

## 표면 분석을 이용한 컴퓨터 하드디스크용 윤활제의 특성 연구

조남철 · 남인탁

강원대학교 공과대학 신소재공학과  
강원도 춘천시 효자2동 192-1, 200-701

(1999년 6월 14일 받음, 1999년 9월 25일 최종수정본 받음)

컴퓨터 하드디스크용 윤활제인 PFPE중 Z-DOL과 AM2001을 이용하여 pulling-up speed와 윤활제의 농도를 변화시키면서 윤활제의 두께변화를 알아보았으며, 또한 열처리를 통해 overcoat층인 carbon과 윤활제의 결합특성을 알아보았다. Pulling-up speed가 빠를수록, 그리고 윤활제의 농도가 증가할수록 윤활제의 두께는 두껍게 coating되었음을 알 수 있었으며, 또한 XPS를 이용하여 분석해 본 결과, overcoat층인 carbon에 존재하는 표면 오염물은 C-OH, CO가 지배적이었고, 열처리를 함으로써 overcoat층인 carbon과 윤활제의 결합력이 증진됨을 알 수 있었다.

### I. 서 론

정보화 시대에 발맞추어 정보의 기록을 효율적으로 저장하기 위한 연구는 꾸준히 진행되고 있다. 특히 개인용 컴퓨터의 보급 확산과 컴퓨터의 성능 향상으로 인하여 자연히 컴퓨터 하드디스크의 저장용량의 증가는 필수적으로 요구되어 지고 있다. 최근 자기기록 매체에 경향을 보면 높은 자기기록 밀도, smooth disk를 사용한 빠른 data 전송속도, 빠른 spindle rotation 그리고 낮은 flying height를 이루려고 한다[1]. 특히 하드디스크와 헤드의 flying height 감소는 표면거칠기를 최소로 하여야만 이룰 수 있다. 그러나 표면거칠기의 감소는 friction 및 stiction 등과 같은 tribology 특성의 문제를 초래하게 된다[2-4]. 그러므로 최근에 와서는 carbon overcoat층의 개선 및 사용윤활제의 개선 등 디스크표면에 따른 tribology의 특성이 매우 중요하게 부각되고 있다.

특히 디스크와 헤드사이에 friction 및 wear특성을 좋게 하기 위하여 쓰이는 윤활제 중 PFPE(Perfluoropolyether)는 carbon과의 친화력이 우수하고, 좋은 점성, 낮은 휘발성, 적은 표면장력, 열에 대한 안정성 등을 지니고 있어 지금 현재 가장 많이 쓰이고 있다[1].

그러나 PFPE도 매체의 회전속도가 증가할수록, 그리고 헤드와 매체 사이의 간격이 감소할수록, spin-off나 sticking과 같은 문제가 나타나고 있다. 그러므로, 지금까지 하드디스크에 쓰이는 가장 적합한 윤활제는 아직까지 확정되지 않은 상태이며 현재 세계적으로 많은 연구가 진행되고 있다[5]. 또한 디스크의 회전속도가 증가하거나, 헤

드와 매체의 간격이 감소할수록 심한 마모로부터 overcoating된 carbon층을 보호하기 위하여 적당한 양의 윤활제를 적용하여야 한다. 그런데 만약 윤활제가 디스크 표면 위에 너무 두껍게 coating되면 stiction 등이 커지게 되며, 너무 얇게 coating되면 durability등의 문제가 나타나게 되므로, 적당한 두께로 윤활제를 적용하는 것도 중요하다고 할 수 있을 것이다[6]. 따라서 본 연구에서는 지금 현재 가장 많이 쓰이고 있는 윤활제의 한 종류인 PFPE 중 Z-DOL과 AM2001을 윤활제의 농도와 pulling-up speed를 변화시키면서, FT-IR을 이용하여 두께를 측정하였고, 또한 XPS를 통해 각 윤활제의 결합특성을 알아보았다.

### II. 실험 방법

본 연구에 쓰인 디스크는 보자력(coercivity)이 2300 Oe이며 보자력 각형비(coercivity squareness)가 0.84인 디스크(CoCrTa/Cr 박막매체)이다. 그리고 이 실험은 전형적인 lubrication 방법인 dipping method에 의해서 행해졌다. 용매로는 HFE(hydrofluoroether)안에 윤활제가 dilute solution으로 포함되어 있는 실험조 안에서 디스크를 수직으로 꺼내고 담는 것을 반복하면서 실험하였다. 이 실험에 쓰인 윤활제의 농도는 0.13 g/100 ml, 0.16 g/100 ml, 0.19 g/100 ml, 0.22 g/100 ml의 4종류였으며, 또한 pulling-up speed를 0.35, 0.86, 1.36, 1.9 mm/sec로 하여 윤활제의 두께를 변화시켰다. 이때 윤활제의 두께는 XPS로 보정한 FT-IR을 이용하여 구하였다. FT-IR를 이용하여 윤활제의 두께를 측정할 경우, 기기의 조건이 정해져 있다면 짧은

시간내의 많은 시료들의 두께를 알아볼 수 있지만 기기의 조건이 정해져 있지 않다면, XPS를 이용하여 윤활제의 두께를 구한 다음, 그 두께를 이용하여 FT-IR의 기기조건을 정하게 되므로 FT-IR은 XPS를 이용하여 기기를 보정하여 사용하였다. 또한 이 실험에 사용된 윤활제는 PFPE 중 Z-DOL, AM2001의 2종류였으며, 각 윤활제의 분자구조는 다음과 같다.

