

平成 23 年 3 月 31 日現在

機関番号：32689

研究種目：基盤研究 (C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560138

研究課題名 (和文) 微小隙間流れを用いる次世代磁気ディスク潤滑技術の構築

研究課題名 (英文) A study on lubrication technology for future magnetic disks using a lubricant flow in a small gap

研究代表者

柳沢 雅広 (YANAGISAWA MASAHIRO)

早稲田大学・理工学術院・研究員

研究者番号：20421224

研究成果の概要 (和文)：磁気ディスク装置の記録密度向上に必須な極薄保護膜および潤滑膜を保持するための機構として、ディスクとハブの間に潤滑剤を保持させて供給するリザーバ方式を提案し、その実現に必要な潤滑剤の微小隙間流れの挙動およびそれらの流れに影響する保護膜および潤滑膜分子構造、およびそれらの界面構造を明らかにすることを試みた。その結果、パーフロロポリエーテル潤滑剤のナノスケールの微小隙間における流速は、隙間量の 2 乗に比例して減少することが分かった。また潤滑分子はフォスファゼンからなる官能基で下地表面に吸着していることが表面増強ラマン散乱により明らかになった。

研究成果の概要 (英文)：We proposed a lubricant reserver system in which lubricants supplied from a small gap between a hub and a disk plate to disk surfaces. A flow of Perfluorinated Polyether (PFPE) lubricant was examined with cylindrical lens which enable to prepare nanometer scale gaps. As a result, the flow rate parabolically decreases with the decreased gap. Further, it was found that the PFPE lubricant molecule adsorbed on a substrate surface at a functional group, phosphazene, in the molecule with a Surface Enhanced Raman Scattering (SERS) technique.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008 年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2009 年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2010 年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：磁気ディスク、潤滑技術、流体、薄膜

## 1. 研究開始当初の背景

磁気ディスク装置は、年々記録密度が上昇し、それを実現するために磁気ディスクおよびヘッドの保護膜と潤滑膜の膜厚の微小化が進められており、現在それらの膜厚は 2nm を切るようになってきている。このような薄い膜で磁気ディスクの機械的信頼性 (摩擦や摩耗) を保持することは容易なことではなく、磁気

ディスクの回転による潤滑膜の飛散や、さらに熱アシスト磁気記録方式の採用で保護膜の変質や潤滑膜の蒸発などで薄膜を保持することが困難となっている。上記の極薄の保護膜や潤滑膜の機能に重要な要因である保護膜 (DLC、ダイヤモンドライクカーボン) の結晶構造、下地 (Co 合金磁性膜) との界面、潤滑剤分子と DLC との界面構造を知る

ことが重要となっている。また潤滑剤を外部から供給するような機構が望まれている。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、上記の機構としてハブと磁気ディスクの間に微小な隙間を設け、その間に潤滑剤を保持してディスク面に供給するリザーブシステムを提案し、それを実現するための基礎データとして微小隙間内での潤滑剤の流れ挙動を調べることで、および潤滑剤の下地表面に対する吸着状態、また DLC 保護膜の分子構造を調べることを目的とする。

