

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4009986号  
(P4009986)

(45) 発行日 平成19年11月21日(2007.11.21)

(24) 登録日 平成19年9月14日(2007.9.14)

(51) Int. Cl.

F I

**C O 9 K 3/14 (2006.01)**

C O 9 K 3/14 5 5 O D

**B 2 4 B 37/00 (2006.01)**

C O 9 K 3/14 5 5 O Z

**G 1 1 B 5/84 (2006.01)**

B 2 4 B 37/00 H

G 1 1 B 5/84 A

請求項の数 6 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2000-362739 (P2000-362739)  
 (22) 出願日 平成12年11月29日(2000.11.29)  
 (65) 公開番号 特開2002-167575 (P2002-167575A)  
 (43) 公開日 平成14年6月11日(2002.6.11)  
 審査請求日 平成14年11月1日(2002.11.1)  
 審判番号 不服2006-11607 (P2006-11607/J1)  
 審判請求日 平成18年6月8日(2006.6.8)

(73) 特許権者 000236702  
 株式会社フジミインコーポレーテッド  
 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地  
 1  
 (74) 代理人 100085198  
 弁理士 小林 久夫  
 (74) 代理人 100061273  
 弁理士 佐々木 宗治  
 (74) 代理人 100060737  
 弁理士 木村 三朗  
 (74) 代理人 100070563  
 弁理士 大村 昇

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物、およびそれを用いてメモリーハードディスクを研磨する研磨方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記の、

(a) 水、

(b) ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー、

(c) 硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群より選択される少なくとも1種の化合物、および

(d) 酸化アルミニウム 研磨材、の各成分を含み、

更に、前記(c)の化合物の分子量が平均分子量で1,500~100,000であり、且つ、エチレンオキサイドの付加量%が10~80%であることを特徴とする、メモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項2】

前記(c)の塩が、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムよりなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする、請求項1に記載の研磨用組成

10

20

物。

【請求項 3】

前記(c)の塩が、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする、請求項1に記載の研磨用組成物。

【請求項 4】

下記の、

(a) 水、

(b) ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー、

(c) 硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群から選択される少なくとも1種の化合物、および

(d) 酸化アルミニウム 研磨材、の各成分を含み、

更に、前記(b)の化合物の分子量が平均分子量で1,500~100,000であり、且つエチレンオキサイドの付加量%が10~80%であることを特徴とする、メモリーハードディスクの研磨用組成物を用いてメモリーハードディスクを研磨する研磨方法。

【請求項 5】

前記(c)の塩が、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムよりなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする、請求項4に記載の研磨方法。

【請求項 6】

前記(c)の塩が、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群より選択される少なくとも1種であることを特徴とする、請求項4に記載の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、メモリーハードディスク、すなわちコンピューターなどに用いられる記憶装置に使用される磁気ディスク用基板の製造において、その表面の研磨に好適な研磨用組成物およびそれを使用する研磨方法に関するものである。

【0002】

さらに詳しくは、本発明は、Ni-Pディスク、Ni-Feディスク、アルミニウムディスク、ガラスディスク、ボロンカーバイドディスク、およびカーボンディスク等に代表されるメモリーハードディスクに使用されるディスク基盤(以下、サブストレートという)の研磨における、好適な研磨用組成物およびそれを使用した研磨方法に関するものであり、従来の研磨用組成物で研磨されたサブストレートに比べて、その外周部(以下、「エッジ部」という)の端面ダレを悪化させることなく研磨でき、より高容量かつ高記憶密度の磁気ディスク装置を製造することを可能とするものである。

【0003】

【従来の技術】

コンピューターなどの記憶媒体のひとつである磁気ディスク装置に使用されるメモリーハードディスクは、年々小型化、高容量化、低価格化の一途をたどっている。現在、最も広く普及しているサブストレートのひとつに、ブランク材に無電解Ni-Pメッキを成膜したものがあ

