

첨단 컴퓨터 하드디스크 윤활제로 사용되는 Perfluoropolyethers/Phosphazene Mixtures의 분해 특성

박성하 · 천상욱 · D. J. Perettie* · F. E. Talke** · 강호중[†]

기능성 고분자 신소재 연구센터, 단국대학교 고분자공학과, *미국 다우 케미칼, **캘리포니아 주립대학, 샌디에고
(1998년 9월 7일 접수)

Degradation of Perfluoropolyethers/Phosphazene Mixtures as Advanced Lubricants for Computer Hard Disk

Sungha Park, Sangwook Chun, D. J. Perettie*, F. E. Talke**, and Ho-Jong Kang[†]

Center for Advanced Functional Polymers

Department of Polymer Sci. & Eng., Dankook University, Seoul 140-714, Korea

**Dow Chemical Company, Midland, MI 48674*

***Center for Magnetic Recording Research, University of California, San Diego, La Jolla, CA92093*

[†]e-mail: hjkang@ns.dankook.ac.kr

(Received September 7, 1998)

요약: 컴퓨터하드디스크 윤활제로 사용되고 있는 perfluoropolyethers (PFPE)의 분해특성 및 윤활 첨가제로 사용된 포스파젠 화합물의 첨가에 따른 PFPE의 분해특성 변화에 대하여 살펴보았다. 촉매로 사용된 알루미늄 옥사이드의 존재 하에서 PFPE의 분해는 열분해 및 알루미늄 옥사이드와 PFPE의 반응에 의하여 발현된 알루미늄 프로라이드가 루이스 산으로 작용하여 진행되는 루이스 산 분해가 동시에 일어남을 확인하였다. PFPE의 분자량 증가는 열분해에 따른 분해를 감소시켜 PFPE 열 안정성을 증가시키나 루이스 산에 의한 분해에는 전혀 영향을 미치지 않음을 알 수 있었다. 윤활 첨가제로 사용된 포스파젠 화합물은 루이스 산에 의한 분해를 억제하여 결과적으로 PFPE의 내열 특성이 증가됨을 확인하였다.

ABSTRACT: The degradation characteristics of perfluoropolyethers (PFPE) currently being used as computer hard disk lubricant have been investigated. The effects of molecular weight of PFPE and phosphazene additive on the degradation of PFPE were studied. It was found that the degradation of PFPE in the presence of Al_2O_3 involves two degradation mechanisms such as thermal degradation and Lewis acid disproportionation by AlF_3 which was formed by oxide-to-halide reaction between Al_2O_3 and the degraded PFPE. The thermal degradation of PFPE was reduced by increasing the molecular weight of PFPE, while it did not cause any influence on the Lewis acid degradation of PFPE. Adding phosphazene as an additive of PFPE resulted in the enhancement of thermal properties of PFPE because it prohibited the Lewis acid disproportionation of PFPE.

Keywords: perfluoropolyethers, phosphazene, thermal degradation, Al_2O_3 , Lewis acid disproportionation.

서 론

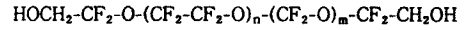
최근 멀티미디어 산업의 발달에 따라 컴퓨터 하드 디스크의 용량의 증가가 지속적으로 이루어지고 있다. 한정된 크기의 자기기록 매체에 저장 밀도를 최대화하기 위해서는 데이터를 저장하는 하드디스크와 저장된 데이터를 읽는 슬라이더의 간격이 최소화되어야 한다. 이를 위하여 self acting air bearing 및 pressurized air bearing 개념을 이용한 in-contact start-stop technology라고 불리는 Winchester technology와¹ 같은 첨단 슬라이더의 개발이 진행되어져 왔다. 이러한 기계적인 메카니즘에 의한 접근 방법은 기록매체와 슬라이더 사이의 공간을 최소화함과 동시에 이들 계면사이에서 발현하는 마찰 및 마모 현상을 최소화하는 방안이다. 하지만 지속적인 기술 발달에 의하여 이들 계면이 60 nm이하로 감소함에 따라 슬라이더의 개발과 같은 기계적인 조절만으로 마찰과 마모 현상을 조절하기에는 그 한계가 있다.