## 3. 研究の方法

微小隙間での潤滑剤流動を調べるために、図 1 に示すような平面流路および図 2 に示すような円柱レンズを平板上に置いた流路を作製した。

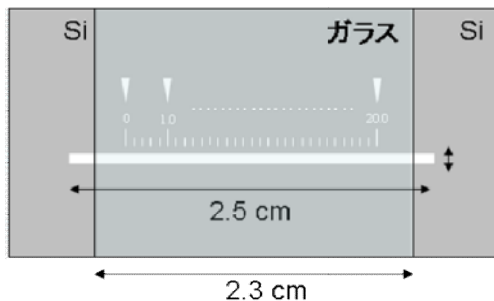


図 1 平面流路

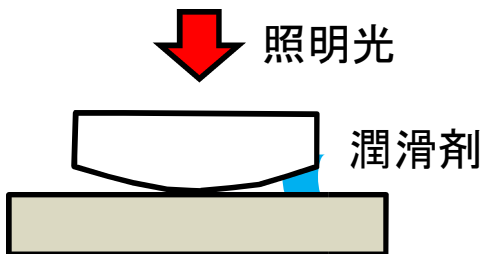


図 2 円柱レンズを用いた流路

また、図 3 に示すようなパーフロロポリエーテル鎖の末端に官能基としてフォスファゼン環を有する潤滑剤 (A20H) を用いた。

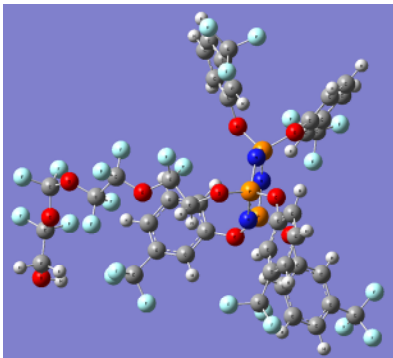


図 3 フォスファゼン環修飾 PFPE 潤滑剤

また、潤滑剤および DLC 保護膜の構造を調べるために透過型のプラズモンセンサを用いた (雑誌論文⑧)。

## 4. 研究成果

### (1) 平面流路による潤滑剤流れ挙動

図 4 に潤滑剤が左から右へ流れている様子を示す。

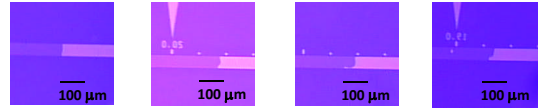


図 4 平面流路内を流れる潤滑剤

また図 5 に流路深さをパラメータとした流れの時間と距離の関係を示す。

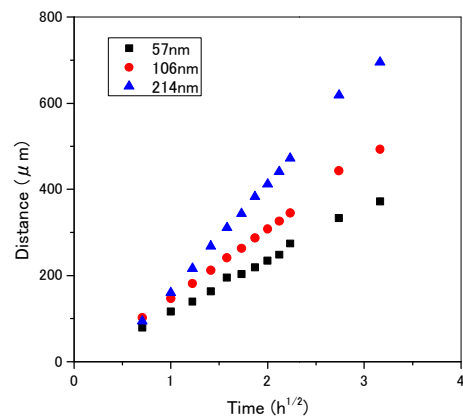


図 5 平面流路を流れる潤滑剤の時間変化 (パラメータは流路深さ)

平面流路では、時間の平方根と流動距離に直線関係があることが分かった。最小流路深さは 57nm であるが、この領域では表面張力による液体浸透の式である下記のルイス・ワッシェンバーンの式が成立することが分かる。

$$l = (r \gamma / \cos \theta \cdot t / 2 \eta)^{1/2} \quad [1]$$

ここで  $l$ : 浸透深さ、 $r$ : 毛管半径、 $\gamma$ : 液体の表面張力、 $\theta$ : 接触角、 $\eta$ : 粘度、 $t$ : 時間

### (2) 円柱レンズによる潤滑剤流れ挙動

平面流路では一定の流れが観測できるが、多くの流路を作製する必要がある。そこで、ナノスケールの隙間を簡便に試験するために平板上に円柱レンズを置いて、側方から潤滑剤を流して流動状態を観察した。

図 6 に隙間に出来た干渉縞が観察できる。図 7 に示す様に潤滑剤が流動 (左から右) するときの液界面と干渉縞の位置およびその部分でのレンズの曲率半径 92mm から計算した隙間量と面流速 (隙間量 × 線流速) を図 8

に示す。これから流速は隙間量の2乗に比例することが分かった。移動距離と隙間量からこの場合もルイス・ワッシェンバーンの式に従うことから、両方式による観察結果は潤滑剤の流れは表面張力は支配的であることが分かった。

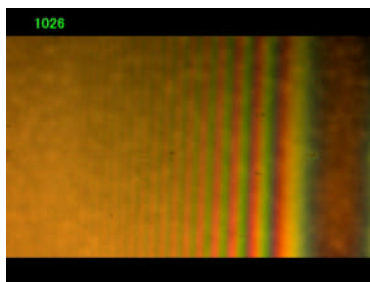


図6 円柱レンズと平板間の干渉縞

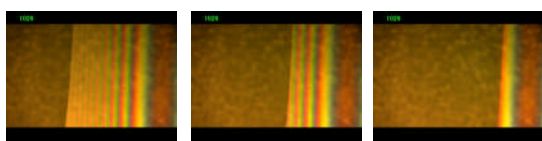


図7 円柱レンズにおける潤滑剤の流れ (左から右)

