

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4064587号
(P4064587)

(45) 発行日 平成20年3月19日(2008.3.19)

(24) 登録日 平成20年1月11日(2008.1.11)

(51) Int.Cl.

F I

C 0 9 K 3/14 (2006.01)

C 0 9 K 3/14 5 5 O D

G 1 1 B 5/84 (2006.01)

C 0 9 K 3/14 5 5 O Z

G 1 1 B 5/84 A

請求項の数 9 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-315059
 (22) 出願日 平成11年11月5日(1999.11.5)
 (65) 公開番号 特開2001-131535(P2001-131535A)
 (43) 公開日 平成13年5月15日(2001.5.15)
 審査請求日 平成17年8月26日(2005.8.26)

(73) 特許権者 000002004
 昭和電工株式会社
 東京都港区芝大門1丁目13番9号
 (73) 特許権者 000178310
 山口精研工業株式会社
 愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後153
 番地
 (74) 代理人 100075409
 弁理士 植木 久一
 (74) 代理人 100067828
 弁理士 小谷 悦司
 (72) 発明者 石飛 健
 長野県塩尻市大字宗賀1番地 昭和電工株
 式会社 塩尻工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

水、研磨剤粉末としてのアルミナを1～30質量%、有機ホスホン酸系キレート性化合物を0.01～5質量%、および有機酸と有機酸塩とを含む研磨促進剤を0.01～10質量%含有することを特徴とする磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項2】

前記有機ホスホン酸系キレート性化合物は、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸、ホスホノヒドロキシ酢酸、ヒドロキシエチルジメチレンホスホン酸、アミノトリスメチレンホスホン酸、ヒドロキシエタンジホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ヘキサメチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、及びこれらの塩よりなる群から選択される少なくとも一種である請求項1に記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項3】

前記有機酸は、乳酸、リンゴ酸、クエン酸、またはグルコン酸である請求項1または2に記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項4】

前記有機酸塩は、有機酸のアルカリ金属塩、またはアンモニウム塩である請求項1～3のいずれかに記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項5】

研磨用組成物全体に占める有機酸の比率が0.003質量%以上である請求項1～4の

いずれかに記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項 6】

pH 値は 2 ~ 6 である請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項 7】

Ni - Pメッキされているアルミニウム磁気ディスク面の研磨に使用されるものである請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の磁気ディスク研磨用組成物。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の研磨用組成物を用いて磁気ディスク面を研磨する磁気ディスク研磨方法。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の研磨方法を用いて研磨する工程を含む磁気ディスク基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金属、プラスチック、ガラス等を精密研磨仕上げするのに用いられる研磨用組成物に関し、詳細にはコンピューターのハードディスクドライブに組み込まれる磁気ディスクの研磨用組成物に関するものである。本発明の研磨用組成物を用いれば、Ni - P 等がメッキされているアルミニウム磁気ディスク基板面を研磨するに当たり、速い研磨速度で、しかも表面欠陥のない高品質の鏡面仕上げ面が得られる点で非常に有用である。

【0002】

【従来の技術】

従来より、研磨速度が速く、しかも高品質の表面が得られるアルミニウム磁気ディスク面研磨用組成物が種々提案されている。

【0003】

例えば、研磨速度を高く維持しつつ、しかもピット、突起、スクラッチ等の表面欠陥のない高品質な研磨面を得る為の組成物として、グルコン酸や乳酸、これらの金属塩からなる研磨促進剤を含む組成物（特開平 2 - 8 4 4 8 5）；モリブデン酸塩及びアルミニウム塩の研磨促進剤を含む組成物（特開平 5 - 3 1 1 1 5 3）；ペーマイトと、ポリアミン系キレート化合物またはポリアミノカルボン酸系キレート化合物を含む組成物（特開平 1 1 - 9 2 7 4 9）等が開示されている。

