

研究課題別評価書

1. 研究課題名

先端的ナノライポロジー計測による情報記憶装置の革新

2. 氏名

福澤 健二

3. 研究のねらい

情報記憶装置の中核である磁気ディスク装置(ハードディスクドライブ)のヘッド・ディスク潤滑技術には、大きな技術的転換が求められている。次世代の装置においては、高記録密度化のために、ヘッド・ディスク間のすきまとして 10nm 以下が要求されており、これを実現するには、ヘッドを空気膜で浮上させていた従来の潤滑方式から、ディスク表面にヘッドを接触させながら走行する潤滑方式の確立が必須となる。しかし、すきま 1 nm オーダーのヘッド・ディスク間の潤滑現象を従来の計測法ではとらえることが困難で、次世代潤滑方式確立の大きな障害となっていた。耐久性の確保のために、ディスク表面には、厚さ 1nm オーダーの超薄膜状の液体潤滑膜(ナノ潤滑膜)が塗布されている。そのため、潤滑現象の計測には、ナノ潤滑膜の摺動時の力学応答計測が重要となる。そして、微小すきまの現象を対象とし、かつ、ナノ潤滑膜の発生する力も微弱であるため、高精度なすきま制御と高感度な力検出の両立が求められる。これを満たす計測法は従来なく、新規な計測法を確立することを試みた。

4. 研究成果

ナノ潤滑膜が発生する力としては、粘弾性力などの水平方向の力、摺動による動圧力などの鉛直方向の力が重要で、ナノすきまの潤滑現象を把握するには、これらの水平・鉛直方向の力を精密に定量化する必要がある。さらに、ナノ潤滑膜は、厚さが極めて薄いと言っても液体膜であるので分布が容易に変化し、それが力学応答に影響を与える可能性がある。そのため、液体膜の分布の把握も重要である。そこで、本研究においては、水平方向の力、鉛直方向の力、膜分布の観測のそれぞれの計測法を確立し、さらにそれらを統合し、同時計測することを試みた(図 1)。各計測法について得られた成果を下に述べる。

a. 水平力測定

先端を球状に加工した光ファイバをプローブとした新規な計測法を考案し、ナノ潤滑膜の粘弾性力計測を試みた。ディスクとプローブの間に潤滑膜を挟み、プローブを

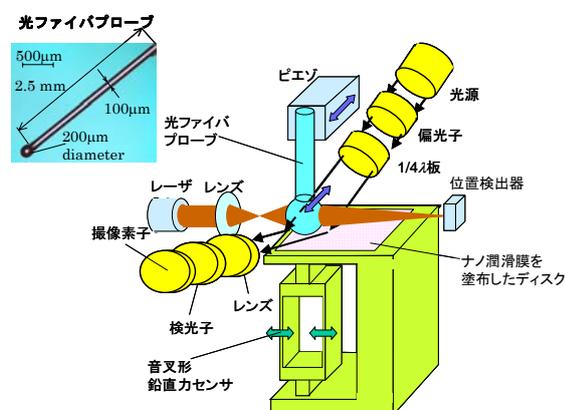


図 1. ナノ厚さ潤滑膜の力学特性計測法の概念図。

加振しディスクに対して平行に相対運動させる。その際の水平せん断力による振幅・位相変化から潤滑膜の粘弾性特性を得た。本プローブは、面内方向には柔で、かつ鉛直方向に剛であることを利用し、高感度な水平力測定と分解能 0.1nm オーダーの高精度なすきま制御の両立を可能とした。また、先端の微小ガラス球をマイクロレンズとして利用した新規なプローブ変位検出法を開発し、変位の最小検出限界 10 pm オーダー(力検出限界 0.01nN オーダー)

