

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-142884

(P2010-142884A)

(43) 公開日 平成22年7月1日(2010.7.1)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 4 B 37/04 (2006.01)	B 2 4 B 37/04 X	3 C 0 5 8
B 2 4 D 3/00 (2006.01)	B 2 4 D 3/00 3 1 0 F	3 C 0 6 3
B 2 4 D 3/02 (2006.01)	B 2 4 D 3/00 3 4 0	5 D 0 4 2
C 0 9 K 3/14 (2006.01)	B 2 4 D 3/02 Z	5 D 1 1 2
G 1 1 B 5/84 (2006.01)	C 0 9 K 3/14 5 5 0 F	
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2008-320837 (P2008-320837)
 (22) 出願日 平成20年12月17日 (2008.12.17)

(71) 出願人 000005108
 株式会社日立製作所
 東京都千代田区丸の内一丁目6番6号
 (74) 代理人 110000350
 ポレール特許業務法人
 (72) 発明者 千葉 拓
 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地
 株式会社日立製作所生産技術研究所内
 (72) 発明者 田村 利夫
 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地
 株式会社日立製作所生産技術研究所内
 Fターム(参考) 3C058 AA04 AA09 CA05 CB02 CB04
 DA02 DA16
 3C063 AA02 AB05 BA02 BC01 BC10
 EE10

最終頁に続く

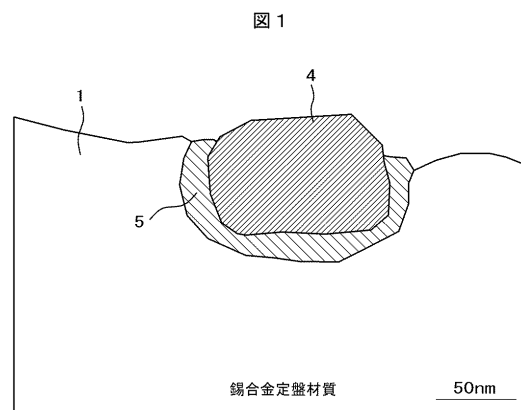
(54) 【発明の名称】 研磨工具及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 電子デバイスや化合物半導体材料の加工において、平滑な研磨面を得るとともに、研磨工程におけるダメージを軽減する。

【解決手段】 軟質系金属定盤1の表面の表面処理を行う第一の工程と、軟質系金属定盤表面上に研磨スラリーを用いて微細な研磨粒子4を固定化する第二の工程と、更に該定盤1全体を洗浄及び乾燥させる第三の工程を有し、更に、固定化された微細な研磨粒子4の固定力を増加させるための相変換処理の工程を備えている。形成された相変換材料5は、研磨スラリーの溶媒をゲル化剤によってゲル化したものによって形成されている。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子デバイス及び化合物半導体材料を研磨するための工具表面に微細な砥粒が固定化された研磨工具であって、該砥粒と該研磨工具母材の界面部分に溶媒成分がゲル化した相変換材料層を有することを特徴とする研磨工具。

【請求項 2】

前記相変換材料層はパラフィン系飽和炭化水素系オイル潤滑剤がゲル化剤によってゲル化したものであることを特徴とする請求項 1 に記載の研磨工具。

【請求項 3】

前記層変換材料層の硬度は、 $80\text{ g/cm}^2 \sim 300\text{ g/cm}^2$ の範囲であることを特徴とする請求項 1 に記載の研磨工具。 10

【請求項 4】

軟質系金属定盤の表面処理をする第一の工程と、前記定盤上に研磨スラリーを用いて微細な研磨粒子を固定化する第二の工程と、前記定盤上より前記スラリー残渣を洗浄除去した後、乾燥させる第三の工程を有し、

前記研磨粒子と前記軟質金属定盤間の界面に介在する液相である溶媒成分を相変換材料により固相化することによって、前記定盤上に固定化された前記研磨粒子の固定力を増加させるための相変換処理工程を備えたことを特徴とする研磨工具の製造方法。

【請求項 5】

前記溶媒成分はパラフィン系飽和炭化水素系オイル潤滑剤であることを特徴とする請求項 4 に記載の研磨工具の製造方法。 20

【請求項 6】

前記研磨スラリーは、前記研磨粒子として、単結晶ダイヤモンド粒子、単結晶ダイヤモンドに熱処理を施したダイヤモンド粒子、多結晶のダイヤモンド粒子、CBN粒子、アルミナ粒子、SiC粒子、またはシリカ粒子を、パラフィン系飽和炭化水素オイル等の有機溶媒を主剤として分散作製したものであって、

前記定盤表面に前記研磨スラリーを供給しながら、前記研磨粒子に固定化力を印加できる押圧摺動治具を定盤上に設置し、前記定盤表面と前記治具面とを回転相対運動によりすり合わせながら、前記研磨粒子を固定化することを特徴とする請求項 4 に記載の研磨工具の製造方法。 30

【請求項 7】

前記ゲル化剤は、2-エチルヘキサン酸塩、ステアリン酸塩、パルチミン酸塩、ラウオイルグルタミン酸ジブチルアミド及びその塩類、ジカプロイルリジンラウリルアミド及びその塩類、ジベンジリデンソルビトール、1,2-ヒドロキシステアリン酸であることを特徴とする請求項 4 に記載の研磨工具の製造方法。

【請求項 8】

複数の磁気ヘッドが 1 列に配列されている短冊状のローバを研磨液が供給される定盤上で自公転させながら研磨し、研磨後に前記ローバから個々の磁気ヘッドを分離する磁気ヘッドの製造方法であって、

前記定盤の表面には、研磨粒子が、ゲル化剤によって前記研磨液の溶媒がゲル化された相変換材料層によって固着されていることを特徴とする磁気ヘッドの製造方法。 40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気ディスク装置用磁気ヘッドや化合物半導体材料等に対応する研磨工具の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