【0004】

一方、急速に発展するコンピューターのハード分野では、ハードディスクドライブでの磁気ヘッドと磁気ディスクの間隙（所謂フライングハイト）を狭くすれば記録密度を一層高めることができるという実情を反映して、今までよりも更に高品質な仕上げ面を有するディスクの提供が切望されている。記録密度を高くする為には、ディスクの平面度や平坦度が良好で、しかも面粗さ（Ra）が小さく、ピットや突起、スクラッチ、更にディスク外周端部に生じる縁ダレがない等の特性を有することが必要である。なかでも Ra：約 15 A 以下が要求される高品質の研磨面においては、従来では許容されていた極微小ピットや突起であっても、所望の特性を得るには問題となることから、こうした要求特性にも満足し得る高品質仕上げ可能な研磨用組成物の提供が切望されている。しかしながら、前記組成物を含め、従来の研磨用組成物では、この様な高度の要求特性を満足するには未だ不十分であった。

【0005】

【本発明が解決しようとする課題】

本発明は上記事情に着目してなされたものであり、その目的は、高い研磨速度を維持しつつ、しかも表面欠陥のない高品質な研磨面が得られる研磨用組成物を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決し得た本発明の研磨用組成物は、水、研磨剤粉末、及び有機ホスホン酸系

10

20

30

40

50

キレート性化合物を含有するところに要旨を有するものである。

【0007】

ここで、上記有機ホスホン酸系キレート性化合物が、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸、ホスホノヒドロキシ酢酸、ヒドロキシエチルジメチレンホスホン酸、アミノトリスメチレンホスホン酸、ヒドロキシエタンジホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ヘキサメチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、及びこれらの塩よりなる群から選択される少なくとも一種であるもの；研磨用組成物全体に占める有機ホスホン酸系キレート性化合物の比率が合計で0.01～5質量%であるものは本発明の好ましい態様である。

【0008】

また、上記研磨剤粉末としてはアルミナ、シリカ、チタニア、ジルコニア等が使用されるが、特にアルミナの使用が推奨される。

【0009】

本発明の研磨用組成物には、更に研磨促進剤を含有することが好ましい。ここで、上記研磨促進剤が、有機酸またはその塩、及び無機酸塩よりなる群から選択される少なくとも一種であるもの；研磨用組成物全体に占める研磨促進剤の比率は合計で0.01～10質量%であるものは本発明の好ましい態様である。

【0010】

また、上記研磨促進剤のうち有機酸としては、乳酸、リンゴ酸、クエン酸、またはグルコン酸が好ましい。

【0011】

更に、上記研磨用組成物を用いて磁気ディスク面を研磨する研磨方法も本発明の範囲内に包含される。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明者らは、高い研磨速度を維持しつつ、しかも表面欠陥のない高品質な研磨面であって、近年における高度の要求特性をも満足し得る研磨用組成物を提供すべく鋭意検討してきた。その結果、研磨用組成物中に有機ホスホン酸系キレート性化合物を含有するものは所期の目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成した。

【0013】

即ち、本発明の研磨用組成物は、水、研磨剤粉末、及び有機ホスホン酸系キレート性化合物を含有するものであるが、このうち有機ホスホン酸系キレート性化合物を使用したところに本発明の最重要ポイントが存在する。本発明者らの検討結果によれば、上記キレート性化合物は酸性度が高く、併用する研磨促進剤（後記する）と相俟ってディスク表面のNi-Pメッキ層等に作用して研磨効果を著しく高めると同時に、形成された研磨屑のNiイオンと錯体化し、所謂キレート効果により、ディスク面への研磨屑（NiP）の再付着（突起として観察される）を防止する効果も奏する。従って、有機ホスホン酸系キレート性化合物を用いれば、有害な研磨屑を研磨液と共に速やかに排出するというメリットも得られる。

