙間の原点となる固体接触点を高感度に検出する方法である。

第 3.2 節では平行度の調整法について述べた。本調整法は、従来の FWM におけるプローブの変位測定法を応用し、平行度のずれを PSD 上に形成されるレーザースポットの隙間方向への変位として検出するものである。理論的な検討により本法は原理的に 0.01 mrad、実験的には $\pm 0.17$  mrad の精度で調整が可能であることを示した。これは、プローブ振幅を 50nm 以下とすれば、平行度のずれによるしゅう動隙間の変動量を $\pm 0.17$  nm 以下に抑制することが可能であり、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定に有用な方法であるといえる。実験における

調整精度が理論による見積もりよりも一桁程度劣るのは、平行度を調整する傾斜ステージの性能の限界に依る。従って、より高精度なステージを導入することによりさらなる高精度調整が可能である。

第 3.3 節には、しゅう動隙間の原点となる固体接触点を高精度に検出可能とする新規な方法の確立について述べた。本法の検出原理は、固体表面同士の突起接触によってプローブに励起される固有振動の検出により固体接触点を同定するものである。提案した検出法の原理確認のために、突起接触におけるインパルス加振を仮定し、固体表面の表面粗さを Greenwood-Williamson モデルにより記述した数値解析モデルを構築した。数値解析の結果より、固体接触によりプローブに励起される固有振動が実験的に検出できる可能性があること、さらには励起される振動の大きさがプローブ先端の基板に対する押し込み量と固体基板の表面粗さに依存することを明らかにした。従来の FWM の装置構成に新たにプローブの固有振動を検出する測定系を加え、実験的にも固有振動の励起から固体接触点が検出可能であることを示した。数値解析モデルによる解析結果と実験結果について、固有振動振幅の表面粗さおよび隙間の変化量に対する依存性を比較し、両者が概ね一致することから提案した検出原理の妥当性を確認した。実験的に固体接触点の検出感度を測定した結果、固体接触の有無を約 0.2 nm の隙間変化に対して検出可能であることを示した。

本章で新規に提案した平行度調整法と固体接触の検出法を従来の FWM に導入することで、高感度なせん断力検出と同時に 0.1~0.2 nm の精度で正確にしゅう動隙間を設定した粘性測定が可能になったといえる。



## 第4章 基板表面の潤滑剤分子の運動性が粘弾性に及ぼす影響の解明

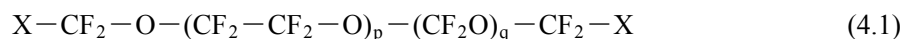
### 4.1 はじめに

次世代磁気ディスク装置において高記録密度を達成するためにはコンタクト記録の実現が必須である。コンタクト記録においては、磁気ヘッドは磁気ディスク表面に塗布された厚さ 1~2 nm の液体潤滑膜を常に接触しゅう動しながら走行する状態となる。磁気ヘッドの安定的な走行と、しゅう動における十分な耐久性を確保するためには、液体潤滑膜の接触しゅう動時における粘弾性の解明が必要である。本章ではとくに基板上での潤滑剤分子の運動性が粘弾性に及ぼす影響に着目した。バルク状態における粘弾性は主に分子同士の相互作用により決まる分子の運動性に依存している。しかし、本研究で解析の対象としている潤滑膜のように、その厚さが分子の大きさと同程度であるような場合には、基板上の潤滑剤分子の運動性は分子同士にはたらく相互作用だけでなく、分子と基板との間にはたらく相互作用の影響を強くうけると考えられる。とくに分子鎖の両末端に極性基をもつ潤滑剤分子は、基板上に化学的に吸着して固定分子を形成することが知られている。こうした固定分子は、基板に化学吸着していない流動分子に比べて、その吸着末端を基点にして運動性が大幅に抑制される。すなわち、磁気ディスク上に塗布された潤滑膜の粘弾性は、潤滑剤分子と基板との分子間相互作用や、固定分子と流動分子の存在比率に依存するため、その影響について FWM を用いた粘弾測定により解明を試みることにした。さらに、コンタクト記録においては磁気ヘッドと磁気ディスク間において液架橋の形成が問題となる。そこで FWM による粘弾測定においては、プローブとディスクを接近させる過程と引き離す過程の両方において実験を行うことにした。これにより、磁気ディスク基板上での潤滑剤分子の運動性とプローブ先端に形成される液架橋の関係を明らかにし、それが粘弾性に及ぼす影響についても明らかにすることを目的とした。

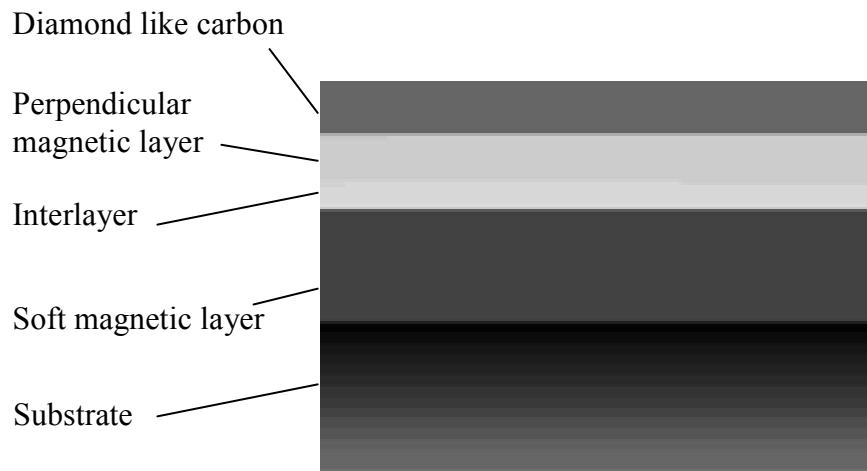
## 4.2 供試試料

基板には実際の磁気記録装置に用いられる磁気ディスク基板を使用した。図 4.1 に磁気ディスク基板の断面図を模式的に示す。磁気ディスク基板は、ガラス基板の上に軟磁性層、中間層、垂直記録層が形成されており、最表面には耐摩耗性と耐腐食性を目的として DLC 保護膜が塗膜されている。今回の実験に使用した DLC 保護膜には窒素が添加されており、これにより極性潤滑剤の吸着性が向上している。AFM を用いて、使用する磁気ディスク表面の表面形状を測定した。測定範囲は  $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$  とした。測定の結果を図 4.2 に示す。典型的なものとして、図 4.2(a) 中の点線で示した箇所の断面プロファイルを図 4.2(b) に示す。位置の異なる 10 箇所において断面プロファイルを測定し、算術平均粗さ  $R_a$ 、二乗平均粗さ  $R_{rms}$ 、最大高さ  $R_{max}$  の平均値を算出したところ、それぞれ  $R_a=0.37\ \text{nm}$ 、 $R_{rms}=0.45\ \text{nm}$ 、 $R_{max}=2.01\ \text{nm}$  であった。

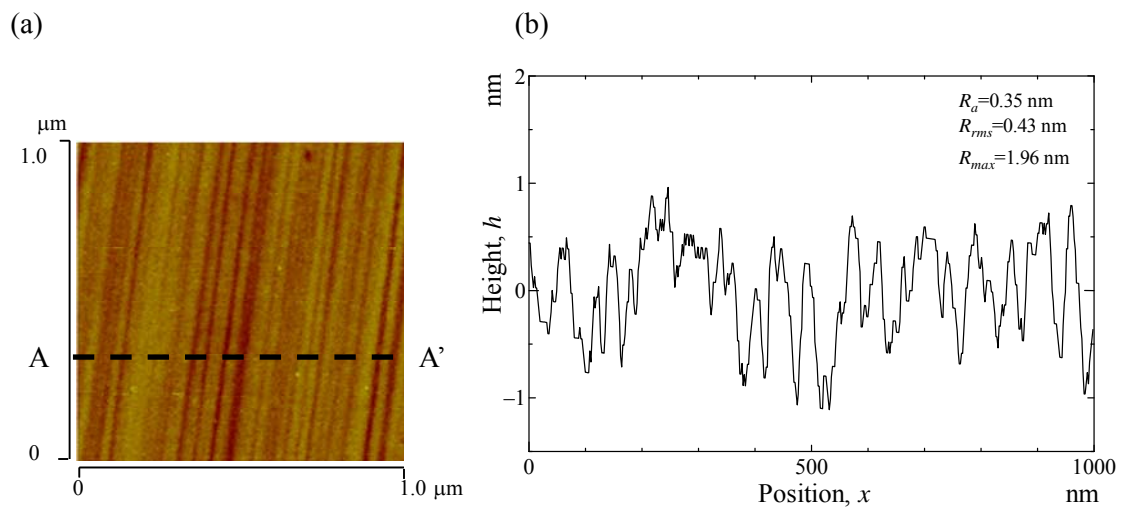
潤滑剤には、Perfluoropolyether(PFPE)系の無極性潤滑剤 Z03 と極性潤滑剤 Zdol4000、および Tetraol の三種類を用いた。それぞれの潤滑剤の詳細な性質を表 4.1 に示す。PFPE 系潤滑剤の主鎖の化学構造は、次のように表される。



X は末端基を表している。いずれの潤滑剤分子も、図 4.3 に示すように直鎖状の分子構造をもつ。直鎖の断面積は  $0.7\sim 0.8\ \text{nm}$  程度であり、長さは Z03、Zdol4000、Tetraol のいずれも約  $14\ \text{nm}$  である。バルク状態の潤滑剤分子は、直鎖部分の柔軟性が高いために図 4.4 に示すようにランダムコイル形状をとる。潤滑剤分子は熱揺らぎによって常に揺動しているため、ランダムコイル状の分子の半径は一意に決まらず統計的な値をとる。回転半径  $R_g$  は高分子の大きさを決める一つの指標であり、分子の重心から高分子を構成する各セグメントまで



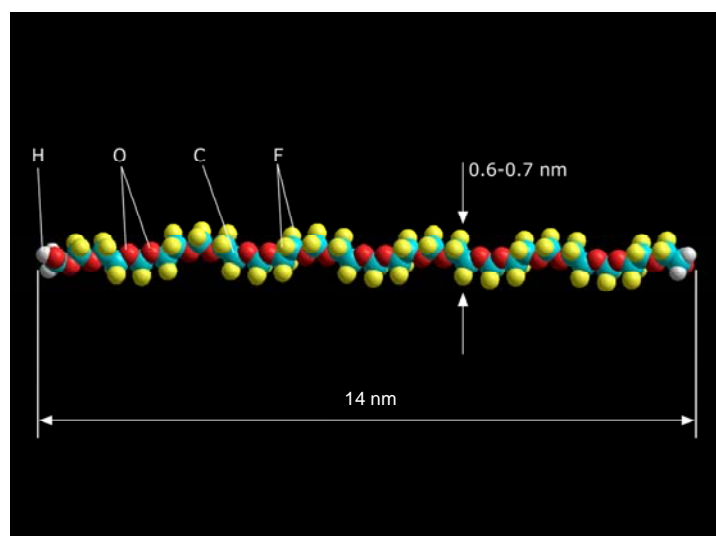
**Fig. 4.1** Cross-section image of the magnetic disk.



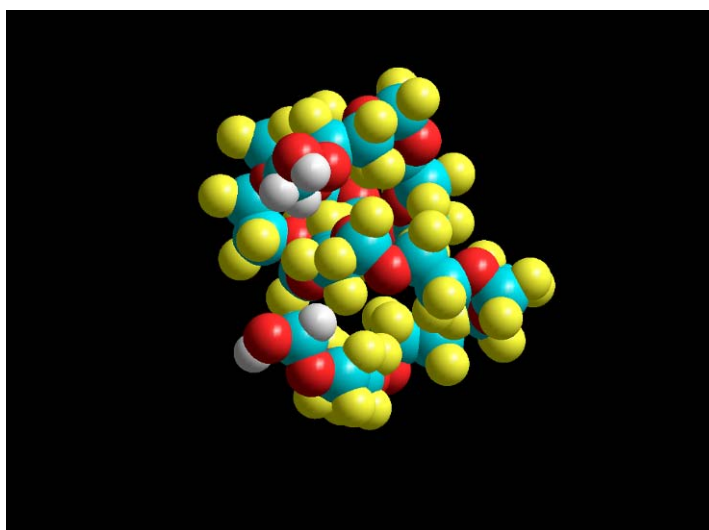
**Fig. 4.2** (a) Height image of the magnetic disk surface measured by using AFM and (b) surface topography at A-A' cross section.

**Table. 4.1 Properties of PFPE lubricants (Z03, Zdol2000, Zdol4000).**

Properties	Units	Z03	Zdol4000	Z Tetraol
End group, X	—	—CF <sub>3</sub>	—CH <sub>2</sub> OH	—CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH (OH)CH <sub>2</sub> OH
Molecular weight, $M_n$	amu	4000	4000	4000
Vapor pressure at 20 °C	Torr	—	$1 \times 10^{-8}$	$5 \times 10^{-7}$
Vapor pressure at 100 °C	Torr	—	$1 \times 10^{-4}$	$2 \times 10^{-4}$
Surface tension at 20 °C	dyne/cm	23	22	—
Radius of gyration $R_g$	nm	1.4	1.5	1.5
Viscosity at 20 °C	Pas	0.05	0.18	3.5



**Fig. 4.3 Dimension of PFPE Zdol with a molecular weight of 4000 amu.**



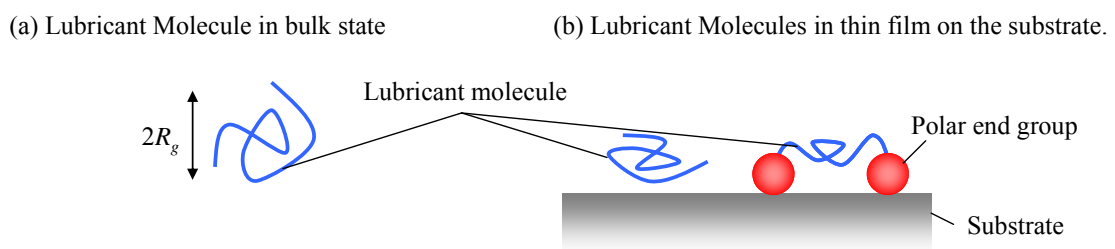
**Fig. 4.4 Molecular conformation of Zdol4000.**

の距離の二乗平均の平方根として定義される<sup>(73)</sup>. 表 4.1 に示した回転半径  $R_g$  の値は文献データおよび  $R_g$  と分子量  $M_n$  の関係式  $R_g \propto M_n^{1/2}$  を用いて概算したものである<sup>(74)</sup>. 基板上での潤滑剤分子は, 図 4.5 に示すように前述したようなバルク状態におけるランダムコイル形状よりも基板の面内方向に広がりをもって平坦化した形状をとることが知られている<sup>(75)</sup>. これにより厚さ 2 nm 程度の膜厚であっても, 基板表面を完全に被覆することが可能となる.

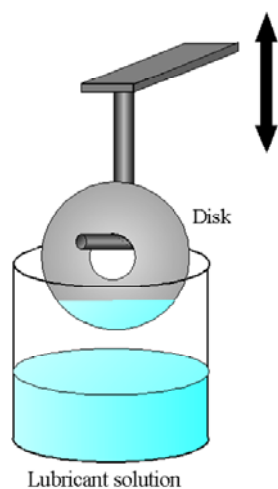
三種の潤滑剤の違いは末端基Xの化学構造にある. Z03 の両末端はフッ素で終端されている. 一方, Zdol4000 およびTetraolの両末端は, Zdol4000 は1つずつ, Teraolは2つずつの水酸基で終端されている. Zdol4000 およびTetraolの分子は水酸基の極性により, Z03 に比べて分子同士の相互作用が強い. さらに, 磁気ディスク上のZ03 分子が基板上に物理吸着するのに対して, Zdol4000 やTetraolの分子は両末端の極性基により磁気ディスク上に化学吸着した固定分子を形成することが知られている. ただし, 基板上のすべての分子が化学吸着するわけではなく, 一部の分子は物理吸着のまま流動性のある状態を維持する. このような分子をここでは流動分子とよぶこととする. 固定分子と流動分子の割合はボンド率により表される. ボンド率は潤滑膜が含む分子の総量に対する固定分子の量の割合として定義される. これを測定するには, 潤滑膜が塗布された基板を溶媒により洗浄(リンス処理)して, 基

板上の流動分子を除去し，固定分子のみが基板に残る状態とする．エリプソメータによってリンス処理前の試料の膜厚 $h_L$ とリンス処理後の膜厚 $h_b$ を測定し， $h_b/h_L$ によりボンド率を算出した．ボンド率は加熱処理や紫外線照射処理により増加させることができる．本研究では加熱処理を用いた．加熱時間と加熱温度を調節することにより，ボンド率を制御することができる．加熱処理によって固定分子の形成が促進されるメカニズムとしては，加熱によって流動分子の熱運動が活発になり，極性末端基が基板上的吸着サイトに遭遇する確率が増大するとともに，熱エネルギーにより極性末端基と吸着サイトとの化学結合の形成が促進されるためと考えられている．

基板へのナノ厚さ潤滑膜の塗布にはディップ法を用いた．ディップ法の概略を図 4.6 に示す．まず，揮発性の高い溶媒で希釈した潤滑剤溶液を作成する．次に，潤滑膜を塗布する基板を溶液の液面に対して垂直に配置し，ステップングモータで駆動する移動ステージにより，一定速度でディスクを溶液中に降下させ，ディスクの一部をある程度溶液に浸したところで，休止させることなくディスクを溶液から完全に引き上げる．溶媒は揮発性が高いため，ディスクの引き上げ直後から蒸発し，ディスク表面には揮発性の低い潤滑剤分子のみが残され薄膜を形成する．この方法では，溶液の濃度と引き上げ速度を調整することにより，0.1 nm オーダの膜厚を制御性良く塗布することが可能である．希釈溶媒として Z03 と Zdol4000 の塗膜には hydrofluoroether: HFE-7200 を，Tetraol の塗膜には Vertrel XF を使用した．表 4.2 に HFE-7200 および Vertrel XF の特性を示す．



**Fig. 4.5 Conformation of lubricant molecules (a) in bulk state and (b) thin film on the substrate.**



**Fig. 4.6 Schematic of dip coating method.**

**Table. 4.2 Properties of HFE-7200 and Vertrel XF.**

Properties	Units	HFE-7200 (C <sub>4</sub> F <sub>9</sub> OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )	Vertrel XF (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> F <sub>10</sub> )
Boiling point temperature	°C	76	55
Freezing point temperature	°C	-138	-80
Vapor pressure	MPa	0.0160	0.0301
Density	kg/m <sup>3</sup>	1430	1580
Viscosity	Pa · s	5.7×10 <sup>-4</sup>	6.7×10 <sup>-4</sup>
Surface tension	mN/m	13.6	14.1
Aqueous solubility	ppm(Wt)	20	140

**Table. 4.3 Thickness and bonding ratios of samples.**

	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5
Type of lubricant	Z03	Zdol4000	Zdol4000	Zdol4000	Tetraol
Thickness, $h$ [nm]	2.2	2.0	2.0	1.8	1.9
Bond ratio, $b$ (0 - 1.0)	0	0.2	0.5	1.0	0.3

本章では潤滑膜を構成する分子の運動性が粘弾性に与える影響を解明することを目的としている。このために、表 4.3 に示す五種類のナノ厚さ潤滑膜を作成した。膜厚はすべて約 2 nm となるように調整した。Sample 1 は Z03 の潤滑膜であり、固定分子は形成されないためボンド率は 0 となる。Sample 2～4 は、潤滑剤は同じ Zdol4000 であるがボンド率が異なる。Sample 2 は塗膜後に室温にて固定分子を形成させたものであり、ボンド率は 0.2 であった。Sample 3 は塗膜後に 90℃で 47 時間の加熱処理を行い、ボンド率を 0.5 とした。Sample 4 は 120℃で 48 時間の加熱処理の後にリンス処理を行い、流動分子をすべて除去しボンド率 1.0 とした。Sample 5 は、分子鎖の各末端に 2 つずつ OH 基をもつために Zdol4000 よりも分子間相互作用の強い Tetraol の潤滑膜であり、加熱処理は行わなかったがボンド率は 0.3 であった。Sample 1～5 について、次項に述べる実験条件および手順により粘弾性の測定を行った。また、比較のために潤滑膜が塗布されていない磁気ディスク基板も用意し、潤滑剤がある場合と同様の手順で測定を行った。