例えば磁気ディスク装置においては面記録密度の向上が望まれており、そのためには磁気ヘッドの磁気記録媒体に対する浮上量を現状の約 10 nm からさらに低減させることが 50

必要である。そして、この浮上量の低減を実現するには、回転する磁気記録媒体に対面させて配置する磁気ヘッドのスライダ面（浮上面）をより一層高精度に加工することが不可欠である。

【0003】

一般に、磁気ヘッドは次のように作製されていた。即ち、 Al_2O_3-TiC （アルミナチタンカーバイト）等の硬質基板上に、絶縁膜として Al_2O_3 （アルミナ、膜厚2～10 μm ）を形成し、シールド層、ギャップ膜、磁気抵抗効果膜等からなる磁気素子部（GMR素子、CPP-GMR素子、TMR素子）、下部磁極、上部磁極、保護膜（アルミナ層）を順次積層する。上記した構造体はリソグラフィーを用いた薄膜プロセスにより5インチサイズの基板上に形成される。

10

【0004】

その後、この基板をダイヤモンド砥石を用いて2インチの長さを有する短冊片に切断する。そして、切断後の歪みを両面ラップ等の方法を用いて除去した後、基板上に積層した構造体に対して直交する面を高精度に研磨加工を施して、磁気記録媒体に対面する磁気ヘッドのスライダ面（浮上面）を形成する。そして、短冊片から個々の磁気素子部を含むような小片を切り出して磁気ヘッドが完成する。

【0005】

ところで、上記した短冊片の研磨方法には、回転する軟質金属系の定盤上にダイヤモンド等の砥粒を含んだラップ液を滴下しながら、研磨治具に接着した短冊片を押圧摺動させる方法が用いられている。研磨条件としては、回転する定盤に対して短冊片を張り付けた研磨治具を自公転式に回転させる場合、定盤の回転方向に対して直交する方向あるいは回転方向と平行に短冊片を揺動させる場合等がある。

20

【0006】

ところで、磁気ヘッドのような電子デバイスを上記の手法において研磨加工する際に使用する研磨工具の製造方法としては、「特許文献1」または「特許文献2」に記載のような方法が一般的である。即ち、研磨定盤の材質として錫系合金等からなる比較的軟質な金属を用い、その表面の面精度は機械加工によって極めて高精度に仕上げられていなければならない。そして、研磨加工中に生じるスラッジや研磨液、潤滑液等の排出を促すため、研磨定盤の表面には、例えばアナログレコード盤状の微細な溝加工（幅数10 μm 、深さ数 μm ）が施されている。

30

【0007】

こうして得られた研磨定盤の表面にダイヤモンド砥粒等の固定砥粒を設ける。100nm程度の粒径のダイヤモンド砥粒を含むスラリーを、スラリー供給チューブを介して滴下しながら、質量10～20kg程度のおもりを有するセラミックリング（修正リング）を自公転させる。そして、修正リングによってダイヤモンド砥粒等の固定砥粒が定盤内に押し込まれる。

【0008】

このとき、定盤の材料は柔らかいのでその塑性変形によって押し込まれた砥粒は、そのままその場に保持される。定盤表面に埋め込まれたダイヤモンド砥粒等の固定砥粒はその一部が表面に露出した状態で固定されている。そして、遊離砥粒あるいは埋め込みの不十分な状態にある遊離砥粒は界面活性剤を含む洗浄液等を用いてほぼ完全に排除される。

40

【0009】

また、下記「特許文献3」記載にあるように、GaN基板のような化合物半導体材料においても、上記と同様に数 μm ～サブ μm サイズのダイヤモンド粒子を用いたラッピング工程が主に適用されている。

【0010】

【特許文献1】特開平10-296620号公報

【特許文献2】特開2002-331452号公報

【特許文献3】特開2006-196609号公報

【発明の開示】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

例えば磁気ヘッドをはじめとする電子デバイスでは研磨すべき表面が複数の材料から構成されていることが多い。例えば、磁気ヘッドでは、上記で述べた短冊片を構成する部材、即ち、基板、絶縁膜、磁気素子部、保護膜等の機械的硬度がそれぞれ異なるため、上記した従来技術を用いてこれらを一様に研磨することが極めて難しい。

【0012】

さらに、近年では、再生素子であるGMR素子構造の微細化により、製造プロセス中における素子の耐性が弱まる現象が顕在化し、静電破壊といった電氣的ダメージに加えて、研磨加工等の機械加工後に表面層に発生するダメージの影響も大きくなってきている。このようなデバイス表面加工時のダメージを低減し高品質なデバイスを効率良く製造するための表面加工法が要求されている。特に研磨加工では、研磨に用いる研磨粒子の微細化と、該粒子の研磨工具への固定化技術が重要視されている。

10

【0013】

本発明の目的は、複合材料からなる半導体デバイスや磁気ヘッド等の電子デバイス全般、またはGaNやSiC等の化合物半導体材料の製造方法において、表面の粗さ・スクラッチを低減するとともに、加工によるダメージが少なく、使用寿命の長い研磨工具の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0014】

軟質系金属定盤の表面処理を行う第一の工程と、該溝上部表面上に研磨スラリーを用いて微細な研磨粒子を固定化する第二の工程と、更に該定盤全体を洗浄及び乾燥させる第三の工程を有し、更にその後、該溝上部に固定化された微細な研磨粒子の固定力を増加させるための相変換処理の工程を備えられている。上記、第一工程の表面処理法にはいくつかの方法が考えられるが、例えばダイヤモンドバイト工具により、所望の平坦度、もしくは微細な幅や深さを有する溝形状を形成する方法などがある。

20

【0015】

前記、研磨粒子を固定化した後の定盤表面の処理工程では、油性の潤滑剤とともに、該潤滑剤を固相化するための相変換材料を使用することが効果的である。相変換材料のひとつには、ゲル化補助剤等がある。

