

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4882292号
(P4882292)

(45) 発行日 平成24年2月22日 (2012. 2. 22)

(24) 登録日 平成23年12月16日 (2011. 12. 16)

(51) Int. Cl.

F I

D O 4 H 1/492 (2012. 01)

D O 4 H 1/46

A

D O 4 H 1/4382 (2012. 01)

D O 4 H 1/42

X

B 2 4 B 37/20 (2012. 01)

B 2 4 B 37/00

C

請求項の数 3 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2005-195839 (P2005-195839)
(22) 出願日 平成17年7月5日 (2005. 7. 5)
(65) 公開番号 特開2006-45757 (P2006-45757A)
(43) 公開日 平成18年2月16日 (2006. 2. 16)
審査請求日 平成20年6月10日 (2008. 6. 10)
(31) 優先権主張番号 特願2004-197671 (P2004-197671)
(32) 優先日 平成16年7月5日 (2004. 7. 5)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000003159
東レ株式会社
東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(72) 発明者 堀口 智之
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社 滋賀事業場内
(72) 発明者 梶原 健太郎
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社 滋賀事業場内
(72) 発明者 下山 悟
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社 滋賀事業場内
(72) 発明者 田辺 昭大
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社 滋賀事業場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨布の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

0 . 0 0 0 1 ~ 0 . 2 デシテックスの極細繊維が発生可能な 1 ~ 1 0 デシテックスの短繊維を用いてニードルパンチ法により短繊維不織布を製造し、次いで極細化を施した後、少なくとも 1 5 M P a の圧力で高速流体流処理を行った後に起毛処理を行うことを特徴とする実質的に繊維素材からなる研磨布の製造方法。

【請求項 2】

該ニードルパンチ法により短繊維不織布の繊維見掛け密度を 0 . 1 2 ~ 0 . 3 g / c m ³ とすることを特徴とする請求項 1 に記載の実質的に繊維素材からなる研磨布の製造方法。

【請求項 3】

該高速流体処理を施した後に、揉み処理を行い、次いで厚みを 0 . 1 ~ 0 . 8 倍に圧縮処理を行うことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の実質的に繊維素材からなる研磨布の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、記録メディアや集積回路基板の仕上げ用に用いられる高精度研磨用の研磨布およびその製造方法に関する。より詳細には、記録メディアの中でハードディスクのテクスチャー加工用研磨布、ハードディスクの2次ポリッシュ用研磨布、集積回路基盤や精密機器などの仕上げ用研磨布およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

磁気ディスク等の磁気記録媒体は、近年のめざましい技術革新により、ますます高容量化、高記録密度化が要求されており、そのため、基板表面加工の一層の高密度化が必要となっている。例えばハードディスク装置に用いられる磁気記録媒体の基板としては、通常、アルミニウム基板（鏡面研磨したAl-Mg合金の基材上にNi-P系合金膜を無電解メッキ加工したもの）又はガラス基板（アモルファスガラス又は結晶化ガラスを鏡面仕上げしたもの）が一般的に用いられているが、これらに微細な条痕を形成させるテクスチャー加工を行う際には、高精度で安定して研磨可能な研磨布が必要となる。このような背景から、研磨布がこれまで種々検討されており、例えば極細繊維を用いて織物状としたもの（例えば特許文献1）や、不織布状としたもの（例えば特許文献2）が開示されている。特に不織布に、高分子弾性体を含み、立毛調の表面を有する研磨布は、研磨粒子を適度に基板表面に押しつける役割をもつため、好ましい形態とされている。

10

【0003】

ここで、研磨布表面に凹凸ばらつきが多いと、研磨した際に基板表面に傷（以下スクラッチと記す）が発生し、生産性が低下する問題がある。例えば、研磨布表面に高分子弾性体等の樹脂が露出した場合、スクラッチの原因になる問題がある。さらに、極細繊維が集束して見掛け上、太い繊維として存在する場合も同様である。これを解決するために研磨面が絡合不織布またはメルトブロー不織布で構成されている研磨布が開示されている（例えば特許文献3）。この方法によれば、繊維が樹脂で固定されていないため、樹脂の脱落や表面への樹脂の露出が低下し、これに起因したスクラッチを減少させることができる。しかし、本発明者らの知見によると、開示されている方法で得られる研磨布は、使用による繊維の脱落によってスクラッチが発生し、現在の要求を十分に満たすものには至っていないことが判った。