10

20

30

40

50

の基盤を、平行度や平坦度を持たせる目的でダイヤターンによる加工、S i C 研磨材を固めて作られたP V A 砥石を用いたラップ加工、およびその他の方法により整形したものである。しかし、前記の各種整形方法では比較的大きなうねりは完全には除去できない。そして、このブランク材に成膜される無電解N i - P メッキも前記のうねりに沿って成膜されるために、サブストレートにも前記のうねりが残ってしまうことがある。このサブストレーートのうねりを除去し、表面を平滑化する目的で研磨が行われている。

【 0 0 0 4 】

メモリーハードディスクの高容量化にともない、面記憶密度は年に数十%の割合で向上している。従って、記憶される一定量の情報が占めるメモリーハードディスク上のスペースは、ますます狭くなり、記憶に必要な磁力は弱くなってきている。このために、最近の磁気ディスク装置では、磁気ヘッドとメモリーハードディスクの隙間であるヘッド浮上高を小さくする必要に迫られている。

10

【 0 0 0 5 】

また、情報の読み書きを行う磁気ヘッドがメモリーハードディスクへの吸着や、サブストレート表面への研磨による、メモリーハードディスクの回転方向とは異なる一定方向に筋目がつくことにより、メモリーハードディスク上の磁界が不均一になることを防止する目的で、研磨後のサブストレートに同心円状の筋目をつける、いわゆるテクスチャー加工が行われることがある。

【 0 0 0 6 】

最近では、ヘッド浮上高をさらに低くする目的で、サブストレート上に施す筋目をより薄くしたライトテクスチャー加工が行われたり、さらにはテクスチャー加工を行わずに筋目をつけないノンテクスチャーのサブストレートも用いられるようになってきている。このように、磁気ヘッドの低浮上化をサポートする技術も開発され、ヘッドの低浮上化がますます進んできている。そのため、そのヘッド浮上高は0 . 0 2  $\mu$  m以下にまで及んでいる。

20

【 0 0 0 7 】

磁気ヘッドは、非常に高速で回転しているメモリーハードディスクの表面の形状に沿って浮上しているが、メモリーハードディスク表面に数 $\mu$  m程度のピットが存在した場合、情報が完全に書き込まれず、いわゆる「ピット落ち」と呼ばれる情報の欠落や情報の読み取り不良が発生し、エラー発生の原因となることがある。

30

【 0 0 0 8 】

なお、ここでいう「ピット」とは、サブストレートにもともと存在するへこみや、研磨によりサブストレート表面に発生した凹みのことであり、また微細なピットとは、そのうち直径が概ね5 0  $\mu$  m未満の凹みのことである。

【 0 0 0 9 】

従って、磁性媒体を形成させる前工程、すなわち、研磨加工工程においてサブストレート表面の粗さを小さくすることが極めて重要であると同時に、微小突起やピット、およびその他の表面欠陥を効果的に、かつ高効率で除去する必要がある。

【 0 0 1 0 】

前記目的のために、従来は、酸化アルミニウムまたはその他の各種研磨材、水、および各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物を用いて研磨されていた。例えば、特開昭6 1 - 2 7 8 5 8 7号公報および特開昭6 2 - 2 5 1 8 7号公報には、水と水酸化アルミニウムに、研磨促進剤として硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、または硫酸ニッケルなどを添加し、混合してスラリー状としたメモリーハードディスクの研磨用組成物が開示されている。

40

【 0 0 1 1 】

また、特開平2 - 8 4 4 8 5号公報には、水とアルミナ研磨材微粉に、研磨促進剤としてグルコン酸または乳酸と、表面改質剤としてコロイダルアルミナとからなる酸性のアルミニウム磁気ディスクの研磨用組成物が、特開平7 - 1 3 3 4 7 7には、アルミナ研磨材、コロイダルアルミナ、及び亜硫酸アルカリ塩を含む水系研磨用組成物が、また特開平9 - 3 1 6 4 3 0では、水、アルミナおよび研磨促進剤を含んでなる組成物であって、該研