이의 해결 방안으로서 하드디스크와 슬라이더 사이에 고분자 윤활제를 도입하고 있으며 현재 가장 많이 사용되고 있는 윤활제로는 perfluoropolyethers (PFPE)를 들 수 있다. PFPE는 증기압이 낮고, 온도에 의한 점도의 의존성이 낮으며, 내열성이 강하고, 낮은 반응성을 갖고 있어 일반적으로 컴퓨터 하드디스크의 윤활제로 널리 사용되어져 왔다.²⁻⁵ PFPE는 하드디스크 표면에 2 nm 정도로 코팅되어 사용되고 있으며 따라서 새로 개발된 근접된 슬라이더의 기계적인 움직임에 의한 분해를 피할 수 없다.⁶⁻⁸ 최근 들어 PFPE의 내열특성을 증가시키기 위하여 윤활 첨가제로서 포스파젠 화합물이 도입되고 있으며 그 결과 내열특성의 증가와 아울러 윤활제의 가장 중요한 특성 중에 하나인 tribological performance가 우수해짐이 확인되고 있다.⁹⁻¹³

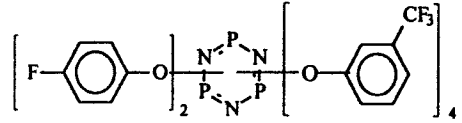
본 연구에서는 이들 PFPE 윤활제의 분해특성을 살펴보고 PFPE 윤활제의 분자량이 분해특성에 미치는 영향과 윤활 첨가제로서 포스파젠 첨가시 이에 따른 분해특성의 변화에 대하여 살펴보았다.

실 험

재 료. 본 연구에서 사용한 하드디스크 윤활제는



(a)



(b)

Figure 1. Chemical structure of (a) Z-DOL and (b) X-1P.

Fomblin Z-Derivatives 윤활제 중 Z-DOL로 불리는 분자량 2000, 2500, 3000, 4000인 perfluoropolyethers를 미국 Ausimont사로부터 공급받아 사용하였으며 첨가제로 사용된 포스파젠 화합물은 구형의 모양을 갖고 있으며 분자량이 849인 Dow Chemical의 cyclotriphosphazene인 X-1P를 사용하였다. 이들의 화학적 구조는 Fig. 1에 나타내었다. 분해 촉매로는 슬라이더의 재질인 Al₂O₃TiC와 유사한 분말형의 Al₂O₃를 Fisher Scientific으로부터 구입하여 사용하였다. 윤활제에 Al₂O₃ 및 X-1P를 각각 5 wt% 첨가하기 위하여 Freon 용매 상에서 이를 정량적으로 혼합한 후 Freon을 제거하여 이를 열분석 및 NMR 분석 재료로 사용하였다.

열분석 실험. 순수 PFPE 윤활제와 Al₂O₃ 및 X-1P가 첨가된 윤활제의 열분석 실험은 Mettler사 TGA-50 thermal gravity analyzer (TGA)를 이용하여 질소환경과 공기환경에서 20 °C의 승온속도로 30 °C에서 700 °C로 가열하면서 분해에 따른 무게의 변화를 측정하여 각 변화된 무게 비에서의 분해온도를 확인하였다. 이때 시료의 무게는 15 mg 이내로 하였다.

NMR을 이용한 분해 메카니즘 확인. 분해정도가 다른 윤활제를 얻기 위하여 윤활제 150 mg을 NMR 튜브에 담고 이를 상대적으로 분해속도가 빠른 Z-DOL에 Al₂O₃ 만 첨가된 경우 5분-20분, 순수 Z-DOL과 X-1P가 함유된 Z-DOL 경우 4-12시간동안 300 °C에서 각각 열처리하여 NMR용 시료를 제조하였다. 분해된 PFPE의 분해 메카니즘을 확인하기 위하여 Varian사 Zemin 300 ¹⁹F NMR분광기를 사용하였다. 화학적 이동 (chemical shift)의 변화는 중수소화 클로로포름을 기준으로 측정하였으며 이때 각

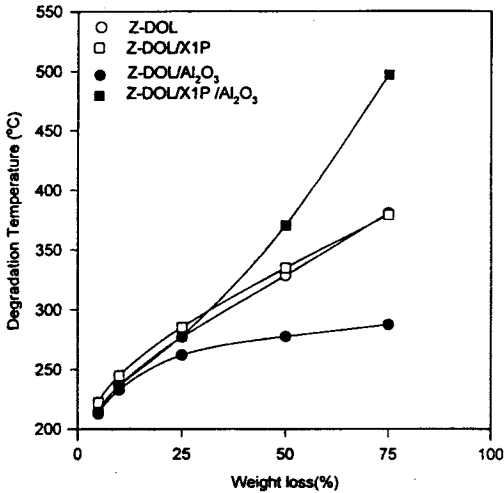


Figure 2. Degradation characteristics of Z-DOL, Z-DOL/X-1P, Z-DOL/Al₂O₃, and Z-DOL/Al₂O₃/X-1P in nitrogen environment. Molecular weight of Z-DOL is 2000 and the content of Al₂O₃ and X-1P are 5 wt%, respectively.