【0014】

本発明に用いられる有機ホスホン酸系キレート性化合物としては、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸（以下「PBTC」と略記する）、ホスホノヒドロキシ酢酸、ヒドロキシエチルジメチレンホスホン酸、アミノトリスメチレンホスホン酸（以下、「NTMP」と略記する）、ヒドロキシエタンジホスホン酸（以下、「HEDP」と略記する）、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ヘキサメチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸等が挙げられる。本発明では、これらの塩類も用いられ、例えばアルカリ金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩等）、アンモニウム塩、有機アミン塩（モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン等のアルキルアミン類；モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モノイソプロパノールアミン、ジメチル

10

20

30

40

50

エタノールアミン等のアルカノールアミン類；ピリジン等）等を使用することができる。これらの有機ホスホン酸系キレート性化合物は、単独で使用しても良いし、或いは２種以上併用しても構わない。

【 0 0 1 5 】

研磨用組成物全体に占める有機ホスホン酸系キレート性化合物の比率は合計で 0 . 0 1 ~ 5 質量%の範囲であることが好ましい。0 . 0 1 質量%未満では、研磨速度向上効果が得られない。より好ましくは 0 . 0 5 質量%以上である。但し、5 質量%を超えるとピット、突起等の表面欠陥が発生する。より好ましくは 2 質量%以下である。

【 0 0 1 6 】

また、本発明に用いられる研磨剤粉末はアルミナが好ましい。上記アルミナは結晶系に係なく、 α -アルミナ、 β -アルミナ、 γ -アルミナ等を用いることができるが、なかでも研磨速度の高い α -アルミナの使用が推奨される。また、アルミナの粒子径は、平均粒子径で 0 . 0 2 ~ 5 μ m の範囲であることが好ましく、要求される面粗差等に応じて所望の粒径のものを適宜選択することができる。研磨用組成物全体に占めるアルミナの比率は 1 ~ 3 0 質量%であることが好ましい。より好ましくは 3 質量%以上、2 0 質量%以下である。

【 0 0 1 7 】

以上が本発明の研磨用組成物を構成する基本成分であるが、本発明では、更に研磨効果を高める目的で、研磨促進剤を含有しても良い。本発明に用いられる研磨促進剤としては、有機酸またはその塩、及び無機酸塩よりなる群から選択される少なくとも一種であることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

このうち有機酸としては、飽和脂肪族カルボン酸（乳酸等）、飽和脂肪族ジカルボン酸（マロン酸、コハク酸、アジピン酸、リンゴ酸、酒石酸等）、飽和脂肪族トリカルボン酸（クエン酸等）、不飽和脂肪族ジカルボン酸（フマル酸等）、アミノ酸（グリシン、アスパラギン酸等）、グルコン酸、ヘプトグルコン酸、イミノ二酢酸が挙げられ；有機酸塩としては、上記有機酸のアルカリ金属塩（カリウム塩、ナトリウム塩等）、アンモニウム塩等が挙げられる。これらは単独で使用しても良いし、2 種以上を併用しても構わない。また、無機酸塩としては、硫酸塩（硫酸ナトリウム、硫酸マグネシウム、硫酸ニッケル、硫酸アルミニウム、硫酸アンモニウム等）、硝酸塩（硝酸ニッケル、硝酸アルミニウム、硝酸アンモニウム、硝酸第二鉄等）、塩化アルミニウム、スルファミン酸ニッケル等が挙げられる。これらは単独で使用しても良いし、2 種以上を併用しても構わない。また、上記有機酸またはその塩、無機酸塩についても、夫々単独で使用しても良いし、或いは 2 種以上を併用しても構わない。従って、例えば上記有機酸若しくはその塩、または無機酸塩を夫々単独で使用しても良いし、或いはこれらを 2 種以上組合せて使用する態様も本発明の範囲内に包含される。このうち最も好ましい研磨特性が得られるのは、有機酸と有機酸塩の組合わせである。