50

磨促進剤がシュウ酸アルミニウムからなることを特徴とする磁気ディスク基板研磨用組成物が開示されている。

【0012】

しかしながら、前述した従来の研磨用組成物を用いてサブストレートを研磨した場合、研磨中にサブストレートのエッジ部が平面よりも顕著に加工されてしまい、サブストレートの外周部における端面ダレが生じてしまうという問題があった。エッジ部に面ダレが生じたサブストレートでは、そのエッジ部におけるデータの記憶が不可能となり、そのためデータの記憶領域が少なくなってしまうという問題を生じた。

【0013】

従って、高容量かつ高記憶密度の磁気ディスク装置を製造する場合に於いては、エッジ部における端面ダレが重要な問題となり、この端面ダレを少なくすることにより、エッジ部も有効に利用して記憶面積をより広くし、記憶容量を増加させることが求められている。

【0014】

端面ダレを生じさせる原因としては、研磨時の加工条件と並んで研磨組成物による影響が大きいということがわかっている。よって研磨中においてエッジ部の端面ダレを悪化させることなく、高容量かつ高記憶密度の磁気ディスク装置を得ることが可能な研磨用組成物が望まれてきた。

【0015】

なお、端面ダレを評価する場合、端面ダレの生じたエッジ部の形状、及び深さ（ダレ幅）を求めるため、基本的に2つの測定値が使用される。即ち、後述するRoll-OffとDub-Offであり、この2つの測定値によって評価されることが多い。しかしながら、この評価しようとする項目は同じであるが、実質的に形状の測定方法及び測定位置に基づく測定値における許容限界としての基準値については、使用する測定装置の特性の違いもあり、一義的には定義されておらず、この基準値については、各製造者の判断に任せられていることが多くまちまちである。

【0016】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記の問題点を解決するためのものであり、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートの研磨において、従来の研磨用組成物に比べて端面ダレを悪化させることがなく、高容量かつ高記憶密度の磁気ディスク装置を得ることが可能な研磨用組成物およびそれによる研磨方法を提供することを目的とするものである。

【0017】

【課題を解決するための手段】

前記の課題を本発明は、以下により解決する。即ち、

- (a) 水、
- (b) ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーから選択される少なくとも1種類の化合物群から選択される少なくとも1種類の化合物、
- (c) 硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルピン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群から選択される少なくとも1種類の化合物、および
- (d) 酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも1種類の研磨材、の各成分を含む研磨用組成物により解決する。

【0018】

また、前記(c)の塩が、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリ

10

20

30

40

50

ブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムからなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする研磨用組成物により解決するものである。

【0019】

また、前記(c)の酸が、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする研磨用組成物により解決する。

【0020】

更に、本発明は、

(a) 水、

(b) ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーから選択される少なくとも1種類の化合物群から選択される少なくとも1種類の化合物、

(c) 硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群から選択される少なくとも1種の化合物、および

(d) 酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の研磨材の各成分を含む研磨用組成物を用いた研磨方法により課題を解決する。

【0021】

更にまた、前記(c)の塩が、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムからなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする研磨組成物を用いた研磨方法により、また、前記(c)の酸が、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする研磨組成物を用いた研磨方法により、課題を解決する。

【0022】

【発明の実施の形態】

発明の研磨用組成物は、化合物(b)として、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーから選択される少なくとも1種類の化合物を含むことを特徴としている。ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルは、下記式に示される構造式をもち、直鎖あるいは側鎖の高級アルコールに酸化プロピレン及び酸化エチレンを付加重合させたものである。

【0023】

【化1】

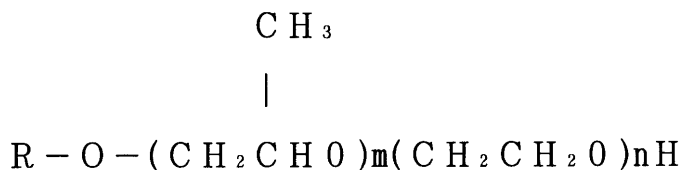
10

20

30

40

## ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル



10

## 【0024】

但し、式中 R はアルキル基を示し、m はプロピレングリコールの付加モル数、n はエチレングリコールの付加モル数を表す整数が入る。

## 【0025】

ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーは、以下のブロックタイプとランダムタイプに分類される。

ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマーは、下記構造式に示すような構造を持ち、酸化プロピレンを重合させたポリプロピレングリコールを親油基として、その両端に酸化エチレンを親水基として付加重合させたタイプ、または酸化エチレンを重合させたポリエチレングリコールの両端にポリプロピレングリコールを付加重合させたタイプである。また、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンランダムコポリマーは、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドをランダムに付加重合させたタイプである。また、本発明の効果を損なわない範囲で、複数の種類のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマーおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンランダムコポリマーを使用することや、両者を任意の割合で併用することも可能である。

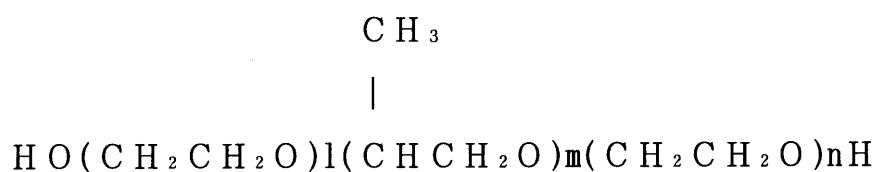
20

## 【0026】

## 【化2】

## ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー

30



又は



40

## 【0027】

但し、式中 l、m、n、はそれぞれ任意の整数である。

## 【0028】

本発明におけるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル及びポリオキ

50

シエチレンポリオキシプロピレンコポリマーの分子量は、特に限定されないが、平均分子量で1,500~100,000の化合物であることが好ましく、さらに1,500~20,000であることがより好ましい。また、分子内に親水基のみ又は疎水基のみでは効果は発現しないことから、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーの親水基（エチレンオキサイド）あるいは疎水基の付加モル数のバランスが重要であり、分子中における親水基の付加量%が10%~80%であることが好ましい。ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルには、本発明の効果を損なわない範囲で任意のアルキル基を持つことができる。

#### 【0029】

本発明に於いてポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーの含有量は、研磨用組成物の全重量を基準として、好ましくは0.001~2重量%、より好ましくは0.005~1重量%の割合で含有されるのがよい。これらの添加によりRoll-Off、及びDub-Off性能が改善される傾向があるが、添加量が過少であれば十分な効果が期待できず、逆に過度に増加させると研磨速度や加工能力の低下が起こってしまうことが懸念される。

#### 【0030】

また、前記したポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーは、組成物中に溶存している必要がある。また、本発明の効果を損なわない範囲で、複数の種類のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーを使用することや、両者を任意の割合で併用することもできる。

#### 【0031】

本発明の研磨用組成物は、化合物(c)として、硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸、およびクエン酸、ならびにそれらの塩または誘導体からなる群から選択される、少なくとも1種類の化合物（以下、「酸化合物」という）を含んでなる。

#### 【0032】

具体的に酸化合物の塩としては、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケル、およびスルファミン酸アンモニウムからなる群から選択される。

#### 【0033】

また、本発明において、好ましい酸化合物は有機酸であり、具体的にはグリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸、およびクエン酸が挙げられる。酸化合物として、有機酸が好まれる理由としては、今回の発明とは直接関係がないが、一般的に無機酸と比較すると研磨時に於けるパッドの目詰まりが少なく、酸化合物として好適に使用されているという傾向に基づくものである。

#### 【0034】

これらの酸化合物は、組成物中に溶存しているべきである。また、これらの酸化合物は、本発明の効果を損なわない範囲で、任意の割合で併用することもできる。

#### 【0035】

本発明の研磨用組成物中における酸化合物の好適な添加量は、用いる酸化合物の種類により異なるが、研磨用組成物の全重量に対して、好ましくは0.01~25重量%、より好ましくは0.1~20重量%、更に好ましくは0.2~10重量%である。酸化合物の添

10

20

30

40

50

加量を増量することで、研磨速度が大きくなる傾向があるが、過度に多く添加すると研磨用組成物のケミカルな作用が強くなり、微小突起、微細なピット、およびその他の表面欠陥が発生することがある。逆に過度に少ないと、研磨速度が小さくなり、微細なピット、微小突起、およびその他の表面欠陥を抑制する効果が十分に発現しないことがある。また、過度に多く添加した場合、端面ダレを悪化させるような傾向については特に見られていない。