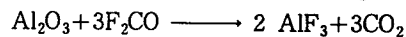
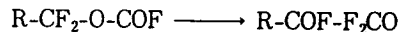
파이프의 특성대는 Ciampelli 등의¹⁴ 연구결과를 이용하였다. PFPE가 중수소화 클로로포름에 용해되지 않음에 따라 이중 NMR 튜브를 제작하여 내측 튜브에 분해된 윤활제를 넣고 밀봉하여 외측 튜브에 삽입한 후 중수소화 클로로포름을 외측 튜브에 충전시켜 시료로 사용하였다.

결과 및 고찰

Perfluoropolyethers 윤활제의 분해 특성. Fig. 2에 질소기류 하에서의 TGA 실험에 의한 순수 Z-DOL, X-1P가 5 wt% 첨가된 Z-DOL, Al₂O₃가 5 wt% 첨가된 Z-DOL 및 X-1P와 Al₂O₃가 각각 5 wt%씩 첨가된 Z-DOL의 분해특성을 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 순수 Z-DOL의 경우 열처리 온도의 증가에 따라 PFPE의 무게가 감소함을 알 수 있으며 포스파젠 화합물인 X-1P를 첨가하여도 각 무게감소 비에 있어서의 분해온도에는 변화가 없음을 알 수 있었다. 이와는 달리 Al₂O₃를 Z-DOL에 첨가하였을 경우 분해온도가 급격히 저하되며 이러한 현상은 분해의 마지막과정 즉 50% 이상의 무게의 감소에서 현저히 나타남을 알 수 있었다. Al₂O₃가 첨

가된 Z-DOL에 5 wt%의 X-1P를 첨가하였을 경우 순수 Z-DOL에 X-1P를 첨가하였을 경우와는 달리 분해온도가 증가하며 특히 50% 이상의 무게 감소에 있어서는 Al₂O₃가 첨가되지 않은 순수 Z-DOL 보다도 높은 내열 특성을 갖는 것으로 확인되었다.

일반적으로 Fig. 1(a)와 같은 구조를 갖는 고분자의 경우, 주쇄에 unzipping이 일어나 상대적으로 결합 에너지가 약한 C-O 결합이 끊어져 분자량이 감소되는 열분해가 발생된다. 이에 비해 Fig. 1(b)의 구조를 갖는 내열성이 우수한 포스파젠 화합물을 첨가한 경우 내열성이 증가할 것으로 예측하였으나, 5 wt% 정도의 포스파젠 화합물 첨가에는 크게 영향을 받지 않는 것으로 확인되었다. 포스파젠 화합물의 함량은 5 wt% 이내로 사용하는 것은 이들 윤활 첨가제를 많이 사용하는 경우 PFPE와의 상분리 현상이 일어나 tribological performance의 저하와 같은 컴퓨터 하드디스크 윤활제로서의 문제점이 발생되기 때문이다.¹⁵ Al₂O₃ 첨가시 분해온도의 급격한 저하는 Kasai 등이⁷ 언급한 바와 같은 Lewis acid disproportionation에 의한 결과이다. Kasai 등의 NMR과 GC Mass 실험을 통한 연구결과에 의하면 Z 윤활제 [CF₃-(CF₂-CF₂-O)_m-(CF₂-O)_n-CF₃]에 포함되어 있는 methylene oxide (CF₂O)가 unzipping에 의하여 아래와 같은 반응 경로를 거쳐, oxide-to-halide 변환에 의하여 알루미늄 옥사이드를 알루미늄 플ورا이드 (AlF₃)로 변환시키게 된다.



변환된 AlF₃에 존재하는 acidic aluminum과 acetal unit의 두 개의 산소사이의 bidentate linkage에 의하여 PFPE의 분해가 시작된다. 그리고 acetal carbon (-O-CF₂-O-)에 발현된 양전하에 의하여 이들에 붙어 있는 CF₂의 fluorine 원자가 acetal carbon으로 전이되어 chain scission이 발생된다. 그 결과 methoxy 말단기 (-O-CF₂-O-CF₃)가 옆에 붙어 있는 unit가 methylene oxide (-CF₂-O-) 혹은 ethylene oxide (-CF₂-CF₂-O-)인가에 따라서 fluoroformate 말단기 (F-CO-O-CF₂-) 및 acylfluoride 말단기 (F-CO-CF₂-CF₂-)를 형성하면서 분해가 전개되며