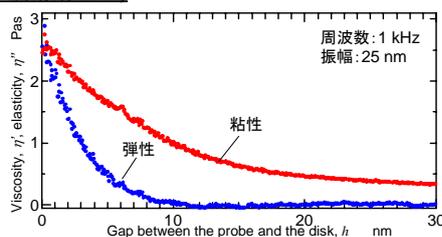
という超高感度検出を達成した。本法を用いて、商用の磁気ディスク装置に

用いられている無極性のフッ素系潤滑剤(perfluoropolyether)の微小すきまにおける粘弾性特性を測定した。図2に測定結果を示す。摺動すきまが数十 nm 以下になると粘性の増加が見られた。また、液体であるにも関わらず弾性の出現が見られ、ナノすきまに閉込められた潤滑膜はバルク状態とは異なった粘弾性特性を示すことを明らかにした。そして、上で用いた分子と主鎖の構造・長さは等しいが、分子末端の極性基(水酸基)の有無のみが異なる潤滑剤分子について測定し、極性の効果を調べた(図2)。極性分子は、末端基とディスク表面の相互作用が強く吸着層を形成しやすい。一方、無極性分子は、相互作用が弱いため吸着層を形成しにくい。図2の結果から、極性分子に対しては、摺動すきまが吸着層の厚さと同程度のオーダー(1nm のオーダー)になると、粘弾性の上昇が飽和する現象が見出されたのに対し、無極性分子については飽和が見られず、すきまに対して単調に粘性・弾性係数が減少した。以上のように、1nm オーダーのすきまにおいては、潤滑剤分子と固体基板表面との相互作用を反映した粘弾性特性を有することを見出した。

b. 鉛直力測定

鉛直力測定においても、高精度なすきま制御と高感度力検出の両立が必須である。一般に力検出で用いられている、センサ部の変形を利用した力測定を用いた場合、鉛直力による変形により、すきまが変動してしまう。高感度な力検出には、変形は大きいほど良くセンサ部には低い剛性が求められるが、すきま変動の抑制には高い剛性が求められる。このような要求を満たす力検出法は、従来なかった。そこで、双音叉型(double ended tuning fork: DETF)共振器を力センサとする新たな計測法を提案した。音叉の振動方向は測定すべき鉛直力に直交するように配置し、鉛直力は音叉に軸力として働き共振周波数を変化させる構造とした。鉛直方向の高い剛性によりすきま変動を抑制し、かつ共振を利用することにより高感度力検出を可能とした(図 1)。センサを試作し、測定時のすきま変動が 1nm 以下で、かつ最小検出限界 1 μ N オーダーの高感度鉛直力測定を実現した。さらに、開発した水平力測定法と統合し、水平力・鉛直力の同時測定に成功した。図 3には、無極性潤滑分子に対する水平力測定と同時測定した鉛直力の結果を示した。図に示した

無極性潤滑剤(Z03)



極性潤滑剤(Zdol4000)

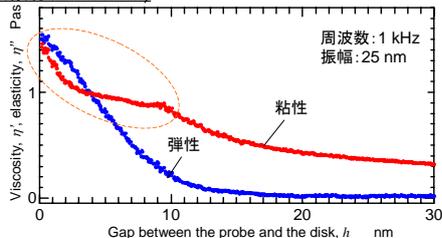


図 2. 開発した水平力測定法により得たナノ潤滑膜の粘弾性特性。分子末端の極性基の有無のみが異なる 2 種の潤滑分子を比較した結果。

測定例のように、ナノ潤滑膜の粘度の増加に対応した動圧力の増加の定量化に成功した。また、本測定において、十分広いすきまにおいては水平力測定はバルクとほぼ等しい粘度を示した。これから、鉛直力測定の水平力測定に対する影響は十分小さいと考えられる。そして、潤滑設計に広く用いられている連続体理論に基づいた潤滑方程式に、水平力測定で得た粘性係数を代入して得た鉛直力の値と測定結果は、おおむね一致した。この結果は、本測定で用いた無極性の潤滑分子については、1 nm オーダーのすきまにおいても連続体的取り扱いが可能であることを示している。これは、上

の「a.水平力測定」の項で述べたように、無極性分子は、基板表面との相互作用が小さく、吸着層が形成されにくいことと対応している。摺動すきまにおいて潤滑分子の発生する圧力が、鉛直荷重を支え機械要素間の接触を防ぐことが、流体(潤滑油など)を使ったすべての潤滑技術の基本原則となっている。そして、従来の潤滑理論においては、流体を連続体として取り扱い、摺動すきまを一定としたときに発生する圧力を求め、これから支えられる鉛直荷重を求める潤滑方程式が基本式となっている。分子の大きさと同程度のナノオーダーの摺動すきまにおいて、従来の潤滑理論の適用の可否を見極めるためには、高精度に摺動すきまを制御し、発生する圧力を定量化する必要がある。上の「a.水平力測定」の項で明らかにしたように、極性分子では、固体表面との相互作用の影響が強く、吸着層の形成などにより連続体理論の適用が困難になることが予想される。図3に示したように、本法により、高精度すきま制御下での水平および鉛直力の同時計測が可能となった。これにより、潤滑理論の微小すきまにおける適用限界を明らかにすることができる。これは、次世代磁気ディスク用の潤滑技術確立に有用な知見となる。