【 0 0 1 9 】

尚、研磨用組成物全体に占める研磨促進剤の比率は合計で 0 . 0 1 ~ 1 0 質量%であることが好ましい。0 . 0 1 質量%未満では、研磨促進剤としての効果に乏しい。より好ましくは 0 . 0 3 質量%以上である。但し、1 0 質量%を超えるとピットや突起等が発生し、研磨面の品質が低下する他、研磨剤溶液の粘性が高くなり過ぎたり、アルミナ粒子の凝集が発生する等、液性にも悪影響を及ぼす様になる。より好ましくは 5 質量%以下である。

【 0 0 2 0 】

尚、研磨促進剤として、少なくとも有機酸を含む混合形態（有機酸と有機酸塩、有機酸と無機酸塩、有機酸と有機酸塩と無機酸塩）の場合は、研磨用組成物全体に占める有機酸の比率は 0 . 0 0 3 質量%以上であることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

更に本発明の研磨用組成物中には、必要に応じて、研磨用組成物に通常含まれる成分を含有しても良く、例えば、添加剤としてアルミナゾル、界面活性剤、洗浄剤、防錆剤、防腐

10

20

30

40

50

剤、pH調整剤、表面改質剤（セルロース類、スルファミン酸、リン酸等）を添加することができる。

【0022】

尚、上述した本発明の研磨用組成物を構成する種々の成分濃度はハードディスク基板を研磨するときの好ましい濃度である。従って、本発明組成物の調製時には、上記濃度より濃厚な組成物を調製し、使用に際して上記濃度の範囲内に薄めて使用することもできる。

【0023】

また、本発明の研磨用組成物のpH値は2～6の範囲が好ましい。

【0024】

以下実施例に基づいて本発明を詳述する。但し、下記実施例は、本発明を制限するものではなく、前・後記の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施することは全て本発明の技術範囲に包含される。

【0025】

【実施例】

以下の要領で研磨用組成物を調製した後、研磨特性を評価した。

【0026】

1. 研磨用組成物の調製

まず、焼成炉にて水酸化アルミニウムを大気中で約1200℃に加熱処理することによりアルミナを得た。このアルミナを粉碎し、湿式分級して平均粒度0.6、0.7及び1.0μmの各種アルミナ試料を調製した。

【0027】

次に、表1及び表2の成分組成になる様、水、上記アルミナ、研磨促進剤、及び必要に応じて有機ホスホン酸系キレート性化合物を配合した後、混合し、各種研磨剤を得た。得られた研磨剤を以下の研磨条件に供した。

【0028】

2. 研磨条件

被研磨ワークとして、Ni-Pメッキした3.5インチアルミディスクを用い、下記条件で研磨試験を実施し、ディスク評価を行った。

【0029】

1 研磨試験条件

研磨試験機	9B両面研磨機[システム精工(株)製]
研磨パッド	ポリテックスDG
定盤回転数	上定盤28rpm、下定盤45rpm、Sunギヤ8rpm
スラリー供給量	100ml/min
加工時間	5min
加工圧力	80g/cm ²

2 ディスクの評価方法

研磨速度算出法 研磨前後のディスクの減少重量より算出。

【0030】

研磨面品質評価法 ピット、突起、スクラッチを顕微鏡観察により計数した。このうちピット及び突起は、ディスク5枚の表裏を十文字に観察した視野(×50倍)中の個数を、また、スクラッチはディスク1枚の表裏を十文字に観察した視野(×100倍)中の個数を夫々係数した。