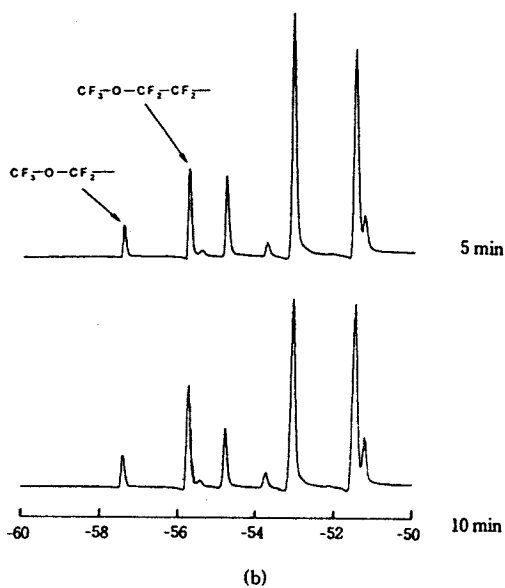
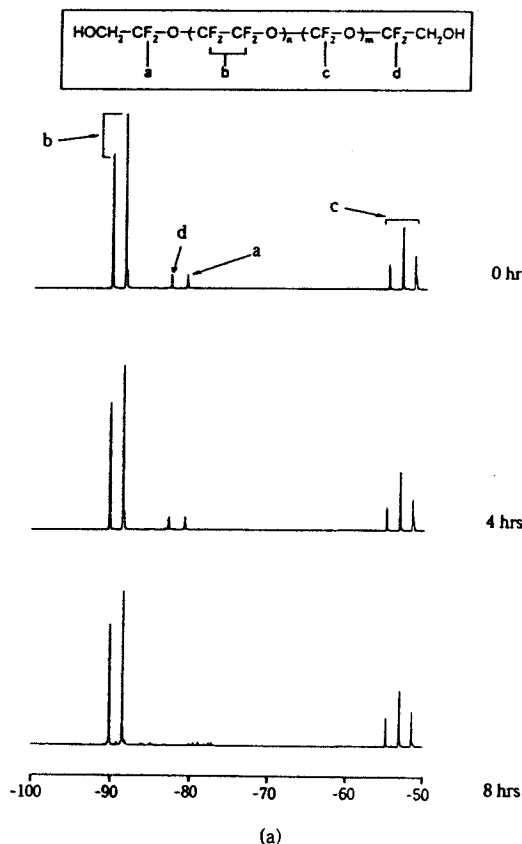


Figure 3. ^{19}F NMR spectra of (a) Z-DOL without presence of Al_2O_3 (5 wt%) and (b) Z-DOL with presence of Al_2O_3 (5 wt%). Molecular weight of Z-DOL is 2000.

이러한 분해를 AlF_3 가 Lewis acid site로 작용하여 발현된 Lewis acid disproportionation이라 정의하였다.

Fig. 3(b)에 나타난 ^{19}F NMR spectra에서 보는 바와 같이 본 실험에서 사용한 Z-DOL 운할제는 Kasai 등이 사용한 Z 운할제와 마찬가지로 Al_2O_3 존재 하에 이러한 Lewis acid disproportionation이 발현되는 것을 알 수 있다. Fig. 3(a)에서 보는 바와 같이 분해되기 전 Z-DOL의 ^{19}F NMR spectra에 가장 대표적인 F 피이크로서 -51.5, -53.5, -54.8 ppm에 methylene oxide unit에 기인하는 삼중선을 찾아 볼 수 있으며 이와 함께 -88.5와 -90.1 ppm에서 ethylene oxide unit에 기인하는 이중선 피이크를 확인할 수 있다. 이와 같은 여러 개의 피이크는 이들 unit 주위에 붙은 ethylene 혹은 methylene unit의 배치에 기인한다. 이와 함께 -83.0, -85.0 ppm에는 주쇄말단의 $\text{HOCH}_2\text{-CF}_2\text{-}$ 에 기인된 F_2 피이크가 발현됨을 확인할 수 있다. 300 $^\circ\text{C}$ 에서 5분, 10분동안

분해가 일어난 경우 Fig. 3(b)에서 알 수 있듯이 이들 methylene oxid와 ethylene oxide 피이크의 감소와 아울러 Lewis acid disproportionation에 의하여 발현된 -55.9와 -57.5 ppm근방에서의 methoxy 말단기가 발현됨을 알 수 있다. 이러한 methoxy 말단기는 분해시간이 증가될수록 즉, 분해가 많이 진행될수록 더 증가함을 알 수 있다. Kasai 등의 연구 결과와는 달리 -77.0과 -78.6 ppm의 fluoroformate 말단기 ($\text{F-CO-O-CF}_2\text{-}$) 및 -90.5와 -93.5 ppm의 acylfluoride 말단기 ($\text{F-CO-CF}_2\text{-CF}_2\text{-}$)는 발현되지 않았으며 이는 이들 말단기가 발현된 후 바로 수분과의 접촉에 의한 수화 및 열분해에 의한 결과로 유추된다.