20

【特許文献1】特開平11-90810号公報

【特許文献2】特開2003-236739号公報

【特許文献3】特開平9-262775号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

30

本発明は、上記課題を解決し、スクラッチの発生を抑制することができる研磨布およびその製造方法を提供するものである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、上記課題を解決するため、以下の構成を有する。

【0007】

本発明の実質的に繊維素材からなる研磨布の製造方法は、0.0001～0.2デシテックスの極細繊維が発生可能な1～10デシテックスの短繊維を用いてニードルパンチ法により短繊維不織布を製造し、次いで極細化を施した後、少なくとも15MPaの圧力で高速流体流処理を行った後に起毛処理を行うことを特徴とするものである。

40

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、表面に高分子弾性体等の樹脂が露出することもなく、また繊維の脱落も非常に少ないため、基板上にスクラッチが発生しにくい研磨布を提供することができる。また、極細繊維同士が実質的に繊維束を形成していないため、均一な処理を行うことが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の研磨布は、少なくとも一方の面が立毛を有して実質的に繊維素材からなる不織布構造体である。少なくとも一方の面とは、主として基板を研磨するために使用する面（

50

以下、表面と記す)を示し、もう一方の面(以下、裏面と記す)は特に限定されるものではなく、例えば形態安定性を向上させるために、通常の織編物や通常織度の不織布、フィルム等を配しても良い。これらの中で、特に織物であると形態安定性に優れると共に、不織布層との剥離が生じにくく、さらに製造が比較的容易であることから好ましい。織組織は特に限定されず、平織、綾織、変化組織等種々選択できるが、コストおよび形態安定性の点で平織が好ましい。また、実質的に繊維素材から構成されるものとは、SEM観察等によって表面を観察した際、不織布の繊維間において実質的に高分子弾性体等の樹脂が露出していないことを示す。従って、本発明の効果を損なわない範囲で、高分子弾性体の不織布内部に含まれていても良いが、露出する可能性があることなどから、実質的には含まれないことが好ましい。これにより、樹脂の脱落や露出等に起因するスクラッチの発生を抑制することが可能となる。また、基板が硬い場合、研削速度を高めることが可能となる。但し、研磨によって繊維が脱落するとそれに起因してスクラッチが発生する可能性があるため、表面の極細繊維同士は絡合していることが好ましい。特に表面から0.2mmの範囲にある表層部分においては、極細繊維が繊維束を形成せず、極細繊維同士が絡合した構造を有することが、繊維の脱落を押さえるとともに、表面平滑性が向上するため好ましい。

10

【0010】

また、立毛を有する不織布であることによって、研磨に使用する砥粒の保持性に優れ、かつ凝集を押さえる役割を有し、スクラッチの発生を抑制するとともに、均一な研磨を可能とする。

20

【0011】

本発明の研磨布の単繊維織度は、主として0.0001~0.2デシテックスである。単繊維織度は、好ましくは0.001~0.1デシテックス、より好ましくは0.001~0.05デシテックスである。0.0001デシテックス未満であると、繊維の切断や繊維凝集によって研磨布の表面粗さが大きくなって基板の平滑性が低下する傾向があり、また、砥粒粒子の保持性が低下して凝集が発生して基板上にスクラッチが発生しやすくなる等の理由で好ましくない。また0.2デシテックスを越えると、研磨布表面の表面粗さが大きくなり、また立毛の緻密性が低下するため、同様の理由で好ましくない。

【0012】

本発明の研磨布に採用する不織布は、繊維立毛の緻密性が優れる点で、短繊維からなるものであり、その繊維長は10cm以下であり、好ましくは7cm以下である。10cmを越える繊維長のもも、本発明の効果を損なわない限り含まれていても良い。また下限は特に限定されず、不織布の製造方法によって適宜設定できるが、0.1cm未満であると繊維の脱落が多くなり、基板上にスクラッチを発生させやすくなるため好ましくない。