① Z-DOL의 분자구조 :  $\text{OH-CH}_2\text{-(CF}_2\text{O-(C}_2\text{F}_4\text{O})}_m\text{-(CF}_2\text{O})}_n\text{-CF}_2\text{)-CH}_2\text{-OH}$ ,

② AM2001의 분자구조 :  $\text{P-CH}_2\text{)-CH}_2\text{-CF}_2\text{-(C}_2\text{F}_4\text{O})}_m\text{-(CF}_2\text{O})}_n\text{-CF}_2\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{-P}$

(P : piperonyl end group, 각 lubricant의 분자량 : 약 2000~3000정도)

또한 윤활제층의 두께 차이 및 탄소층과 윤활제층 사이의 결합특성을 알아보기 위하여 Z-DOL 윤활제 중에서 윤활제의 두께가 16, 13, 12 Å인 디스크와 AM2001 디스크 중 14, 10, 9 Å인 디스크 6종류를 선별하여 XPS로 알아보았다. 탄소층과 윤활제층 사이의 결합특성을 알아보기 위한 실험으로는 solvent washing technique 실험을 행하였다. 이 solvent washing technique란 윤활제를 녹일 수 있는 용매 안에 디스크를 일정시간 넣었다가 빼내는 방법을 말한다. 그러므로 이 실험에서는 solvent washing technique 실험에 용매로 가장 많이 쓰이는 TF-fron를 사용하여 자유윤활제층과 흡착층의 두께를 알아보았다. 또한 각 디스크의 화학적 결합층인 흡착층의 두께를 증진시키기 위하여 각 디스크를 180 °C에서 3시간동안 열처리하였다. 열처리시 초기상승시간은 1분이었으며 열처리후 냉각시간은 20분이었다.

각 디스크의 표면 분석은 XPS를 이용 lubricant의 두께 및 탄소층과 윤활제층의 결합관계를 알아보았다. 이 실험에 쓰인 XPS는 V.G Microtech제품으로 MT500이다. X-ray source로는 Al K $\alpha$ (1486.6 eV)를 사용했으며, pass energy는 20 eV, power는 110 W(emission current : 11 mA, voltage : 10 kV), 진공도는  $3 \times 10^{-8}$  Torr이하에서 측정하였으며, 측정시간은 sample loading후 30분 이내에 측정하였다. 또한 측정 전의 표준 시편으로는 graphite(284.7 eV)를 사용하여 calibration한 후 각 실험을 행하였다.

### III. 실험결과 및 고찰

Figs. 1, 2에서는 FT-IR을 이용하여 구한 Z-DOL,

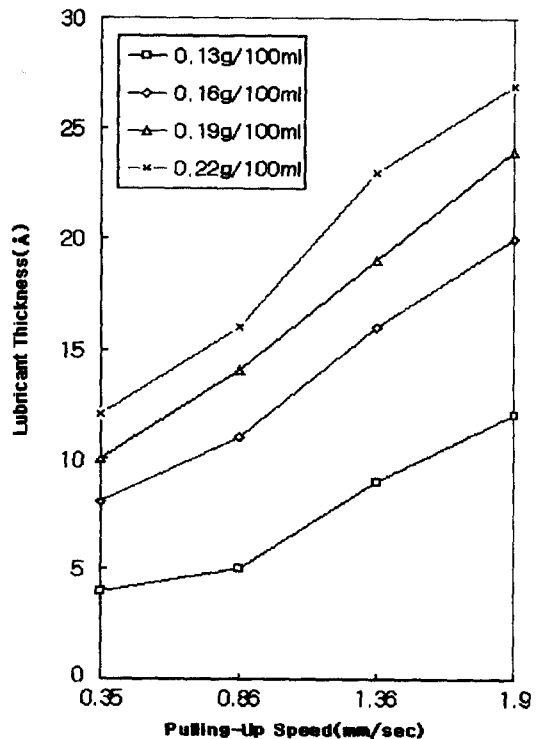


Fig. 1. Z-DOL lubricant thickness change as a function of pulling-up speed.

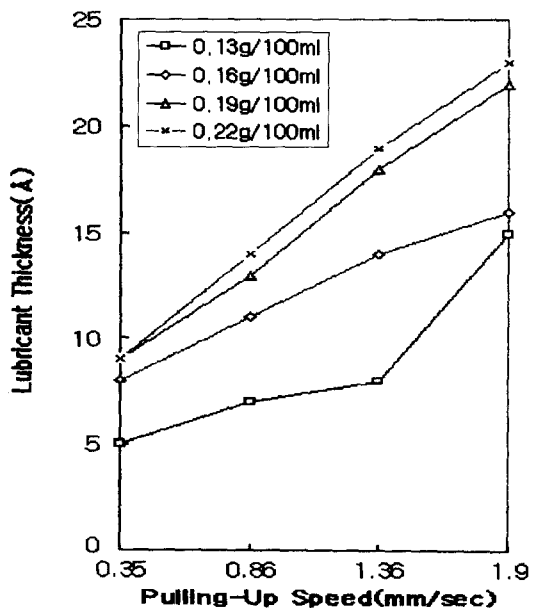


Fig. 2. AM2001 lubricant thickness change as a function of pulling-up speed.