Al_2O_3 존재 하에 Z-DOL의 분해와는 달리 Fig. 3(a)에서 보는 바와 같이 Al_2O_3 가 존재하지 않을 경우에는 위에서 언급된 Lewis acid disproportionation에 기인된 methoxy 말단기가 전혀 발현되고 있지 않음을 알 수 있다. 또한 분해율도 Al_2O_3 존재 하에서 300 $^\circ\text{C}$ 에서 10분 이내에 55.7% 이상 분해되는 것과는 달리 8시간이 지나야 55.9%정도 분해가 일어남을 알 수 있다. 이러한 결과로 보아 Al_2O_3 가

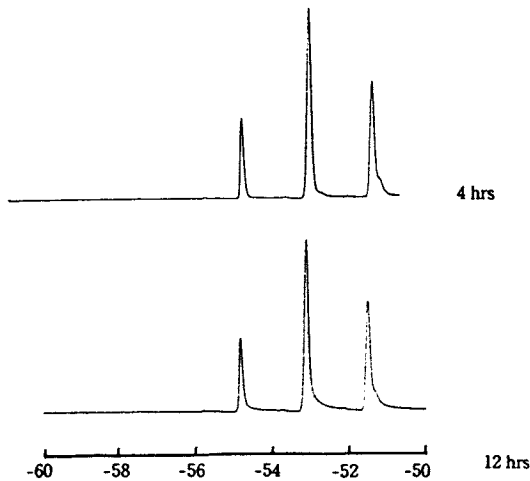


Figure 4. ^{19}F NMR spectra of Z-DOL/ X-1P(5 wt%) with presence of Al_2O_3 (5 wt%). Molecular weight of Z-DOL is 2000.

존재하지 않은 상태에서의 분해는 순수 열분해에 기인되는 것을 알 수 있으며, 분해속도 역시 Lewis acid disproportionation에 비하여 현저히 느림을 알 수 있다.

포스파젠 화합물이 Perfluoropolyethers 윤활제 분해특성에 미치는 영향. Fig. 4는 Al_2O_3 존재 하의 Z-DOL 분해시 포스파젠 화합물인 X-1P를 5 wt% 첨가한 경우의 ^{19}F NMR spectra이다. 보는 바와 같이 300 °C에서 12시간동안 분해시켜도 methoxy 말단에 기인하는 피크가 전혀 발현되고 있지 않음을 알 수 있다. 이러한 결과는 Fig. 2에서 언급된 바와 같이 X-1P의 첨가에 의하여 Al_2O_3 존재 하의 Z-DOL의 분해온도가 증가되는 결과와 잘 일치한다. 즉, Al_2O_3 존재 하의 Z-DOL 분해시 발현되는 Lewis acid disproportionation에 의한 분해가 억제되고 있음 반증하여 주고 있다. 분해시간에 따른 분해율 역시 12시간 분해시 20.5% 정도로 이로 보아 Lewis acid disproportionation에 의한 분해가 일어나지 않고 열분해만의 분해가 진행되며, 열분해 또한 X-1P의 첨가에 따라 감소됨을 알 수 있다. 하지만 Al_2O_3 가 존재하지 않는 경우에 있어서, X-1P가 Z-DOL의 분해과정에 전혀 영향을 미치지 않음을 알 수 있으며 이러한 결과 역시 Fig. 2에서 보여준 Z-DOL/ X-1P의 분해특성과 잘 일치함을 알 수 있었다.

포스파젠 화합물이 Al_2O_3 존재 하의 Z-DOL 분해에만 영향을 주는 이유는 아직 그 원인이 실험적으로 확실히 밝혀지지는 않았지만 Mathew 등의¹³ 연구에 따르면 35 dynes/cm의 표면장력을 갖는 X-1P가 26 dynes/cm의 표면장력을 갖는 Z-DOL에 비하여 상대적으로 높은 표면장력을 갖고 있어 Al_2O_3 에 보다 잘 코팅되어 oxide-to-halide 변환에 의한 알루미늄 옥사이드의 알루미늄프로라이드 (AlF_3)의 형성의 방해 즉, Lewis acid site를 없애주는 역할을 하는 것으로 설명하고 있다. 하지만 이에 대한 실험적인 근거는 아직 확인되지 않고 있으며 본 연구실에서는 반응 후 잔유 Al_2O_3 의 구조 분석을 통하여 이의 확인을 시도하고 있으며 이에 대한 결과는 후속 논문에 발표할 예정이다.