30

【0013】

次に、本発明の研磨布は、繊維見掛け密度が0.19~0.5g/cm³である。繊維見掛け密度は、0.2~0.5g/cm³であることが好ましく、0.25~0.4g/cm³であることがさらに好ましい。0.19g/cm³未満であると、表面が粗くなり、形態保持性が低下し、加工中に伸びが発生して研磨布表面に凹凸が形成されるなどして、均一な研磨が困難になる。また、0.5g/cm³を越えると、砥粒の保持性が低下し、スクラッチが発生しやすくなるため好ましくない。

40

【0014】

繊維見掛け密度は、JIS L 1096 8.4.2(1999)によって目付を測定し、次いでその厚みを測定して、それから得られる繊維見掛け密度の平均値をもって繊維見掛け密度とした。厚みの測定には、ダイヤルシックネスゲージ((株)尾崎製作所製、商品名“ピーコックH”)を用い、サンプルを10点測定して、その平均値を用いた。なお、本発明における繊維見掛け密度とは、繊維素材の見掛け密度を言い、例えば繊維素材以外の樹脂等が含浸されている不織布構造体の場合は、その樹脂を除いた繊維素材の見掛け密度を示す。

【0015】

50

また、本発明の研磨布は、少なくとも1方向、好ましくはタテ方向の引張強力が70N/cm以上であり、80N/cm以上であることが好ましい。引張強力が70N/cm未満であると、寸法変化等によって研磨特性がばらつくなどの問題が発生する傾向があるため好ましくない。なお、上限は特に限定されるものではないが、通常200N/cm以下となる。ここでいう引張強力は、JIS L 1096 8.12.1(1999)により、幅5cm、長さ20cmのサンプルを採取し、つかみ間隔10cmで定速伸長型引張試験器にて、引張速度10cm/分にて伸長させて求めた。得られた値から幅1cm当たりの荷重を引張強力(単位; N/cm)とした。これらの強度を得るためには、用いる繊維の強度が2cN/デシテックス以上であることが好ましい。また、織物やフィルム等を積層することによっても調整することができる。

10

【0016】

また、研磨中の伸びによる加工安定性低下を抑制するために、タテ方向の10%モジュラスが3N/cm以上であることが重要であり、5N/cmであることが好ましく、7N/cmであることがより好ましい。なお、上限は特に限定されないが、50N/cmを越えると、研磨圧力がばらつきやすく、均一性が低下するためこのましくない。なお、10%モジュラスは、引張強力の測定方法と同様にしてい、10%伸長時の強力をその値とした。

【0017】

本発明の研磨布は、表面粗さが10μm以下であり、好ましくは5μm以下であり、さらに好ましくは3μm以下である。下限は特に限定されず、小さい程好ましいが、通常0.1μm以上となる。表面粗さが10μmを越えると、スクラッチが発生しやすくなり、また研磨後の基板表面粗さ(Ra)が大きくなるため好ましくない。なお、本発明でいう表面粗さは表面試験機KES-FB4(カトーテック(株)製)を用いて、KES法により測定した値である。立毛の場合、立毛の向きと検知する方向によって順目、逆目となり、値が異なるが、その低い方の値を表面粗さとした。

20

【0018】

繊維を構成するポリマーは繊維形成能を有する高分子であれば特に限定されるものではなく、目的や用途に応じて種々のものを選択することができる。例えば、記録ディスクの基板表面に微細な条痕を形成させるテクスチャー加工においては、その基板の材質等で、研磨布に使用する繊維種を変更することもできる。また、耐摩耗性や砥粒の保持性や分散性、表面平滑性の観点からは、繊維を構成するポリマーがポリアミドであることが好ましい。ポリアミドとしては、たとえばナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン12、等のアミド結合を有するポリマーを挙げることができる。これは、先にあげたテクスチャー加工で用いる場合、特にアルミニウム合金基板にNi-P合金等をメッキしたものをテクスチャー加工する際に好ましく用いることができる。

30

【0019】

一方、基板材質が堅い場合等には繊維を構成するポリマーがポリエステルであることが好ましい。特に、ガラス基板からなる記録ディスクのテクスチャー加工用研磨布としては、直接ガラスを研削するために、高い研削力が必要あるため好ましい用途となる。なお、ポリエステルとしては、ジカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体及びジオールまたはそのエステル形成性誘導体から合成されるポリマーであって、繊維として用いることが可能なものであれば特に限定されるものではない。具体的には、例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート、ポリシクロヘキシレンジメチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート、ポリエチレン-1,2-ビス(2-クロロフェノキシ)エタン-4,4'-ジカルボキシレート等が挙げられる。本発明は、中でも最も汎用的に用いられているポリエチレンテレフタレートまたは主としてエチレンテレフタレート単位を含むポリエステル共重合体が好適に使用される。