30

【0016】

前記研磨スラリーとしては、単結晶ダイヤモンド粒子または、単結晶ダイヤモンドに熱処理を施したダイヤモンド粒子、あるいは多結晶のダイヤモンド粒子または、CBN(Cubic Boron Nitride)、アルミナ、SiC、シリカ粒子等を、パラフィン系のオイルを主剤とした溶媒中に分散、懸濁されたものを使用し、該定盤表面に適量を供給しながら、該ダイヤモンド粒子に適切な固定化力を印加できる押圧摺動治具を定盤上に設置して、かつ該定盤表面と該治具面とを回転相対運動によりすり合わせながら、ダイヤモンド粒子を固定化する。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、上記した製造方法を用いて製作された研磨工具を加工すべき電子デバイス、例えば、材質の異なる材料で構成されている磁気ヘッドの浮上面を接触させて、かつ摺動させることによって浮上面が極めて平滑に研磨加工される。その結果として磁気ヘッドの浮上特性や磁気特性の向上に大きく貢献することが可能となる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の実施例について、図面を用いて詳細に説明する。まず、電子デバイスのひとつである磁気ヘッドの加工例を用いて説明する。図11は磁気ヘッドの概略断面図である。磁気ヘッド基板11の上には、素子部12が積層して形成される。絶縁膜を主体とする素子部12には、シールド18、磁気抵抗素子からなる再生素子部17が埋め込まれ

50

、さらに、下部磁極 14、上部磁極 15、およびコイル 16 からなる記録素子部が埋め込まれている。

【0019】

図 11 において、磁気ヘッド基板 11 の側から再生素子部、記録素子部が順次積層して形成される。その後、図 11 に示す浮上面 13 を研磨して平坦化する。

【0020】

磁気ヘッドで使用される材料としては、一般的には、基板 11 の材料として Al_2O_3-TiC (アルミナ・チタン・カーバイト) が、素子部 12 に用いられる絶縁膜及び保護膜の材料として Al_2O_3 (アルミナ) が、シールド膜及び磁極などにパーマロイなどの軟質磁性金属からなる複合材料がそれぞれ用いられる。そして、これら素材のビッカース硬度は、 Al_2O_3-TiC (アルミナチタンカーバイト) が約 2000 Hv、 Al_2O_3 (アルミナ) が約 1000 Hv、パーマロイが約 200 Hv である。

10

【0021】

かかる構成の磁気ヘッド浮上面形成のための研磨方法としては、例えば、ワークである複数の磁気ヘッドが一行に配列されてなる短冊状のローバーをワークとし、回転した状態で研磨液が供給される定盤上でワークを自公転させながら研磨する方式や、定盤上でこのワークを揺動させながら研磨する方式がある。

【0022】

このようなよく知られた研磨方法を用いて磁気ヘッドの表面を研磨した場合、磁気素子部での各部の材料特性の違いから生じる研磨速度の違いにより、研磨された磁気ヘッドの表面に凹凸が発生する。さらに、パーマロイからなる磁気素子の硬度が小さいため、研磨によってスクラッチ傷が形成される場合がある。

20

【0023】

このようなスクラッチが発生する要因について説明する。磁気ヘッド浮上面の研磨においては、軟質金属製の研磨定盤に保持された研磨粒子(砥粒)の作用により実切込量の小さい加工が行われ、加工段差が小さく、平滑なデバイス面が得られるものと考えられる。しかしながら、砥粒は軟質金属からなる定盤の表面上に、金属の塑性変形により機械的に保持されているに過ぎない。このため、研磨中には定盤の表面から砥粒が脱落などして転動砥粒となり、これによる作用が生じる。

【0024】

さらに、今後も磁気ヘッド表面の平滑化と低ダメージ加工を行うには、一般的には、より小さな砥粒を用いるが、砥粒径を小さくしていくと、砥粒の定盤への固定化が困難になり工具作製に多大な時間を要すると同時に、砥粒の固定力(保持力)は急激に低減しスクラッチ傷の発生を抑制することができないと予測される。

30

【0025】

本発明は、このような技術的課題を解決するために、すなわち磁気ヘッド等をはじめとする複合材料からなる電子デバイスや GaN 等の化合物半導体材料等の研磨加工における不具合を考慮するために開発されたものであり、効率の良い研磨工具の作製を実現するとともに、デバイス特性に影響する粗さ・スクラッチ、更には、加工に伴う表面ダメージを低減する研磨工具(定盤)及びその製造方法を提供するものである。

40

【0026】

以下に、本発明に関する研磨工具の作製法について磁気ヘッドデバイスと GaN 基板を例にして、それぞれ詳細に説明する。

【実施例 1】

【0027】

図 3 は、従来用いられている電子デバイスや化合物半導体基板用研磨工具の作製方法である。はじめに従来の方法により作製された定盤上の研磨粒子(砥粒)の固定化状態を詳細に調査した結果について述べる。図 3 の工程に従い、一例として以下のような条件で定盤の作製を行った。

【0028】

50

第1の定盤表面処理工程では、ひとつの方法として、約15インチサイズの錫合金定盤を、定盤フェーシング機能を有する定盤修正機能付き研磨装置に設置し、ダイヤモンドバイト工具により定盤表面の形状修正を行った。定盤半径方向における平坦度は約1 μm 以内、より好ましくは0.5 μm 以内になるよう形状を修正した。

【0029】

次に、溝ピッチが100 μm 以内で、かつ溝深さが50 μm 以内になるようにスパイラル形状の微細な溝を該定盤上に形成した。溝形成後に生じるバリ等は、さらに適切なダイヤモンドバイトにより除去するか、研磨クロスのような不織布を用いて十分に取り除いた。

【0030】

次に、第2の工程で行われる研磨スラリーを使用した研磨粒子の固定化方法について説明する。固定化方法の概要を図4に示す。研磨粒子を分散したスラリー2を研磨定盤1上にチューブポンプ21を用いて滴下しながら、かつ高純度アルミナを基材とした研磨粒子固定化治具3を、該定盤1上に設置し、適宜該治具3上に錘を乗せるなどして荷重を印加しつつ、定盤1を回転させた。定盤回転数は100rpm以下で調整した。