분자량이 Perfluoropolyethers 윤활제 분해특성에 미치는 영향. Fig. 5-7은 PFPE 윤활제의 분자량이 이들의 분해특성에 미치는 영향에 대하여 나타내었다. Fig. 5(a)에서 보는 바와 같이 질소분위기 하에서 Al_2O_3 존재하지 않는 상태에서의 이들의 분해시, 즉 열분해에 의하여 분해가 일어나는 경우 각 무게비의 감소에 있어서의 분해온도는 분자량이 증가할수록 증가함을 알 수 있다. 특히 이러한 증가는 무게비의 감소 50% 이상인 분해 말기에 있어서 두드러짐을 알 수 있다. 일반적인 열분해 메커니즘은 분자쇄가 갖는 결합 에너지와 밀접한 관계를 갖고 있으며 따라서 분자량의 증가는 분자간 결합 에너지를 증가시켜 분해온도의 증가를 초래하는 것으로 해석할 수 있다. 분해환경이 공기 중에서 이루어질 경우 Fig. 5(b)에서 보는 바와 같이 분자량에 대한 분해온도의 증가는 상대적으로 둔화됨을 알 수 있다. 즉 공기중의 분해의 경우 열분해와 아울러 자유 라디칼에 의한 산화성 반응 혹은 자체산화 (autoxidation)에 의한 분해가 동시에 일어난다. 따라서 이러한 분해 반응에 있어서는 분자량 증가에 의한 분자간 결합 에너지의 증가가 크게 영향을 미치지 못하기 때문이다. 그림에서 보는 바와 같이 각 무게비 변화에서 분해온도의 변화는 분자량 4000의 경우 질소기류 하에서 급격히 증가하나 공기기류 하에서는 이러한 분자량 증가에 따른 변화가 그다지 크지 않음을 알 수 있다.

Fig. 6(a)와 6(b)는 질소 및 공기기류 하에서 Al_2O_3 가 존재하는 Z-DOL의 분해 특성을 나타내었

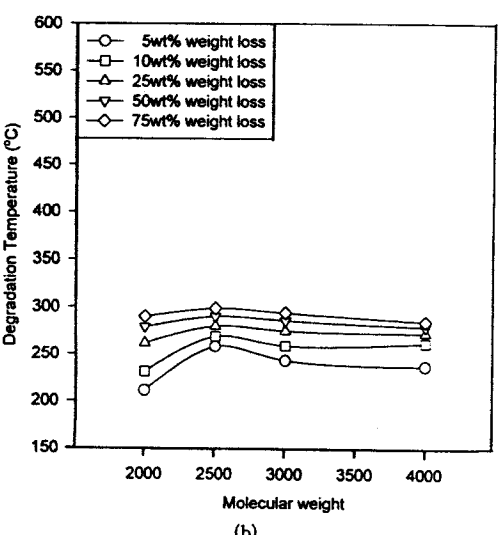
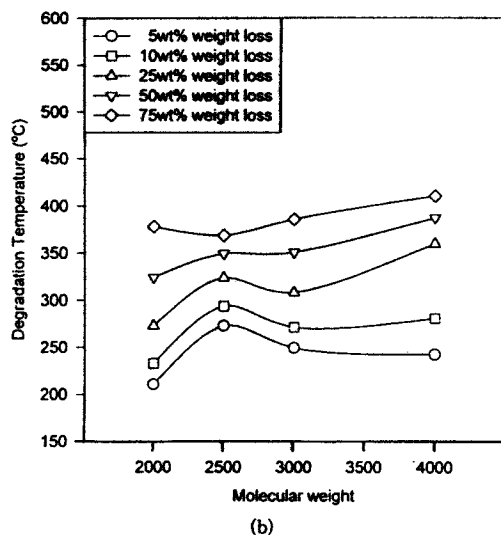
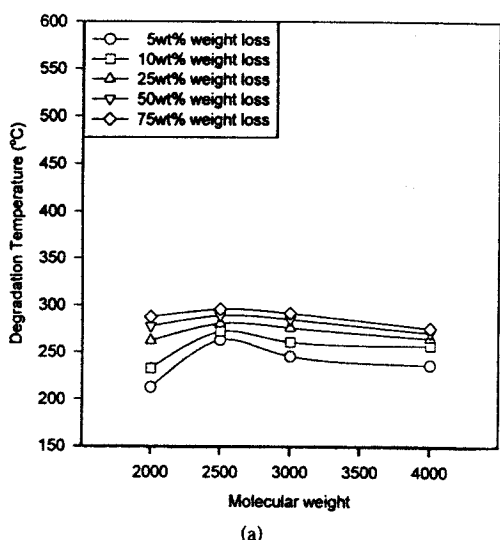
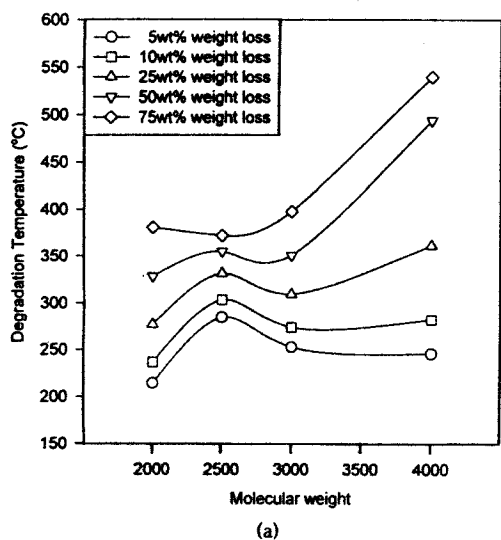