### 4.3 実験条件と手順

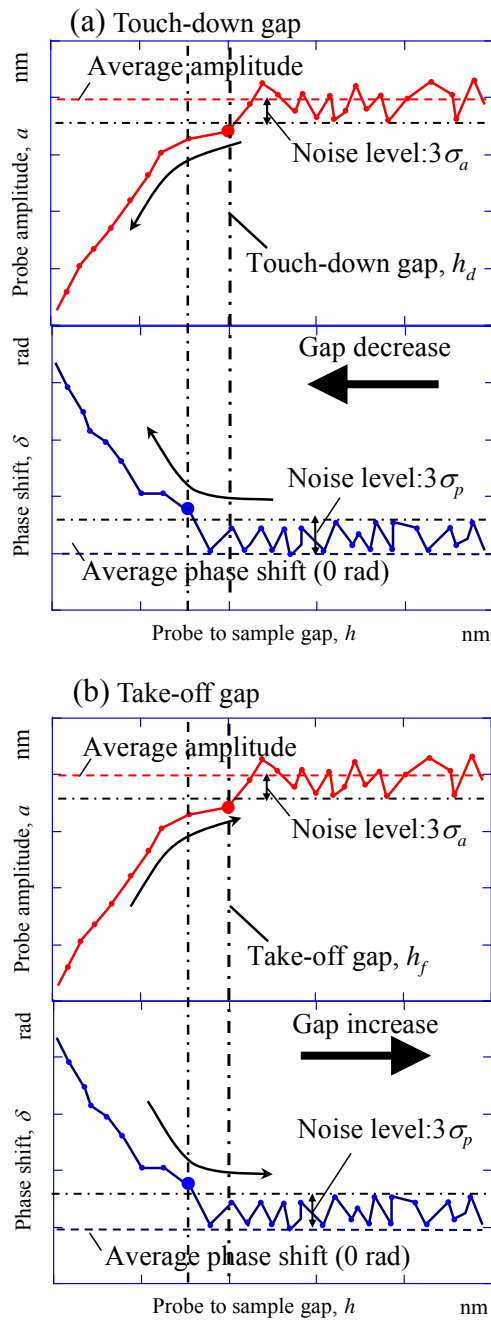
光ファイバースローブとしては、先端曲率半径 8  $\mu\text{m}$ 、長さ 4.2 mm、ばね定数 26.7 N/m、固有振動数 5.03 kHz のものを用いた。実験手順としては、まず第 3.2 節で述べた手順でプローブのしゅう動方向と試料表面の平行度の調整を行った。次に、プローブと試料が離れた



状態において、一定の振幅および振動数でプローブの加振を開始した。加振振幅と加振振動数は全ての測定においてそれぞれ 1000 Hz, 25 nm とした。プローブの加振を維持したまま試料を搭載したピエゾステージを用いて一定速度 2 nm/s でプローブと試料間の隙間を狭小化した。プローブは試料と接触していない状態（無しゅう動状態; no contact）から固体基板上の潤滑膜のみをしゅう動する状態（潤滑膜しゅう動状態; lubricant contact）を経て、固体基板と接触（固体接触状態; solid contact）を開始する。この間のプローブ先端の振動について、加振振動数成分の振幅と位相、および固体接触点を検出するための固有振動数成分の振幅を測定した。これに引き続いて同じ一定速度 2 nm/s でプローブ先端と試料との隙間を引き離れた。すなわちプローブは固体接触状態から、潤滑膜しゅう動状態を経て無しゅう動状態に至る。この過程においても同様に、プローブ先端の振動の加振振動数成分の振幅および位相、固有振動数成分の振幅を測定した。以上の測定において、プローブを試料に接近させる過程を接近過程とよび、引き離す過程を引離過程とよぶこととする。この両過程において測定した振幅変化と位相遅れから、第 2.4 節で述べたように、プローブ先端と基板との間に介在する液体潤滑剤の粘弾性を算出する。

粘弾性の算出にあたっては、潤滑膜しゅう動状態となる隙間領域を測定結果から同定する必要がある。隙間が 0 となる点、すなわち固体接触点は第 3.3.5.c 項に述べた方法により、固有振動数成分の振幅の測定結果から同定する。接近過程においてプローブと潤滑膜が接触を開始する隙間と、引離過程においてプローブと潤滑膜が完全に離れ無しゅう動状態に移行する隙間はともに加振振動数成分の振幅と位相遅れの変化から以下に述べる手順で同定した。接近過程でプローブと潤滑膜が接触を開始すると、しゅう動をうけた潤滑膜の粘弾性応答により、プローブの振動の振動振幅は減少しさらに位相遅れは増大する。ただし、潤滑膜の粘弾性応答が、プローブ先端の振動に対してその振動振幅と位相のどちらにより敏感に影響するかは潤滑膜の粘弾性に依存する。すなわち、潤滑膜がその粘弾性において粘性が支配的な場合、プローブ振動の位相変化に顕著に影響する。一方、弾性が支配的な

場合は、振動振幅変化により敏感に影響する。したがって、隙間の狭小化に対してプローブ振動の振幅の減少、もしくは位相遅れの増大がはじめて検出された隙間を、プローブと潤滑膜が接触を開始する隙間と定義した。本研究ではこの隙間をタッチダウン隙間 $h_d$ とよぶ。より具体的には、図 4.7(a)に模式的に示すように、プローブと潤滑膜が十分離れているときのプローブの振幅および位相遅れについて、測定値の分散 $\sigma_a$ 、 $\sigma_p$ を算出し、その三倍をそれぞれの雑音強度とした。そして、隙間の狭小化において、雑音強度をこえる振幅の減少もしくは位相遅れの増加が検出された隙間を、タッチダウン隙間 $h_d$ とした。引離過程においては、振動振幅の減少と位相遅れの増大の両方が検出されなくなった隙間を、プローブと潤滑膜が完全に離れた隙間とした。本研究ではこの隙間をテイクオフ $h_f$ 隙間とよぶ。具体的には、図 4.4(b)に模式的に示すように、前述の通りに求めた雑音強度の範囲内で、プローブ先端での振幅と位相遅れの両方が、プローブと試料とが完全に離れている状態のそれらと一致する隙間をテイクオフ隙間 $h_f$ とした。以上の方法により同定したタッチダウン隙間 $h_d$ およびテイクオフ隙間 $h_f$ から、接近過程の場合では $h_d$ から固体接触点まで、引離過程では固体接触点から $h_f$ までの隙間を潤滑膜しゅう動状態の隙間領域とし、その隙間領域において粘弾性を算出した。本章の目的は、同じしゅう動条件下において、各試料の潤滑剤分子の運動性が粘弾性に与える影響を解明することである。したがって、粘弾性の測定には、力学応答全体に対してそれぞれ粘性と弾性が寄与する割合を相対的に示す相対粘性係数 $\zeta$ および相対弾性係数 $\xi$ を用いることとした。それぞれの詳細と算出方法については、第 2.4 節に述べたとおりである。



**Fig. 4.7 Schematic to explain how (a) touch-down and (b) take-off gaps were determined. The touch-down gap was the point where the decrease of probe amplitude or the phase shift firstly exceeded the noise level during the gap decrease. In contrast, the take off-gap was the point where both the amplitude and the phase shift agreed with their constant values within the difference of noise level during the gap increase.**

## 4.4 実験結果と考察

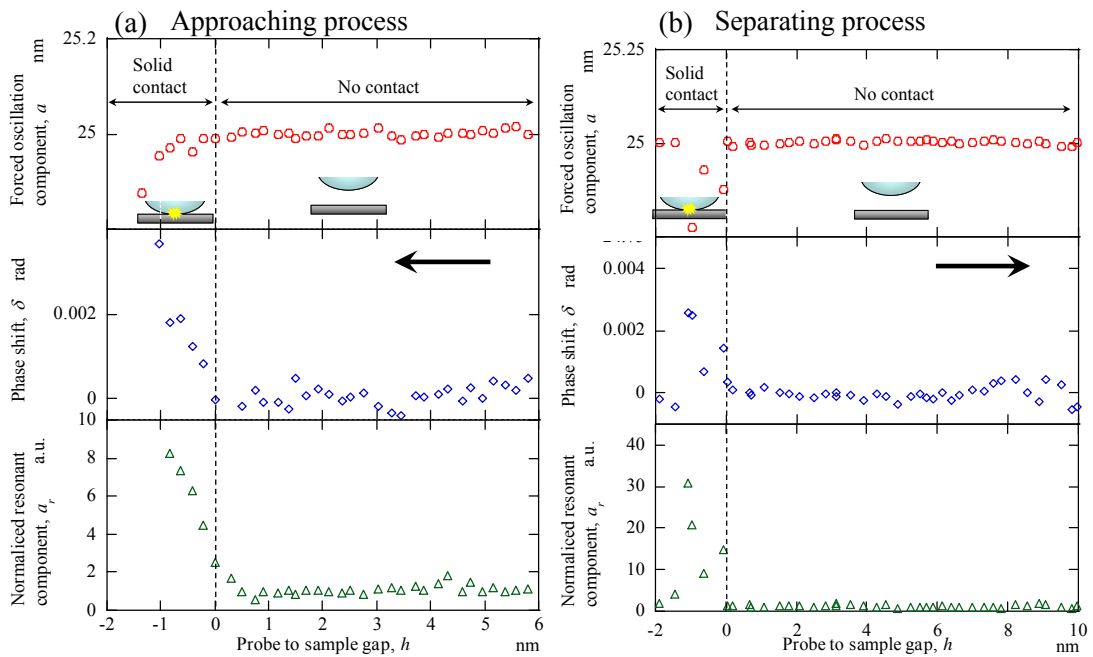
### 4.4.1 タッチダウン・テイクオフ隙間としゅう動面間における液架

#### 橋の形成

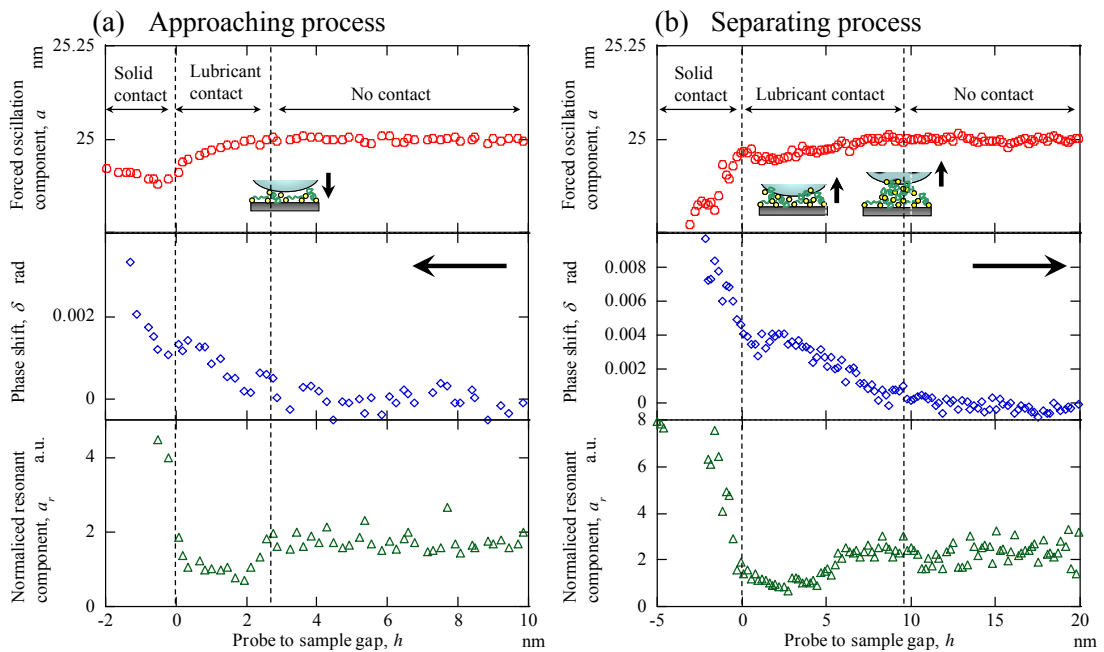
潤滑膜が塗布されていない磁気ディスク，およびボンド率が 0.2, 0.5, 1.0 の Zdol4000, Z03, Tetraol のナノ厚さ膜が塗布された磁気ディスクについて，測定結果をそれぞれ図 4.8~13 に示す．それぞれに図において，(a)は接近過程，(b)は引離過程における測定結果を示す．縦軸はそれぞれ加振振動数成分 $a$ ，位相遅れ $\delta$ ，固有振動数成分 $a_r$ を示す． $a_r$ は，プローブとディスクとが接触していないときの信号強度の平均値を用いて正規化して示した．横軸はしゅう動隙間を表し，第 3 章で示した方法に基づき，固有振動数成分の測定により検出した固体接触点を原点とした．なお，プロットした測定結果の値は，0.2 nm の隙間領域ごとの平均値を示す．

図 4.8(a)に示すように，潤滑膜が塗布されていない試料では，隙間の狭小化において固体接触が検出されるまで振幅の加振振動数成分 $a$ ，位相遅れ $\delta$ に変化はみられなかった．一方，図 4.9(a)~4.13(a)が示すように，ナノ厚さ潤滑膜が塗布された試料では，隙間の狭小化に伴いある隙間以下から振幅 $a$ が減少し，位相遅れ $\delta$ は増大した．これら振幅の減少や位相遅れの増大は，プローブ先端が試料をしゅう動していない状態から磁気ディスク上のナノ厚さ潤滑膜をしゅう動する状態に移行し，潤滑膜の発生する粘弾性力をうけたためと考えられる．これらの結果は，本研究で確立した平行度調整方法と固体接触点検出法を導入した FWM により，接近過程においてナノ厚さ潤滑膜の粘弾性応答の測定に成功したことを意味している．

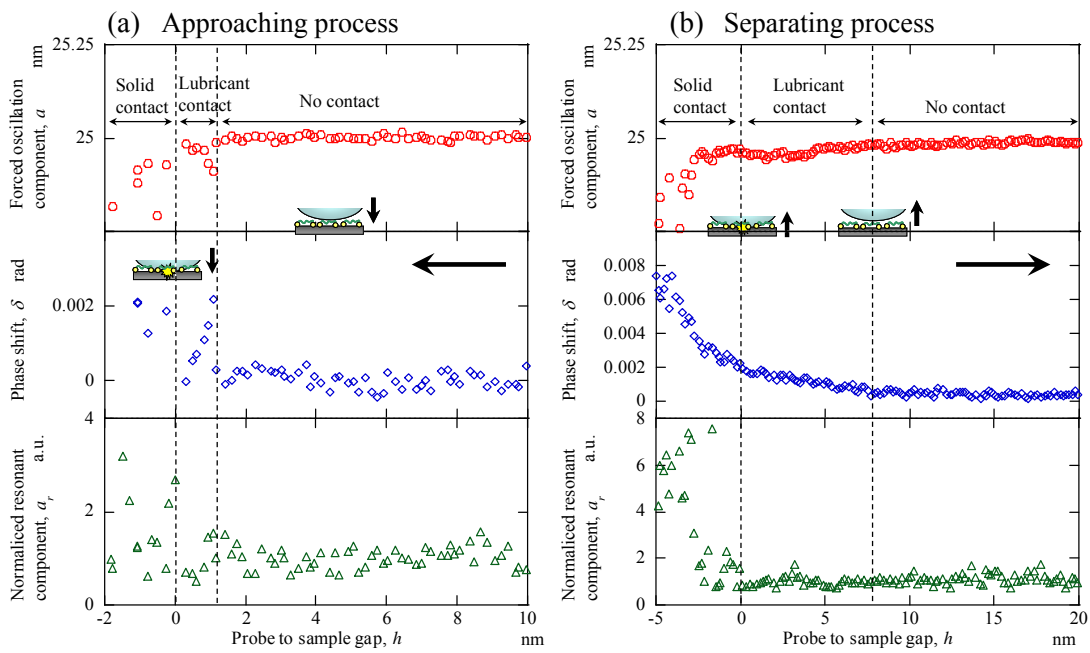
引離過程においては図 4.8(b)に示すように，潤滑膜が塗布されていない試料ではしゅう動隙間の増大に対して，固体接触が検出されなくなると同時に振動振幅は加振振幅に，位相



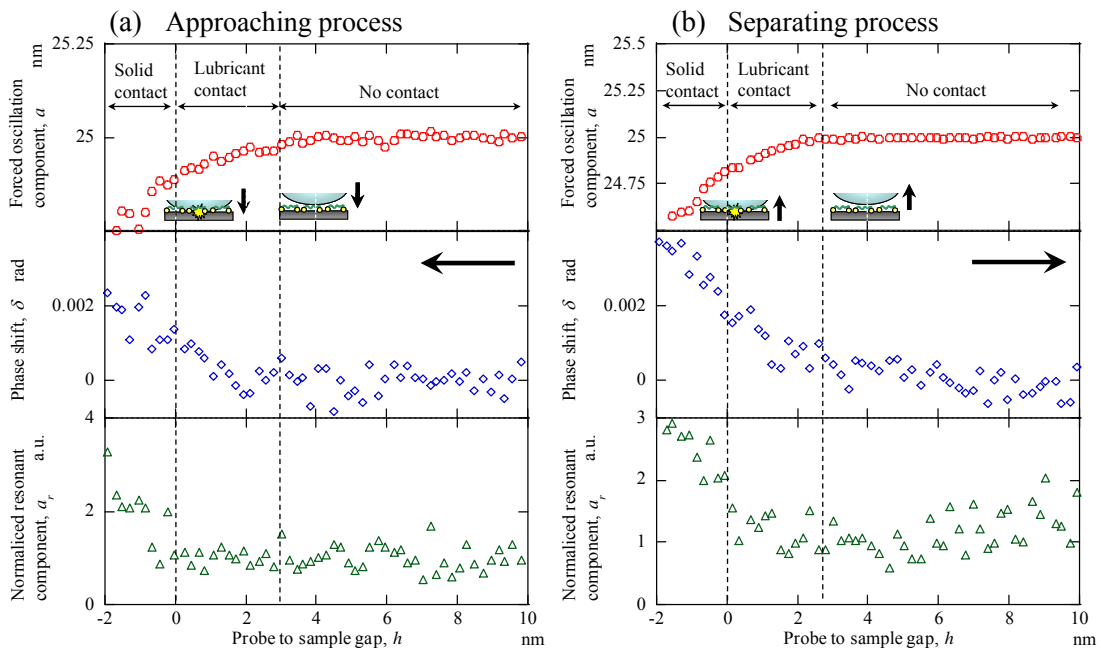
**Fig. 4.8** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with no-lubricated magnetic disk in (a) approaching and (b) separating processes.



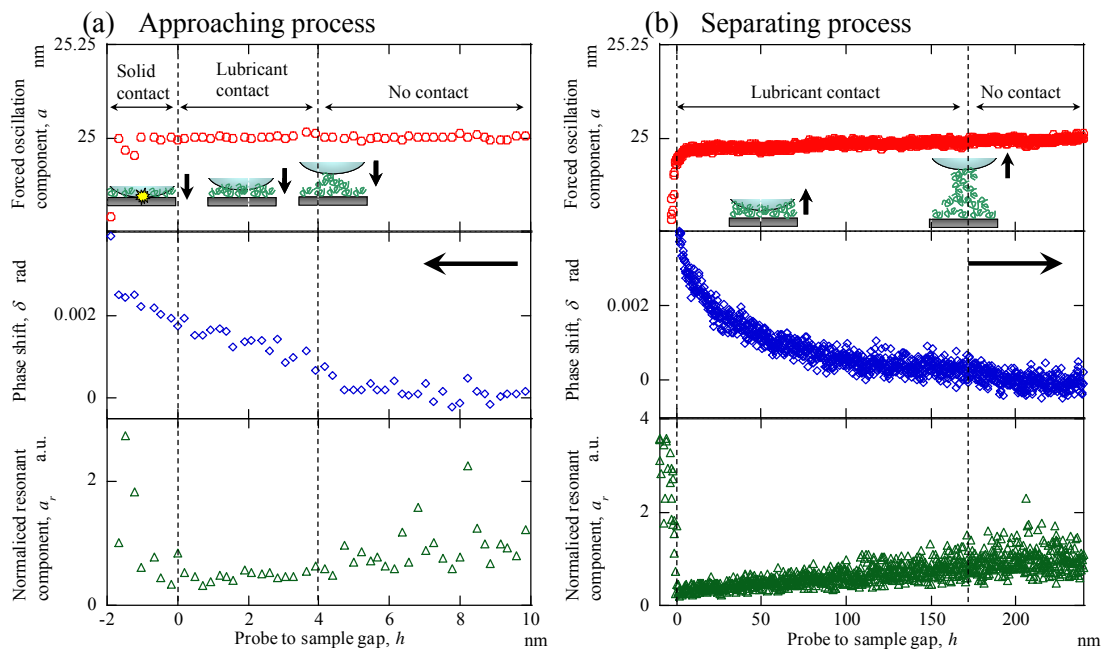
**Fig. 4.9** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.2 in (a) approaching and (b) separating processes.