AM2001 윤활제의 두께를 pulling-up speed의 변화와 윤활제 농도의 변화에 따라 나타내었다. Fig. 1 및 Fig. 2에서 볼 수 있는 바와 같이 Z-DOL, AM2001 두 종류 윤활제 모두 pulling-up speed가 빠를수록 그리고 윤활제의 농도가 증가할수록 윤활제의 두께는 두껍게 증착됨을 볼 수 있었다. 이렇게 pulling-up speed가 빠를수록 그리고 윤활제의 농도가 증가할수록 증착되는 윤활제의 양이 많아지는 이유로는 매우 낮은 끓는점을 갖는 solvent가 담긴 실험조에서 디스크를 꺼낼 때 solvent가 기화되기 전 디스크 표면 위에 윤활제가 증착되기 때문이며, 낮은 pulling-up speed에서는 이러한 solvent가 기화되면서 디스크에 증착되기 때문에 윤활제의 양은 적어지는 것으로 생각된다[7-8]. 또한 대체적으로 Z-DOL이 AM2001보다 동일한 조건에서 더 두껍게 증착됨을 볼 수 있었다. 이는 두 윤활제의 end group이 서로 다르기 때문에 증착되는 윤활제의 양이 틀린 것으로 생각된다. 즉, Z-DOL의 end group은 -OH이고, AM2001의 end group은 벤젠기가 포함된 piperonyl end group이지만 대부분 overcoat층인 carbon층에는 COH나 CO등과 같은 탄소산화물들이 대부분이므로 상대적으로 Z-DOL이 AM2001보다 carbon층과 더 쉽게 결합하게 되어 윤활제의 두께도 Z-DOL이 AM2001보다 두껍게 coating되는 것으로 생각된다.

또한 탄소층과 윤활제층 사이에 어떠한 결합관계를 이루고 있는지 알아보기 위하여 XPS분석을 행하였다. Fig. 3에서 보는 바와 같이, 디스크 전체를 scan한 것을 lubrication전·후로 하여 서로 비교해 본 결과 lubrication 전에는 시편 표면 위에 탄소, 산소 외에 다른 특별한 성분을 발견할 수 없었으나, lubrication후에는 불소 피크가 함께 존재함을 볼 수 있었다. 또한 Fig. 4에서는 lubrication 전과 후, C 1s spectrum을 나타내었다. Sputtered C 1s peak인 C-C는 284.5 eV에 위치해 있으며, lubrication전과 후 peak 위치에는 큰 변화가 없었다. 그러나 lubrication후 sputtered C 1s의 intensity는 감소함을 볼 수 있었다. 그리고 sputtered carbon peak에서는 높은 에너지 영역에서 shoulder가 보였다. Sputtered carbon에서 나타날 수 있는 표면오염물 세종류의 화학종을 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4에서 보는바와 같이 C 1s에서 나타날 수 있는 화합물로는 C-OH, CO, C=O등이 있다. 또한 main carbon peak 이외에 새로운 peak인 -C2F4O- peak는 293 eV에서 -CF2O- peak는 295 eV에서 나타남을 볼 수 있다. 또한 Fig. 5에서는 lubrication의 전과 후, O 1s spectrum을 나타내었다. lubrication전에는 표면 오염물인 C-OH, CO peak가 존재하고 있으나, lubrication후에는

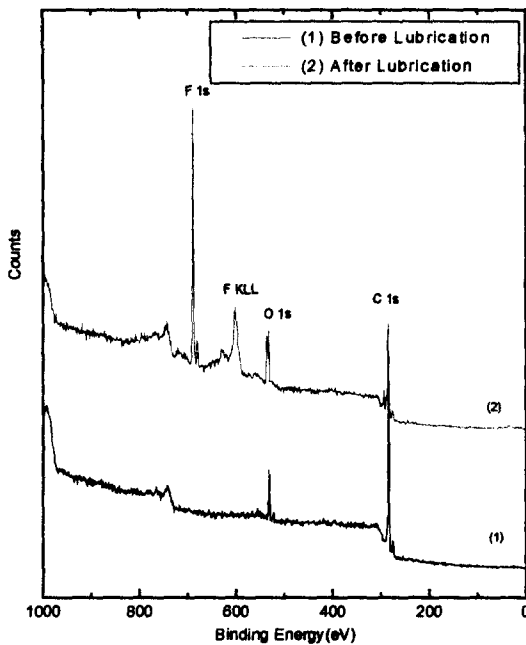


Fig. 3. Full scan spectrum of each disk before and after lubrication.