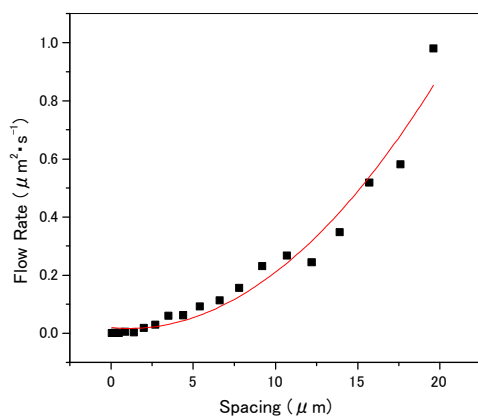


図8 円柱レンズ系における隙間と潤滑剤流速の関係

(3) 表面増強ラマン散乱による潤滑剤の吸着構造解析

図9にフォスファゼン修飾 PFPE 潤滑剤 (A20H) の液体状態のラマンスペクトル、また図10にプラズモンセンサ上に2nm厚で被覆したA20Hのラマンスペクトルを示す。それぞれのピークの比較を表1に示す。黄色で囲んだ部分が官能基、水色で囲んだ部分が主鎖の部分である。官能基の部分では、薄膜のピークはバルク液体よりも低波数側にシフトしていることが分かる。一方、主鎖ピークは大きな変化がないか高波数側にシフトしている。これは官能基が下地表面のAgに吸

着していることを示しており、さらに官能基の中でも水酸基よりもフォスファゼンまたはフェニル基のシフトが大きいことから図11のような吸着状態にあることが分かった。

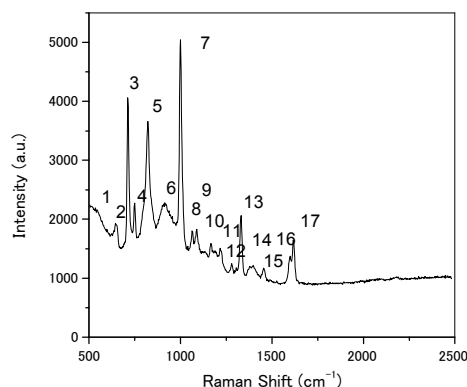


図9 A20H 潤滑剤バルクのラマンスペクトル

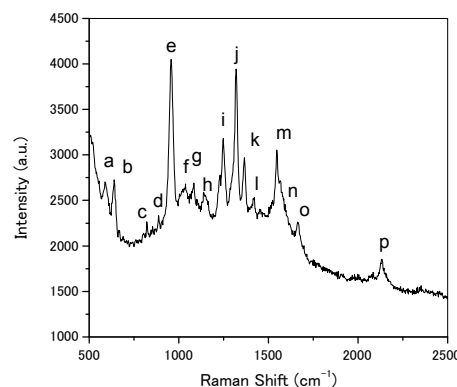


図10 A20H 潤滑剤薄膜のラマンスペクトル

表1 A20H ラマンスペクトルのバルクと薄膜の比較

Peak (Bulk)	Peak (Film)	Raman Shift (cm⁻¹) Bulk	Raman Shift (cm⁻¹) Film	Δ(cm⁻¹) Film-Bulk	Assignment
1		~546		-	PN Ring
2	a	644.3	588.1	-56.2	Phe
3(vs)	b(ms)	711.8	639.8	-72.0	Phe-PN Ring
4		749.4		-	C-O-C
5(vs)	c	821.5	822.5	1.0	C-C,C-H,Phe+PN Ring
6	d	914.1	888.7	-25.4	CH₂OH
7(vs)	e(vs)	1000.5	957.0	-43.5	Phe
8	f	1062.8	1037.8	-25.0	Phe+CH₂
9	g	1088.7	1084.4	-4.3	Phe+CH₂
10	h	1165.7	1138.5	-27.2	CF₃
11	i(ms)	1216.7	1248.1	31.4	C-O-C
12		1280.0		-	C-C
13(ms)	j(vs)	1330.3	1318.7	-11.6	Phe
14	k(ms)	1395.4	1366.4	-29.0	CH₂OH
15	l	1454.9	1421.2	-33.7	Phe
16	m(ms)	1599.6	1547.0	-52.6	Phe
17(ms)	n	1616.6	1593	-23.4	Phe
-	o		1666.0	-	
-	p		2133.1	-	

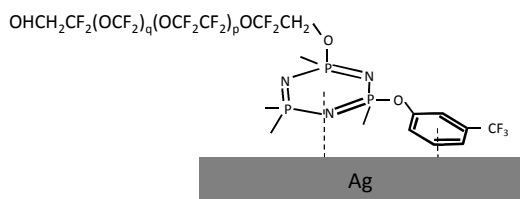


図11 潤滑剤分子吸着モデル

(4) 表面増強ラマン散乱による DLC 保護膜の構造

図 1 2 に 0.4nm 厚の DLC 保護膜のラマンスペクトルを示す。スペクトルのピーク分離を行い G バンド(sp<sup>2</sup>)の波数と半値巾の膜厚依存性を図 1 3 に示す。