【0036】

本発明の研磨用組成物において適当な研磨材は、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも1種類である。

10

【0037】

酸化アルミニウムには、 $\alpha$ -アルミナ、 $\beta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ、 $\delta$ -アルミナ、およびその他の形態的に異なるものがある。また製造法からフュームドアルミナと呼ばれるものもある。また、二酸化ケイ素には、コロイダルシリカ、フュームドシリカおよびその他の製造法や性状の異なるものが多種存在する。

【0038】

酸化セリウムには、酸化数から3価のものと4価のもの、また結晶系から見て、六方晶系、等軸晶系、および面心立方晶系のものがある。また、酸化ジルコニウムは、結晶系から見て、単斜晶系、正方晶系、および非晶質のものがある。また、製造法からフュームドジルコニアと呼ばれるものもある。

20

【0039】

酸化チタンには、結晶系から見て、一酸化チタン、三酸化二チタン、二酸化チタンおよびその他のものがある。また製造法からフュームドチタニアと呼ばれるものもある。また、窒化ケイ素は、 $\alpha$ -窒化ケイ素、 $\beta$ -窒化ケイ素、アモルファス窒化ケイ素、およびその他の形態的に異なるものがある。

【0040】

炭化ケイ素には、 $\alpha$ -炭化ケイ素、 $\beta$ -炭化ケイ素、アモルファス炭化ケイ素、およびその他の形態的に異なるものがある。

【0041】

なお、本発明の研磨組成物には、これらのものを任意に、必要に応じて組み合わせて使用することができる。組み合わせる場合には、その組み合わせ方法や使用する成分割合は特に限定されない。

30

【0042】

上記の研磨材は、砥粒としてメカニカルな作用により被研磨面を研磨するものである。砥粒の大きさとしては、砥粒の種類によって、また被加工面の種類や加工条件、さらにサブストレートに要求されるスペックにより異なり、特に制限されるものではないが、二酸化ケイ素の粒径は、BET法により測定した表面積から求められる平均粒子径で好ましくは、 $0.005 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.01 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、である。

【0043】

また、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素の粒径は、レーザー回折方式粒度測定器LS-230 (Coulter社(米国)製)で測定した平均粒子径で、好ましくは $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.05 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、である。さらに、酸化セリウムの粒径は、走査型電子顕微鏡により観察される平均粒子径で、好ましくは $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.05 \sim 0.45 \mu\text{m}$ 、である。

40

【0044】

これらの研磨材の平均粒子径が、ここに示した範囲を超えて大きいと、研磨された表面の表面粗さが大きかったり、スクラッチが発生したりするなどの問題が生ずるおそれがあり、加工時には注意が必要である。逆に、ここに示した範囲よりも小さいと、研磨速度が極端に小さくなってしまい研磨用組成物としては実用的でない。

50



## 【 0 0 4 5 】

研磨用組成物中の研磨材の含有量は、組成物全量に対して一般に 0 . 1 ~ 5 0 重量%、好ましくは 1 ~ 2 5 重量%、である。研磨材の含有量が余りに少ないと、微小突起や微細なピット、およびその他の表面欠陥が発生し易く、研磨速度も小さくなることがあり、逆に余りに多いと均一分散性が保てなくなり、かつ組成物粘度が過大となって、取り扱いが困難となることがある。

## 【 0 0 4 6 】

本発明の研磨用組成物に使用する水については、特に制限はないが、上記の各成分が正確にその役割を果たせるよう、不純物の少ないものであることが好ましい。すなわち、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去し、フィルターを通し懸濁物を除去したもの、または、蒸留水であることが好ましい。

10

## 【 0 0 4 7 】

< 研磨用組成物 >

本発明の研磨用組成物は、一般に上記の各成分、すなわち酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および二酸化マンガからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の研磨材（成分（d））を所望の含有率で水（成分（a））に混合し、分散させ、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー（成分（b））、および酸化合物（成分（c））をさらに溶解させることにより調製する。