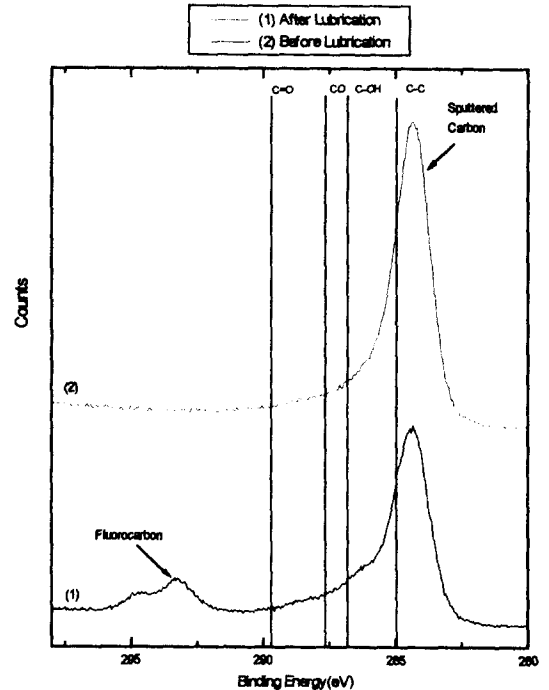


Fig. 4. C 1s Spectrum of each disk before and after lubrication.

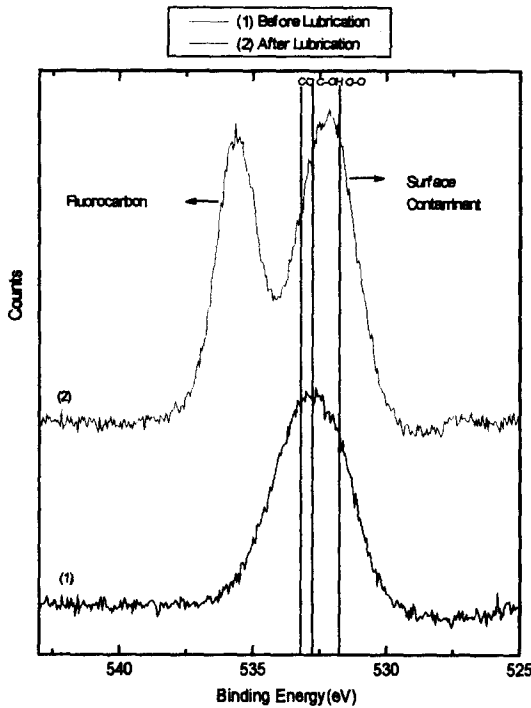


Fig. 5. O 1s Spectrum of each disk before and after lubrication.

536 eV 위치에 fluorocarbon peak가 존재함을 볼 수 있다. 이 O 1s peak에서 former peak인 fluorocarbon peak이 존재함은 표면 오염물층인 탄소산화물층이 탄소층과 윤활제층 중간에 존재함을 나타낸다[10].

또한, Fig. 4와 Fig. 5에서 볼 수 있는 바와 같이 sputtered carbon 표면 위에 존재하는 표면 오염물은 C-OH, CO가 지배적이며, 이러한 작용기는 윤활제와 탄소층과의 결합을 증진시키는 역할을 할 것이다.

또한, XPS를 이용하여 윤활제의 두께를 구할 경우 다음과 같이  $\tau$ -method를 이용하여 구하게 된다.

$$\tau = d \times \ln(aR+1)$$

여기서  $\tau$ 는 윤활제의 두께를 나타내고,  $d$ 는 effective electron escape depth를 나타내며,  $a$ 는 탄소의 원자밀도를 나타낸다.  $R$ 은 XPS를 이용하여 측정한 탄소 피크의 fluorocarbon/resin carbon signal의 비를 나타낸다. 여기서 상수  $d$ 는 40 Å,  $a$ 는 1.82를 대입하여 윤활제의 두께를 구하게 된다[11].

우선 Z-DOL 윤활제 중에서 윤활제의 두께가 16 Å인 디스크를 A라 하고, 13 Å인 디스크를 B, 12 Å인 디스

Table 1. Disk for experiment.

Disk	Thickness(Å)	Lubricant
Disk A	16	Z-Dol
Disk B	13	Z-Dol
Disk C	12	Z-Dol
Disk D	14	AM2001
Disk E	10	AM2001
Disk F	9	AM2001

크를 C라 정의하였으며, AM2001의 경우는 14 Å인 디스크를 D, 10 Å인 디스크를 E, 9 Å인 디스크를 F라 정의하여 carbon과 윤활제층의 결합특성을 solvent washing technique에 의해서 알아보았다. 각 디스크의 종류를 Table 1에 나타내었다.