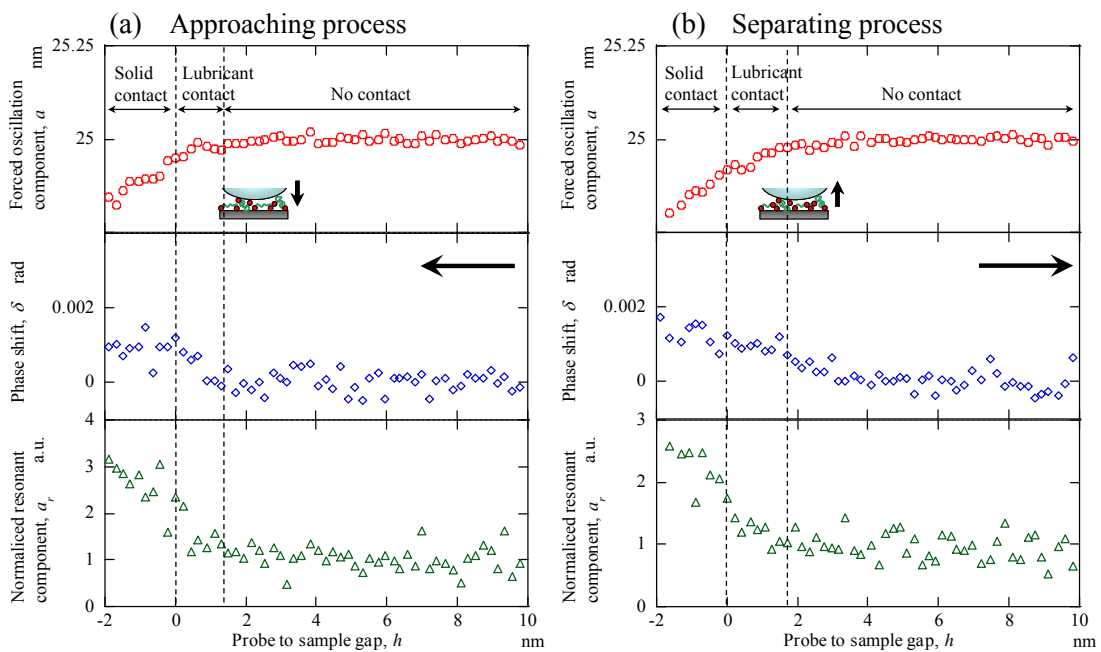
**Fig. 4.10** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.5 in (a) approaching and (b) separating processes.



**Fig. 4.11** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 1.0 in (a) approaching and (b) separating processes.



**Fig. 4.12** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Z03-lubricated magnetic disk (a) approaching and (b) separating processes.



**Fig. 4.13** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Tetraol-lubricated magnetic disk in (a) approaching and (b) separating processes.

遅れは 0 となった。そしてそれ以降のしゅう動隙間の増大に対して振動振幅および位相遅れに変化は見られなかった。一方、図 4.9(b)~4.13(b)が示すように、ナノ厚さ潤滑膜が塗布された試料では、固体接触点からのしゅう動隙間の増大に伴い、振幅は加振振幅に漸近するように増加し、位相遅れは減少して、最終的に試料をしゅう動していない状態と同じ値に至った。これは、プローブが潤滑膜をしゅう動する状態から、最終的にプローブ先端と試料が完全に引き離された状態に移行したことを表している。これらの結果から、接近過程と同様に、引離過程においてもナノ厚さ潤滑膜の粘弾性応答の測定に成功したといえる。

図 4.9~4.13 に示した実験結果から算出したタッチダウン隙間 $h_d$ 、テイクオフ隙間 $h_f$ を表 4.4 に示す。表にはそれぞれの試料について膜厚とボンド率も付記した。まず、図 4.9(a)~4.13(a)に示した接近過程の測定結果に着目する。表 4.4 に示すように、Zdol4000 と Tetraolのナノ厚さ潤滑膜が、ボンド率に依らずいずれもそのタッチダウン隙間が膜厚と同程度となった。これに対して、Z03 は膜厚の 2 倍程度の大きさのタッチダウン隙間を示した。これは、膜厚よりも大きなしゅう動隙間領域からプローブと潤滑膜の接触が開始したことを意味している。無極性潤滑剤であるZ03 の場合、基板上の分子は基板に対して化学吸着しておらず比較的流動性が高いので、プローブ先端表面からの分子間引力によって潤滑剤分子が移動し、しゅう動面間に液架橋が形成された可能性が考えられる。分子が極性末端基をもつZdol4000 と Tetraolの場合、基板との分子間の相互作用が高いためプローブの接近においても液架橋が形成されず、タッチダウン隙間は膜厚と同程度になったと考えられる。

次に、図 4.9(b)~4.13(b)に示した引離過程の測定結果に注目する。表 4.4 に示すように、テイクオフ隙間は、Tetraol とボンド率が 1.0 の Zdol4000 の潤滑膜については膜厚と同程度であった。一方、その他の試料では膜厚の数倍から数十倍となった。テイクオフ隙間が膜厚より大きいことは、しゅう動隙間の増大に対して潤滑膜が変形し、膜厚よりも大きな隙間までプローブが潤滑剤に接触しゅう動していたことを示している。Zdol4000 のボンド率が



**Table. 4.4 Touch-down gap and take-off gap.**

Lubricant	Z03	Zdol4000	Zdol4000	Zdol4000	Tetraol
Thickness, $h_L$ [nm]	2.2	2.0	2.0	1.8	1.9
Bond ratio, $b$ (0 - 1.0)	0	0.2	0.5	1.0	0.3
Touch-down gap, $h_d$ [nm]	3.9	2.0	1.6	2.1	1.6
Take-off gap, $h_f$ [nm]	170	11.1	8.4	1.9	1.9

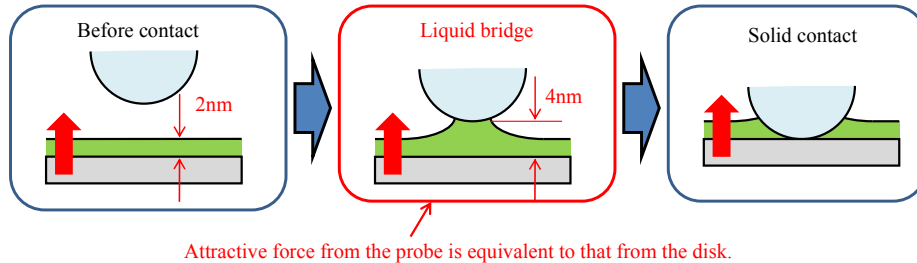
0.2 と 0.5 の試料について比較すると、ボンド率の低い 0.2 の試料がより大きなテイクオフ隙間を示した。さらに、流動分子のみから構成される Z03 の試料がもっとも大きなテイクオフ隙間を示した。これらの結果から、流動分子が膜厚の数倍から数十倍のしゅう動隙間まで維持される液架橋の形成に寄与した可能性が示唆される。また、Tetraol はそのボンド率が比較的小さいにも関わらず、ボンド率が 1.0 の Zdol4000 の膜と同様にそのテイクオフ隙間は膜厚と同程度であった。Tetraol はその分子鎖の末端に 2 つずつの水酸基をもつために、Zdol4000 と比べて磁気ディスク基板に強い吸着性をもつ。すなわち、Tetraol の場合は流動分子についてもプローブ先端表面との相互作用に比べ、磁気ディスク基板との相互作用が十分に大きいため、引き離し過程においても液架橋は形成されず、テイクオフ隙間が膜厚と同程度になったと考えられる。

各測定結果より算出したタッチダウン・テイクオフ隙間について考察する。

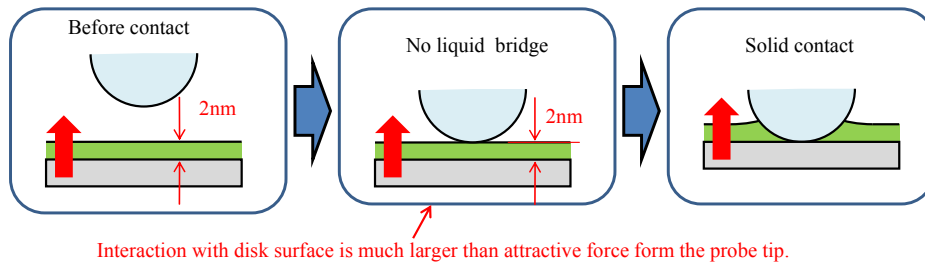
接近過程において Zdol4000 と Tetraol のナノ厚さ潤滑膜が、ボンド率に依らずいずれもそのタッチダウン隙間が膜厚と同程度であるのに対して、Z03 のみはその膜厚の 2 倍程度の大きさのタッチダウン隙間を示した。タッチダウン隙間が膜厚よりも大きくなったことは、図 4.14(a)に模式的に示したように、膜厚よりも大きなしゅう動隙間領域からしゅう動面間に液架橋が形成されてプローブと潤滑膜の接触が開始したことを示唆するものと考えられ

(a) Approaching process

Z03 (Only mobile molecules)

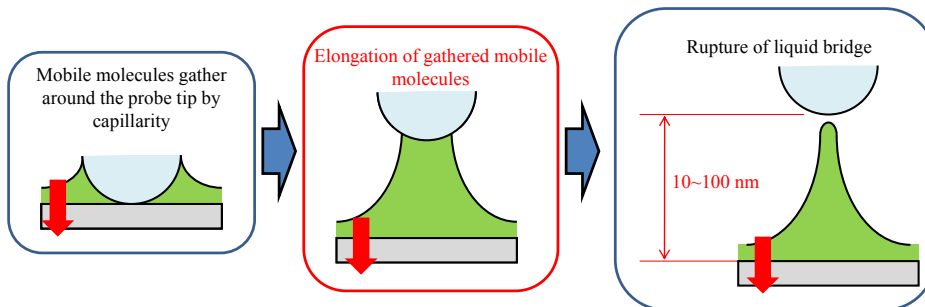


Zdol (Mobile and bonded molecules) & Zdol (Only bonded molecules) & Tetraol (Mobile and bonded molecules)

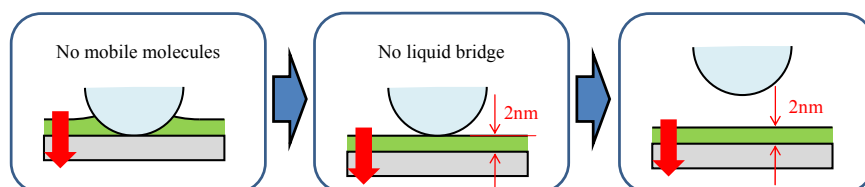


(b) Separating process

Z03 (Only mobile molecules) & Zdol (Mobile and bonded molecules)



Zdol (Bonded molecules) & Tetraol (Mobile and bonded molecules)



**Fig. 4.14 Schematic of configuration of lubricant molecules between the probe tip and the substrate in (a) approaching and (b) separating processes.**

る。液架橋形成の原因としては、接近するプローブ先端からの分子間引力により誘起された液膜の不安定現象が考えられる。極性をもたないZ03の場合、分子間および分子と基板間にはたらく相互作用としてはvan der Waals相互作用のみが考えられる。福井らはファンデルワールス力を考慮した固体間インターフェースモデルを構築し、Z03のように液膜にかかる力においてファンデルワールス力相互作用が支配的である場合には、液膜の不安定現象はしゅう動隙間が液膜厚さの二倍程度で生じ、液膜が変形して固体基板間に液架橋が形成されることを数値解析により示した<sup>(76)</sup>。本実験結果では、液膜厚さが2.2 nmの試料についてタッチダウン隙間が3.9 nmであったことから、福井らの結果と概ね一致している。したがって、Z03の接近過程において、膜厚の二倍程度の隙間からプローブと潤滑膜の接触が開始したのは、接近するプローブ先端からの分子間引力により液膜の形状が変化してプローブと固体基板との間に液架橋が形成されたためと考えられる。

タッチダウン隙間が膜厚と同程度であったZdol4000やTetraolにおいては、Z03のように接近過程での液架橋の形成が起こらなかったと考えられる。磁気ディスク基板上のZdol4000やTetraolの分子は、分子鎖の両末端の極性基が、基板表面との相互作用により液膜表面よりも液膜と基板の界面により多く存在することが実験や分子動力学シミュレーションによる研究結果から明らかにされている<sup>(77)(78)</sup>。したがって、極性の末端基をもつ分子はプローブ表面からの分子間引力が作用する距離にプローブ先端が近接した場合においても、基板側に吸着したままの状態のほうがエネルギー的に安定であったために、液架橋が形成されなかったと考えられる。張らは、分子動力学法を用いてZ03およびZdol4000のナノ厚さ膜が塗布された固体基板に対して、相対する二面を一度接触させた後に完全に引き離すという過程における分子の挙動と力学応答の解析を行った<sup>(79)</sup>。その結果、二面が互いに接近する過程においてはZ03の膜においてのみ液架橋の形成が観察され、Zdol4000においては確認されなかったと報告しており、本研究で得られた実験結果と合致している。以上の考察から、HDIでのタッチダウンにあたる接近過程での液架橋の形成の有無および形成される隙間

は、接近するプローブから潤滑膜表面にはたらく分子間相互作用と、潤滑剤分子と基板との分子間相互作用の大小関係により論じることができるものと考えられる。

次に、引離過程においては Tetraol とボンド率 1.0 の Zdol4000 の二種類において、テイクオフ隙間と膜厚は同程度となった。一方、これら以外の試料ではテイクオフ隙間は膜厚の数倍から数十倍となった。この結果は、膜厚よりも数倍から数十倍大きいしゅう動隙間領域まで液架橋の形成が維持されていたことを示している。この現象がみられた試料はすべて流動分子を比較的多くを含む点が共通していることから、原因としてはプローブとの接触によって流動分子の分布状態が変化したことが考えられる。すなわち、プローブ先端の材質はガラスであり潤滑剤が濡れ易いことから、プローブと潤滑膜の接触直後から、基板上での運動性が高い流動分子の一部が表面張力によりプローブ表面に移動し、プローブとの接触領域周縁部にメニスカスを形成した可能性が考えられる。図 4.14(b)に模式的に示したように、接触領域周縁部に形成されたメニスカスが隙間の拡大とともに伸張され、接近過程よりも広い隙間まで液膜との接触が持続したために、膜厚よりも大きいテイクオフ隙間が観測されたと考えられる。

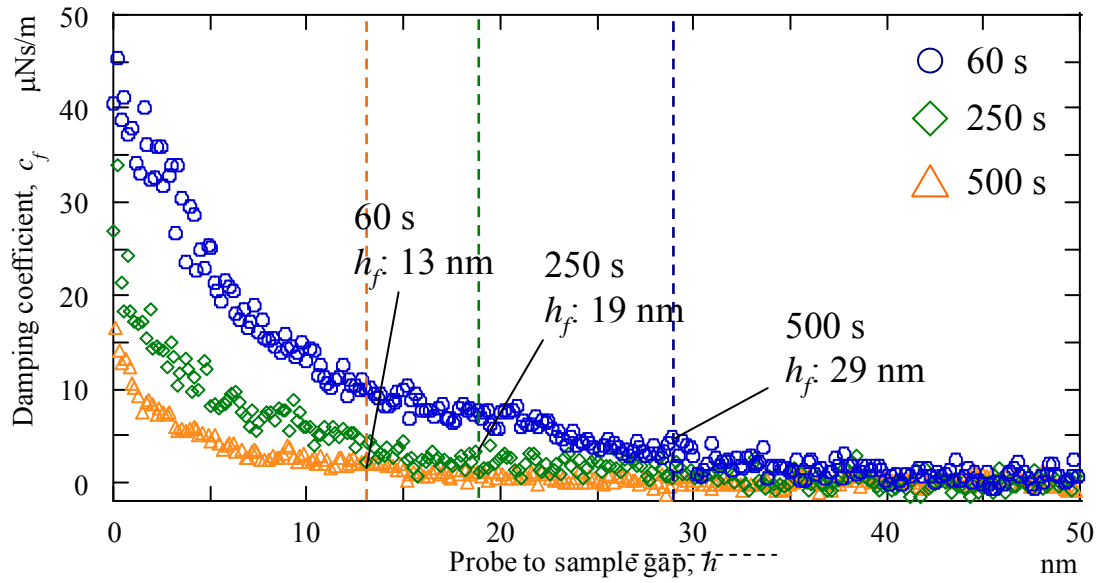
磁気ディスク基板上での潤滑剤分子の運動性は、基板上に塗布した潤滑膜の表面流動を測定し、拡散係数として表すこともできる。従来研究の結果から、Zdol4000 の拡散係数は  $0.3 \mu\text{m}^2/\text{s}$  程度であるのに対して、Z03 では約 30 倍大きい  $8.1 \mu\text{m}^2/\text{s}$  程度であることが報告されている<sup>(80)</sup>。さらに、固定分子を形成する Zdol4000 の場合、流動分子の拡散係数はボンド率が増加するほど減少するという実験結果が報告されている<sup>(81)</sup>。これらの従来研究の結果から、引離過程において膜厚よりも大きいテイクオフ隙間が測定された試料について、流動分子の基板上での運動性を比較すると、Z03、ボンド率 0.2 の Zdol4000、ボンド率 0.5 の Zdol4000 の順に高い。この順番は、表 4.4 に示したテイクオフ隙間の大きさの順に対応している。すなわち、流動分子の分子運動性が高いほど、テイクオフ隙間が大きかった。つまり、運動性の高い流動分子ほどより大きなメニスカスが形成されたため、より広い隙間ま

で液架橋が維持されたと考えられる。このメカニズムが正しいとすると、プローブとの接触時間を長くすればより大きなメニスカスが形成され、テイクオフ隙間は大きくなることが予想される。これを確認するための次の実験を行った。プローブを試料に接触させた後に引き離しを開始するまでの経過時間が 60 秒、250 秒、500 秒それぞれの場合について、引離過程における粘弾性を測定した。測定結果から算出したしゅう動隙間と粘性減衰係数 $c_f$ の関係を図 4.15 に示す。弾性係数 $k_f$ は無視できる程度に小さかった。図中の点線はそれぞれの実験結果について同定したテイクオフ隙間を示す。図 4.15 が示すように、接触時間が長いほどテイクオフ隙間も大きく、さらに同じしゅう動隙間で比較するとより大きな減衰係数が測定されたことがわかる。この結果から、先に考察したようにテイクオフ隙間の大きさは流動分子の運動性に依存し、運動性が高いほど、もしくは接触時間が長いほどより多くの流動分子がプローブとの接触領域に集まるために、より大きなテイクオフ隙間が観察されると考えられる。同じ隙間で比較すると、接触時間が長いほど大きな減衰が測定されたのは、プローブ先端によってしゅう動される流動分子の数が増大したためと考えられ、接触時間が長いほどより多くの流動分子が接触領域に集まるという上述のメカニズムを支持する結果といえる。

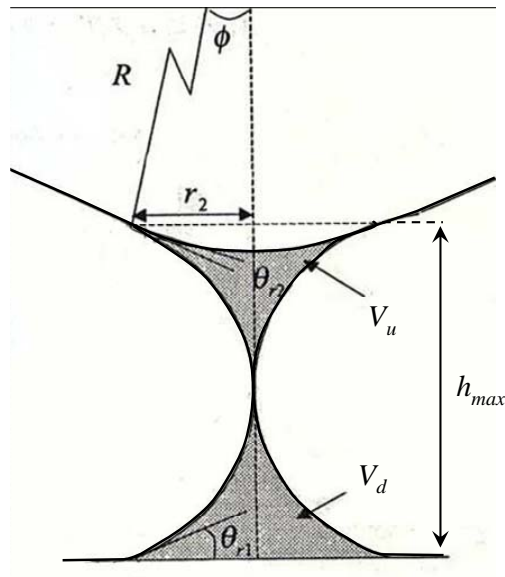
テイクオフ隙間と接触時間の関係について松岡らの導出した理論に基づき考察する。二物体間に形成された液架橋が隙間の増大により破断寸前であるとき、その様子は図 4.16 のように表され、上側の基板に付着している体積を $V_u$ 、下側の基板に付着している体積を $V_d$ 、それらの合計を $V_m$ とするとそれぞれ次式で表される<sup>(82)</sup>。

$$V_m = V_d + V_u \quad (4.2)$$

$$V_d = \pi \left[ \frac{R \sin \phi}{1 - \sin(\theta_2 + \phi)} \right]^3 \times \left\{ 2 \cos \theta_1 - \frac{1}{3} \cos^3 \theta_1 - 2 \left( \frac{\pi}{4} - \frac{\theta_1}{2} + \frac{1}{4} \sin 2\theta_1 \right) \right\} \quad (4.3)$$



**Fig. 4.15 Comparison between experimental result and contact time regarding the relationship between probe to sample gap and damping coefficient with Zdol4000-lubricated magnetic disk with bonding ratio of 0.2.**



**Fig. 4.16 Schematic of breakage of liquid meniscus bridge<sup>(82)</sup>.**

$$\begin{aligned}
V_u &= \pi \left[ \frac{R \sin \phi}{1 - \sin(\theta_2 + \phi)} \right]^3 \\
&\times \left\{ 2 \cos(\theta_2 - \phi) - \frac{1}{3} \cos^3(\theta_2 - \phi) - 2 \left( \frac{\pi}{4} - \frac{(\theta_2 - \phi)}{2} + \frac{1}{4} \sin 2(\theta_2 - \phi) \right) \right\} \\
&- \frac{1}{3} \pi R^3 (1 - \cos \phi)^2 (2 - \cos \phi)
\end{aligned} \tag{4.4}$$