【0031】

同時に該治具3は回転支持ガイドローラにより保持されながら回転することにより、定盤表面と該治具3の接地面に研磨スラリー2が引込まれ、該治具3による押圧摺動過程において、研磨粒子が定盤上に順次固定されていくものである。

【0032】

図5は研磨粒子4の固定化の様子を示したものである。本実施例で用いた研磨スラリー2としては、主剤としてパラフィン系飽和炭化水素基油に、平均砥粒径が約100nmの単結晶ダイヤモンド粒子を分散させたものを使用した。上記の手順に従い、十分にダイヤモンド粒子4が定盤表面に固定化されるよう固定化時間は1時間以上とした。

【0033】

次に、該ダイヤモンド粒子4がいかに定盤表面上に固定化されているかを詳細に調べるために、該定盤表面の一部を取り出し、表面の状態を走査形電子顕微鏡、及び透過電子顕微鏡を使用して観察を行った。電子顕微鏡には、日立ハイテクノロジー製高分解能走査形電子顕微鏡S-5200を使用し、透過電子顕微鏡には、電界放出形透過電子顕微鏡、FE-TEM(HF2000)を使用した。

【0034】

走査形電子顕微鏡の観察結果より、図6に示すように、ダイヤモンド粒子は、数個~10数個/ μm^2 の割合で定盤面に、ほぼ一様に分布していることを確認した。さらに、該粒子4が定盤1の深さ方向にいか固定化されているかを、透過電子顕微鏡を用いて断面観察を行った。この様子を図5に示す。

【0035】

固定化の状態としては、砥粒径の約2/3程度が定盤面から埋込まれているのが確認された。また、ダイヤモンド粒子4と、該定盤面は隙間無く密着している状態ではないことが確認された。該隙間の状態観察から非晶質の状態であること、及び元素分析の結果からは、該隙間部分には、主としてカーボンを中心とした元素が検出されることから、主にスラリー中の溶媒成分が固定化の過程で巻き込まれていると考えられる。

【0036】

また、図5に示すように、該隙間部分の厚さは、上記したいくつかの断面観察像から、およそ10~50nmの範囲であることが確認された。その他、本断面観察から得られた情報としては、該錫合金定盤1の表面には、3~10nm程の酸化膜が一様に形成されていることが確認された。

【0037】

しかしながら、従来の研磨工具作製方法では、このように固定化された研磨粒子4の効果は限定的であった。すなわち被研磨対象である電子デバイスの表面にスクラッチ、粗さの増大が生じる場合や、研磨工具の使用寿命が極端に短くなる場合等があり、量産上の課題として指摘されてきた。このような問題が生じる原因としては、研磨中における該研磨

10

20

30

40

50

粒子 4 の脱落や変動、定盤 1 内への更なる埋没現象等が、研磨加工使用後の定盤 1 について、電子顕微鏡観察による砥粒 4 の状態観察や原子間力顕微鏡（AMF）観察による該砥粒 4 の砥粒突き出し量の計測結果等から推定されている。

【0038】

以上の研磨粒子固定化状態の観察結果を考察、吟味した結果として、発明者らは、固定化された研磨粒子（砥粒）の固定力を、従来に比して増大せしめることが、上記課題の根本的解決策であると考えに至った。そこで、発明者らは固定力を増大させる一手段として、上記した如く研磨粒子一定盤間の界面に介在する厚さ 10～50nm 程の溶媒成分（液）層を化学的に固相状態に相変換させ、該研磨粒子の固定力を増大させることが、研磨粒子の脱落や変動を防止することになるという発明に至った。

10

【0039】

次に、研磨スラリーの溶媒成分、つまりパラフィン系炭化水素オイルを固相化するための相変換材料の選択として、発明者らは、液体を固相化状態、すなわちゲル化するゲル化剤の機能に着目した。一般にゲルとは、高分子網目の中に該溶媒を含んだ状態であり、化学的な共有結合、水素結合、疎水結合、イオン結合等の分子間相互作用により形成されるものである。このような機能により、コロイド粒子等は運動性を失い、集合して固化した状態に変化する。

【0040】

ゲルには 2 種類の分類があり、ひとつは熱可逆的ゲルと呼ばれ水素結合や疎水相互作用、配位結合などの弱い 2 次的結合により架橋し網目状のゲル構造を形成するため、加熱により 2 次的結合が切れ、流動性のあるゾルに戻る。もうひとつは熱不可逆的ゲルであり、強固な共有結合により網目構造を形成するため加熱しても共有結合は切れることはなく、いったん形成されたゲルはゾルへは変化しない。このようなことから、熱可逆的ゲルは物理的ゲル、熱不可逆的ゲルは化学的ゲルとも呼ばれている。本技術課題の解決には、熱不可逆的ゲルが好ましいが、用途においては熱可逆的ゲルにおいてもほぼ同様の効果を期待できる。

20

【0041】

本実施例では、相変換材料として、熱不可逆的ゲルであり、かつパラフィン系飽和炭化水素の基油をゲル化する機能を有するゲル化剤に着目し、まず、金属せっけんの一種である 2-エチルヘキサン酸塩を選択し、その効果を確認した。上記したようにゲルは、網目状のいわゆるネットワーク組織を形成することから、従来のスラリー溶媒中の成分のみが砥粒と共に埋没し介在している状態（非晶質）とは異なるため、相変換材料層（ゲルグリップ層）の判別が可能である。図 1 にこの状態を示す。

30

【0042】

従来の技術課題を解決するために、本発明では、図 1 に示すごとく研磨工具作製工程において、相変換材料であるゲル化剤を適宜、潤滑剤とともに該定盤表面に供給しつつ、研磨粒子と、該定盤間の界面に介在する溶媒成分（液相）を固相化すること、すなわちゲルによるグリップ層 5（相変換材料層 5）を形成することが主目的である。