먼저 각 디스크의 윤활제 두께가 차이가 나는 원인을 알아보기 위하여 각 디스크를 XPS로 분석하여 C 1s 및 O 1s spectrum을 서로 overlapping시켜 비교하여 보았다. 우선 Fig. 6은 Z-DOL 윤활제를 적용한 각 디스크의 C 1s spectrum을 서로 overlapping시켜본 결과이다. 그림에서 볼 수 있는 바와 같이, 윤활제의 두께가 두꺼워질수록 fluorocarbon peak intensity는 증가하는 반면, sputtered carbon peak intensity는 감소함을 볼 수 있었다. 또한 Fig. 7은 Z-DOL 윤활제를 적용한 각 디스크의 O 1s

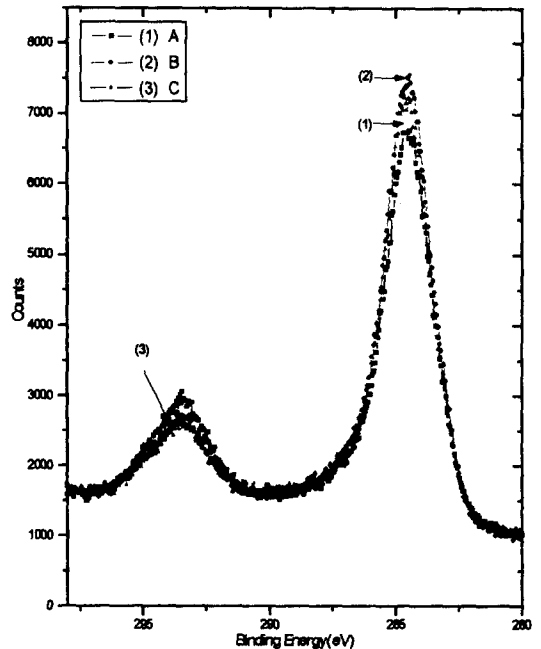


Fig. 6. C 1s spectrum (Z-DOL lubricant).

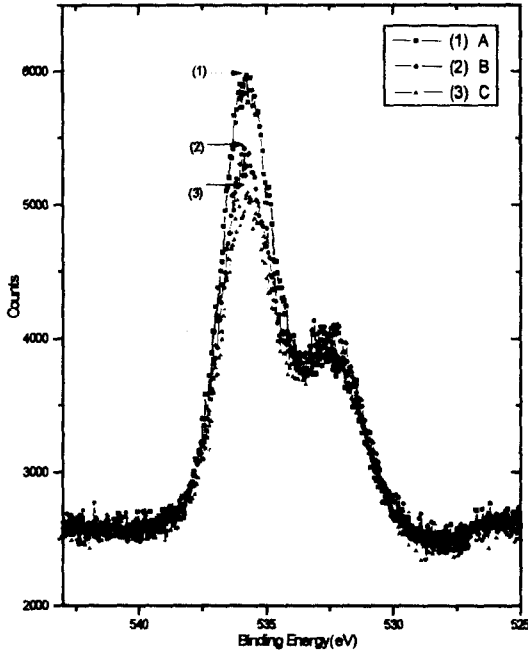


Fig. 7. O 1s spectrum (Z-DOL lubricant).

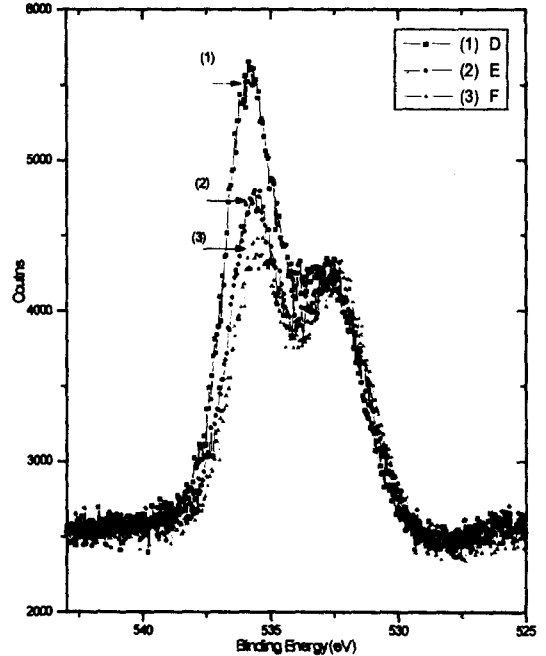


Fig. 9. O 1s spectrum (AM2001 lubricant).

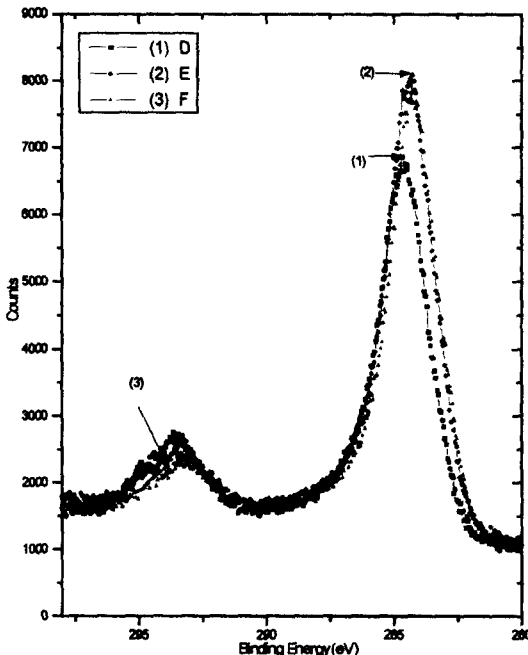


Fig. 8. C 1s spectrum (AM2001 lubricant).

spectrum을 서로 overlapping시켜본 결과이다. 이 그림에서도 윤활제의 두께가 증가할수록 fluorocarbon peak의 intensity가 증가함을 볼 수 있었다. 이러한 결과는 Fig. 8

과 9에서 볼 수 있는 바와 같이 AM2001을 적용한 디스크에서도 동일한 결과를 얻을 수 있었다. 그러므로 XPS를 이용하여 각 디스크의 윤활제의 두께의 차이를 알아본 결과, 윤활제의 두께가 두꺼울수록 fluorocarbon peak intensity는 증가하는 반면, 대체로 sputtered carbon peak intensity는 감소함을 볼 수 있었다.