c. ナノ潤滑薄膜の分布観測

エリプソメトリー(偏光解析)に基づく光学的な方法により、ナノ潤滑膜の直接可視化法の確立を試みた。エリプソメトリーは、0.1nm オーダーの分解能を有する膜厚測定法として広く用いられている。しかし、従来のエリプソメトリーは、光スポットを試料に照射し、反射光の偏光解析を行う方法であった。そのため、膜の二次元分布を得るためには、光スポットを試料面上で走査する必要があり、動的観測は困難であった。

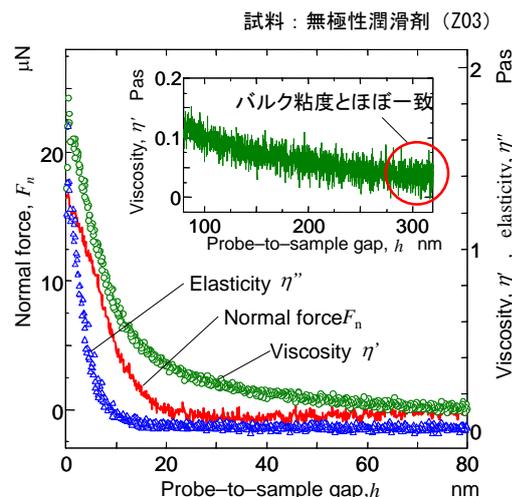


図3. 開発した測定法によるナノ潤滑膜の水平・鉛直力の同時測定結果。粘度増加に対応した鉛直力(摺動による動圧力)の増加を検出。

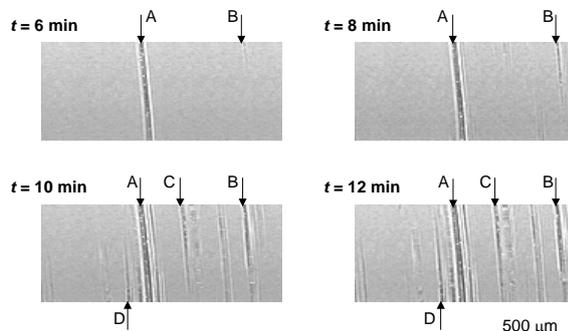


図4. 開発した膜分布観測法による厚さ 5.8 nm の潤滑膜の経時変化の直接可視化像。撥水現象による膜分布の変化の可視化に成功。

そこで、本研究では、光検出器として高感度撮像素子を用いることにより、膜厚分布を輝度分布に変換し、二次元的な膜分布を像として得ることとした(図 1)。光学系の工夫および画像処理により画像の SN 比を向上させ、膜厚分解能 0.1nm オーダーでの膜分布の直接可視化を達成した。潤滑剤分子間の相互作用が、潤滑剤分子・基板間との相互作用より大きい場合、潤滑剤分子は膜状に塗布されても、自発的に凝集する。これは、特に極性潤滑剤分子において発生しやすい。凝集した分子は、次世代磁気ディスクに必要な 10nm 以下のヘッド・ディスク間の摺動すきまの達成には大きな課題となり、その現象・特性の解明が強く求められている。図4には、厚さ 5.8 nm の極性潤滑剤の凝集現象を可視化した結果を示した。記録特性向上のため基板表面に設けられた凹凸構造(高さ 0.1nm オーダー)に比べ、膜厚は 1 桁程度大きいにも関わらず、表面凹凸構造に沿って凝集が起こることを見出した。また、原子間力顕微鏡観察により、極性潤滑剤分子の吸着層は表面凹凸構造に沿って局在することも明らかにしており、吸着層の分布を反映して凝集過程も進行することを示している。上の「a.水平力測定」、「b.鉛直力測定」で述べた粘弾性特性同様、ナノ潤滑剤膜においては、凝集現象においても吸着層の効果が重要であることを明らかにした。本観測法は、上で述べた水平・鉛直力同時測定系との統合も可能な構成であり(図 1)、摺動時の膜分布を観測し、水平・鉛直力測定とあわせて、多角的にナノ潤滑現象を定量化する手段として展開可能である。