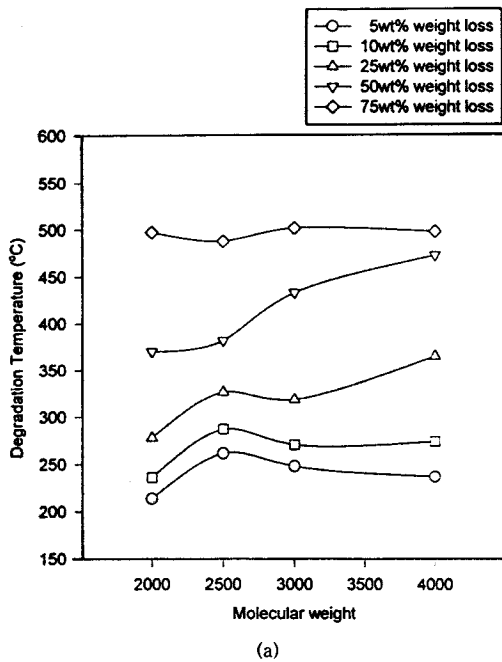
Figure 5. The effect of molecular weight on degradation characteristic of Z-DOL without presence of Al_2O_3 . (a) Nitrogen environment and (b) air environment.

Figure 6. The effect of molecular weight on degradation characteristic of Z-DOL with presence of Al_2O_3 (5 wt%). (a) Nitrogen environment and (b) air environment.

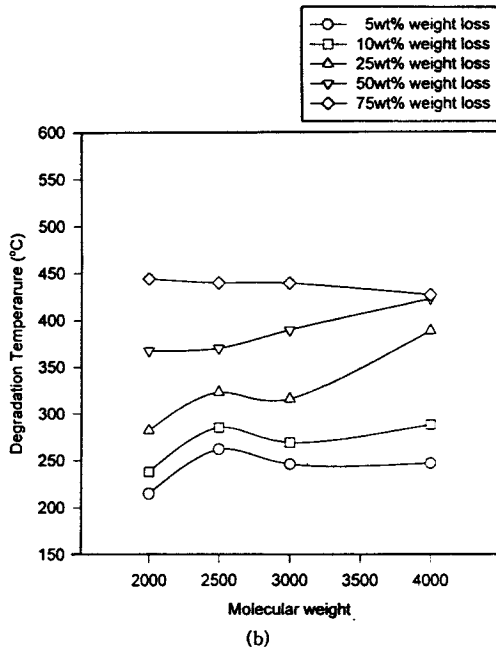
다. 보는 바와 같이 앞에서 언급된 Lewis acid disproportionation에 의하여 분자량에 관계없이 상대적으로 분해온도가 낮으며 또한 분자량에 대한 분해온도의 영향도 질소 및 산소기류 조건에 상관없이 미미함을 알 수 있다. 이는 Lewis acid disproportionation에 의한 분해는 분자량의 증가에 따른 분자간 결합 에너지 즉 분자쇄의 결합 에너지와는 관계없는 앞에서 언

급된 전자 전하에 따른 분해임을 다시 한번 반증하여 주고 있다.

Fig. 7(a)에서 보는 바와 같이 Al_2O_3 존재 하에 Z-DOL의 분해가 일어나는 경우 포스파젠 화합물인 X-1P를 5 wt% 첨가하면 50% 이상의 분해 무게비에 있어서 분해온도가 X-1P를 사용하지 않았을 경



(a)



(b)

Figure 7. The effect of molecular weight on degradation characteristic of Z-DOL with presence of Al_2O_3 (5 wt%) and X-1P (5 wt%). (a) Nitrogen environment and (b) air environment.