또한, 탄소층과 윤활제층의 결합관계를 알아보기 위하여 Z-DOL 윤활제로 증착한 디스크 3장(A, B, C)과 AM2001 윤활제로 증착한 디스크를 각 3장(D, E, F)씩 골라 TF-freon에 rinse하기 전과 후, 그리고 열처리를 한 후 rinse하고 각 디스크들을 XPS로 분석하여 탄소층과 윤활제층 사이의 결합관계를 알아보았다.

우선 Fig. 10 및 Fig. 11에는 Z-DOL 윤활제로 증착한 A 디스크를 rinse하기 전과 후, 그리고 열처리 후 rinse하여 XPS로 분석한 C 1s, O 1s spectrum을 각각 나타내었다. Fig. 10에서 볼 수 있는 바와 같이 rinse하기 전에는 fluorocarbon 계열의 peak intensity가 크게 나오는 반면, 탄소 계열의 peak intensity는 작게 나옴을 볼 수 있었다. 그리고 rinse 후에는 rinse하기 전의 결과와 반대로 fluorocarbon 계열의 peak이 거의 나타나고 있지 않은 반면, 탄소 계열의 peak이 상당히 크게 나옴을 볼 수 있었다. 그러나 열처리 후에 rinse를 한 디스크는 열처리를 하지 않은 디스

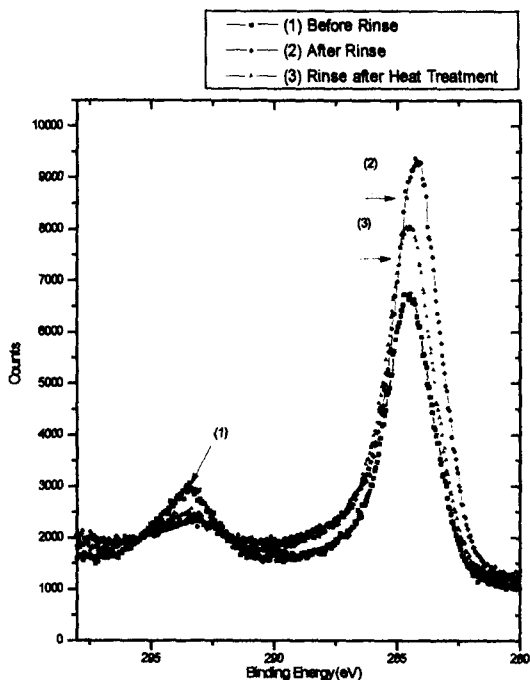


Fig. 10. C 1s spectrum (A-disk, Z-DOL lubricant). (1) before rinse (2) after rinse (3) rinse after heat treatment

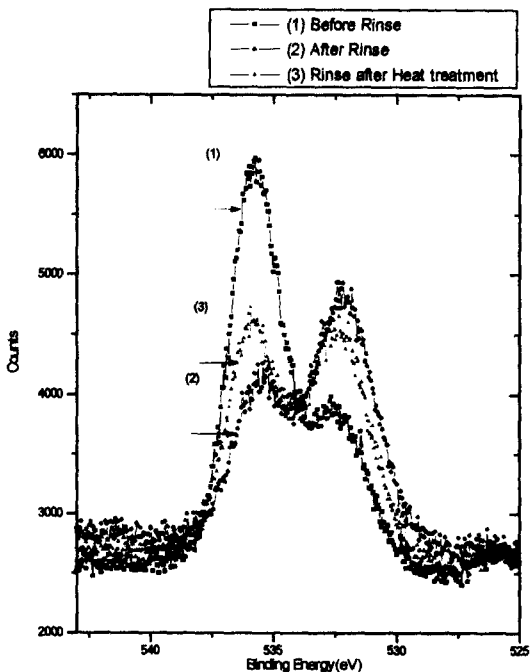


Fig. 11. O 1s spectrum (A-disk, Z-DOL lubricant). (1) before rinse (2) after rinse (3) rinse after heat treatment.