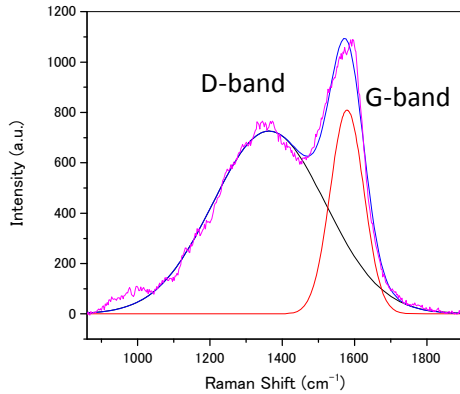


図 1 2 磁気ディスク上の 0.4nm 厚 DLC 膜のラマンスペクトル

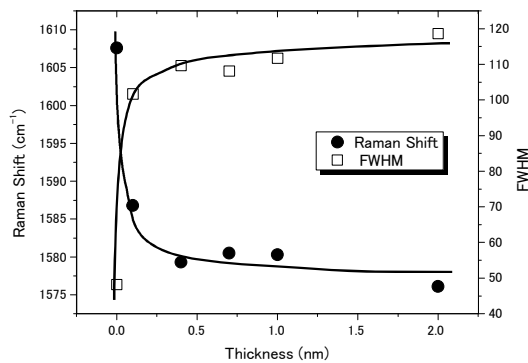


図 1 3 DLC 膜の G バンド波数と半値巾の膜厚依存性

図から 0.1nm 厚までは G バンド波数はわずかに高波数側にシフトし半値巾も減少するが、DLC 膜がない場合、高波数側に観察され半値巾も小さいピークになる。これは膜厚による DLC 膜の分子構造はそれほど変化しないが、界面近くに何か別の層が存在する可能性を示している。

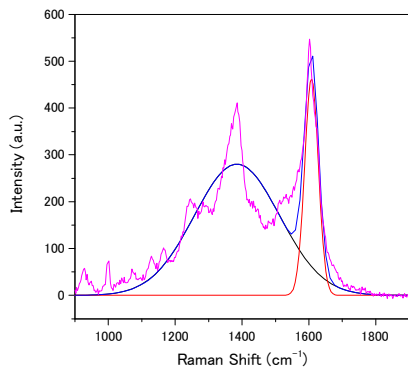


図 1 4 DLC 膜なしのラマンスペクトル

図から、DLC が無い磁気ディスク表面には主として有機物による汚染層が存在することが分かり、膜厚が薄い DLC 膜の場合、汚染層の影響を受けていることが示唆された。

図 1 5 に磁気ディスクの DLC 膜上の潤滑剤のピークが観察され、本方式によりその界面の状態が明確にできる可能性が明らかにされた。

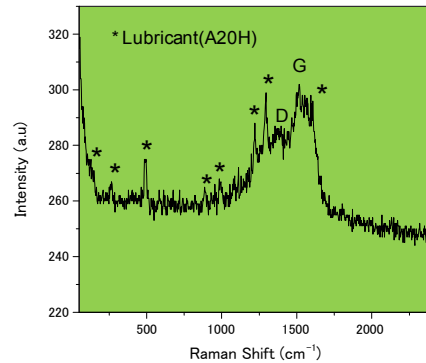


図 1 5 磁気ディスク上の DLC 膜と潤滑剤のラマンスペクトル

(5) 本研究の位置づけとインパクト

本研究はナノスケールでの隙間における潤滑液体の流れについて、その計測法を提唱し流れの挙動を明らかにしたことから、学術的な価値が高いと共に、次世代磁気ディスクの潤滑剤枯渇に関する解決のための提案を行ったことからその工学的な価値は高いと思われる。特に、従来計測ができなかった、サブナノメートル厚の DLC 保護膜や潤滑剤の分子構造の測定に成功したことは、磁気ディスクの発展に極めて大きなインパクトを与えた。

(6) 今後の展開

今後は、潤滑剤のリザーブシステムについて実用化を含む応用研究に展開すると共に、極薄保護膜・潤滑剤の計測システムの実用化を探るとともに磁気ディスク以外の工業分野(半導体、光デバイス、ディスプレイ、センサー、バイオチップなど種々の薄膜デバイス)への応用も視野に研究を展開する。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 11 件)

- ① 柳沢雅広, 齋藤美紀子, 本間敬之, 分子軌道法による磁気ディスク用潤滑剤の分子振動解析, IIP2011 講演論文集, 査読無, 11-9 (2011) pp. 266-267.
- ② 柳沢雅広, 齋藤美紀子, 杉山敦史, 本間敬之, 逢坂哲彌, 磁気ディスク用潤滑剤の