【0043】

本ゲル化剤は、初期粉末状態のため、該潤滑剤中に混合攪拌し溶解せしめた後に、該定盤面に供給しながら、処理を行いつつ、ゲル化剤成分を徐々に溶媒成分中に浸透させることが重要である。しかし、潤滑剤として用いる基油も、研磨スラリーに用いている溶媒成分と同等もしくは類似のものが主流のため、ゲル化剤を投入後に、ゲル化に要する時間の制御が重要である。

40

【0044】

まず、パラフィン系飽和炭化水素オイル潤滑剤の粘度とゲル化時間の関係を調べた。その結果を図 7 に示す。粘度 2.5mPa・s 以上の潤滑剤（パラフィン系飽和炭化水素オイル）では、オイル重量に対してゲル化剤の投入量が、約 5% の場合、室温（25℃）においてゲル化に要する時間は、約 10 時間以上となり、比較的短時間にはゲル化しないことが確認された。

50

【0045】

すなわち、ゲル化剤を混合した潤滑剤も一定時間は通常のコンディショニングと同様の作業が可能であることが確認できた。また、同様に、ゲル化剤を投入した潤滑剤の加温状態（60℃）、及び冷却状態（15℃）におけるゲル化時間を比較した。加温することで、ゲル化時間は短縮され、また、冷却することによってゲル化時間は延長することが確認された。

【0046】

このようなゲル化剤の化学的特性は、本処理工程の制御・適正化を適宜行う上でも好ましいものである。すなわち、定盤材質、研磨粒子径、治具材質等の様々な条件により、定盤表面の処理に要する時間を適宜延長したい場合は、潤滑剤を冷却すればよく、また、定盤表面相変換完了後に、ゲル化に要する時間を短縮したい場合は、適宜加温することで工程の制御が可能になると考えられる。

10

【0047】

次に、パラフィン系飽和炭化水素オイル溶媒の相変換（ゲル化）による固定化力への影響評価を、垂直方向引張り試験法による接着力の評価により試みた。詳細を以下に説明する。ダイヤモンドと、定盤材である錫の間における接着力を、単結晶ダイヤモンドと錫の各試験片を用意し検討を行った。

【0048】

ダイヤモンドは大きさ5mm□（面積：25mm²）×厚さ1mmの単結晶ダイヤモンド（111）面を用意した。錫材については、表面粗さを通常の研磨工具作製時と同等の粗さに調整した。まず、パラフィン系飽和炭化水素オイル溶媒に対して、約5%重量の2-エチルヘキサン酸塩からなるゲル化剤を投入し、混合攪拌させ溶解させた。その後、適量を錫材試験片上に少量滴下し、上記ダイヤモンド試験片をすみやかに設置し、両面をすり合わせながら、接着面の溶媒層厚みが均一になるようにした後、静置した。

20

【0049】

上記したようにゲル化時間は、加温することで短縮できるため、同サンプルを60℃に設定したホットプレート上で30分程度加温しゲル化を完了させた。ゲル化の完了を確認したうえで、同ダイヤモンド試験片部分に対して、垂直方向の引張り試験を行い、ダイヤモンド試験片の剥離時の荷重を評価した。剥離荷重の算出は10回試験を行い、その平均値を算出した。

30

【0050】

接着力の比較のために、潤滑剤オイルのみによる表面張力の影響と、一般的な用途に用いられている両面テープ（日東電工製両面テープ、接着層厚さ0.17mm）による接着力を評価した。図8に試験結果を示す。ゲル化剤により固相化したゲル層による接着強度は、両面テープには僅かに劣るものの、オイル単独の表面張力に比べて、20倍程度の接着力を有することを確認した。

【0051】

すなわち、ダイヤモンド粒子と錫定盤間に介在するオイル溶媒成分を、ゲル化により固相化することにより、すなわちゲルグリップ層を形成することにより該研磨粒子と錫定盤材の間の接着力が高まり、これにより研磨粒子（砥粒）の固定力を増大せしめることが原理的に可能であることを、本実施例により確認した。

40

【実施例2】

【0052】

上記実施例に基づき、本発明による図2の研磨工具の作製工程に従い、磁気ヘッドデバイス用の研磨工具（定盤）を作製し、その後、磁気ヘッドデバイスの加工評価を行った。具体的には、15インチサイズの錫合金定盤を用意し、該定盤表面の平面度修正及び溝作製を順次行った後、平均砥粒系約100nmの単結晶ダイヤモンド粒子を分散させたパラフィン系飽和炭化水素オイルを基油とする研磨スラリーを使用し、ダイヤモンド粒子の固定化作業、洗浄作業を実施した。

【0053】

50

定盤表面を十分乾燥させた後、粘度 2.6 mPa・s のパラフィン系飽和炭化水素オイルからなる潤滑剤に、2-エチルヘキサン酸塩からなるゲル化剤 5% 重量を投入し、混合攪拌し溶解させた。その後、スラリー用チューブを介して定盤表面上に該ゲル化剤含有潤滑剤を供給させつつ、押圧摺動治具を設置し、定盤と治具を回転させながら、相対運動によるすり合わせ作業（いわゆる定盤表面の相変換処理作業を含むコンディショニング作業）を、一定時間実施した。

【0054】

実施時間は、よりゲル化剤成分を研磨粒子と定盤の間の間隙に浸透せしめるために、好ましくは1時間以上であるが、適宜増減が可能である。コンディショニング作業終了後は、再度定盤面から、潤滑剤成分残りを洗浄し取り除いた。

10

【0055】

このようにして作製した該研磨工具を用いて電子デバイスのひとつである磁気ヘッドの研磨加工評価を行った。研磨試料となる磁気ヘッドをポリウレタン系の弾性体を介して治具に保持させ、各研磨定盤に 10~100 g 重の範囲内の一定荷重で押しつけながら加工した。研磨工具の回転数は概ね 10 rpm 以下とした。また、潤滑剤（仕上げ液）としては、パラフィン系炭化水素オイルのみを使用し、加工量は約 30 nm 以上とした。

