

小角 X 線散乱法によるナノダイヤモンド分散液の粒子径分布精密測定 The exact measurement of the particle diameter distribution of the nanodiamond dispersion liquid by the small-angle X-ray scattering method

後藤 公也^a, 武居 正史^a
Kimiya Goto^a, Masafumi Takesue^a

^a バンドー化学(株)

^a BANDO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD.

近年、記録容量が著しく向上しているハードディスク記録装置においては、磁気記録メディアの記録密度が重要である。この磁気記録メディア製造工程では、表面を平滑化するための超精密研磨に、ナノダイヤモンドを砥粒とする研磨スラリーが使用されている。本研究では、ナノダイヤモンドの粒子径について、極小角 X 線散乱により計測を行い、ナノダイヤモンド分散液に含まれる微量の粗大粒径成分と研磨特性との関係解明を試みた。

キーワード： ハードディスク、磁気記録メディア、ナノダイヤモンド、極小角 X 線散乱

背景と研究目的：

ハードディスク記録装置は、近年進歩が著しい記録装置であり、次々と実現される技術革新により記録容量が飛躍的に向上している。その中で重要な部材の1つである磁気記録メディアは、記録密度の飛躍的な向上に伴い、表面の平滑性がナノメートルからオングストロームのレベルへ厳格化し、原子レベルの平滑性が要求されるに至っている。

この記録メディアの表面平滑性を実現するための超精密研磨では、ナノダイヤモンドを用いた研磨スラリーが使用されているが、研磨には機械的、化学的要因が複雑に関与するため、その制御は容易ではない。中でも、ナノダイヤモンドの特性と研磨特性の関係は、あまり解明が進んでおらず、また、ナノダイヤモンドの製法に起因する品質のバラツキについても、なかなか抑えきれないのが実状である。

本研究では、研磨スラリーを構成するナノダイヤモンド分散液の粒度分布を精密に測定することにより、超精密研磨に与える影響を粒度分布の面から解明することを目的とした。

実験：

原料ナノダイヤモンドは金属不純物を多く含むため、精製処理を行った。精製済みのナノダイヤモンドを水中で分散処理することで、分散液を得た。分散液試料は原料由来の粗大分、凝集塊以外に、精製処理以降の工程上でも凝集物を生み出していることがこれまでの取り組みで示唆されているため、凝集塊を生成しない処理条件や粗大分除去操作を取り入れることで、いくつかの水準の試料を作り分けた。作製した試料は、通常の条件ではスクラッチ（研磨時に発生する微細な傷）が発生しないレベルに達しているため、スクラッチ発生を促進する条件で研磨評価を行い、スクラッチ発生数と表面粗度を確認した。試料の概要を表1に示す。

測定は、SPring-8のBL19B2ビームラインを用いて極小角領域を測定した(U-SAXS)。得られた散乱光分布は一次元化し、guinier plotによる比較を行った[1][2]。

表 1 試料の概要

	試料調整の内容	スクラッチ数	表面粗度(Ra) [Å]
Sample 1	凝集物が生成を促進する条件で作製	無数	測定不可
Sample 2	Sample 1 と Sample 3 の間の条件	29	3.07
Sample 3	粗大分生成に対し、最も厳しい条件で対策実施	5	2.90

結果および考察：

測定結果の散乱光強度比較を図 1 に、guinier plot による比較を図 2 に示す。スクラッチ発生の原因が、ナノダイヤモンド分散液に含まれる粗大な凝集塊であるならば、Sample 1>Sample 2>Sample 3 の順で、粗大分の量が多いと予想された。ちなみに、ここで言う粗大分とは、ナノダイヤモンドの一次粒子径 4~11nm に対して、数十 nm 前半の大きさを考えている。しかしながら、U-SAXS 測定データの解析からは、3 種のサンプルに序列の整合性は無いか、有意差がない結果となった。よって、スクラッチ発生の原因が、粗大分の有無のみでは説明できない可能性が出てきた。他の原因として考えられるのは、3 サンプルとも粒子径の上では同水準だが、ナノダイヤモンドの分散状態での粒子形状が異なり、傷の付け易さに差があるのではないかと言うことである。別の原因としては、サンプル調製条件の違いがナノダイヤモンド粒子表面の化学的組成に影響を及ぼし、被研磨物に対するアタックのし易さに差が生じていることも可能性の 1 つとして挙げられる。いずれにしても、粗大分の有無以外に原因の追究も必要な様である。