【0031】

これらの結果を表1及び表2に併記する。

【0032】

【表1】

10

20

30

40

実施例	α アルミナ		研磨促進剤				有機ホスホン 酸系キレート	研磨速度 $\mu\text{m}/\text{min}$	研磨評価結果		
	粒度 D50 μm	量	有機酸		有機酸塩／ 無機酸塩				表面欠陥		
			種類	質量%	種類	質量%			突起 個	ピット 個	スクラッチ 個
1	0.7	6	乳酸	0.5	乳酸 ナトリウム	1.0	PBTC 0.3	1.35	0	2	1
2	0.6	6	乳酸	0.5	乳酸 ナトリウム	1.0	PBTC 0.3	1.07	0	2	2
3	1.0	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	PBTC 0.3	1.46	0	5	2
4	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	PBTC 0.3	1.39	0	3	1
5	0.6	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	PBTC 0.3	1.11	0	3	1
6	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	PBTC 1.0	1.38	0	2	1
7	0.7	6	リンゴ酸	5.0	リンゴ酸 ナトリウム	4.0	PBTC- 1.0	1.46	0	5	2
8	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	HEDP 0.3	1.33	0	2	2
9	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	NTMP 0.3	1.36	0	2	2
10	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	PBTC-4Na 0.3	1.35	0	4	2
11	0.7	6	グルコン酸	0.5	グルコン酸 ナトリウム	0.5	PBTC 0.3	1.25	0	1	2
12	0.7	6	リンゴ酸	0.7	—	—	PBTC 0.3	1.32	0	4	2
13	0.7	6	—	—	硝酸アルミ	1.0	PBTC 0.3	1.33	0	6	2
14	0.7	6	リンゴ酸	0.7	硝酸ニッケル	0.3	PBTC 0.3	1.34	0	4	2
15	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸ソーダ 硝酸アルミ	0.2 0.2	PBTC 0.3	1.38	0	5	2

【 0 0 3 3 】

【 表 2 】

10

20

30

比較例	α アルミナ		研磨促進剤				有機ホスホン 酸系キレート	研磨速度 μ m/min	研磨評価結果		
	粒度 D50 μ m	量 質量%	有機酸		有機酸塩／ 無機酸塩				表面欠陥		
			種類	質量%	種類	質量%			突起 個	ピット 個	スクラッチ 個
1	0.7	6	乳酸	0.5	乳酸 ナトリウム	1.0	なし	1.18	0	6	4
2	1.0	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	なし	1.27	0	8	5
3	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	なし	1.18	0	7	3
4	0.6	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 ナトリウム	0.2	なし	0.93	1	9	3
5	0.7	6	グルコン酸	0.5	グルコン酸 ナトリウム	0.5	なし	1.08	0	6	4
6	0.7	6	リンゴ酸	0.7	—	—	なし	1.15	1	8	4
7	0.7	6	—	—	硝酸アルミ	1.0	なし	1.19	0	10	5
8	0.7	6	リンゴ酸	0.7	硝酸ニッケル	0.3	なし	1.17	1	8	4
9	0.7	6	リンゴ酸	0.7	リンゴ酸 硝酸アルミ	0.2 0.2	なし	1.20	1	10	4

【0034】

まず、表1は本発明の要件を満足する実施例1～15の結果を示したものであるが、いずれも研磨速度が速くなり、しかも表面性状に優れた研磨面が得られることが分かる。これに対し、表2に示す如く、有機ホスホン酸系キレート性化合物を含有しない比較例1～9は、いずれも研磨速度が遅く、表面性状にも劣るものであった。

【0035】

【発明の効果】

本発明の研磨用組成物は上記の様に構成されているので、研磨速度が速く、しかも表面欠陥のない高品質な鏡面仕上げ面を得ることができる点で非常に有用である。

フロントページの続き

- (72)発明者 洪 公弘
愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後1 5 3 番地 山口精研工業株式会社内
- (72)発明者 大木 繁雄
愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後1 5 3 番地 山口精研工業株式会社内
- (72)発明者 林 良樹
愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後1 5 3 番地 山口精研工業株式会社内

審査官 澤村 茂実

- (56)参考文献 特開平02 - 084485 (JP, A)
特開平10 - 226784 (JP, A)
特開平09 - 204657 (JP, A)
米国特許第05916819 (US, A)
特開平07 - 216345 (JP, A)
特開昭61 - 291674 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C09K 3/14
G11B 5/84
H01L 21/304