5. 自己評価

本研究においては、ナノ潤滑剤膜の力学応答計測法の確立を目的として、水平方向の力、鉛直方向の力、膜分布の観測のそれぞれの計測法を確立し、さらにそれらを統合し、同時計測することを目標とした(図 1)。本計測には、高精度すきま制御と高感度力検出という従来の計測法にない条件が求められるので、水平力測定、鉛直力測定、膜分布観測のすべてに研究者の着想に基づく新規な方法の実現を試みた。本研究期間内に、それぞれの計測法について原理確認を終了し、要素技術としておおむね当初の目標どおりの性能を確立できた。さらに、水平力と鉛直力測定に関して、その同時計測に成功した。そして、それらを用いて、微小すきまの潤滑剤膜特有の粘弾性特性の定量化、潤滑方程式のナノすきまにおける適用限界の解明の可能性、ナノ厚さ潤滑剤膜の動的現象の可視化など、本計測法の有効性およびナノ潤滑剤膜の力学特性を明らかにすることができた。現段階では、膜観測と力計測の統合には至らなかったが、装置構成的には問題がなく、今後の研究の展開により実現可能であることを示した。以上のように、当初の目標をおおむね達成できたものと考えている。また、目標外の成果として、微小空間の水の粘弾性計測、ナノ摩擦特性計測用マイクロプローブの開発にも成功し、より多角的な視点からの研究を進めることができた。

6. 研究総括の見解

ハードディスクとヘッド間の厚さ 1nm オーダーの極薄潤滑剤膜の力学特性計測法の確立を狙うナノトライボロジーの計測技術の開発である。主たる成果として次の 3 点が上げられる。

①0.1nm のすきま制御と 0.01nN オーダーの水平力測定が可能なプローブを開発し、潤滑剤の無

極性と極性による粘弾性の違いの測定に成功し、数十 nm 以下のすきまで弾性が出現するなど新現象を発見した。1nm オーダーのすきまにおいては潤滑剤分子と固体表面との相互作用を反映した粘弾性特性があることを明らかにした。

②双音叉型共振器を利用して $1\mu\text{N}$ オーダーの鉛直力を測定する手法に成功し、さらに水平力測定法と統合し、水平力・鉛直力の同時測定に成功した。無極性潤滑剤では連続流体の取り扱いが可能なこと、極性分子では吸着層の形成によりその取り扱いが困難なことを証明した。

③ナノ潤滑膜の膜厚分布をエリプソメトリーにより二次元像として計測することに成功し、ナノ潤滑膜の吸着層が凝集現象に関係することなどを見出した。

上記の成果は、装置として統合が可能であり、摺動時の膜分布を観測し、水平・鉛直力測定とあわせて、多角的にナノ潤滑現象を定量化する手段として展開可能である。

研究成果は 18 篇の原著論文、2 件の学会招待講演にまとめられている。この研究成果に基づく特許 3 件を出願している。また平成 17 年度に「2004 年度日本機械会船井賞(業績賞)」、「2004 年度日本トライボロジー学会論文賞」、平成 18 年に「2005 年度日本機械学会賞(論文)」を受賞している。

ナノトライボロジー計測を実現できる新規計測技術の開発に成功しており、潤滑剤の動的膜分布など得られた知見は極めて多岐にわたる。微小空間における粘弾性測定はマイクロ化学チップ、生体内流動など分析化学、生命科学分野においても有用な知見を与えると思われる。現在は静的状態での測定であるが、実際のハードディスクのように高速で回転している表面での潤滑剤薄膜の粘弾性測定に発展することを期待したい。

7. 主な論文等

(A)さきがけの個人研究者が主導で得られた成果

(1)論文(原著論文)発表

論文(国際)