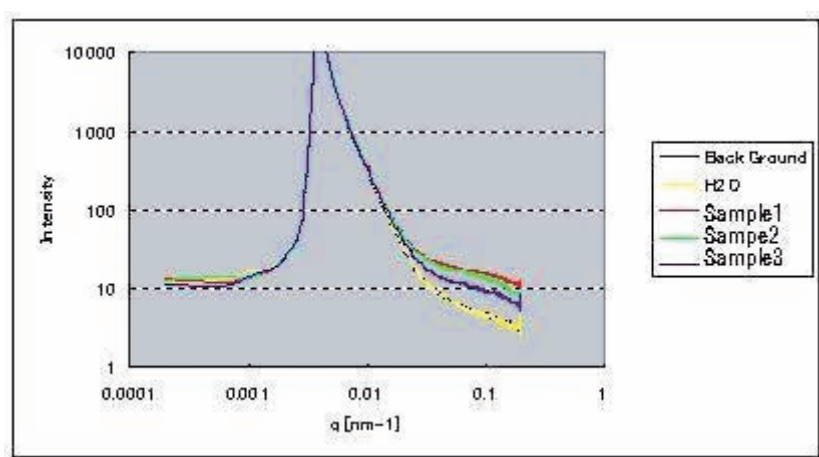


図 1 測定試料およびバックグラウンドの散乱光強度

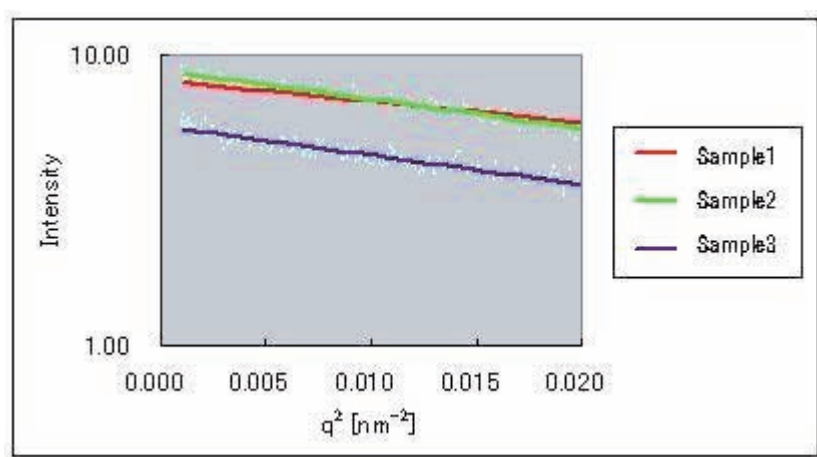


図 2 guinier plot による比較

今後の課題：

粒径の観点からは、シングルナノメートルに近いレベルでの粒径の違いや、分散状態でのナノダイヤモンド粒子の形状を調べる必要があると思われる。この場合、 q 値の大きい領域を詳細に検討するか、今回利用させて頂いた BL19B2 で可能な極小角と通常の小角を同時に測定して比較する方法が有効かもしれない。一方で別角度からのアプローチとして、ナノダイヤモンド粒子表面の化学的活性の差を調べる必要もある。

謝辞

今回の小角 X 線散乱の測定およびデータ解析にあたっては、財団法人 高輝度光科学研究センター 産業利用推進室の堀江一之様、佐藤眞直様のご指導とご協力をいただきました。この場を借りてお礼申し上げます。

参考文献：

- [1] 財団法人 高輝度光科学研究センター(JASRI) ; SPring-8 ワークショップ 高分子・ソフトマター系の小角 X 線散乱(SAXS)測定とデータ解析. P3-19
- [2] 日本分光学会編 分光測定入門シリーズ7 X線・放射光の分光. P94-98