【0056】

加工後の磁気ヘッド表面におけるスクラッチ、及び表面粗さの評価には、日立製作所製電子顕微鏡 S5200 の 2 次電子像で、測定倍率 1~5 万倍による観察、及び米国 Digital Instruments 社（現在の Veeco 社）製原子間力顕微鏡（AFM）Nanoscope IIIa、D3100 で先端径 10 nm のシリコン単結晶プローブを用いた。

20

【0057】

表面粗さは、磁気素子部上の最も硬度が小さい部分（例えば上部シールド部分）を測定面積約 $0.7 \times 2 \mu\text{m}^2$ で評価した。また、研磨工具寿命については、研磨能率を磁気素子の抵抗値を加工前後に計測し、加工量に換算して評価を行いながら、研磨能率の推移を調べ、工具として連続して使用可能な積算時間を求めた。本実施例の加工結果を図 10 に示す。研磨加工後の磁気デバイス表面の粗さ及びスクラッチにおいて優れた結果が得られと同時に、本研磨工具（定盤）の使用壽命も大幅に改善された。

【実施例 3】

30

【0058】

次に、化合物半導体材料である GaN 基板の研磨加工を実施した。上記の「特許文献 3」に記載のごとく、GaN 基板表面の仕上げ研磨工程は、上で述べた磁気ヘッドの場合と、ほぼ同様の研磨加工方法が実施されている。すなわち、錫系の軟質金属定盤と、平均粒径 100 nm 前後の微細なダイヤモンド砥粒を用いた固定砥粒研磨方法が主な製造手段となっている。

【0059】

使用する研磨粒子は、GaN 基板の耐薬品性が強いことからダイヤモンド砥粒が主流である。GaN 基板は LED やパワーデバイス用途に作製されるが、磁気ヘッドと同様に基板の表面粗さや、スクラッチを低減することが上記デバイス特性の向上においても不可欠な課題となっている。

40

【0060】

本実施例では、2 インチサイズの GaN 基板を用いて、仕上げ研磨工程における本発明の効果を確認した。磁気ヘッドの場合と同様に、15 インチサイズの錫合金定盤を用意し、該定盤表面の平面度修正及び溝作製を順次行った後、平均砥粒系約 100 nm の単結晶ダイヤモンド粒子を分散させたパラフィン系飽和炭化水素オイルを基油とする研磨スラリーを使用し、ダイヤモンド粒子の固定化作業、洗浄作業を実施した。

【0061】

定盤表面を十分乾燥させた後、粘度 2.6 mPa・s のパラフィン系飽和炭化水素オイルからなる潤滑剤に、2-エチルヘキサン酸塩からなるゲル化剤 5% 重量を投入し、混合攪

50

拌し溶解させた。その後、スラリー用チューブを介して定盤表面上に該ゲル化剤含有潤滑剤を供給させつつ、押圧摺動治具を設置し、定盤と治具を回転させながら、コンディショニング作業を、約1時間実施した。コンディショニング作業終了後は、再度定盤面から、潤滑剤成分残りを洗浄し取り除いた。

【0062】

このようにして作製した該研磨工具を用いてGa₂N基板の研磨加工評価を行った。あらかじめ治具に接着し、平均粒径1 μm前後のダイヤモンド砥粒を含んだスラリーを使用し前加工処理を施したGa₂N基板を、本発明の手順で作製された研磨定盤にのせ、約200 g/cm²重の面圧で押しつけながら加工した。研磨工具（定盤）の回転数は概ね10～20 rpmの範囲とした。また、潤滑剤（仕上げ液）は、Ga₂N基板の洗浄性の点から、エチレングリコールを使用した。

【0063】

加工後のGa₂N基板表面におけるスクラッチの評価は、目視または微分干渉顕微鏡を用い、粗さの評価には、米国Digital Instruments社（現在のVeeco社）製原子間力顕微鏡（AFM）Nanoscope IIIa、D3100で先端径10 nmのシリコン単結晶プローブを用いた。

【0064】

上記の研磨条件の場合、スクラッチの発生は2インチ基板面内において1本以下、表面粗さは磁気ヘッドとほぼ同様に、0.1～0.2nmRaの粗さが得られ、本基板が使用されるLEDやパワーデバイスにとって好適な結果が得られた。

【実施例4】

【0065】

パラフィン系飽和炭化水素オイル溶媒を、相変換により固相化が可能なゲル化剤としては、上記実施例で使用した2-エチルヘキサン酸塩のような金属せっけん類では、その他にステアリン酸塩、パルチミン酸塩、12ヒドロキシステアリン酸塩が可能であった。

【0066】

これらは一般にグリースの増ちょう剤であるが、数%程度の添加により、ゲル化が可能であった。また、アミノ酸系オイルゲル化剤であるラウロイルグルタミン酸ジブチルアミド、ジカプロイルジンラウリルアミド及びその塩類は、炭化水素系オイルの他に、鉱油類、同植物油のゲル化も可能であった。

【0067】

ジベンジリデンソルビトールは、各種有機溶媒類に微量添加して増粘・チキソトロピー性付与効果を示し、塗料の粘度調整剤として用いられているが、少量（1%程度）添加でのゲル化が可能であった。12-ヒドロキシステアリン酸は、アミノ酸系オイルゲル化剤と同様、油や非極性溶媒をよくゲル化するが、オイルゲルの硬度はややアミノ酸系ゲル化剤よりも劣るため、同等の強度を得るには、添加量を適宜増量することが好ましい。