## 【 0 0 4 8 】

20

また、これらの成分を水中に分散または溶解させる方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により分散させる。また、これらの混合順序は任意であり、研磨材の分散とポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、または酸化合物の溶解のいずれを先に行ってもよく、また同時に行ってもよい。

## 【 0 0 4 9 】

更に、上記の研磨用組成物の調製に際しては、製品の品質保持や安定化を図る目的や、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤を更に加えてもよい。

## 【 0 0 5 0 】

30

すなわち、更なる添加剤の好適な例としては、下記のもの挙げられる。

（イ）水溶性アルミナゾル、

（ロ）有機ポリアニオン系物質、例えば、リグニンスルホン酸塩、ポリアクリル酸塩など、

（ハ）水溶性高分子（乳化剤）類、例えば、ポリビニルアルコールなど、

（ニ）キレート剤、例えば、ジメチルグリオキシム、ジチゾン、オキシシン、アセチルアセトン、EDTA、NTAなど、

（ホ）過酸化水素、ならびに

（ヘ）殺菌剤、例えば、炭酸水素カリウムなど。

ただし、添加量および組み合わせによっては端面ダレを悪化させてしまうこともあるために注意が必要である。

40

## 【 0 0 5 1 】

本発明の研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して、貯蔵または輸送などをして、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したものであり、使用時に希釈して使用する方法をとる場合、貯蔵または輸送などをされる状態においては、より高濃度の溶液となることは言うまでもない。また、取り扱い性の観点から、そのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

## 【 0 0 5 2 】

本発明の研磨用組成物が、端面ダレを悪化させることのない理由についての詳細なメカニ

50

ズムは不明である。しかし、このエッジ部の端面ダレを悪化させない理由は、研磨時における摩擦が低減することによるものと推測される。これらのものを添加することにより、加工性能にも改善効果が見られることがわかっている。

【0053】

以下は、本発明の研磨用組成物の例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されるものではない。

【0054】

【実施例】

< 研磨用組成物の調製 >

まず、研磨材として、平均粒子径が  $0.8 \mu\text{m}$  である酸化アルミニウムを攪拌機を用いてそれぞれ水に分散させて、研磨材濃度が研磨用組成物全量の重量に対して20重量%になるよう調製した。一方、有機酸または無機酸水溶液にポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーを添加して、実施例1～20を、また、無添加品及び各種のグリコール類を添加した比較例1～7の試料を調製した。

10

【0055】

【表1】

試料	酸化合物		種類	平均分子数	添加剤	
	種類	添加量 (重量%)			E O付加 割合 (%)	添加量 重量 (%)
1 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPP	2,200	10	0.05
2 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPP	2,200	10	0.1
3 実施例	グリコール酸	2.0	PEPP	2,200	10	0.05
4 実施例	マレイン酸	1.0	PEPP	2,200	10	0.05
5 実施例	コハク酸	1.0	PEPP	2,200	10	0.05
6 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPP	2,200	10	0.05
7 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPP	3,000	40	0.05
8 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPP	3,000	40	0.05
9 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPP	9,000	80	0.05
10 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPP	9,000	80	0.05
11 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPR	2,500	50	0.05
12 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPP	2,500	50	0.05
13 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPA	1,000	30	0.05
14 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPA	1,000	30	0.1
15 実施例	グリコール酸	2.0	PEPA	1,000	30	0.05
16 実施例	マレイン酸	1.0	PEPA	1,000	30	0.05
17 実施例	コハク酸	1.0	PEPA	1,000	30	0.05
18 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPA	1,000	30	0.05
19 実施例	リンゴ酸	1.0	PEPA	2,000	50	0.05
20 実施例	硝酸アルミニウム	4.0	PEPA	2,000	50	0.05
1 比較例	リンゴ酸	1.0	添加無し	-	-	-
2 比較例	グリコール酸	2.0	添加無し	-	-	-
3 比較例	マレイン酸	1.0	添加無し	-	-	-
4 比較例	コハク酸	1.0	添加無し	-	-	-
5 比較例	硝酸アルミニウム	4.0	添加無し	-	-	-
6 比較例	リンゴ酸	1.0	PG	-	-	0.05
7 比較例	リンゴ酸	1.0	DPG	-	-	0.05