ここで、本研究において上面の基板となるプローブの材質はガラスであり、非常に潤滑剤に濡れやすい。また下側は無限に広がる液膜と考えられるので、接触角 $\theta_{r1}$ 、 $\theta_{r2}$ はいずれも0と近似できる。このとき、 $V_d$ 、 $V_u$ および破断する直前の隙間 $h_{max}$ は幾何的に次式で表される。

$$V_d = \pi \left[ \frac{R \sin \phi}{1 - \sin \phi} \right]^3 \times \left\{ \frac{5}{3} - \frac{\pi}{2} \right\} \tag{4.5}$$

$$V_u = \pi \left[ \frac{R \sin \phi}{1 - \sin \phi} \right]^3 \times \left\{ 2 \cos \phi - \frac{1}{3} \cos^3 \phi - 2 \left( \frac{\pi}{4} + \frac{\phi}{2} - \frac{1}{4} \sin 2\phi \right) \right\} - \frac{1}{3} \pi R^3 (1 - \cos \phi)^2 (2 - \cos \phi) \tag{4.6}$$

$$h_{max} = \frac{R \sin \phi}{1 - \sin \phi} \tag{4.7}$$

本研究の実験系では、プローブと潤滑膜の接触が起こる隙間はナノメートルオーダーの領域である。一方、プローブの先端半径 $R$ は8  $\mu\text{m}$ とマイクロメートルオーダーであることから、式(4.7)より $\sin \phi$ はおよそ0.001と1に対して十分小さいと見積もられる。そこで、簡単のために、 $\phi$ が十分に小さく、 $\sin \phi \doteq \phi$ 、 $\sin 2\phi \doteq 2\phi$ 、 $\cos \phi \doteq 1$ とすると式(4.6)は簡単化され次式のようになり $V_d$ と同じ式で記述される。

$$V_u = V_d = \pi \left[ \frac{R \phi}{1 - \phi} \right]^3 \times \left\{ \frac{5}{3} - \frac{\pi}{2} \right\} \tag{4.8}$$

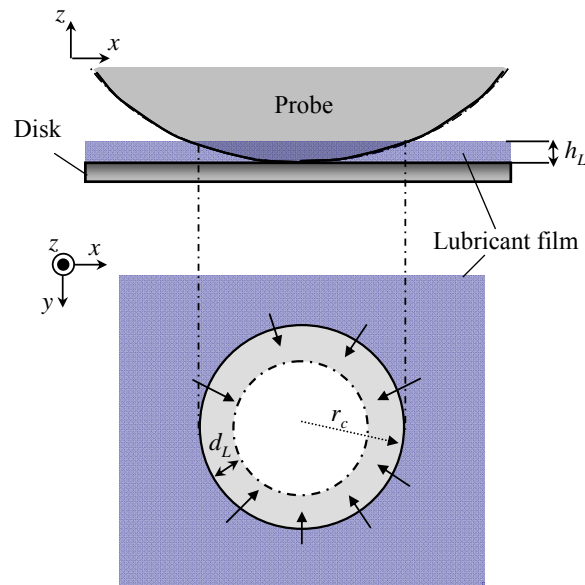
式(4.6)(4.7)(4.8)を式(4.2)に代入すると次式が得られる。

$$V_m = V_d + V_u = 2\pi h_{max}^3 \times \left\{ \frac{5}{3} - \frac{\pi}{2} \right\} \propto h_{max}^3 \quad (4.9)$$

したがって、テイクオフ隙間はプローブ付近に集まった流動分子からなる液体の体積の立方根に比例すると考えられる。プローブと潤滑膜の接触領域を図 4.17 に示すように円形と考え、流動分子の移動がその半径方向の一次元の拡散によるものであると仮定し、潤滑膜の膜厚を $h_L$ 、拡散距離を $d_L$ とすると、プローブとの接触領域に集まる流動分子の量 $V_{ag}$ は次式で表される。

$$V_{ag} = 2\pi r_c d_L h_L \quad (4.10)$$

ここで $r_c$ は接触円領域の半径を表す。一次元的な拡散のみを考えた場合、拡散距離 $d_L$ は経過時間の二分の一乗に比例することが知られている。したがって、式(4.10)より接触時間 $t$ と凝集量 $V_{ag}$ の関係は次のように表すことができる。



**Fig. 4.17 Schematic of flow of lubricant molecule into contact area.**

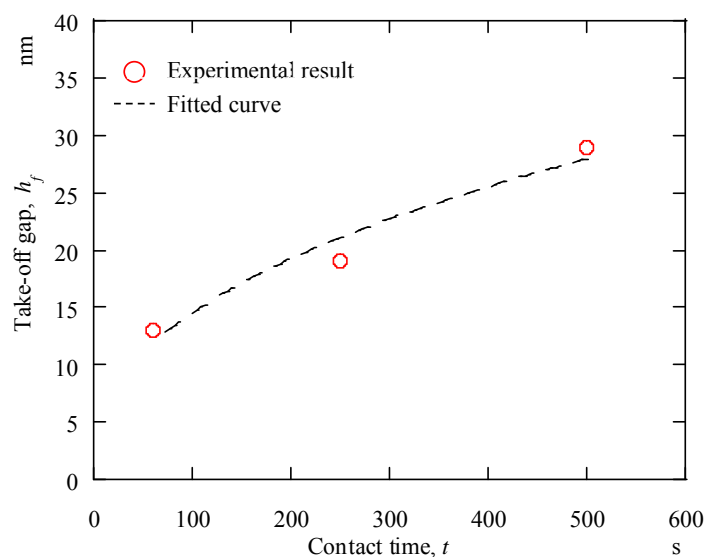


$$V_{ag} \propto d_L \propto t^{\frac{1}{2}} \quad (4.11)$$

プローブと潤滑膜との接触領域に凝集した流動分子の総量 $V_{ag}$ が、引き離し過程においても損失することなく図 4.16 で表されるような液架橋を形成する液体の体積に等しいとすると、液架橋が破断する隙間 $h_{max}$ と経過時間 $t$ の関係は式(4.9)および(4.11)より次式で表される。

$$h_{max} \propto t^{\frac{1}{6}} \quad (4.12)$$

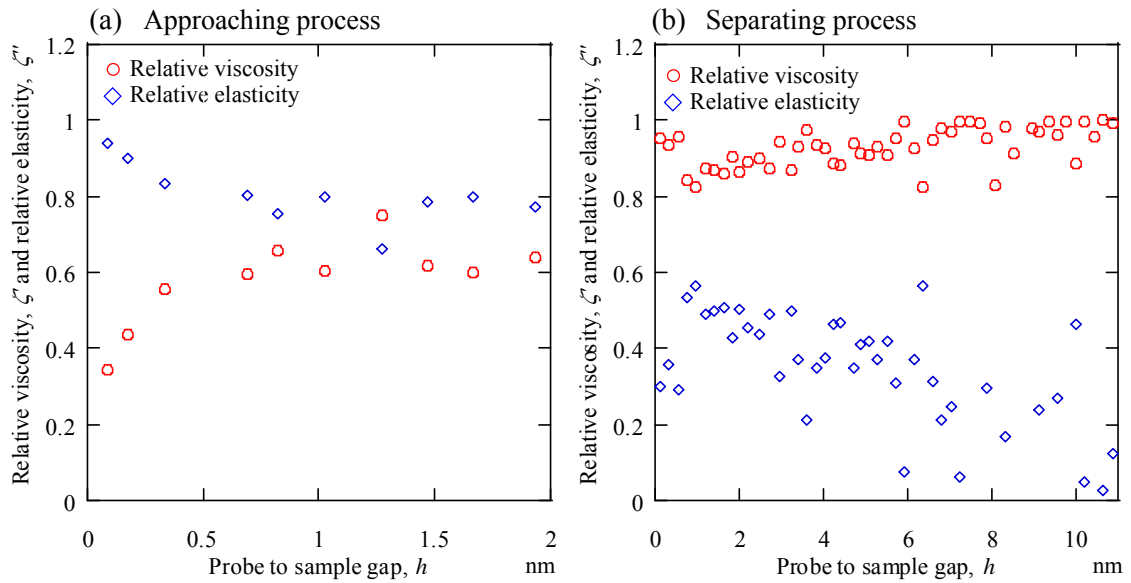
図 4.18 は、図 4.15 で示した各接触時間を横軸に、各実験から得られたテイクオフ隙間を縦軸にプロットしたものである。また、図 4.18 内の破線はテイクオフ隙間と時間の関係を指数関数 $h_f = v t^n$ で表されるとし、 $v$ と $n$ をフィッティングパラメータとして、最小自乗法により測定結果をフィッティングした結果を示す。フィッティング計算の結果、 $n=0.36$  が得られた。これは式(4.12)で得られた  $1/6$  乗の依存性に比べ二倍程度大きい。これから、プローブ付近に集まる流動分子の駆動力として、式(4.12)の導出においては一次元の拡散現象のみを仮定したのに対して、実際には拡散だけでなくその他のメカニズムもはたらいていることが示唆される。例えば、流動分子が凝集してプローブ付近にメニスカスを形成すると、メニスカス内部ではラプラス圧とよばれる圧力の低下が起こる。潤滑膜内部での圧力とラプラス圧との差により、流動分子の移動が自然拡散よりも早くなり、今回の実験結果のように時間 $t$ に対する依存性が  $1/6$  よりも大きくなる可能性が考えられる。



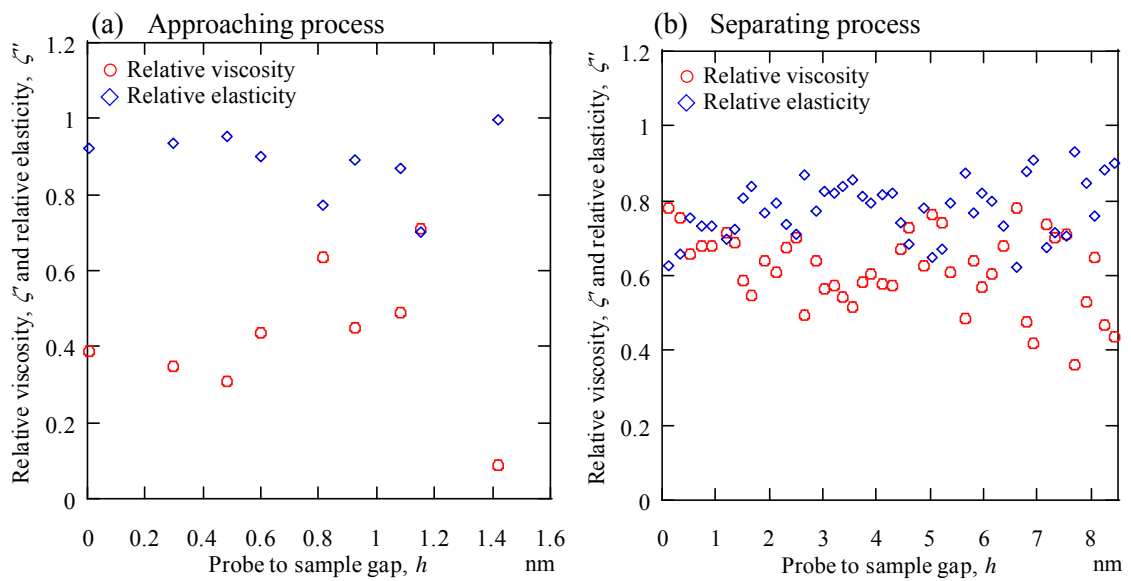
**Fig. 4.18 Relationship between contact time and take-off gap measured by experimental results.**

#### 4.4.2 潤滑剤分子の運動性が粘弾性におよぼす影響

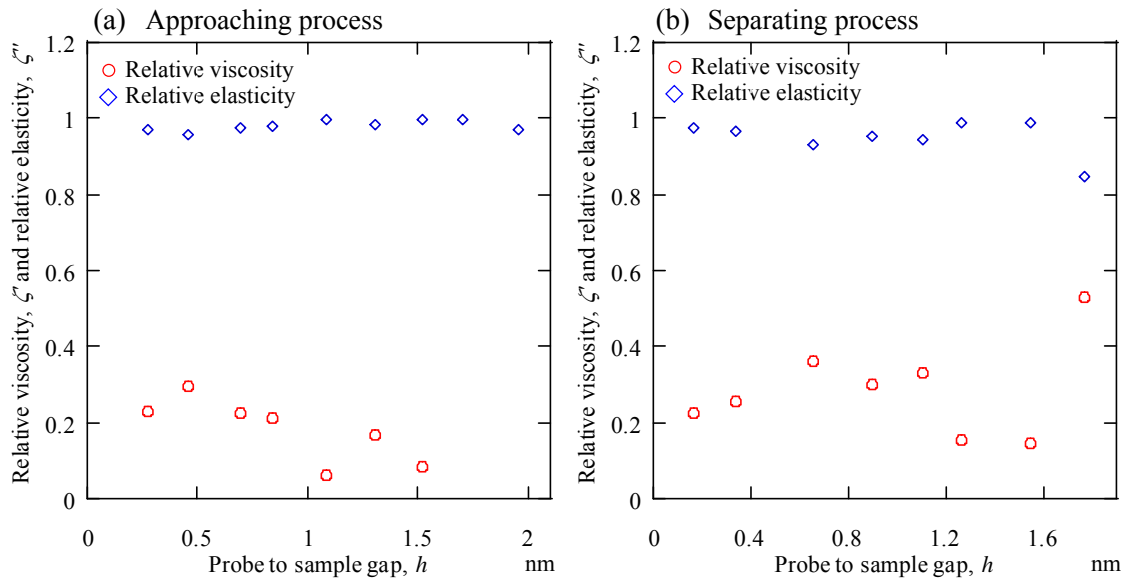
前項で導出したタッチダウン隙間 $h_d$ から固体接触点までの隙間領域, および固体接触点からテイクオフ隙間 $h_f$ までの隙間領域において相対粘性係数 $\zeta$ と相対弾性係数 $\zeta'$ を計算した. 結果を図 4.19~4.23 に示す. それぞれの図において(a)は接近過程での結果を, (b)は引離過程での結果を表す. 縦軸はそれぞれ相対粘性係数 $\zeta$ , 相対弾性係数 $\zeta'$ を示し, 横軸はしゅう動隙間を表す. 接近過程での測定結果に着目すると, 極性をもたないZ03 の場合は粘性が支配的であったのに対して, 極性の潤滑剤の場合はいずれの試料においてもより弾性的な性質を示した. なかでも, ボンド率が異なるZdol4000 の試料について比較すると, 0.2 の場合は粘性と弾性が同程度の値を示した, すなわち粘弾性的であったのに対して, ボンド率が 0.5 ではやや弾性的の寄与が大きくなり, そしてボンド率が 1.0 の膜では弾性が支配的となった. すなわち, これらの結果は固定分子の割合が増大するにつれて, 弾性の寄与が大きくなることを意味している. Tetraolの膜においてはそのボンド率が 0.3 と比較的小さいにも関わらず, ボンド率 0.5 のZdol4000 と同様に, 弾性の寄与が粘性よりも若干大きく



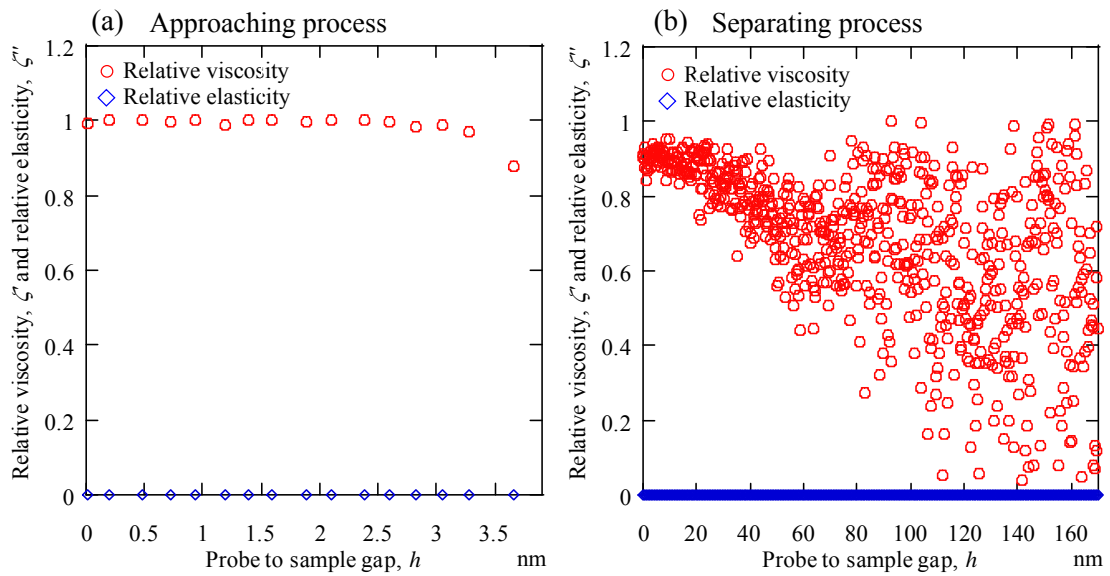
**Fig. 4.19** Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 0.2 (a) in approaching process at  $h < 2.0$  nm and (b) in separating process at  $h < 11.1$  nm.



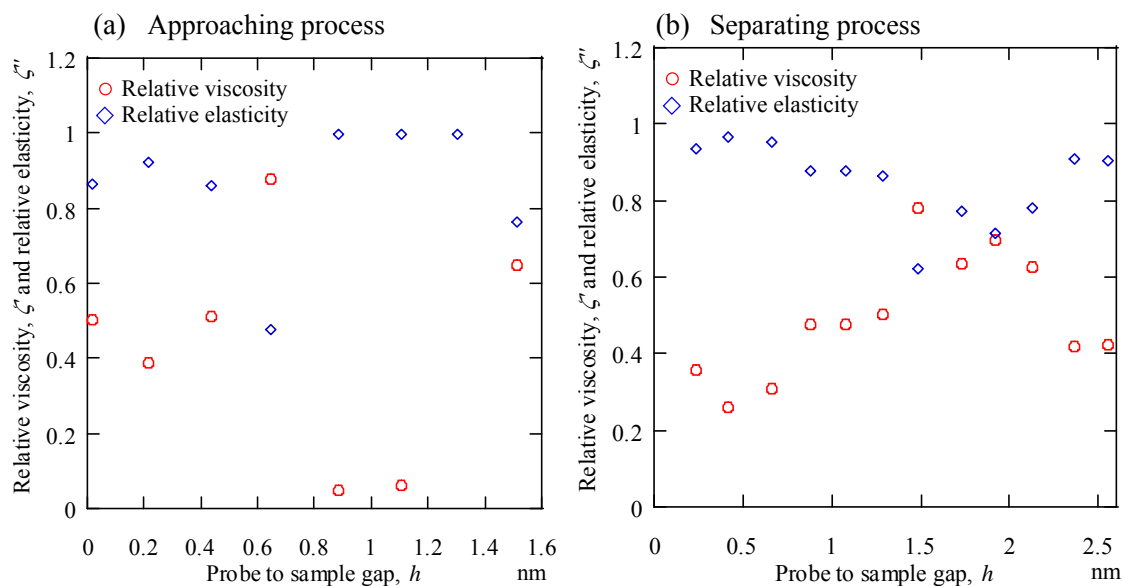
**Fig. 4.20** Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 0.5 (a) in approaching process at  $h < 1.6$  nm and (b) in separating process at  $h < 8.4$  nm.



**Fig. 4.21** Relative viscosity and relative elasticity of Zdol4000 with bonding ratio of 1.0 (a) in approaching process at  $h < 2.1$  nm and (b) in separating process at  $h < 1.9$ nm.



**Fig. 4.22** Relative viscosity and relative elasticity of Z03 (a) in approaching process at  $h < 3.9$  nm and (b) in separating process at  $h < 170$  nm.