크를 rinse하기 전과 후에 나타나게 되는 peak intensity에 비하여 중간 정도의 peak intensity를 나타내고 있음을 볼 수 있었다. 또한 Fig. 11은 같은 디스크에 O 1s spectrum을 나타내고 있다. 이 그림에서 볼 수 있는 바와 같이 rinse하기 전과 후, 그리고 열처리 후 rinse한 디스크에 대하여 C 1s의 경우와 동일한 현상이 나타남을 볼 수 있었다. 즉, rinse하기 전에는 fluorocarbon 계열의 peak intensity는 크게 나오는 반면 탄소층에서 나타나게 되는 표면 오염물층의 peak intensity는 작게 나오고 있다. 또한 rinse후에는 이와 반대의 현상인 fluorocarbon의 peak intensity는 거의 나타나고 있지 않으나, 탄소층에서 나타나는 표면 오염물층의 peak intensity는 상당히 크게 나오고 있음을 볼 수 있었다. 또한 열처리 후 rinse한 디스크는 rinse전과 후에 나타나게 되는 peak intensity에 비하여 중간정도의 peak intensity를 나타내고 있음을 볼 수 있었다.

Fig. 12 및 Fig. 13에는 AM2001 윤활제로 증착한 D 디스크를 rinse하기 전과 후, 그리고 열처리 후 rinse한 D 디스크에 대하여 XPS분석한 C 1s, O 1s spectrum을 나타내고 있다. Fig. 12에는 Z-DOL의 경우와 유사하게도,

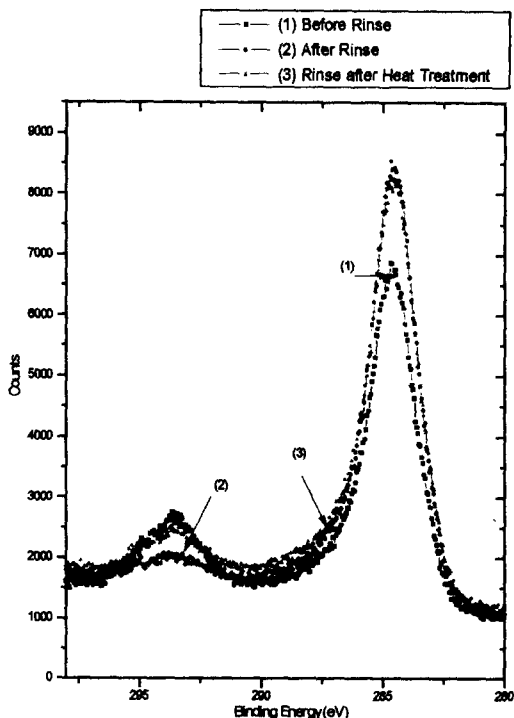


Fig. 12. C 1s spectrum (D-disk, AM2001 lubricant). (1) before rinse (2) after rinse (3) rinse after heat treatment.

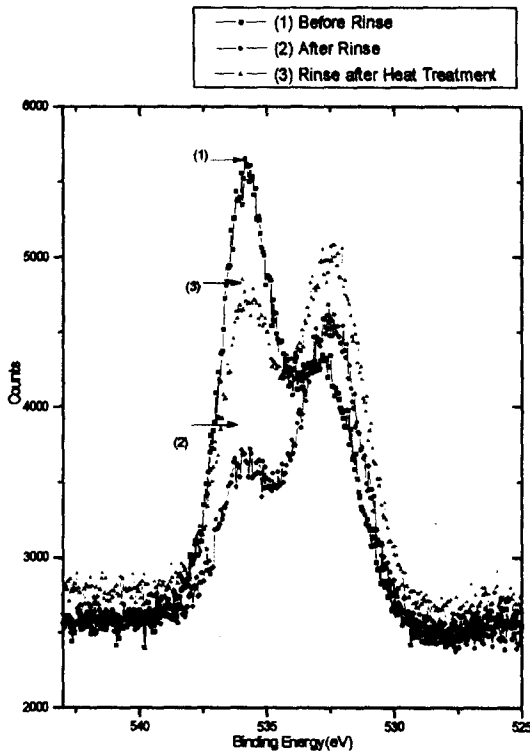


Fig. 13. O 1s spectrum (D-disk, AM2001 lubricant). (1) before rinse (2) after rinse (3) rinse after heat treatment.

rinse하기 전에는 fluorocarbon계열의 peak intensity가 크게 나오는 반면, 탄소 계열의 peak intensity는 작게 나옴을 볼 수 있었다. 반면 rinse 후에 디스크는 fluorocarbon 계열의 peak는 거의 나타나고 있지 않으나, 탄소 계열의 peak는 상당히 크게 나옴을 볼 수 있었고 열처리 후 rinse한 디스크의 경우는 거의 중간 정도 peak를 나타내고 있음을 볼 수 있었다. 또한 Fig. 13은 같은 디스크에 대한 O 1s spectrum을 나타내고 있다. 그림에서 볼 수 있는 바와 같이 C 1s의 경우와 유사한 경향이 나타나고 있음을 볼 수 있었다.