PEPP: ポリオキシエチレンポリオキシプロピルマ  
PEPR: ポリオキシエチレンポリオキシブタジール  
PEPA: ポリオキシエチレンポリオキシブタジール  
PPG: プロピレングリコール  
DPPG: ジプロピレングリコール

【 0 0 5 6 】

### < 研磨試驗 >

次に、上記の研磨用組成物でサブストレートを用いて研磨試験を行った。条件は下記の通りである。

研磨条件：

被加工物 3.5 インチ無電解Ni-Pメッキサブストレート

加工枚数 1 5 枚

研磨機                      両面研磨機（定盤径 7 0 0 m m）

研磨パッド Kanebo 0048 (鐘紡製)

加工压力  $100 \text{ g/cm}^2$ 

上定盤回轉數 2 4 r p m

下定盤回轉數 1 6 r p m

組成物希釈率 1 : 3 純水

研磨用組成物供給量 150 cc / min

加工量 取り代にして 3 μm (両面)

(予備テストを行い、取代が一定となるよう各々の研磨時間を設定した)

## 【 0 0 5 7 】

## &lt; 端面ダレ評価方法 &gt;

M i c r o X A M ( P h a s e S i f t 社製 ) を用いて、サブストレートエッジ部の端面ダレの形状を図 1 の位置で測定し評価した。尚、図はサブストレートの端部断面を示し、水平方向 ( X 軸 ) がサブストレート表面直径軸を、垂直方向がサブストレート厚み方向を示している。この R o l l - O f f 、 D u b - O f f に関する測定方法については、測定位置及び測定方法の一般的な定義はなく、各製造者の任意の規定によるものであるが、今回、発明者らは図 1 のような測定ポイントを評価することで端面ダレを評価した。なお、本方法は、サブストレートエッジ部の端面ダレを評価するに際し、適切であり、かつ通常用いられる方法である。

10

## 【 0 0 5 8 】

研磨後、サブストレートを洗浄後、乾燥した後、研磨によるサブストレートの重量減を測定し、あらかじめ設定されたそれぞれの研磨時間で除することにより研磨速度を求めた。

## 【 0 0 5 9 】

研磨用組成物についての端面ダレ ( R o l l - O f f 、 D u b - O f f ) 評価基準については下記の通りである。すなわち、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーを含まない組成 ( 比較例 1 ) を基準値  $H_0$  とし、R o l l - O f f 、 D u b - O f f の各測定値  $H_R$  、  $H_D$  を、基準値  $H_0$  と比較した次式により改善効果 A ( % ) を求めた。

## 【 0 0 6 0 】

$$A ( \% ) = [ 1 - ( H_R , H_D ) / H_0 ] \times 100$$

A : 改善効果 ( % )

$H_R$  ,  $H_D$  : 測定値

$H_0$  : 基準値 ( 比較例 1 における測定値 )

## 【 0 0 6 1 】

改善効果 A は、下記により評価し、評価結果を表 2 に示す。

：改善効果が 2 0 % 以上

：改善効果が 1 0 % 以上 ~ 2 0 % 未満

× : 改善効果が 1 0 % 未満

## 【 0 0 6 2 】

## 【 表 2 】

20

30

	研磨速度	端面	
	$\mu\text{m}/\text{分}$	Roll-off	Dub-Off
実施例1	0.57	◎	◎
実施例2	0.55	◎	◎
実施例3	0.54	◎	◎
実施例4	0.55	◎	◎
実施例5	0.56	◎	◎
実施例6	0.63	◎	◎
実施例7	0.54	◎	◎
実施例8	0.64	◎	◎
実施例9	0.55	◎	◎
実施例10	0.61	◎	◎
実施例11	0.53	◎	◎
実施例12	0.62	◎	◎
実施例13	0.58	◎	◎
実施例14	0.60	◎	◎
実施例15	0.59	◎	◎
実施例16	0.59	◎	◎
実施例17	0.58	◎	◎
実施例18	0.63	◎	◎
実施例19	0.58	◎	◎
実施例20	0.63	◎	◎
比較例1	0.63	×	×
比較例2	0.60	×	×
比較例3	0.63	×	×
比較例4	0.64	×	×
比較例5	0.69	×	×
比較例6	0.60	×	×
比較例7	0.61	×	×