【0068】

次に、このようなゲルの物性を定量化し、接着強度との関係を調べた。ゲルの物性評価には、ゲルの強度（硬さ）をSMS社製のテクスチャーアナライザーTA-XTP1usを使用した。Φ10mmのシリンダープローブを各ゲル化剤により固化したゲルに圧縮貫入させ、ゲルの硬さを評価した。圧縮条件は、ロードセル5kg、シリンダープローブの移動速度は1mm/secとした。

【0069】

このようにして測定した各ゲルの硬さ(g/cm²)と、（実施例3）で述べた方法による各ゲル化剤の接着強度との関係を求めたものが図9である。上記した各ゲル化剤を用いて作製した研磨定盤による試験結果等も考慮した結果、砥粒の保持力を従来よりも高めるためには接着強度0.1MPa以上が好ましいことが確認された。このためにはゲル硬さとして80 g/cm²以上が必要であり、現存するオイルゲル化剤を用いた場合では硬さの上限は、上記手法を用いた場合において300 g/cm²程度であった。

【0070】

10

20

30

40

50

また、原理試験に基づく接着強度が砥粒保持力へ及ぼす効果の確認を、（実施例１）の図６で述べたように、研磨加工に使用後の砥粒の保持状態を日立ハイテクノロジー製高分解能走査形電子顕微鏡Ｓ－５２００により観察し比較を行った。研磨加工時間は、従来方法において、寿命となる１００min後の状態を観察した。

【００７１】

図８および図９に示す結果に基づいて接着強度を評価した。接着強度が０．１ＭＰａ以下では、研磨加工に使用後の砥粒脱落や埋没数は、現状の方法と比較してほとんど差が認められなかった。一方、０．１ＭＰａ以上のゲル化剤を使用した場合では、砥粒の脱落や埋没等の変動はほとんど見られず、ゲル化剤による砥粒保持力に対する効果を確認した。また、上記した各ゲルは、ゲル化材の種類や添加量の増減により、ゲルグリップ層の硬度と粘性が適宜可変であり、脆性材料や延性材料等といった被削材の種類・特徴や、工具母材・加工条件に応じて調整が基本的には可能であり、研磨製造工程の安定化においても好ましい特性を有するものであることを確認した。

【図面の簡単な説明】

【００７２】

【図１】研磨粒子と研磨工具母材の界面に存在する相変換材料層を示す図である。

【図２】本発明による研磨工具作製の基本工程を示す図である。

【図３】従来方法による研磨工具作製工程を示す図である。

【図４】研磨粒子（砥粒）の埋込み方法の概要を示す図である。

【図５】従来の研磨粒子（砥粒）の埋込み状態を示す図である。

【図６】電子顕微鏡による研磨粒子埋込み状態の観察結果を示す図である。

【図７】潤滑剤粘度と、ゲル化に要する時間の関係を示す図である。

【図８】ゲル化による接着強度の比較結果を示す図である。

【図９】ゲル硬さと接着強度の関係を示す図である。

【図１０】本発明の研磨工具による加工結果を示す図である。

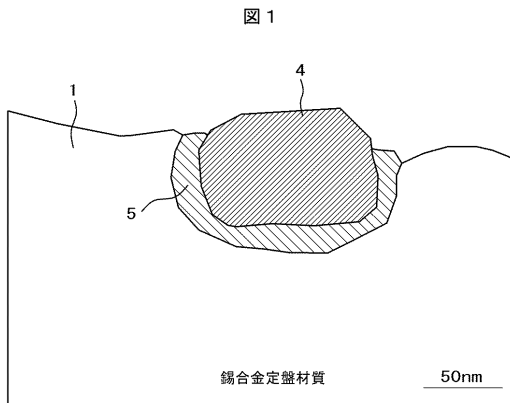
【図１１】磁気ヘッドの概略断面図である。

【符号の説明】

【００７３】

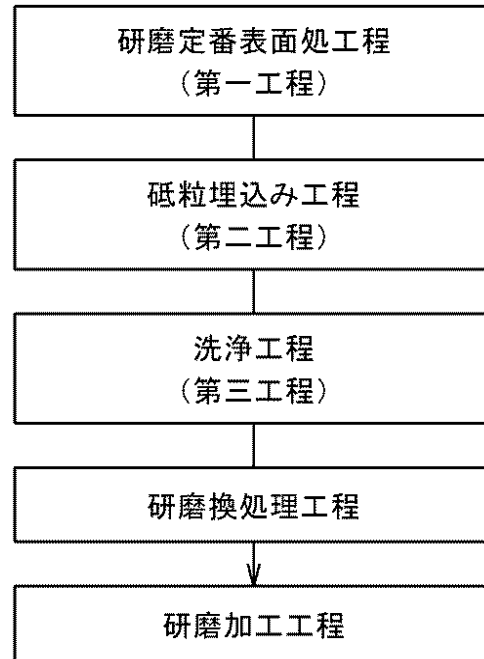
１…定盤、２…研磨スラリー、３…押圧摺動治具、４…研磨粒子、５…相変換材料層、１
１…磁気ヘッド基板、１２…素子部、１３…浮上面、１４…下部磁極、１５…上部磁極、
１６…コイル定盤、１７…磁気抵抗素子、１８…シールド、２１…チューブポンプ。