**Fig. 4.23 Relative viscosity and relative elasticity of Tetraol (a) in approaching process at  $h < 1.6$  nm and (b) in separating process at  $h < 1.9$  nm.**

なった。この結果は、固定分子の割合だけではなく流動分子についても基板との極性相互作用が強い場合には、弾性的な力学特性の寄与が大きくなることを示唆している。

次に引き離し過程における粘弾性に着目する。ボンド率 1.0 の Zdol4000 と Tetraol は弾性が支配的となり、接近過程と同様の力学特性を示した。また、Z03 についてもより広い隙間領域まで液架橋が形成されるものの、粘性が支配的であるという力学特性は接近過程と同様であった。Z03 が接近および引き離しの両方の過程において粘性的であったのは、潤滑膜が基板との相互作用の低い流動分子のみから構成され液体的であるためと考えられる。一方、ボンド率が 0.2 と 0.5 の Zdol4000 については、接近過程に比べるといずれも粘性の寄与が大きくなり、力学特性に履歴があることがわかる。

膜厚よりも大きいタッチダウン隙間およびテイクオフ隙間が測定された場合、いずれにおいてもその粘弾性は粘性が支配的な特性を示した。Z03 の接近および引離過程、ボンド率 0.2 と 0.5 の Zdol4000 のそれぞれ引離過程がこれにあたる。とくに、ボンド率 0.2 と 0.5 の

Zdol4000 においては、接近過程では弾性の寄与が顕著であったのに対して、引離過程では粘性が支配的となった。第 4.4.1 項の考察より、引離過程における液架橋の形成はプローブ付近に凝集した流動分子によるものと考えられ、接近過程に比べより多くの流動分子が力学応答に関与したために、引離過程では粘性の寄与が弾性に比べ相対的に大きくなったと考えられる。

また、ボンド率が異なる 3 種の Zdol4000 の結果について比較すると、ボンド率が増加するにしたがい、粘弾性がより弾性的な性質へと変化した。Zdol4000 はバルク状態ではほとんど弾性を発現せずニュートン流体的な力学特性をもつ。このような潤滑剤が弾性をもつ理由として、ナノメートルオーダーの微小隙間に閉じこめられたことによる運動性の低下が挙げられる。伊藤らは FWM を用いた浸漬しゅう動実験において、しゅう動隙間を約 1 $\mu\text{m}$  から約 1nm まで狭小化させた時の液体潤滑剤の粘弾性の変化を測定した<sup>(56)</sup>。その結果、PFPE 系の潤滑剤は数 nm 以下の微小な隙間に閉じ込められると、それ以上の隙間ではほぼゼロであった弾性が急激に増大することを明らかにした。また Granick らによる SFA を用いた実験においても同様の結果が得られている<sup>(31)(32)</sup>。これら従来研究において、分子スケールの微小なしゅう動隙間で液体分子が流体的な応答から固体的な応答を示すように変化したのは、液体分子が固体基板との分子間相互作用によりその運動性が抑制されたためと解釈されている。本研究でもしゅう動隙間はナノメートルオーダーであるため、同様のメカニズムによって弾性が発現したと考えられる。ただし、従来研究においては固体基板に化学吸着した分子の割合、すなわちボンド率の影響については明らかにされていない。本研究の結果から、ボンド率の増大とともに弾性の寄与も増大することが明らかとなった。この結果は、基板に対して物理吸着する流動分子に比べ、化学吸着する固定分子は極端にその運動性が低く、その割合が増大するために弾性が増大したと考えられる。また、運動性が抑制された固定分子による流動分子の二次的な閉じ込め効果も考えられる。すなわち、化学吸着してほとんど運動性を失った固定分子がしゅう動隙間内で流動分子の移動に対し障害物のよ

うなはたらきをして，流動分子の固体化を促進する可能性も考えられる．

ボンド率が 0.3 と比較的低い Tetraol が，同程度のボンド率の Zdol4000 と比較してより大きな弾性を発現したことは，分子間相互作用の強さの違いを反映したものと考えられる．分子鎖の両側の末端に極性基を 2 つずつもつ Tetraol は，1 つずつしかもたない Zdol4000 に比べて基板への吸着性が高く，物理吸着であっても分子の運動性が十分抑制されて流動分子でも固体化しやすいと推察される．

## 第5章 せん断率が粘弾性に及ぼす影響の解明

### 5.1 はじめに

コンタクト記録を達成する磁気ディスク装置のHDIにおいては、浮上隙間が数nm、ヘッドとディスクの相対速度が数m/s以上であることから、せん断率は  $10^9 \text{ s}^{-1}$ 以上と見積もられる。このような高せん断率でしゅう動された潤滑膜は、非ニュートン流体挙動のひとつとして、せん断率の増加に伴いその粘性係数が低下するシアニング現象を示すと考えられる。また、磁気ディスク装置の動作中においては、磁気ヘッドは常にディスク半径方向への走査を繰り返す。ディスク上の半径位置で周速が異なるため、磁気ヘッドによる潤滑膜のしゅう動においてはせん断率が常に変化することとなる。潤滑膜の粘弾性がせん断率依存性をもつ場合、半径方向の走査によって磁気ヘッドにかかる摩擦抵抗は動的に変動することとなり、スライダの安定走行を阻害する要因となりうる。したがって、コンタクト記録においてスライダの安定走行を実現するためには、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性のせん断率依存性を解明し、その依存性を考慮したHDI設計が必要である。GranickらはSFAを用いた実験結果より、PFPE系のナノ厚さ潤滑膜がシアニング現象を発現することを明らかにした<sup>(40)</sup><sup>(43)</sup>。しかし、SFAを用いた測定では、せん断率が  $10^2 \sim 10^3 \text{ s}^{-1}$ とHDIに比べはるかに小さい。一方で、Bhushanらは独自に開発したピン・オン・ディスク型試験機を用いて、磁気ディスク上に塗布された厚さ 50~100 nmの8種類のPFPE系の潤滑膜について粘性係数のせん断速度に対する依存性を測定し、いずれの潤滑剤の場合においてもシアニング現象が観測されないことを明らかにした<sup>(55)</sup>。これはGranickらの結果と矛盾するものである。両者の違いの原因として考えられるのは、ひとつにはせん断率の違いである。Granickらの実験ではせん断率が小さく準静的な測定であるのに対して、BhushanらはHDIと同程度のせん断率において測定している。もうひとつの可能性は、しゅう動隙間の同定精度にある。SFAでは



0.1 nmオーダーでしゅう動隙間を直接測定することが可能であるが、ピン・オン・ディスク型の試験機ではそのように高精度な隙間の同定は行っていない。また、固体基板がSFAは雲母基板であるのに対して、Bhushanらは磁気ディスク基板を用いている点も影響する可能性がある。そこで、FWMによってしゅう動隙間を高精度に設定し、かつ高せん断率領域での粘弾性測定を実現し、磁気ディスク上に塗布されたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性についてそのせん断率依存性を解明することを目的とした。

## 5.2 供試試料

基板には、第4章で用いたものと同じ磁気ディスクを使用した。AFM測定の結果、磁気ディスクの表面粗さの算術平均粗さ $R_a$ 、二乗平均粗さ $R_{rms}$ 、最大高さ $R_{max}$ はそれぞれ0.37 nm, 0.45 nm, 2.01 nmであった。

粘弾性体のシアシニング現象の発現し易さは、分子の緩和時間に依ることが知られている<sup>(33)</sup>。ここでいう分子の緩和時間とは、せん断によって分子内にかかるせん断応力が分子の変形に伴い一定の割合まで緩和されるまでの時間を示すもので、分子の外力に対する応答性の指標である。シアシニング現象は、せん断応力による分子の変形が、外力の変化に対して追従できなくなると発生する。つまり、分子の緩和時間が小さいほど、シアシニング現象が起こりにくくなる。本章では、磁気ディスク上の潤滑膜について $10^9 \text{ s}^{-1}$ という高せん断率のしゅう動条件下でシアシニング現象が起こるかを検証するために、潤滑剤にはPFPE系潤滑剤の中でも緩和時間が小さいZ03を用いることとした。Z03の化学構造は、次のように表される。



第4章でも述べたように、Z03は極性をもたないため、固定分子を形成することがなく、分子同士の相互作用も小さい。基板へのナノ厚さ潤滑膜の塗布にはディップ法を用いた(第4.2

節図 4.6 参照). 希釈溶媒には hydrofluoroether: HFE-7200 を用いた(第 4.2 節表 4.2 参照). エリプソメータによる測定の結果, 膜厚は 2.2 nm であった.

### 5.3 実験条件と手順

本実験で用いるプローブには, 先端曲率半径 8  $\mu\text{m}$ , 長さ 4.2 mm, ばね定数 26.7 N/m, 固有振動数 5.03 kHz のものを用いた. 実験手順は第 4.4 節で述べたものと同様である. すなわち, まず第 3.2 節で述べた手順でプローブのしゅう動方向と試料表面の平行度の調整を行った. 次に, プローブと試料が離れた状態において, 一定の振幅および振動数でプローブの加振を開始した. ピエゾステージの送り速度を一定の 2 nm/s とし, 接近過程とこれにひきつづいて行われる引離過程において, プローブ先端の振動の加振振動数成分の振幅および位相, そして固有振動数成分の振幅を測定した. この両過程において測定した振幅変化と位相遅れから, 第 2.4 節で述べたように, プローブ先端と基板との間に介在する液体潤滑剤の粘弾性を算出した. 粘弾性の算出にあたっては, 潤滑膜しゅう動状態となる隙間領域を測定結果から同定する必要がある. 第 4.4 節と同様に, プローブの振動振幅と位相の測定値からタッチダウン隙間  $h_d$  とテイクオフ隙間  $h_f$  を同定し, 接近過程の場合では  $h_d$  から固体接触点まで, 引離過程では固体接触点から  $h_f$  までの隙間を潤滑膜しゅう動状態の隙間領域とした.

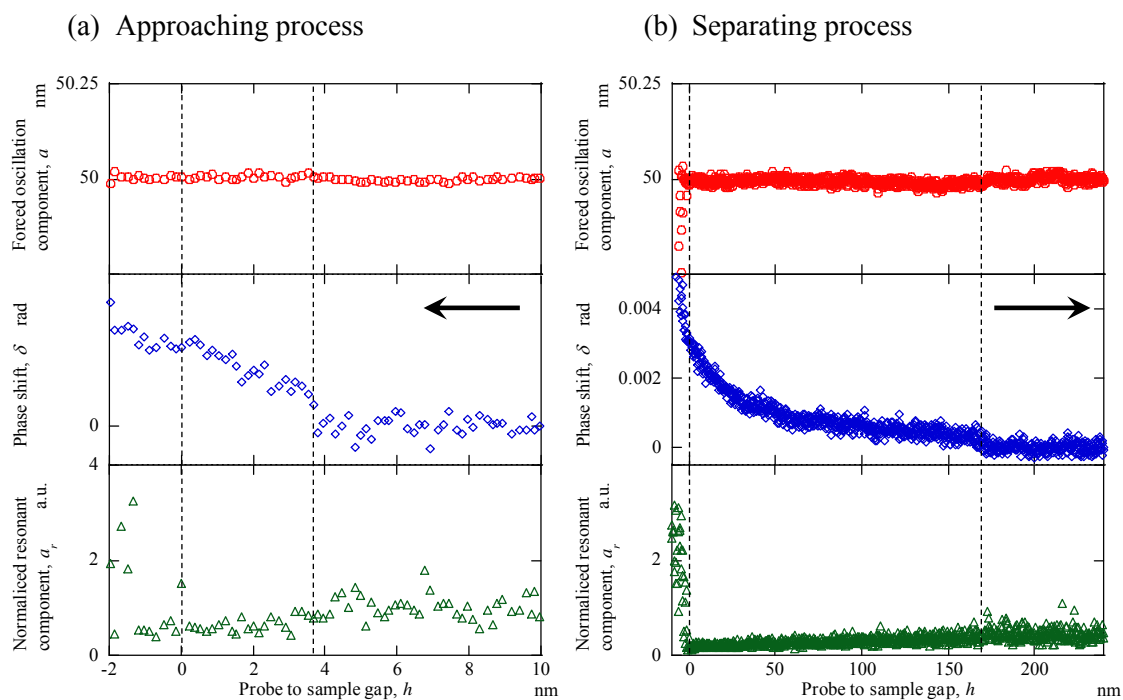
粘弾性のせん断率依存性を解明するために, 加振振動数は 1000 Hz で一定とし, 異なる加振振幅 : 5, 10, 17.5, 25, 50 nm のそれぞれにおいて粘弾性測定を行い, 結果を比較することとした. この実験条件は,  $10^4 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$  のせん断率領域における粘弾性測定に対応する.

本章の目的は, 任意のしゅう動隙間ごとにナノ厚さ潤滑膜の粘弾性のせん断率依存性を解明することである. これには, 異なるせん断率で測定された粘弾性を定量的に比較する必要があるため, 粘弾性の測定には減衰係数  $c_f$  と弾性定数  $k_f$  を用いた.

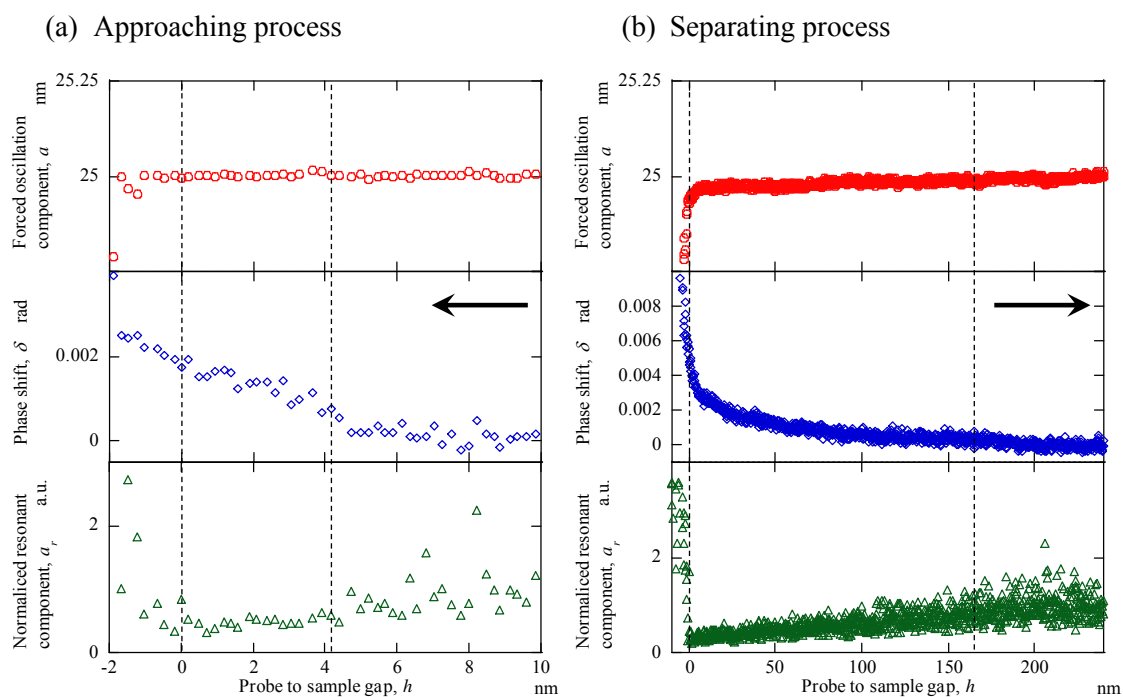
## 5.4 実験結果

各加振振幅についての実験結果を図 5.1~5.5 に示す。それぞれに図において、(a)は接近過程、(b)は引離過程における測定結果を示す。縦軸はそれぞれ加振振動数成分 $a$ 、位相遅れ $\delta$ 、固有振動数成分 $a_r$ を示す。 $a_r$ は、プローブとディスクとが接触していないときの信号強度の平均値を用いて正規化して示した。横軸はしゅう動隙間を表し、第 3 章で示した方法に基づき、固有振動数成分の測定により検出した固体接触点を原点とした。なお、プロットした測定結果の値は、0.2 nmの隙間領域ごとの平均値を示す。図 5.1~5.5 に示した測定結果から、第 4.3 節で説明した方法に基づいてタッチダウン隙間とテイクオフ隙間を同定したところ、全ての加振振幅の測定結果においてそれぞれ約 4 nm、約 150 nmとなった。

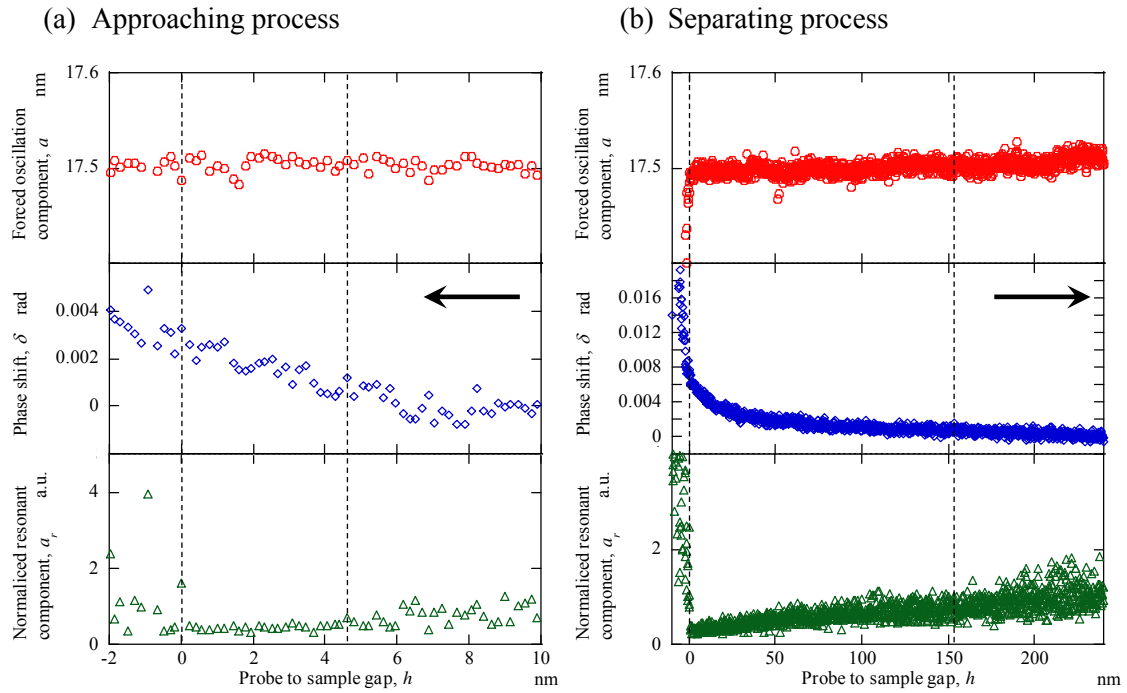
同定した潤滑膜しゅう動状態の隙間領域において、減衰係数 $c_f$ および弾性係数 $k_f$ を計算した。結果を図 5.6~5.10 に示す。縦軸はそれぞれ減衰係数 $c_f$ および弾性係数 $k_f$ を示し、横軸はしゅう動隙間を表す。それぞれの図で(a)は接近過程、(b)は引離過程での算出結果を示す。また、図中に示した水平方向の実線は減衰係数および弾性係数の測定における雑音レベルを示している。雑音レベルは、無しゅう動状態におけるプローブの振幅および位相遅れの測定値の分散をそれぞれ算出し、その三倍の値を式(2.14)、(2.15)に代入して得た。雑音レベルよりも大きい測定値に対して、せん断率に対する依存性を比較することが可能となる。接近過程と引離過程のいずれにおいても弾性係数は雑音レベル以下もしくは同程度であったことから、本研究において弾性係数とせん断との関係について論じることは難しい。一方、減衰係数はいずれの加振振幅の測定においても、接近過程では隙間 3 nm以下の領域で、引き離し過程では隙間 40 nm以下の領域で雑音強度を超える値を示した。減衰係数はしゅう動隙間が小さくなるほどより大きな値を示した。これは、しゅう動隙間 $h$ が小さくなることによる粘性抵抗の増大と、ナノメートルオーダの微小な隙間領域に閉じ込められたことによる液体の粘性係数の増大が考えられる。異なる加振振幅の測定結果を比較すると、加振振幅が小さいものほど、同じしゅう動隙間でも大きな減衰係数を示した。



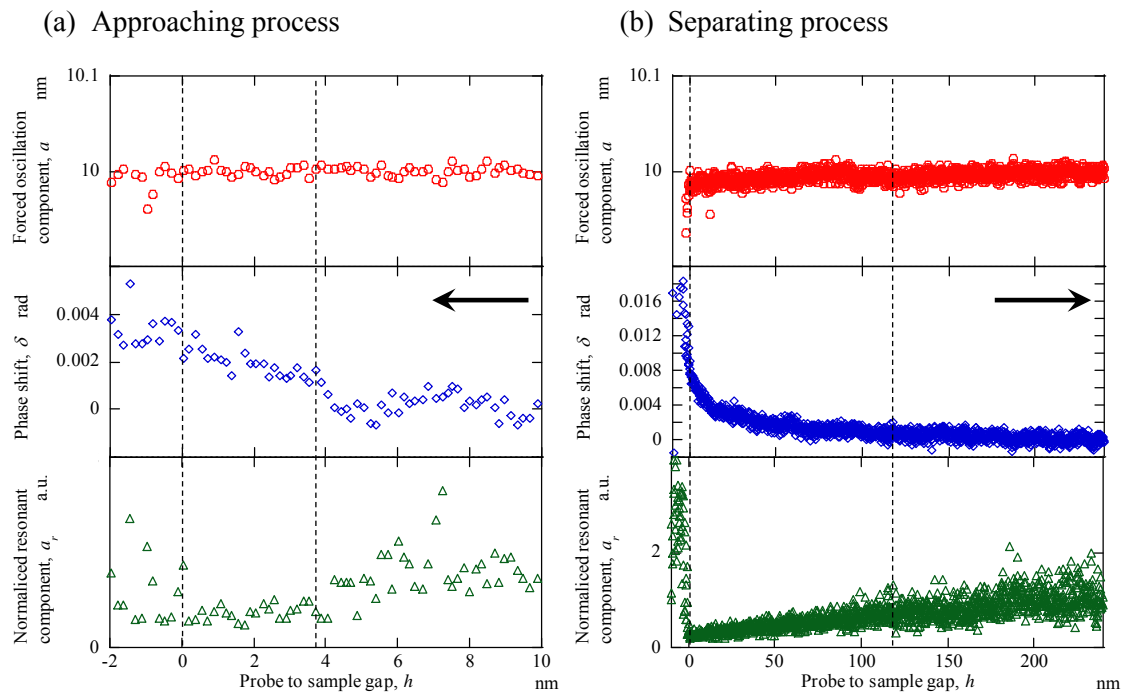
**Fig. 5.1** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 50 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