## 【0063】

表2に示した結果より、実施例1～20であらわされた本発明の研磨用組成物は、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーを含まない組成である従来の研磨用組成物（比較例1～5）や、他のグリコール類（比較例6～7）を添加したものに比べて、Roll-Off、Dub-Offの改善効果が大きく、サブストレートの端面ダレを効果的に防止していることがわかる。

## 【0064】

10

20

30

40

50

## 【発明の効果】

本発明の研磨用組成物は、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーットの研磨において、従来の研磨用組成物に比べて端面ダレを悪化させることがないこと、また、本発明によるメモリーハードディスクの研磨方法によれば、従来の研磨用組成物を用いた場合に比べて端面ダレを悪化させることなく、より高容量かつ高記憶密度であるメモリーハードディスクを製造することができる。

## 【0065】

即ち、1)(a)水、(b)ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーからなる群から選択される少なくとも1種の化合物、(c)硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群から選択される少なくとも1種の化合物、および(d)酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の研磨材の各成分を含んでなる研磨用組成物により、従来に比べて端面ダレが少ないサブストレーットの研磨が可能となった。

10

## 【0066】

2)前記(c)の塩を、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムからなる群から選択される少なくとも1種とすることにより、端面ダレが極めて少ないサブストレーットの研磨が可能となった。

20

## 【0067】

3)前記(c)の酸を、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群から選択される少なくとも1種とすることにより、取り扱いがより容易で、かつ端面ダレが極めて少ないサブストレーットの研磨が可能となった。

30

## 【0068】

4)(a)水、(b)ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマーから選択される少なくとも1種類の化合物群から選択される少なくとも1種類の化合物、(c)硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸、ならびにそれらの塩からなる群から選択される少なくとも1種の化合物、および(d)酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および炭化ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも1種の研磨材、の各成分を含む研磨用組成物を用いた研磨方法により、メモリーハードディスクのRoll-Off、Dub-Off性能を改善することができる。

40

## 【0069】

5)前記(c)の塩を、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムからなる群から選択される少なくとも1種とした研磨方法により、メモリーハードディスクのR

50

Roll - Off、Dub - Off 性能を極めて改善することができる。

【0070】

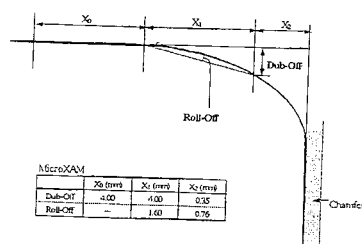
6) 前記(c)の酸を、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸、マレイン酸およびクエン酸からなる群から選択される少なくとも1種とした研磨方法により、サブストレートの研磨時におけるパッドの目詰まりを防止し、取り扱いを容易とし、メモリーハードディスクのRoll - Off、Dub - Off 性能を極めて改善することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 サブストレートエッジ部の端面ダレの評価のための測定位置を示す図である。

10

【図1】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 杉山 博保  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内
- (72)発明者 石橋 智明  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内
- (72)発明者 高橋 年幸  
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内

合議体

審判長 原 健司

審判官 安藤 達也

審判官 岩瀬 真紀子

- (56)参考文献 特開2000-15560(JP,A)  
特開平10-36818(JP,A)  
特開平11-209746(JP,A)  
特開平10-245545(JP,A)  
特開平10-204419(JP,A)  
特開平10-204416(JP,A)  
特開平11-228939(JP,A)  
特開2000-63805(JP,A)  
特開平9-256171(JP,A)  
特開平5-311153(JP,A)  
特開平7-216345(JP,A)  
特開平10-88112(JP,A)  
特開平11-21545(JP,A)  
特開2000-273445(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09K 3/14

G11B 5/84

B24B 37/00 - B24B 37/04