【図 1】



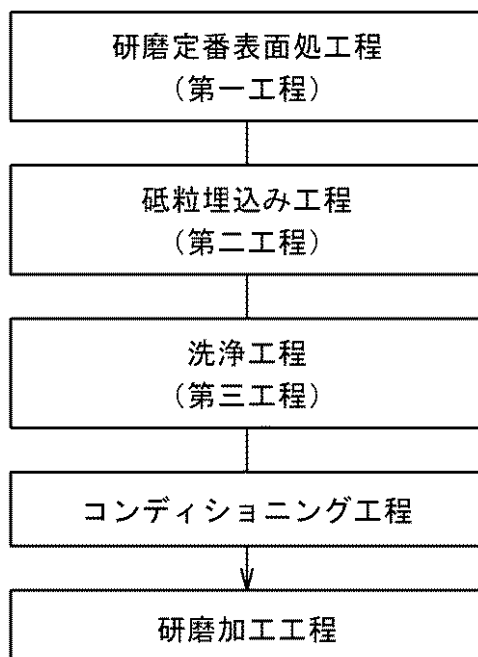
【図 2】

図 2



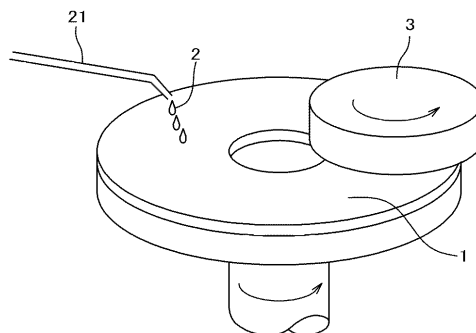
【図 3】

図 3



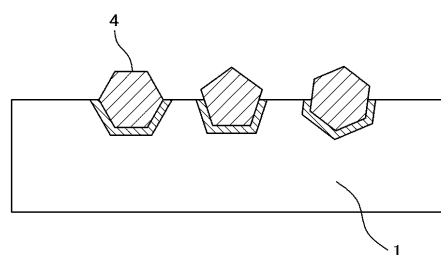
【図 4】

図 4



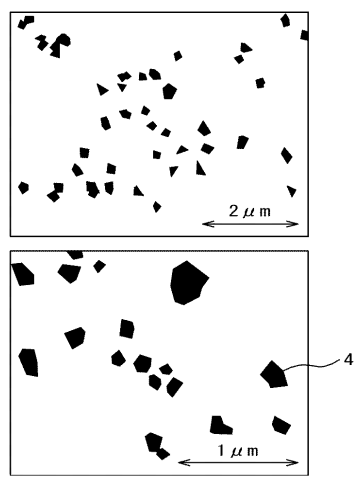
【図 5】

図 5



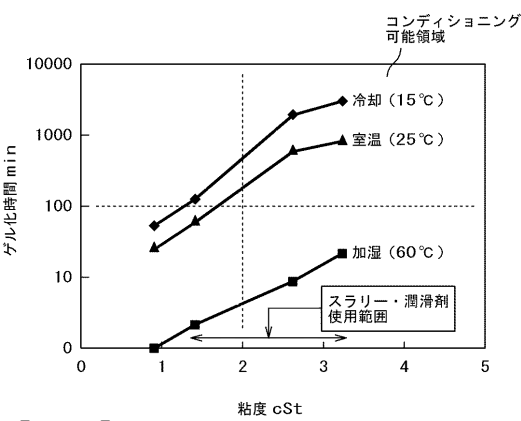
【 図 6 】

図 6



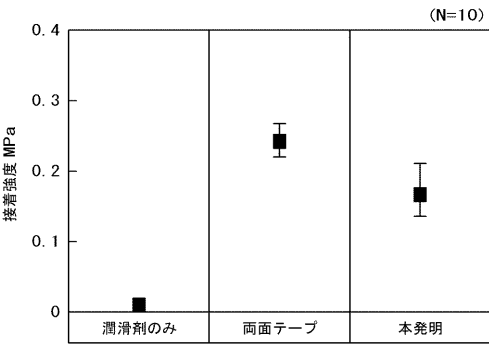
【 図 7 】

図 7



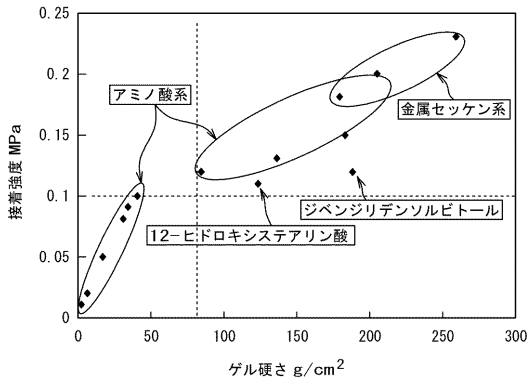
【 図 8 】

図 8



【 図 9 】

図 9



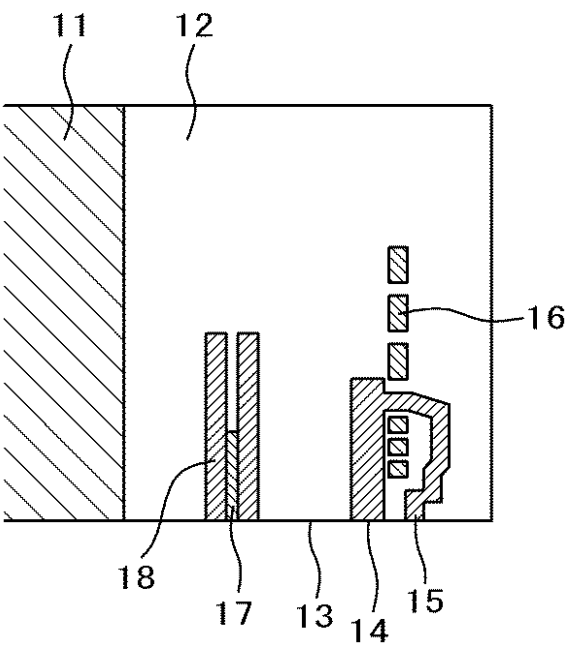
【 図 1 0 】

図 1 0

項目	表面粗さ Ra	スクラッチ発生率	工具寿命
従来方法	0. 2～0. 3nm	1 %	100min
本発明	0. 15～0. 25nm	0. 1 %以下	300min

【 図 1 1 】

図 1 1



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
G 1 1 B	5/60	(2006.01)	C 0 9 K	3/14 5 5 0 D
			C 0 9 K	3/14 5 5 0 Z
			G 1 1 B	5/84 A
			G 1 1 B	5/60 U

Fターム(参考) 5D042 RA02
5D112 AA02 AA24 GA14