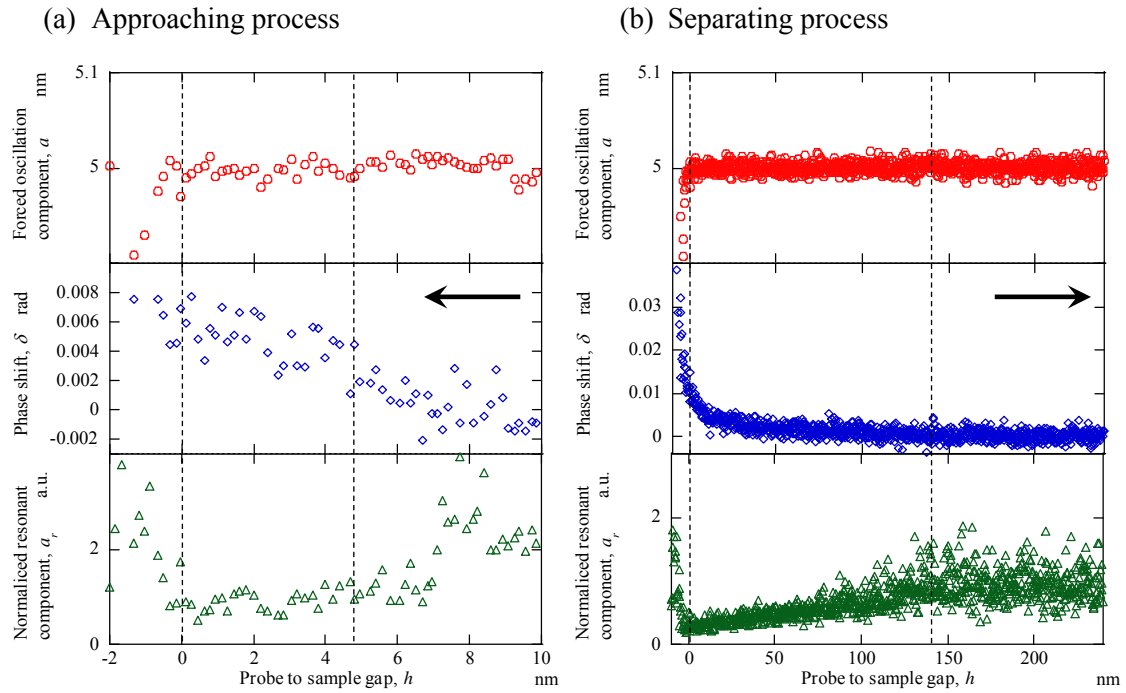
**Fig. 5.2** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 25 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



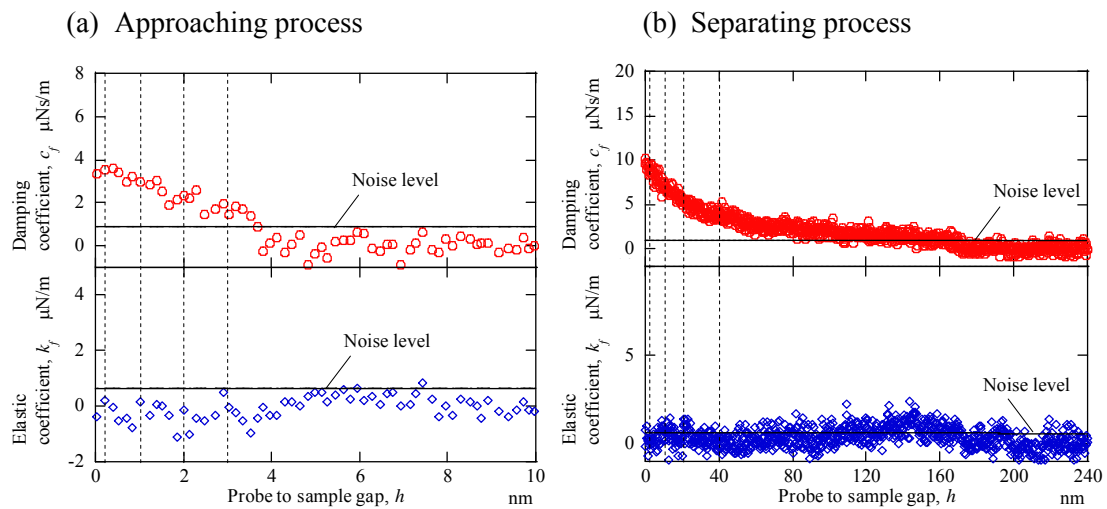
**Fig. 5.3** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 17.5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



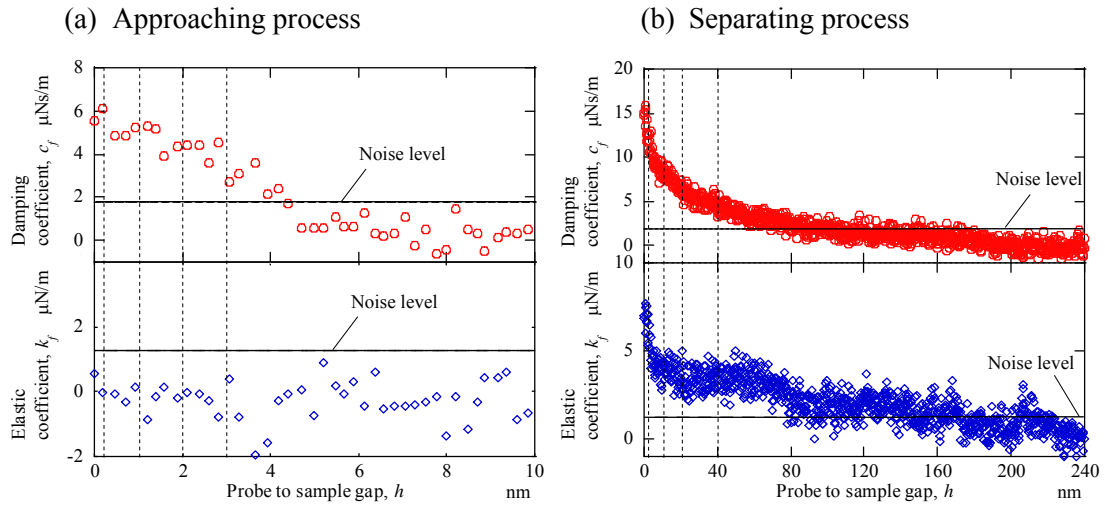
**Fig. 5.4** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 10 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



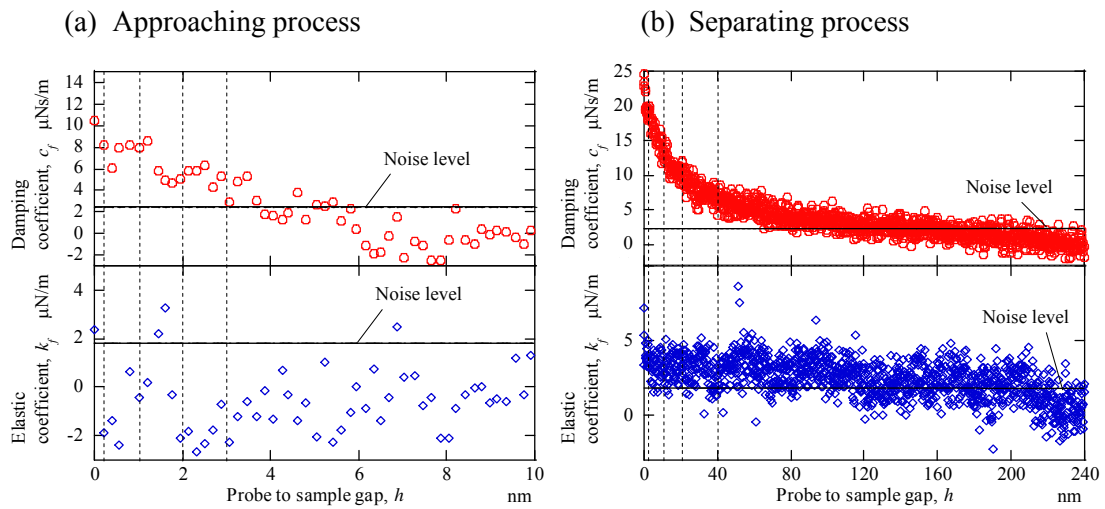
**Fig. 5.5** Probe amplitude, phase shift, and normalized resonant component measured with oscillation amplitude of 5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



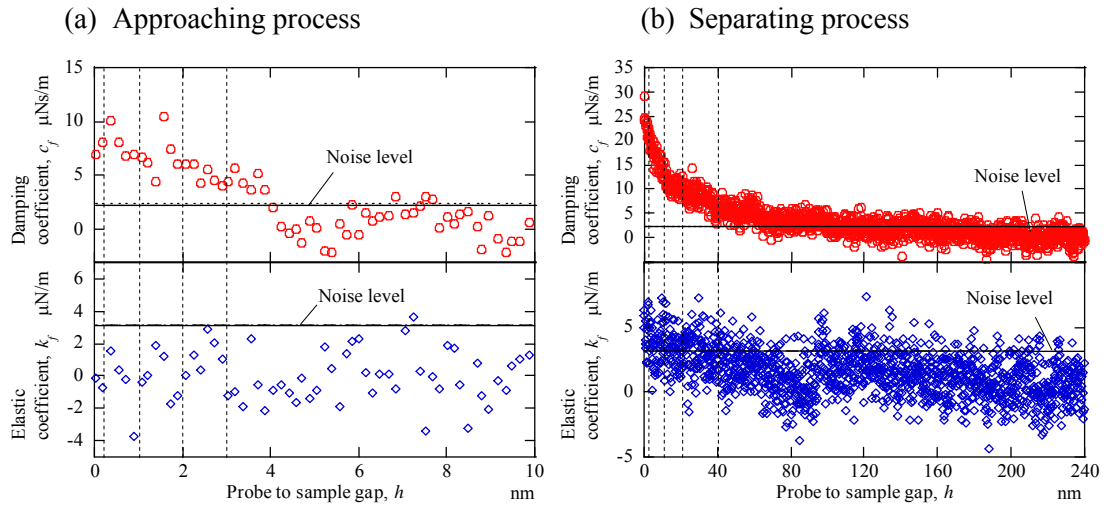
**Fig. 5.6** Relationship between gap and calculated damping coefficient,  $c_f$  and elastic coefficient  $k_f$  with oscillation amplitude of 50 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.



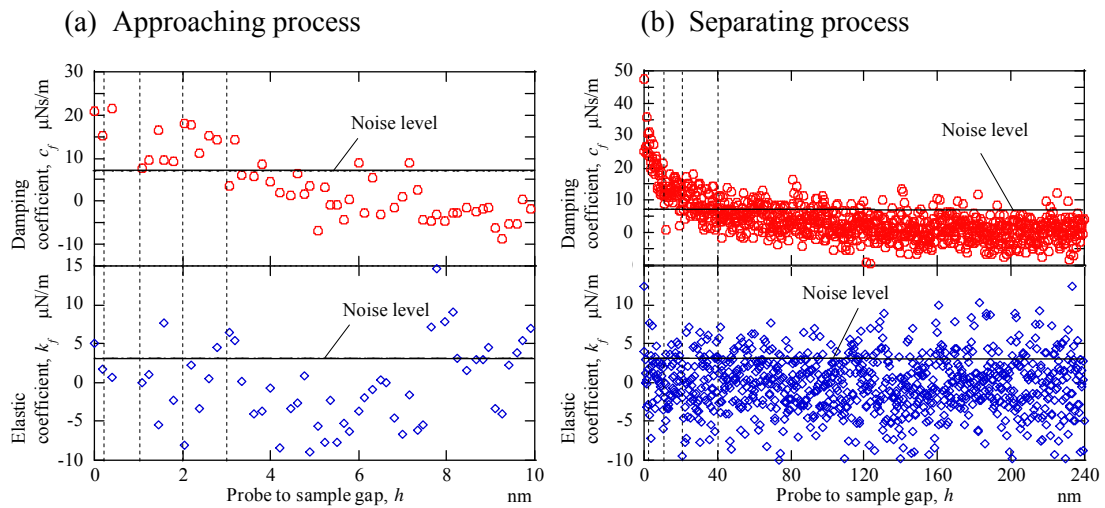
**Fig. 5.7 Relationship between gap and calculated damping coefficient,  $c_f$  and elastic coefficient  $k_f$  with oscillation amplitude of 25 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.**



**Fig. 5.8 Relationship between gap and calculated damping coefficient,  $c_f$  and elastic coefficient  $k_f$  with oscillation amplitude of 17.5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.**



**Fig. 5.9 Relationship between gap and calculated damping coefficient,  $c_f$  and elastic coefficient  $k_f$  with oscillation amplitude of 10 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.**



**Fig. 5.10 Relationship between gap and calculated damping coefficient,  $c_f$  and elastic coefficient  $k_f$  with oscillation amplitude of 5 nm with Z03 in (a) approaching and (b) separating processes.**

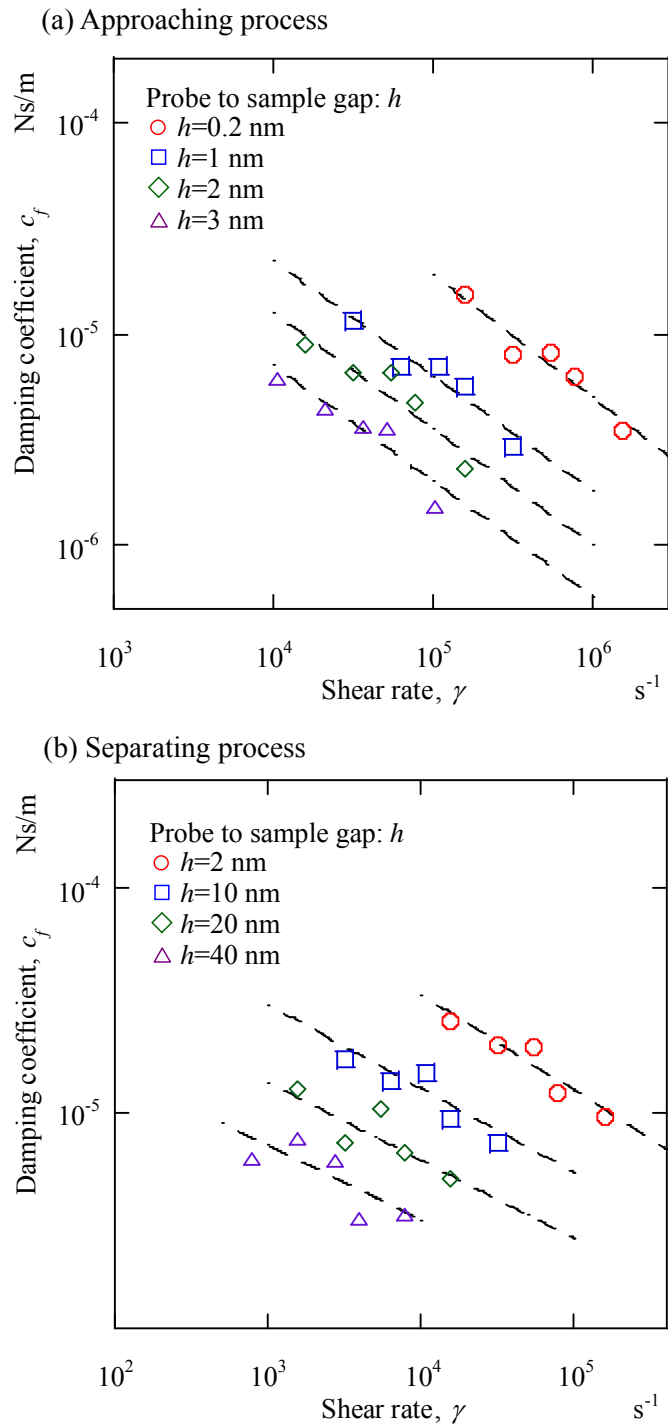


## 5.5 考察

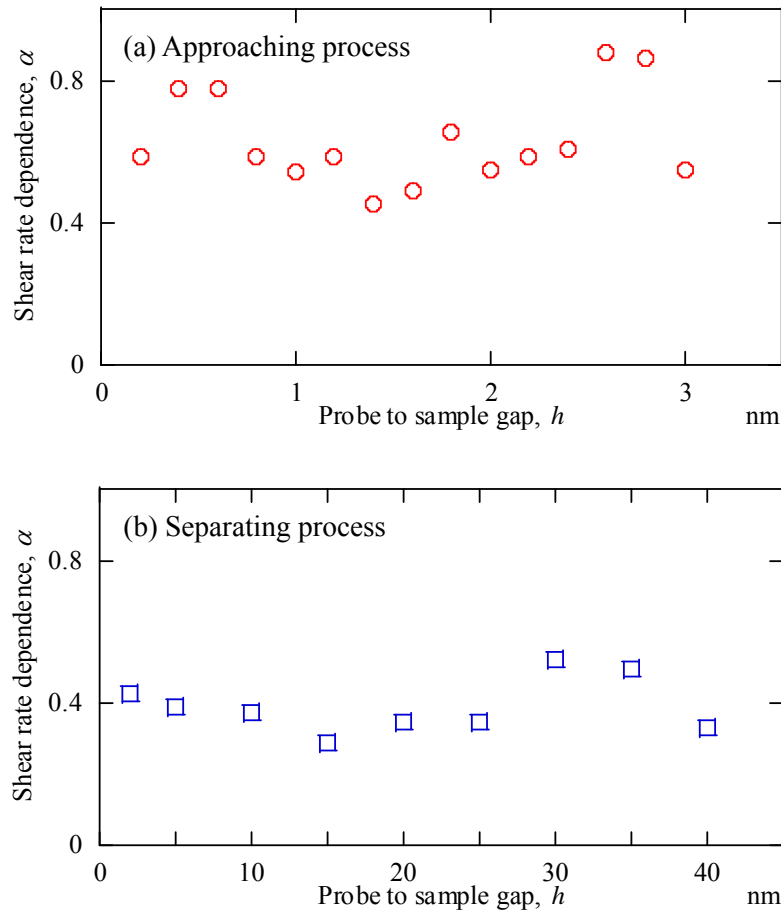
接近過程での代表的な隙間 0.2, 1.0, 2.0, 3.0 nm および引離過程での代表的な隙間 2, 10, 20, 40 nm における減衰係数とせん断率の関係を図 5.11 に対数表示で示す。横軸はしゅう動隙間とせん断速度から算出されたせん断率を示す。せん断速度は振動振幅と振動数を乗算して得られる最大値を用いた。シアニング挙動は次式で表されるべき乗式で経験的によく表されることが知られている<sup>(33)</sup>。

$$\log c_f = -\alpha \log \gamma + \beta \quad (5.2)$$

ここで  $\gamma$  はせん断率、 $\alpha$ 、 $\beta$  はフィッティングパラメータである。式(5.2)の  $\alpha$  は粘性係数のせん断率に対する依存性をあらわし、 $\alpha$  が大きいほどせん断率の増加に対してシアニングの効果によりより大きく粘性が減少することを意味する。図 5.11 に示す点線は式(5.2)を実験結果に対して、最小自乗法によりフィッティングした結果を示す。図 5.11 に示されるように、実験的に得られたせん断率と減衰係数の関係は、接近過程と引き離し過程ともに式(5.2)でよく表されていることが分かる。これは、磁気ディスク上に塗布された Z03 のナノ厚さ潤滑膜がシアニング挙動を示すことを意味している。実験結果に式(5.2)をフィッティングすることによって得られた  $\alpha$  をしゅう動隙間に対してプロットしたものを図 5.12 に示す。図 5.12 に示すように、せん断率依存性は接近過程では 0.4 から 0.8 の範囲でばらつきが大きく、平均的には 0.6 程度であったのに対して、引離過程ではおよそ 0.4 程度であった。ナノ厚さ潤滑膜が磁気ディスク上においてシアニング挙動を示したメカニズムについて考える。Bairらはバルク状態における液体潤滑剤のもつ非ニュートン挙動について研究を行い、10 MPa 以上の高圧雰囲気下かつ、 $10^3 \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$  以上の高いせん断率の条件下では非ニュートン挙動のひとつであるシアニング現象が起りやすいと報告している<sup>(83)(84)</sup>。本研究の実験におけるせん断率の範囲は、Bairらが示したシアニング現象の発現条件をみたしている。



**Fig. 5.11 Relationship between shear rate and damping coefficient,  $c_f$ , in (a) approaching and (b) separating processes. Both in (a) and (b), damping coefficient decreased exponentially at every gap width. These results indicate the shear thinning behavior of Z03 films on the magnetic disk surface.**



**Fig. 5.12 Relationship between shear rate dependence,  $\alpha$ , and the gap width,  $h$ , in (a) approaching and (b) separating processes.**