40

【0020】

また、本発明の研磨布の一態様は、研磨布の水滴吸収時間が好ましくは1~60秒であ

50

り、より好ましくは2～30秒、さらに好ましくは2～10秒であるものである。60秒を超えると、連続的に砥粒を研磨表面上に供給した場合、研磨表面が湿潤状態になるのが遅く、砥粒が十分に分散できずスクラッチが増加しやすくなり、研磨精度が低下する。また、また、吸水時間が1秒未満であると、砥粒の凝集、スクラッチの発生などの原因となるため好ましくない。本発明でいう水滴吸収時間は、協和界面科学(株)製FACE/C A-A型の接触角想定装置を利用し、装置付属の注射器に蒸留水を入れ、注射針(外径0.60mm、内径0.45mm)から水滴1滴を研磨布上に滴下し、その水滴を該装置の接眼レンズから観察して、下式により算出する。

【0021】

$$t_q(\text{水滴吸収時間}) = t_2 - t_1 \quad (\text{秒})$$

10

ここで、水滴が研磨布上に落ちた時刻を t_1 とし、水滴は時間経過とともに研磨布中に吸い込まれ、表面上に水滴がなくなる時刻を t_2 とする。

【0022】

この t_1 、 t_2 の状態は、通常の場合(およそ t_q が10秒以上)では目視で測定可能であるが、非常に速い場合や観察し難い場合は、前述の装置で水滴が注射針から滴下開始する時間から水滴が研磨布中に十分吸収されるまでの状態を該装置の接眼レンズを通して水滴の状態の全画像をビデオに撮影する。そのビデオ画像を再生し、 t_1 、 t_2 の状態とその録画時間から水滴の吸収時間を測定することができる。

【0023】

なお、吸水時間 t_q は、製品から任意に取出した試料で20個の測定を行い、該20個の測定値(t_q)の中で、最も大きい方の5個のデータの平均値をとり、該平均値を吸水時間の値とする。

20

【0024】

さらに、研磨布表面と水滴との接触角は、砥粒を研磨布表面に均一に分散するときの因子の1つであり、本発明における研磨布の接触角は $10 \sim 60^\circ$ であることが好ましく、 $10 \sim 30^\circ$ であることがより好ましい。 60° 以下であると、単に分散するだけでなく砥粒の研磨布表面での保持性やなじみなどが良好となり、研磨精度が向上する。また下限は特に限定されないが、通常 10° 以上となる。

【0025】

ここで、接触角は液滴法により温度 20° 、湿度60%の条件下、水滴吸収時間の測定装置と同様の装置を用いて測定することができる。なお、接触角は、吸水時間の測定と同様に任意の試料を用いて20個の測定を行い、該20個の測定値の中で、最も大きい方の5個のデータの平均値をとり、該平均値を接触角の値とした。

30

【0026】

これら水滴吸収時間や接触角を本発明の範囲まで向上させる手段は特に限定されず、吸水性に優れた繊維を用いるほか、不織布の密度や繊維繊度等によって総合的に調整されるものであるが、さらに基材が同一であっても、親水性成分溶液にて親水加工処理をすることによっても可能であり、かつ有効であり好ましい方法である。

【0027】

ここで、有機系親水性成分としては特に限定されないが、界面活性剤や、ポリアミド系、ポリエステル系、アクリル系、シリコン系、PVA系高分子が好ましく用いられる。そして、その溶液又はエマルジョン水溶液を用いて浸漬処理、噴霧処理、コーティング処理、等で処理した後、 $80 \sim 190^\circ\text{C}$ で乾燥し固着する。該界面活性剤には、イオン系と非イオン系界面活性剤があるが、金属成分を回避する点から非イオン系の界面活性剤が好ましい。また、研磨布全体の吸水性を大きくしすぎると、砥粒スラリーが基布内部に浸透し効率が低下するので、全体をやや撥水処理後、表面を親水性成分処理剤で加工し、吸水性を抑制する方法も好ましい。