Fig. 14에는 Z-DOL, AM2001 각 디스크에 대하여 rinse하기 전과 후, 그리고 열처리 후 rinse한 디스크들에 대한 그림을 보여주고 있다. 두 윤활제 모두 동일한 경향성을 보여주고 있었다. 즉 rinse전 디스크의 윤활제 두께가 가장 두껍게 나오는 반면, rinse후에는 상당히 많은 윤활제의 양이 줄어들음을 볼 수 있었다. 또한 열처리한 디스크는 rinse하기 전과 후에 나타나는 윤활제의 두께에 비하여 중간정도의 윤활제 두께를 나타내고 있음을 볼 수 있었다. 그러므로 열처리하는 어느 정도 탄소층과 윤활제층 사

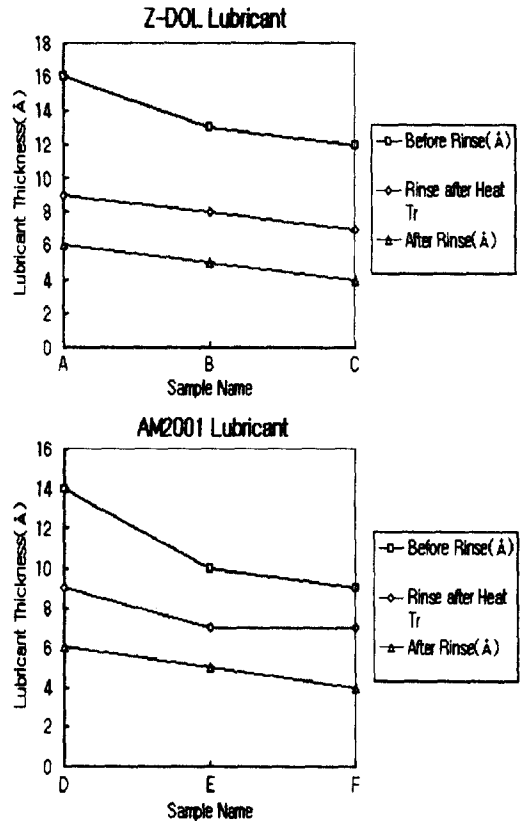


Fig. 14. Lubricant thickness of disks measured by XPS.

이의 결합을 증진시키는 역할을 하고 있음을 알 수 있었다[12-15].

#### IV. 결 론

위와 같은 실험결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다. 윤활제의 두께는 pulling-up speed가 빠를수록, 그리고 윤활제의 농도가 증가할수록, 두껍게 증착됨을 알 수 있었으며, XPS 분석 결과, 탄소층 표면 위에 존재하는 표면 오염물은 대체적으로 C-OH, CO가 지배적이고, 또한 각 디스크의 열처리는 탄소층과 윤활제층의 화학적 결합을 증진시킴을 알 수 있었다.

#### 감사의 글

본 연구는 한국과학기술연구원의 'G-7 위탁연구과제'에 의해 연구되었으며, 연구비지원에 감사드립니다.

### 참고문헌

- [1] A. M. Homola, IEEE Trans. Magn., **MAG-30**, 1812 (1996).
- [2] M. Sallen, J. K. Lee, A. Chao and J. Enguero, IEEE Trans. Magn., **MAG-30**, 4137(1994).
- [3] Jack Xuan, Ga-Lane Chen and James Chao, IEEE Trans., Magn. **MAG-29**, 3748(1993).
- [4] Y. Nishida, Y. Hisamichi and H. Kondo, IEEE Trans. Magn., **MAG-32**, 3738(1996).
- [5] K. Sano, H. Murayma and F. Yokoyama, IEEE Trans. Magn., **MAG-30**, 4140(1994).
- [6] C. Gao, Y. C. Lee, J. Chao and M. Russak, IEEE Trans. Magn., **MAG-32**, 3699(1996).
- [7] A. M. Scarati and G. Caporiccio, IEEE Trans. Magn., **MAG-23**, 106 (1987).
- [8] P. Li and L. M. Ng, Surface Science, **342**, 359(1995).
- [9] Shigeyuki Mori and Wilfredo Morales, J. Vac. Sci. Technol., A **8**(4), 3354(1990).
- [10] K. Nishimori, K. Tanaka and K. Sato, IEEE Trans. Magn., **MAG-26**, 2508(1990).
- [11] Robert E. Linder and Peter B. Mee, IEEE Trans. Magn., **MAG-18**, 1073(1982).
- [12] Ting-Ho Dan Lee, J., Vac. Sci. Technol., A **9**(3), 1287 (1991).
- [13] H. J. Lee, R. Zubeck, D. Hollars, J. K. Lee, A. Chao and M. Smallen, J. Vac. Sci. Technol., A **11**(3), 711(1993).
- [14] K. Merchant, P. Mee, M. Smallen and S. Smith, IEEE Trans. Magn., **MAG-26**, 2688(1990).
- [15] T. Tada and T. Kato, IEEE Trans. Magn., **MAG-27**, 5172 (1991).

## Investigation of the Characteristics of Lubricant in Computer Hard Disk by Using Surface Analysis Technique

Nam-Chol Cho and In-Tak Nam

*Department of Advanced Material Science and Engineering, Kangwon National University, Chunchon, 200-701, Korea*

(Received 14 June 1999, in final form 25 September, 1999)

The characteristics of lubricant for computer hard disk was investigated by surface analysis technique. The bonding state between carbon and lubricant is analysed to identify the origin of adhesion. It is found that the thickness of lubricant is increased as pulling-up speed becomes faster and lubricant concentration is increased. The dominant surface contaminants on carbon overcoat are identified with C-OH and CO. The bond strength between carbon and lubricant is enhanced with heat treatment.