本研究の実験系において、せん断される潤滑膜にかかる圧力は、しゅう動により発生する動圧がもっとも高い。式(2.6)に示したプローブと潤滑膜の接触面積 $S_L$ と、式(2.7)に示した潤滑剤をしゅう動した際にプローブにはたらく垂直力 $F_z$ を用い、典型値として $\nu = 6 \times 10^{-4}$  m/s,  $\eta = 0.1$  Pas,  $R = 8 \times 10^{-6}$  m,  $h = 1 \times 10^{-9}$  mとするとその圧力は0.06 MPaと見積もられ、Bairらが示したシアニング現象の発現条件を満たさない。このことから、本実験によって確認されたシアニング現象は、ナノ厚さの潤滑膜をその膜厚と同程度のしゅう動隙間に閉じ込めたことに起因しており、バルク状態のそれとはメカニズムが異なると考えられる。GranickらはSFAを用いた実験により、ナノメートルオーダ

の微小な隙間に閉じ込められたPFPE系潤滑剤が  $10^{-2} \sim 10^2$  の低せん断率の領域においてもシアニング現象を示すことを明らかにした<sup>(40)(43)</sup>。Granickらは、閉じ込めの効果によって構造化した分子が、強いせん断をうけてその構造が破壊されることによりシアニング挙動が起こると解釈している。このメカニズムに基づくと、シアニングは構造化が前提であるため、粘弾性として弾性の顕在化も同時に観察されることになる。しかし、本実験結果では、シアニング挙動は測定されたものの弾性の指標となる弾性係数  $k_f$  は無視できる程度に小さかった。したがって、FWMにおける実験ではSFAと同様のナノメートルオーダーの隙間に閉じこめた実験であるにもかかわらず、Z03の潤滑剤分子の構造化は起こらなかったと考えられる。これは、SFAではしゅう動面が原子レベルで平滑な雲母であるのに対して、本研究においてしゅう動面を構成している光ファイバークラウドと磁気ディスク基板は  $0.1 \text{ nm} \sim 0.2 \text{ nm}$  程度の表面粗さを持ち、これらが微小隙間における分子の構造化を妨げるためと考えられる。つまり、磁気ディスク上に塗布されたZ03のナノ厚さ潤滑膜においては、微小な隙間に分子が閉じ込められた場合においても、しゅう動面間で構造化がおこりにくく、SFAを用いた実験のように構造の破壊による粘度の減少の効果は小さいと考えられる。そこで、シアニング挙動を引き起こすその他の原因として考えられるのが、固液界面間での滑りによる見かけの粘度の減少である。粘度とは、しゅう動面間に介在する液体の隙間方向に対する速度勾配によって決まる。しかし、固液界面間で滑りが発生した場合、見かけの速度勾配が小さくなる、すなわち粘度がみかけ上減少したように見える。一般に、界面での滑りは液体の粘度が高くかつ高せん断率の場合に起こりやすい。バルク状態でのZ03潤滑剤については、せん断流れにおいて固液界面での滑りは起こらないが、本実験系のようにナノメートルオーダーの隙間に閉じこめられたためにZ03分子の運動性が抑制され、かつ  $10^3 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$  の高せん断率の場合には滑りが起こる可能性もあると推察される。ナノ厚さ潤滑膜のシアニング現象が、閉じ込め効果によって誘起された構造の破壊であるか、固液界面における

分子の滑りによる見かけ上の粘度の減少であるかを解明するためには、基板の表面粗さや分子の構造化の仕方が異なる試料を用いたより詳細なせん断率依存性の測定が必要と考えられる。

本研究の実験結果において、接近過程に比べて引き離し過程ではせん断率依存率 $\alpha$ が平均的に小さい値を示した。第4.4節で述べたように、引離過程においてはプローブとの接触時に流動分子が表面張力によってその接触領域に凝集すると考えられる。このことは、テイクオフ隙間が膜厚やタッチダウン隙間に比べ大きいことや、接近過程と引離過程の同じしゅう動隙間について減衰係数を比較すると、引離過程のほうが数倍程度大きいことから推察される。プローブ先端は曲率をもつために、その中心位置から外側に向かってしゅう動隙間は大きくなる。プローブ先端と潤滑膜の接触領域が曲率半径に対して十分に小さい場合には、この曲率による隙間の変動は無視できるが、そうでない場合にはしゅう動隙間が分布することとなる。引き離し過程においては流動分子が凝集するために、プローブ先端と潤滑剤との接触領域が拡大し、しゅう動隙間の分布が無視できなくなる可能性がある。この場合、プローブ先端の中心位置に比べ外側のほうが、しゅう動隙間が大きいためせん断率が低くなる。図5.11における横軸のせん断率はプローブ先端と基板との最小隙間を用いて算出した。FWMにおける測定では分布するせん断率の平均的な減衰係数が得られるため、最小の隙間で算出したせん断率を横軸としてプロットした場合、小さなせん断率依存性 $\alpha$ が得られることとなる。引離過程においてもより正確にせん断率依存性を測定するためには、このような影響を受けにくくするために先端曲率半径の大きいプローブを用いるなど実験構成の改良が必須である。

## 第6章 結論

本論文は、コンタクト記録を想定した次世代のHDIにおける潤滑技術の確立を目指して、ナノ厚さ液体潤滑膜の粘弾性計測法を確立し、さらに確立した計測法を用いて、粘弾性と潤滑剤分子の運動性やせん断率との関係の定量化を図ったものである。以下に本研究で得られた結果についてまとめる。

第1章では、本研究の背景として磁気ディスク装置の構造と、次世代の超高記録密度磁気ディスク装置のためにはコンタクト記録の実現が必須であること、さらにそれには磁気ディスク表面に塗布されたナノ厚さ液体潤滑膜の粘弾性を解明することが重要であることを述べた。ナノ厚さの液体潤滑膜の粘弾性測定には、高感度なせん断力検出と高精度なしゅう動隙間の制御の両立が要求される。とくに、しゅう動隙間の制御においては、潤滑膜の厚さが1~2 nmであることから、その十分の一程度に相当する0.1~0.2 nmの精度が必要となる。さらに、磁気ヘッドは磁気ディスク上を高速に走査するため、粘弾性測定においても実際のHDIに近い高せん断率での測定を可能とする必要がある。

このような測定に対する要求条件と従来の測定方法を比較し、ナノ厚さ液体潤滑膜の粘弾性測定に対してファイバーウォブリング法(FWM)の特長と他の方法に対する優位性について述べた。ただし、克服すべき課題として、しゅう動隙間の制御精度が不十分であることを挙げた。そこで本研究の目的としては、しゅう動隙間の制御精度において0.1~0.2 nmオーダーを実現する技術を確立し、確立した方法をFWMに導入することによってナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定を実現することとした。さらに、潤滑剤分子の運動性やせん断率が粘弾性に及ぼす影響について、その重要性を述べるとともに現象の解明を目的とすることとした。

第2章では、FWMについて、高感度なせん断力の測定法、ナノメートルオーダーの微小なしゅう動隙間を制御する方法、実験結果からの粘弾性を算出する方法、および装置構成に関して詳細に説明した。

第3章では、FWMにおいて高精度なしゅう動隙間の制御を実現するために、新規にFWMにおける高精度な平行度調整法と高感度な接触点検出法を確立した。平行度の調整法においては実験的に $\pm 0.17$  mradの精度で調整が可能であることを示した。これは、プローブ振幅を50nm以下とすれば、平行度のずれによるしゅう動隙間の変動量を $\pm 0.17$  nm以下に抑制することが可能であることを示しており、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性測定に有用な方法であるといえる。さらに、しゅう動隙間の原点となる固体接触点を高精度に検出可能とする新規な方法の確立について述べた。本法の検出原理は、固体表面同子の突起接触によってプローブに励起される固有振動の検出により固体接触点を同定するものである。提案した検出法の原理確認のために、数値解析モデルによる解析と実験による検証を行った。実験的に固体接触点の検出感度を算出した結果、固体接触点を約0.2 nmの感度で検出可能であることを示した。本章で新規に提案した平行度調整法と固体接触の検出法を従来のFWMに導入することで、高感度なせん断力検出と同時に0.1~0.2 nmの精度で精確にしゅう動隙間を制御した粘弾性測定が可能になったといえる。

第4章では、潤滑剤分子の磁気ディスク表面上での運動性が粘弾性に及ぼす影響に着目し測定した結果についてまとめた。磁気ディスク上に塗布された潤滑膜の粘弾性は、その厚さが分子の大きさと同程度であるために、潤滑剤分子と基板との分子間相互作用や、固定分子と流動分子の存在比率に依存すると考えられる。したがって、その現象解明をFWMを用いた粘弾性測定により試みることにした。さらに、コンタクト記録においては磁気ヘッドと磁気ディスク間において液架橋の形成が問題となる。そこでFWMによる粘弾性測定においては、プローブとディスクを接近させる過程(接近過程)と引き離す過程(引離過程)の両方において実験を行うことにした。これにより、磁気ディスク基板上での潤滑剤分子の運動性とプローブ先端に形成される液架橋の関係を明らかにし、それが粘弾性に及ぼす影響についても明らかにすることを目的とした。試料としては、基板上での分子の運動性が異なる5種類のナノ厚さの液体潤滑膜を用意した。測定結果から得られた知見を以下にまとめる。

- (1) 無極性潤滑剤 Z03 の潤滑膜は、接近過程において膜厚よりも大きい隙間からプローブ先端と潤滑膜との接触が始まった。この結果は、接近するプローブ先端からの分子間引力により液膜の形状が変化してプローブと固体基板との間に液架橋が形成されたためと考えられる。一方、極性潤滑剤の場合はボンド率が低い場合においても接近過程における液架橋の形成は観察されなかった。これは、極性潤滑剤分子は末端の極性基の効果によりディスク表面への吸着性が高いため、プローブ先端からの分子間引力によっても液膜形状が変形しなかったためと考えられる。すなわち、それぞれの流動分子について比較すると、ともにディスク表面に物理吸着し比較的流動性のある状態で存在しているものの、極性潤滑剤分子のディスク表面との相互作用は無極性潤滑剤分子のそれよりも大きく、近接するプローブからの分子間引力がはたらく状況においても、ディスク表面に吸着した方がエネルギー的に安定であったと考えられる。
- (2) 引離過程では、極性潤滑剤の場合においても、膜厚の数倍の隙間までプローブと潤滑膜は接触を維持した。これは、プローブ先端とディスク表面との間に液架橋が形成されたことを意味している。ただし、液架橋が観察されたのは潤滑膜に流動分子を含む試料のみであった。このことから、プローブとの接触時にプローブ付近に流動分子が集まりメニスカスが形成され、隙間の拡大とともにそれが伸張されて液架橋が形成されたと考えられる。液架橋が形成される隙間領域は、ディスク表面上での運動性の高い分子ほど大きく、またプローブと潤滑膜とが接触している時間が長いほど大きいことが実験により明らかとなった。これは、分子運動性が高く、接触時間が長いほどプローブ付近に集まる流動分子の数が増大し、より大きなメニスカスが形成されたためと解釈することができる。
- (3) 液架橋の形成が確認された場合においては、接近・引離過程、潤滑剤の種類やボンド率に関わらず粘性が支配的な力学特性を示した。これは、液架橋が主に流動分子によって構成されているためと考えられる。流動分子は、ナノ厚さにおいても運動性を有し、液



体的な振る舞いをすることから粘性的な力学特性をもつと解釈することができる。

- (4) 極性をもたず基板上に固定分子を形成しない Z03 は粘性的な粘弾性を示すのに対して、極性をもち固定分子を形成する Zdol4000 の試料はいずれも弾性的であった。さらに、ボンド率が高いほど、より弾性の寄与が大きいことが明らかとなった。また、より強い極性をもつため Zdol4000 よりもディスク表面との相互作用が大きい Tetraol では、ボンド率が 0.3 と比較的小さい場合にも、ボンド率 0.5 の Zdol4000 とほぼ等しい弾性の寄与が得られた。すなわち、ディスク上での運動性が極端に抑制されると弾性的な力学特性をもち、固体的に振る舞うと考えられる。以上の結果から、ナノ厚さ膜の弾性的な性質については、従来の研究で明らかにされていたしゅう動隙間の狭小化による閉じ込め効果だけでなく、分子の基板に対する吸着性や固定分子の割合に依存することが明らかとなった。

第 5 章では、せん断率が粘弾性に及ぼす影響について測定を行った。コンタクト記録を達成する磁気ディスク装置のHDIにおいては、浮上隙間が数nm、ヘッドとディスクの相対速度が数m/s以上であることから、せん断率は  $10^9 \text{ s}^{-1}$ 以上と見積もられる。このような高せん断率でしゅう動された潤滑膜は、非ニュートン流体挙動のひとつとして、せん断率の増加に伴いその粘性係数が低下するシアニング挙動を示す可能性が考えられる。しかし、従来法による実験結果においては、HDIと同様のしゅう動条件を満たすものがなく、シアニングが起こるか否かはこれまで明らかにされていない。そこで、FWMによってしゅう動隙間を高精度に設定しつつ、かつ高せん断率領域で粘弾性測定を実現し、磁気ディスク上に塗布されたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性について、そのせん断率依存性を測定した。実験の結果、 $10^4 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ のせん断率領域において磁気ディスク上に塗布されたZ03のナノ厚さ潤滑膜がシアニング挙動を示すことを明らかにした。SFAを用いた準静的な実験において観察されるシアニング挙動は、ナノメートルオーダーの微小隙間で液体分子の構造化が起こり、高せん断率においてこの構造化が破壊されるためと解釈されている。このメカニズムに基

づくこと、シアニングは構造化が前提であるため、粘弾性として弾性の顕在化も同時に観察されることになる。しかし、本実験結果では、シアニング挙動は測定されたものの弾性の指標となる弾性係数は無視できる程度に小さかった。したがって、FWMにおける実験ではSFAと同様のナノメートルオーダーの隙間に閉じこめた実験であるにもかかわらず、Z03の潤滑剤分子の構造化は起こらなかったと考えられる。これは、SFAではしゅう動面が原子レベルで平滑な雲母であるのに対して、本研究においてしゅう動面を構成している光ファイバープローブと磁気ディスク基板は0.1 nm~0.2 nm程度の表面粗さをもち、これらが微小隙間における分子の構造化を妨げたためと考えられる。そこで、シアニング挙動を引き起こすその他の原因として考えられるのが、固液界面間での滑りによる見かけの粘度の減少である。粘度とは、しゅう動面に介在する液体の隙間方向に対する速度勾配によって決まる。しかし、固液界面間で滑りが発生した場合、見かけの速度勾配が小さくなる、すなわち粘度がみかけ上減少したように見える。一般に、界面での滑りは液体の粘度が高くかつ高せん断率の場合に起こりやすい。バルク状態でのZ03潤滑剤については、せん断流れにおいて固液界面での滑りが起こるとは考えにくい。本実験系のようにナノメートルオーダーの隙間に閉じこめられたためにZ03分子の運動性が抑制され、かつ $10^4 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ の高せん断率の場合には滑りが起こる可能性もあると推察される。

以上、本研究で行った実験結果と考察より、ナノ厚さ潤滑膜の粘弾性やそのせん断率依存性が、しゅう動隙間の狭小化による閉じ込め効果だけでなく、分子と基板との相互作用や固定分子の存在割合により決まる基板での分子の運動性に強く影響されることが明らかになった。また、流動分子による液架橋の形成も粘弾性に大きく寄与することを明らかにした。これらの結果は、従来SFAやFWMを用いた実験で行われてきたような、比較的大きなサイズの液滴をナノメートルオーダーの隙間に閉じ込めて行うしゅう動実験では得られなかった新しい知見である。これらの新たな知見をもとに考えた場合、コンタクト記録を実現する次世代のHDIの潤滑設計においては、ナノ厚さの液体潤滑膜により十分な潤滑機能を達成する

ためには以下の項目を検討すべきであると考えられる。

- (1) コンタクト記録においてスライダが微小隙間を維持して安定に走行するためには、液架橋の形成を抑制する必要がある。そのためには、磁気ディスク基板に対して吸着性が高く、かつ流動分子を少なくするためにボンド率の高い膜を用いることが望ましい。
- (2) 一方、ボンド率を高くすることは固定分子の増加を意味しており、これは潤滑膜の粘弾性としてより弾性的な性質を示すことになる。また、流動分子の減少により粘性的な性質が減少するために、ヘッドと固体基板が衝突した際のエネルギーを散逸させる機能や、接触しゅう動により破断した潤滑膜の修復作用は低下すると考えられる。
- (3) 磁気ディスク上におけるナノ厚さ潤滑膜がシアニング挙動を示したことは、HDIにおいても潤滑膜をしゅう動することによって磁気ヘッドにかかる摩擦抵抗が動的に変動する可能性があり、スライダの不安定な走行を引き起こす要因になる。シアニングの原因として、本実験結果においては固液界面における分子のすべりが考えられることから、基板の表面粗さや分子構造の最適化によりせん断率依存性を制御することができれば、ヘッドの安定走行を実現することができると考えられる。

以上、コンタクト記録におけるナノ厚さ液体潤滑膜を用いた潤滑設計においては、固定分子と流動分子の割合を最適に制御して潤滑膜の液体的な性質の減少を最低限に抑えつつ、同時に液架橋が形成されにくい条件を見出すこと、もしくは流動分子の状態においても液架橋を形成せず小さい浮上隙間を確保でき、同時に接触しゅう動時には液体的な応答を示す新規な潤滑剤の開発が必要であると考えられる。

本研究で確立した測定法により得られたナノ厚さ潤滑膜の粘弾性の測定結果は、今後も更なる記録密度の増加が期待される磁気ディスク装置の HDI 設計に対して有効な知見となる。さらに、将来的には、磁気ディスク装置以外のマイクロ・ナノマシンにおけるナノ厚さ潤滑膜を利用した潤滑設計に大きな指針を与えうるものと考えられる。

## 参考文献

- (1) J. F. Gantz, D. Reinsel, C. Chute, W. Schlichting, J. McArthur, S. Minton, I. Xhheneti, A. Toncheva and A. Manfrediz, The Expanding Digital Universe, *An IDC White Paper*, (2007), pp. 1-20.
- (2) 岡村博司, ハード・ディスク装置の構造と応用, *CQ 出版社*, (2002).
- (3) D. A. Thompson and J. S. Best, The future of magnetic data storage technology, *IBM Journal of Research Development*, 44-3, (2000), pp. 311-322.
- (4) S. Iwasaki, Perpendicular magnetic recording, *IEEE Transactions on Magnetics*, 16, (1980), pp. 71-76.
- (5) 金子峻, Zip の挑戦, *オーム社雑誌局*, (1999).
- (6) Andreas Moser, Kentaro Takano, David T. Margulies, Manfred Albrecht, Yoshiaki Sonobe, Yoshihiro Ikeda, Shouheng Sun, and Eric E. Fullerton, Magnetic recording: advancing into the future, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 35 (2002), pp. R157-R167.
- (7) B. Hayes, Terabyte territory, *American Scientist*, 90, (2002), pp. 212-216.
- (8) 三矢保永, 磁気ディスクの五十年と今後の展望, *日本機械学会 IIP2007 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集*, 東京, 7-7 (2007), pp. 214-215.
- (9) 三矢保永, ヘッドディスクインターフェースのパラダイムシフト, *トライボロジスト*, 43-5 (1998), pp. 357-362.
- (10) 日本機械学会編, 機械工学 100 年の歩み (情報・知能・精密機器: その展開と今後の課題), *日本機械学会*, (1997).
- (11) 多川則男, 情報機器とトライボロジー, *精密工学会誌*, 67-12 (2001), pp. 1928-1932.
- (12) Frank E. Talke, On tribological problems in magnetic disk recording technology, *Wear*, 190, (1995), pp. 232-238.

- (13) C. M. Mate, Q. Dai, R. N. Payne, B. E. Knigge, and P. Baumgart, Will the numbers add up for sub-7-nm magnetic spacings? Future metrology issues for disk drive lubricants, overcoats, and topographies, *IEEE Transactions on Magnetics*, 41-2, (2005), pp. 626-631.
- (14) E. E. Klaus, and B. Bhushan, Lubricants in Magnetic Media: A Review, *Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Systems*, STLE SP-19, 2, (1985), pp. 7-15.
- (15) T. Kato, M. Kawaguchi, S. Mayeed, J. Choi, Friction and durability characteristics of ultrathin perfluoropolyether lubricant film composed of bonded and mobile molecular layers on diamond-like carbon surfaces, *Wear*, 207, (2004), pp. 909-915.
- (16) Z. Zhao, E. R. Karazic, Q. Zhao, M. J. Emvree, P. H. Trinh, and T. Lam, Lubricant bonding, chemical structure, and additive effects on tribological performances at head-disk interfaces, *Microsystem Technologies*, 2009-1-2, (2002), pp. 48-54.
- (17) H. Tani, and H. Matsumoto, Spreading mechanism of PFPE lubricant on the magnetic disks, *Journal of Tribology*, 123, (2001), pp. 533-540.
- (18) 加藤孝久, ナノ潤滑膜の異方性と課題, *トライボロジスト*, Jun-49, (2004), pp. 453-459.
- (19) A. Anders, W. Fong, A.V. Kulkarni, F.W. Ryan, and C.S. Bhatia, Ultra thin diamond-like carbon films deposited by filtered carbon vacuum arcs, *IEEE Transactions on Plasma Science*, 5-29, (2001), pp. 768-775.
- (20) C.Y. Chan, K.H. Lai, M.K. Fung, W.K. Wong, I. Bello, R.F. Huang, C.S. Lee, S.T. Lee, and S.P. Wong, Deposition and properties of tetrahedral amorphous carbon films prepared on magnetic hard disks, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surface, and Films*, 4-19, (2001), pp. 1606-1610.
- (21) 福澤健二, 伊藤伸太郎, 鈴木健太, 河合祐介, 張賀東, 三矢保永, 単分子 PFPE 潤滑膜の分子形態と流動過程, *日本機械学会論文集C編*, 71-711, (2005), pp. 3254-3261.
- (22) K. Fukuzawa, S. Itoh, K. Suzuki, Y. Kawai, H. Zhang, and Yasunaga Mitsuya, Conformation and Motion of Monolayer Lubricant Molecule on Magnetic Disks, *IEEE Transactions on Magnetics*, 41-10, (2005), pp. 3034-3036.