- SERS 解析, トライボロジー会議東京 2010-5 予稿集, 査読無, (2010) pp.195-196.
- ③ T. Inoue, K. Sato, M. Yoshino, K. Senda, M. Yanagisawa, Y. Okinaka, and T. Osaka, Analysis of Electrodeposited Au-Ni Alloy Films for Carbon Inclusion and Crystallinity, J. Electrochem. Soc., 査読有, 157, 5 (2010) D274-D277.
- ④ 柳沢雅広, プラズモンアンテナ型分子センサ: HDI を支える分析技術として, SRC News Letter, 査読無, 58 (2009) pp.1-4
- ⑤ 柳沢雅広, プラズモンアンテナ型分子センサによる微量分子の検出, IDEMA Japan News, 査読無, 93, 11・12月号 (2009) pp.1-2.
- ⑥ T. Homma, M. Kato, N. Kubo, K. Sakata, and M. Yanagisawa, Raman Microscopy and Scanning Surface Potential Microscopy Analysis of Nanoscale Defects on Si Wafer Surfaces, J. Electrochem. Soc., 査読有, 156, 6 (2009) pp. H475-H478.
- ⑦ S. Hideshima, M. Yanagisawa, A. Aragaki, T. Matsunaga, and T. Osaka, Quantitative Detection of Immunoreaction using Magnetite Nanoparticles and Raman Scattering Spectroscopy, e-J. Surf. Sci. Nanotech, 査読有, 6 (2008) pp.142-146.
- ⑧ M. Yanagisawa, N. Shimamoto, T. Nakanishi, M. Saito, and T. Osaka, Organic Molecular Sensor with Plasmon Antenna, ECS Transactions, 査読有, 16(11) (2008) pp.397-409.
- ⑨ M. Yanagisawa, New Approaches to In-Contact Recording System for High-Density Recording, Int. J. Product Development, 査読有, 5, 3/4 (2008) pp.359-377.
- [学会発表] (計 14 件)
- ① 齋藤美紀子, 竹内輝明, 柳沢雅広, 伊藤亮治, 高須良三, 片岡祐治, 本間敬之, ナノインプリント法を用いたプラズモンアンテナ型分子センサの作製, 第 122 回表面技術講演大会, 2010 年 9 月 6 日、金沢
- ② M. Yanagisawa, N. Shimamoto, T. Aida, M. Saito, K. Kato, M. Suzuki, T. Osaka, and N. Ohtake, Enhanced Raman Spectroscopic Analysis of Ultra-thin Plasma CVD Diamond-like Carbon Films using Molecular Sensor with Plasmon Antenna, JSME/ASME Joint MIPE, MNS05, March, 2009, 筑波.
- ③ 柳沢雅広, 島本直伸, 会田敏之, 齋藤美紀子, 加藤邦男, 鈴木勝基, 逢坂哲彌, 大竹尚登, プラズモンアンテナ型分子センサを用いた DLC 薄膜のラマン検出, 第 56 回応用物理学会講演会, (2009) 3 月 30 日、東京
- ④ 柳沢雅広, 島本直伸, 会田敏之, 齋藤美紀子, 杉山敦, 吉野正洋, 逢坂哲彌, プラズモンアンテナ型分子センサを用いた磁気ディスク用潤滑剤の解析, トライボロジー会議 2009 春 (2009 年 5 月) 東京
- ⑤ M. Yanagisawa, N. Shimamoto, T. Aida, M. Saito, A. Sugiyama, M. Yoshino, T. Osaka, Chemical Analysis of Carbon Overcoat and Lubricant Films for Magnetic Disks Using Ultra-high Sensitive Molecular Sensor with Plasmon Antenna, World Tribology Conference 2009 (2009 年 9 月) 京都
- ⑥ M. Yanagisawa, M. Saito, T. Homma, T. Osaka, Organic Molecular Detection by Plasmon Antenna SERS Sensor, Tribochemistry 2009 (2009 年 9 月) 京都

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

柳沢 雅広 (YANAGISAWA MASAHIRO)  
早稲田大学・理工学術院・研究員  
研究者番号: 20421224

### (2) 研究分担者

本間 敬之 (HOMMA TAKAYUKI)  
早稲田大学・理工学術院・教授  
研究者番号: 80238823

杉山 敦史 (SUGIYAMA ATSUSHI)  
早稲田大学・高等研究所・準教授  
研究者番号: 90386631

吉野 正洋 (YOSHINO MASAHIRO)  
早稲田大学・理工学術院・講師  
研究者番号: 90454107  
(H20→H21)