- ・ S. Itoh, K. Fukuzawa, T. Ando, H. Zhang, Y. Mitsuya, “Viscosity Increase due to Confinement of Mobile Molecules of Perfluoropolyethers Measured by Fiber Wobbling Method”, IEEE Transaction on Magnetics, Vol. 41, No. 10, pp. 3046 – 3048 (2005)
- ・ K. Fukuzawa, T. Deguchi, J. Kawamura, Y. Mitsuya, T. Muramatsu, H. Zhang, “Nanoscale patterning of thin liquid films on solid surfaces”, Applied Physics Letters, Vol. 87, pp.203108-1 – 203108-3 (2005)
- ・ K. Fukuzawa, T. Ando, M. Shibamoto, Y. Mitsuya, H. Zhang, “Monolithically fabricated double-ended tuning-fork-based force sensor”, Journal of Applied Physics, Vol. 99, No. 9, pp. 094901-1 – 094901-5 (2006)
- ・ K. Fukuzawa, S. Terada, M. Shikida, H. Amakawa, H. Zhang, Y. Mitsuya, “Dual-axis micro-mechanical probe for independent detection of lateral and vertical forces”, Applied Physics Letters, Vol. 89, 173120-1 – 3 (2006)
- ・ K. Fukuzawa, T. Shimuta, T. Yoshida, H. Zhang, Y. Mitsuya, “Direct Visualization of

Dewetting of Molecularly Thin Liquid Films on Solid Surfaces”、Langmuir, Vol. 22, No. 16, pp. 6951–6955 (2006)

(2)特許出願

発明者: 福澤健二、式田光宏、寺田論

発明の名称: 測定プローブ、試料表面測定装置、及び試料表面測定方法

出願人: 科学技術振興機構

出願日: 2006.02.14

出願番号: 特願 2006-037030

発明者: 福澤健二、式田光宏、寺田論

発明の名称: 測定プローブ、試料表面測定装置、および試料表面測定方法

出願人: 科学技術振興機構

出願日: 2007.02.14(未公開)

出願番号: PCT/JP2007/052626

発明者: 福澤健二、吉田智彦

発明の名称: 膜厚分布測定装置

出願人: 名古屋大学

出願日: 2008.2.13(未公開)

出願番号: 特願 2008-032333

(3)受賞

- ・平成 17 年 3 月 2004 年度日本機械学会船井賞(業績賞)
- ・平成 18 年 4 月 2005 年度日本機械学会賞(論文)

(4)学会発表

口頭発表(国際)

- ・ Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Kenta Suzuki, Yuseke Kawai, Hedong Zhang, and Yasunaga Mitsuya, “Conformation and Motion of Monolayer Lubricant Molecules on Magnetic Disks”、Digest of the International Magnetism Conference (IEEE INTERMAG 2005), HB-10, pp. 954, Nagoya (2005)、2005
- ・ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Takamasa Ando, Hedong Zhang, and Y. Mitsuya, “Viscosity Increase due to Confinement Of Mobile Molecules of Perfluoropolyethers Measured by Fiber Wobbling Method”、Digest of the International Magnetism Conference (IEEE INTERMAG 2005), HB-11, pp. 955, Nagoya (2005)、2005
- ・ K. Fukuzawa, T. Shimuta, T. Yoshida, H. Zhang, Y. Mitsuya, “Visualization Of Dewetting of

- Molecularly Thin Lubricant on Magnetic Disks by Ellipsometric Microscopy”、Digest of the International Magnetism Conference (IEEE INTERMAG 2006), p. 423, San Diego (2006)、2006
- ・ K. Fukuzawa, T. Shimuta, T. Yoshida, H. Zhang, and Y. Mitsuya, “Direct visualization of molecularly thin lubricant by ellipsometric microscope”、The 3rd International Conference on Tribology, Kanazawa, 2006
 - ・ K. Fukuzawa, T. Deguchi, T. Muramatsu, H. Zhang, Y. Mitsuya, “Nanofabrication of Solid Surface Using Probe Oxidation”、Extended Abstracts of the ASME-ISPS/ JSME-IIP Joint Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (MIPE 2006), Santa Clara, USA, S03_02 (2006)、2006

(5) 招待講演

招待講演(国内)

- ・ 福澤健二、“先端的ナノトライボロジー計測による情報記憶装置の革新”、日本学術振興会 ナノプローブテクノロジー第 167 委員会 第 38 回研究会「ナノプローブ関連先端計測」、2005
- ・ 福澤健二、“分子厚さ潤滑膜のナノトライボロジー計測”、(社)日本材料学会 分子動力学部門委員会、2005

(B) その他の主な成果

(1) 論文(原著論文)発表 なし

(2) 特許出願 なし

(3) 受賞

- ・ 平成17年5月 2004年度日本トライボロジー学会論文賞