- (23) K. Fukuzawa, S. Itoh, K. Suzuki, Y. Kawai, H. Zhang, and Y. Mitsuya, Diffusive motion of molecules in submonolayer liquid films on a solid surface, *Physical Review E*, 72, (2005), pp. 061602-1—061602-7.
- (24) 白松利也, 栗田昌幸, 三宅晃司, 大木聡, 田中秀明, 三枝 省三, マイクロ熱アクチュエータによる浮上量調整スライダを搭載した磁気ディスク装置の開発, *日本機械学会論文集 C 編*, 72-718, (2006), pp. 1936-1942.
- (25) 栗田昌幸, 白松利也, 三宅晃司, 加藤篤, 曾我政彦, 田中秀明, 三枝 省三, マイクロ熱アクチュエータを搭載した浮上量調整スライダの開発, *日本機械学会論文集 C 編*, 72-713, (2006), pp. 267-273.
- (26) A. Anders, W. Fong, A.V. Kulkarni, F.W. Ryan, and C.S. Bhatia, Ultra thin diamond-like carbon films deposited by filtered carbon vacuum arcs, *IEEE Transactions on Plasma Science*, 5-29, (2001), pp. 768-775.
- (27) C.Y. Chan, K.H. Lai, M.K. Fung, W.K. Wong, I. Bello, R.F. Huang, C.S. Lee, S.T. Lee, and S.P. Wong, Deposition and properties of tetrahedral amorphous carbon films prepared on magnetic hard disks, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surface, and Films*, 4-19, (2001), pp. 1606-1610.
- (28) Tagawa, N., Mori, A., and Senoue, K., Effect of Molecularly Thin Liquid Lubricant Films on Slider Hysteresis Behavior in Hard Disk Drives, *ASME Journal of Tribology*, 129, (2007), pp. 579–585.
- (29) Demczyk, B., Liu, J., Chen, C. Y., and Zhang, S., Lubrication Effects on Head-Disk Spacing Loss, *Tribology International*, 38, (2005), 562-565.
- (30) 福澤健二, 伊藤伸太郎, 鈴木健太, 河合祐介, 張賀東, 三矢保永, 単分子 PFPE 潤滑膜の分子形態と流動過程, *日本機械学会論文集 C 編*, 71-711, (2005), pp. 3254-3261.
- (31) S. Granick, and H. W. Hu, Nanorheology of confined polymer melts. 1. Linear shear response at strongly absorbing surfaces, *Langmuir*, 10, (1994), pp. 3857-3866.
- (32) H. W. Hu, S. Granick, and K. S. Schweizer, Static and dynamical structure of confined

- polymer films, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 172-174, (1994), pp. 721-728.
- (33) 村上謙吉, レオロジー基礎論, 産業図書, (1991).
- (34) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Opposing effects of confinement and confinement-induced shear-thinning on viscoelastic properties of liquid lubricant in nanometer-scale gaps, *Tribology International*, (in press).
- (35) G. Binning, and C. F. Quate, Atomic force microscope, *Physical Review Letters*, 56-9, (1986), 930-933.
- (36) J. N. Israelachvili, and S. J. Kott, Liquid structuring at solid interfaces as probed by direct force measurements: The transition from simple to complex liquids and polymer fluids, *Journal of Chemical Physics*, 88-11, (1988), pp. 7162-7166.
- (37) J. N. Israelachvili, and S. J. Kott, Shear properties and structure of simple liquids in molecularly thin films: The transition from bulk (continuum) to molecular behavior with decreasing film thickness, *Journal of Colloid and Interface Science*, 129-2, (1989), pp. 461-467.
- (38) M. L. Gee, P. M. McGuiggan, J. N. Israelachvili, and A. M. Homola, Liquid to solidlike transitions of molecularly thin films under shear, *Journal of Chemical Physics*, Mar-93, (1990), pp. 1895-1906.
- (39) G. Luengo, F. J. Schmitt, R. Hill, and J. N. Israelachvili, Thin Film Rheology and Tribology of Confined Polymer Melts: Contrasts with Bulk Properties, *Macromolecules*, 30, (1997), pp. 2482-2494.
- (40) S. Granick, Motions and Relaxations of Confined Liquids, *Science*, 253, (1991), pp. 1374-1379.
- (41) C. D. Dushkin, and K. Kurihara, Nanotribology of thin liquid-crystal films studied by the shear force resonance method, *Colloids and Surfaces A*, 129-130, (1997), pp. 131-139.
- (42) M. Ruths, and S. Granick, Tribology of Confined Fomblin-Z Perfluoropolyalkyl Ethers: Role of Chain-End Chemical Functionality, *Journal of Physical Chemistry B*, 103, (1999),

- (43) M. Ruths, and S. Granick, Tribology of confined fomblin-Z perfluoropolyalkylethers: molecular weight dependence and comparison between unfunctionalized and telechelic chains, *Tribology Letters*, 7, (1999), pp. 161-172.
- (44) J. N. Israelachvili, Thin film studies using multi-beam interferometry, *Journal of Colloid and Interface Science*, 44-2, (1973), pp. 259-272.
- (45) J. V. Alsten, and S. Granick, Molecular tribometry of ultrathin liquid films, *Physical Review Letters*, 61-22, (1988), pp. 2570-2573.
- (46) J. V. Alsten, and S. Granick, Shear rheology in a confined geometry: polysiloxane melts, *Macromolecules*, 23, (1990), pp. 4856-4862.
- (47) G. Binning, and C. F. Quate, Atomic force microscope, *Physical Review Letters*, 56-9, (1986), pp. 930-933.
- (48) H. Liu, and B. Bhushan, Nanotribological characterization of molecularly thick lubricant films for applications to MEMS/NEMS by AFM, *Ultramicroscopy*, 97, (2003), pp. 321-340.
- (49) B. Bhushan, and C. Dandavate, Thin-film friction and adhesion studies using atomic force microscopy, *Journal of applied physics*, 87-3, (2000), pp. 1201-1210.
- (50) S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmire, and J. Gurley, An atomic-resolution atomic force microscope implemented using an optical lever, *Journal of Applied Physics*, 65-1, (1989), pp. 164-167.
- (51) D. Y. C. Chan, and R. G. Horn, The drainage of thin liquid films between solid surfaces, *Journal of Chemical Physics*, 83-10, (1985), pp. 5311-5324.
- (52) L. Xu, D. F. Ogletree, M. Salmeron, H. Tang, X. Ma, and J. Gui, Thickness and drainage of perfluoropolyethers under compression, *Journal of Chemical Physics*, 114-23, (2001), pp. 10504-10509.



- (53) Janshoff, A., Neitzert, M., Oberdörfer, Y. and Fuchs, H., Force spectroscopy of molecular systems - single molecule spectroscopy of polymers and biomolecules, *Angewandte Chemie International Edition*, 39, (2000), pp. 3212–3237.
- (54) U. Jonsson and B. Bhushan, Measurement of rheological properties of ultrathin lubricant films at very high shear rates and near-ambient pressure, *J. Appl. Phys.*, 78, 5, (1995), pp. 3107-3114.
- (55) Hahm D C and Bhushan B, High shear rate viscosity measurements of perfluoropolyether lubricants for magnetic thin-film rigid disks, *J. Appl. Phys.* 81 (1997), pp. 5384-86
- (56) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto, H. Zhang and Y. Mitsuya, Fiber wobbling method for dynamic viscoelastic measurement of liquid lubricant confined in molecularly narrow gaps, *Tribology Letters*, 30, (2008), pp. 177-89
- (57) 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 三矢保永, ファイバーウォブリング法によるナノ閉じ込めされた分子潤滑膜の粘弾性の測定, 日本機械学会論文集 (C 編), 70, 691, (2004), pp. 841-848.
- (58) S. Itoh, K. Fukuzawa, K. Takahashi, T. Ando, H. Zhang and Y. Mitsuya, Optimization of Dynamic Shear Force Measurement for Fiber Wobbling Method, *Microsystem Technologies*, 11, 8-10, (2005), pp. 894-900.
- (59) S. Itoh, K. Fukuzawa, T. Ando, H. Zhang and Y. Mitsuya, Viscosity Increase due to Confinement of Mobile Molecules of Perfluoropolyethers Measured by Fiber Wobbling Method, *IEEE Transactions on Magnetics*, 41, 10, (2005), pp 3046-3048.
- (60) 伊藤伸太郎, 福澤健二, 浜本祐也, 張賀東, ナノ閉じ込めされた液体潤滑剤の粘弾性の周波数依存性, 日本機械学会論文集 C 編, 74, 740, (2008), pp. 961-969
- (61) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Temperature Dependence of the Viscoelastic Properties of a Confined Liquid Polymer Measured by Using an Oscillating Optical Fiber Probe, *Japanese Journal of Applied Physics*, 49, (2010), pp. 08LB13-1-08LB13-5.
- (62) S. Itoh, K. Imai, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Displacement measurement

- for high speed tribological measurement using oscillating optical fiber probe, *Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing*, 4, 1, (2010), pp. 2-14.
- (63) K. Fukuzawa, S. Itoh and Y. Mitsuya, Fiber Wobbling Shear Force Measurement for Nanotribology of Confined Lubricant Molecules, *IEEE Transactions on Magnetics*, 39, 5, (2003), pp. 2453-2455.
- (64) A. Yariv, 光エレクトロニクス基礎, 丸善, (1988).
- (65) A. Cameron, The principles of lubrication, *Longmans*, (1966).
- (66) 吉識雅夫, 金沢武, 材料力学明解, 養賢堂, (1959).
- (67) G. Luengo, L. Smoliar, K. Grannen, B. Marchon, M. S. Jhon, and C. L. Bauer, Thin Film Rheology and Tribology of Confined Polymer Melts: Contrasts with Bulk Properties, *Macromolecules*, 30, (1997), pp. 2482-2494.
- (68) 清水信行, Mathematicaによる振動解析, 共立出版株式会社, (1997).
- (69) J. F. Greenwood, J. H. Tripp, The Elastic Contact of Rough Spheres. *ASME J. of Appl. Mech.*, 34, (1967), pp. 153-159.
- (70) C. M. Mate, Tribology on the small scale, *Oxford University Press*, (2008).
- (71) H. Czichos, Tribology, *Elsevier*, (1978).
- (72) J. Choi, M. Kawaguchi, and T. Kato, The surface coverage effect on the frictional properties of patterned PFPE nanlubricant films in HDI, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 39, 5, (2003), pp. 2492-2494.
- (73) 松下裕秀, 高分子化学α, 丸善株式会社, (2000).
- (74) X. Ma, Spreading of Perfluoropolyalkylether Films on Amorphous Carbon Surfaces, Ph. D. Thesis, *Carnegie Mellon University*, (1998).
- (75) K. Fukuzawa, S. Itoh, K. Suzuki, Y. Kawai, H. Zhang, and Y. Mitsuya, Conformation

- and motion of monolayer lubricant molecule on magnetic disks, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 41, 10, (2005), pp. 3034-3036.
- (76) S. Morita, H. Kokumai, F. Saeki, H. Matsuoka, S. Fukui, Measurement of surface forces by AFM (Theoretical analysis by interface model and its experimental verification), *Proc. Conference on Information, Intelligence and Precision Equipment (IIP2008)*, Tokyo, 2008, pp. 139-144.
- (77) Ma, X., J. Gui, L. Smoliar, K. Grannen, B. Marchon, M. S. Jhon, and C. L. Bauer, Spreading of perfluoropolyalkylether films on amorphous carbon surfaces, *J. Chem. Phys.*, 110, 6, (1999), pp. 3129–3137.
- (78) G.W. Tyndall, and J. Castenada, Interfacial interactions of perfluoropolyether lubricants with magnetic recording media, *Tribology Letters*, 4, (1998), pp. 103-108.
- (79) H. Zhang, S. Komatsu, K. Fukuzawa, and S. Itoh, Molecular Dynamics Simulations of Adhesion Properties of Monolayer Liquid Lubricant Films, *Proc. of the 2009 JSME-IIP / ASME-ISPS Joint Conference on Micromechanics for Information and Precision Equipment (MIPE2009)*, Tsukuba, 2009, pp. 279-280.
- (80) N. Tagawa, M. Korenaga, A Mori, N. Kobayashi, and M. Ikegami, Effect of end groups on the spreading characteristics of molecularly thin liquid lubricant films in hard disk drives, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 43, 9, (2007), pp. 3705-3709.
- (81) S. Itoh, K. Takahashi, K Fukuzawa, H. Amakawa, and H. Zhang, Spreading properties of monolayer lubricant films: effect of bonded molecules, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 45, 11, (2009), pp. 5055-5060.
- (82) 関念昌也, 松岡広成, 福井茂重, 液体メニスカス架橋の破断による潤滑剤ピックアップ特性, *日本機械学会 IIP2007 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集*, 東京, 10-7 (2010), pp. 19-21.
- (83) S. Bair, Measurements of real non-Newtonian response for liquid lubricants under moderate pressures, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, 215, 3, (2001), pp. 223–33.

- (84) S. Bair, Measurements of real non-Newtonian response for liquid lubricants under moderate pressures, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, 216, 1, (2002), pp. 1-17.

# 謝辞

本論文は、名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻知能計測工学講座において、同マイクロ・ナノシステム工学専攻（機械理工学専攻併担）福澤健二教授の御指導のもとに行った研究をまとめたものです。研究全般において、終始懇切丁寧な御指導と御鞭撻を賜りました福澤健二教授に深甚なる感謝の意を表します。また、明解な御指導と御鞭撻を賜りました伊藤伸太郎講師に慎んで感謝の意を表します。特に伊藤伸太郎先生には、私が現在の研究室に在籍して以来、長期にわたり非常に有益な助言を数多くいただきました。本研究がこのように学位論文としてまとめられたのは伊藤先生のお力添えがあってこそのものであります。また、研究者として、そして人生の先輩として研究面以外においても様々な面で御厚意を賜り、おかげで博士課程前期課程・後期課程と続いた長い大学院生活を非常に有意義かつ楽しいものとすることができました。ここに深甚なる謝意を表させていただきます。

本論文をまとめるにあたり、有益な御教示、御検討を賜りました名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻 石田幸男教授、名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻 梅原徳次教授、名古屋工業大学大学院工学研究科産業戦略工学専攻 中村隆教授に深謝の意を表します。

研究室配属当初から、本研究における有益な討論、様々な御助言を賜りました名古屋大学大学院情報科学研究科複雑系科学専攻 張賀東准教授に心より感謝いたします。

名古屋大学大学院情報科学研究科複雑系科学専攻 大岡昌博教授、愛知江南短期大学現代キャリアアコース 大島康司助教授には普段より有益な御指導、御配慮を賜りましたことを心より感謝いたします。

本研究を実施するにあたり、マイクロ・ナノシステム工学専攻マイクロ・ナノ計測工学グループ、機械理工学専攻電子機械工学分野知能計測グループの諸氏、および情報科学研究科複雑系科学複雑系計算論講座の諸氏には、実験や大学での生活に関して様々な助力を頂きました。ここに心より感

謝申し上げます。特に、学部4年生より同研究室で長期間にわたり苦楽をともにした雨川洋章君には、日頃より研究だけでなく研究以外の日々の細かい出来事に関する相談相手になって頂きました。特にドイツ・スイス・デンマーク・ポーランドと、異国の地で数週間にわたって雨川君と過ごした辛くも楽しかった海外研修体験は一生の思い出として残ると思います。

また、日頃からその暖かい声援により私の研究生生活を精神的な面で支えてくれました阿澄佳奈さんには心よりの感謝を表させて頂くと同時に、僭越ながら今後のより一層のご活躍を祈願させていただきます。

そして、最後になりましたが、私が18歳の頃より名古屋大学に入学して以来、9年間という長期にわたって常日頃より私の生活を遠くから影ながらに支え続けてくれた、父・光生、母・佳江に心より感謝申し上げます。

# 発表論文目録

## 本論文に関係のある論文提出者の発表論文

### 学術雑誌論文

- (1) 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 光ファイバークローブを用いたナノ厚さの液体潤滑薄膜の動的粘弾性計測, 日本機械学会論文集(C編), Vol. 76, No. 767, pp. 1716-1727, (2010).
- (2) Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa and H. Zhang, Viscoelastic properties of monolayer lubricant films during touch-down and take-off behavior measured by fiber wobbling method, Tribology online(in press).
- (3) Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa and H. Zhang, Shear thinning behavior of monolayer liquid lubricant films measured by fiber wobbling method, Journal of Physics: Conference Series, vol. 258, 012010, pp. 1-10, (2010).

### 国際学会発表

- (1) Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa and H. Zhang, Nanorheological Measurement of Monolayer Lubricant Films Using an Oscillating Optical Fiber Probe, Proceedings of the ASME/STLE International Joint Tribology Conference, (2008), (CD-ROM).
- (2) Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa and H. Zhang, Dynamic Rheological Properties of Molecularly Thin Lubricant Film Measured by Fiber Wobbling Method, Proceedings of World Tribology Congress 2009 (WTC2009), p.799, (2009).
- (3) Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa and H. Zhang, Shear thinning behavior of monolayer liquid lubricant films measured by fiber wobbling method, International Conference on Science of Friction, p.36, (2010).

### 国内学会発表

- (1) 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 光ファイバークローブを用いた単分子潤滑膜のナノレオロジー計測, 日本機械学会 2008 年度年次大会講演論文集, Vol.5, pp.293-294, (2008).

- (2) 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 光ファイバークローブを用いた液体単分子膜の粘弾性測定 (精度 0.1nm オーダでのしゅう動すき間の制御), トライボロジー会議予稿集名古屋 2008-9, pp. 411-412, (2008).
- (3) 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, ファイバークローブ法における高精度な隙間制御のための超高感度固体接触検出法, 日本機械学会東海支部 第 59 期総会・講演会講演前刷集, pp.333-334, (2010).
- (4) 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 単分子液体潤滑膜のタッチダウン・テイクオフ過程における粘弾性計測, IIP2010 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集, pp.34-36, (2010).

## 本論文に直接関係のない論文提出者の発表論文

### 学術雑誌論文

- (1) 伊藤伸太郎, 福澤健二, 浜本祐也, 張賀東, ナノ閉じ込めされた液体潤滑剤の粘弾性の周波数依存性, 日本機械学会論文集(C編), Vol. 74, No. 740, pp. 209-217, (2008).
- (2) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Fiber wobbling method for dynamic viscoelastic measurement of liquid lubricant confined in molecularly narrow gaps, Tribology Letters, Vol. 30, pp. 177-189, (2008).
- (3) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Displacement measurement for high speed tribological measurement using oscillating optical fiber probe, Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing, Vol. 4, No. 1, pp. 2-14, (2010).
- (4) S. Itoh, K. Imai, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Temperature Dependence of the Viscoelastic Properties of a Confined Liquid Polymer Measured by Using an Oscillating Optical Fiber Probe, Japanese Journal of Applied Physics, (in press).
- (5) S. Itoh, K. Imai, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Opposing effects of confinement and confinement-induced shear-thinning on viscoelastic properties of liquid lubricant in nanometer-scale gaps, Tribology International, (in press).

### 国際学会発表



- (1) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Temperature Dependence of Viscoelasticity of PFPE Lubricant Confined in Nanometer-sized Gaps, Proceedings of the ASME/STLE International Joint Tribology Conference, (2008), (CD-ROM).
- (2) K. Imai, S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, High-Speed Tribological Measurement by Using Oscillating Optical Fiber Probe, Proceedings of the 2009 JSME-IIP/ASME-ISPS Joint Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment, pp. 109-110, (2009).
- (3) S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto and H. Zhang, Shear-Thinning Behavior of Confined Lubricants Measured by Fiber Wobbling Method, Proceedings of World Tribology Congress 2009 (WTC2009), p.874, (2009).

### 国内学会発表

- (1) 伊藤伸太郎, 福澤健二, 浜本祐也, 張賀東, ナノメートルスケールの微小隙間に介在する液体高分子の動的粘弾性測定, 日本機械学会 2009 年度年次大会講演論文集, Vol.8, pp.167-168, (2009).