우에 비하여 뚜렷하게 증가함을 알 수 있다. 이는 앞에서 언급한 바와 같이 X-1P가 Lewis acid disproportionation에 의한 분해를 막아주는 결과이며 이러한 분해온도의 증가는 분자량이 작은 Z-DOL 2000의 경우 더 두드러짐을 알 수 있다. 즉 X-1P를 Al_2O_3 가 존재하는 Z-DOL에 사용할 경우 5 wt%의 적은 양의 포스파젠 화합물에 의하여 50% 이상의 분해가 일어나는 분해 말기의 분해를 감소시켜 줄 수 있음을 의미한다. 또한 Fig. 7(b)에서 보는 바와 같이 공기 기류 하에서의 분해시 역시 분해온도가 증가하는 것으로 보아 X-1P가 산화에 의한 분해 또한 감소시켜 주고 있음을 알 수 있다.

결론

본 연구에서는 컴퓨터 하드디스크 윤활제로 사용되는 PFPE의 분해특성과 PFPE 윤활제 분자량이 PFPE의 분해특성에 미치는 영향 및 윤활 첨가제로서 포스파젠 화합물 첨가시 이에 따른 분해특성의 변화를 살펴본 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Al_2O_3 존재시 perfluoropolyether의 분해 메카니즘은 고분자의 일반적인 분해 메카니즘인 열분해와 아울러 oxide-to-halide 변환에 의하여 발현된 알루미늄프로라이드가 Lewis acid sites로 작용하여 이루어지는 Lewis acid disproportionation에 의하여 이루어짐을 알 수 있었다.

2. Al_2O_3 존재 하에 perfluoropolyether에 윤활 첨가제로 포스파젠 화합물을 첨가하는 경우 Lewis acid disproportionation에 의한 분해가 일어나지 않으며 상대적으로 분자량이 작은 perfluoropolyether의 경우 열분해 및 산화에 의한 분해도 감소시켜줄음을 확인하였다. 이와는 달리 Al_2O_3 가 존재하지 않는 상태에서의 perfluoropolyether의 분해시 X-1P의 첨가는 이들의 분해 메카니즘에 영향이 없음을 알 수 있었다.

3. Perfluoropolyether의 분자량은 Lewis acid disproportionation에 의한 분해에는 아무런 영향을 미치지 못하나 열분해 및 산화분해의 경우 분자량이 증가할수록 분해온도가 증가됨이 확인되었다.

감사의 글: 본 연구는 단국대학교 교내연구비에 의하여 수행되었으며 이에 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. C. D. Mee and E. D. Daniel, "Magnetic Recording Technology", vol. 1, McGraw-Hill, New York, 1987.
2. J. F. Moulder, J. S. Hannond, and K. L. Smith, *Appl. Surface Sci.*, **25**, 446 (1986).
3. D. Sianesi, A. Pasetti, R. Fontanelli, G. C. Bernardi, and G. Caporiccio, *Chim. Ind.*, **55**, 208 (1973).
4. W. H. Gumprecht, *ASLE Trans.*, **9**, 24(1966).
5. Y. Ohsaka, *Petrotech(Tokyo)*, **8**, 840 (1985).
6. P. H. Kasai and P. Wheeler, *Appl. Surface Sci.*, **52**, 91 (1991).
7. P. H. Kasai, W. T. Tang, and P. Wheeler, *Appl. Surface Sci.*, **51**, 201 (1991).
8. D. J. Carre, *ASLE Trans.*, **29**(2), 121 (1985).
9. M. Yang and F. E. Talke, D. J. Perettie, T. A. Morgan, K. K. Kar, B. M. Dekoven, and G. E. Potter, *Tribology Trans.*, **38**, 636 (1995).
10. M. Yang, F. E. Talke, D. J. Perettie, T. A. Morgan, and K. K. Kar, *IEEE Trans. Magn.*, **30**(6), 4143 (1994).
11. D. J. Perettie, W. D. Johnson, T. A. Morgan, K. K. Kar, G. E. Potter, B. M. DeKoven, C. L. Putzig, J. Chao, Y. C. Gao, and M. Russak, *Adv. Info. Storage System*, **7**, 157 (1996).
12. D. J. Perettie, T. A. Morgan, and K. K. Kar, *IDEMA Insight*, **9**(3), 1 (1996).
13. C. M. Mate, P. H. Kasai, G. W. Tyndal, C. H. Lee, V. Raman, D. J. Pocker, and R. J. Waltman, *Intermag San Francisco 1998*, 84 (1998).
14. F. Ciampelli, M. T. Venturi, and D. Sianesi, *Organic Magnetic Resonance*, **1**, 281 (1969).
15. H. J. Kang, Q. Zhao and F. E. Talke, D. J. Perettie, B. M. DeKoven, T. A. Morgan, and S. Bhatia, *Lubrication Eng.*, in press.