40

【0028】

一方、本発明の研磨布の別の態様は、研磨布の水滴吸収時間が好ましくは60秒を超え、より好ましくは80秒を超えるものである。60秒を超えることにより、研磨に用いる

50

スラリーが研磨布基材内層部へ抜けにくくなり、研削効率とラインデンシティが向上する効果を有する。また、水滴吸収時間は1時間未満が好ましく、30分未満がより好ましい。1時間以上となると、吐粒スラリーの保持性が悪化し、良好な研削が困難になる。なお、この時の水滴吸収時間は上述した方法により測定できる。

【0029】

さらに、研磨布表面と水滴の接触角が60°を超え、130°未満であると、同様に研磨効率とラインデンシティが向上する効果を奏するため好ましい。60°以下であるところの効果は発現しにくくなる。また、上限は効果の観点からは特に限定されないが、通常130°未満となる。この時の接触角は上述した方法により測定できる。

【0030】

これら水滴吸収時間を長くしたり、接触角を大きくさせたりする手段は特に限定されず、撥水性に優れた繊維を用いるほか、不織布の密度や繊維繊度等によって総合的に調整されるものであるが、さらに基材が同一であっても、疎水性成分溶液にて疎水加工処理をすることによっても可能であり、かつ有効であり好ましい方法である。

【0031】

ここで、有機系疎水性成分としては特に限定されないが、フッ素系樹脂、シリコン系樹脂、ワックス系、パラフィン系が好ましく用いられる。その溶液又はエマルジョン水溶液を用いて浸漬処理、噴霧処理、コーティング処理、等で処理した後、80～190で乾燥し固着する。

【0032】

本発明の研磨布は、その用途は特に限定されず、記録メディアや集積回路基板の仕上げ用に用いられる高精度研磨用として、例えばハードディスクのテクスチャー加工用研磨布、ハードディスクの2次ポリッシュ用研磨布、集積回路基盤や精密機器などの仕上げ用研磨布として使用することができる。これらの中でも、本発明の効果をより発揮できる用途として、ハードディスクのテクスチャー加工用研磨布として用いることが好ましい。

【0033】

次に本発明の研磨布の好ましい製造方法の一例を説明する。

【0034】

本発明の研磨布において単繊維繊度が本発明の範囲にある、いわゆる極細繊維の製造方法は特に限定されず、例えば直接極細繊維を紡糸する方法、通常繊度の繊維であって極細繊維を発生する事ができる繊維（以下、極細繊維発生型繊維と記す）を紡糸し、次いで極細繊維を発生させる方法で製造することができる。極細繊維発生型繊維を用いる方法としては、例えば海島型繊維を紡糸してから海成分を除去する方法、分割型繊維を紡糸してから分割して極細化する方法等が挙げられる。これらの中で、本発明においては極細繊維を容易に安定して得ることが出来る点で、海島型繊維または分割型繊維によって製造することが好ましく、海島型繊維によって製造することがより好ましい。

【0035】

本発明という海島型繊維とは、2成分以上の成分を任意の段階で複合、混合して海島状態とした繊維をいい、この繊維を得る方法としては、特に限定されず、例えば（1）2成分以上のポリマーをチップ状態でブレンドして紡糸する方法、（2）予め2成分以上のポリマーを混練してチップ化した後、紡糸する方法、（3）熔融状態の2成分以上のポリマーを紡糸機のパック内の静止混練器等で混合する方法、（4）特公昭44-18369号公報、特開昭54-116417号公報等の口金を用いて製造する方法、等が挙げられる。本発明においてはいずれの方法でも良好に製造することが出来るが、ポリマーの選択が容易であり、また極細繊維の分散性が優れる点で上記（4）の方法が好ましく採用される。

【0036】

かかる（4）の方法において、海島型繊維および海成分を除去して得られる島繊維の断面形状は特に限定されず、例えば丸、多角、Y、H、X、W、C、型等が挙げられる。また用いるポリマー種の数も特に限定されるものではないが、紡糸安定性を考慮すると2

10

20

30

40

50

～ 3 成分であることが好ましく、特に海 1 成分、島 1 成分の 2 成分で構成されることが好ましい。また、このときの成分比は、島繊維の海島型繊維に対する重量比で 0 . 1 ~ 0 . 9 9 であることが好ましく、0 . 2 ~ 0 . 9 7 がより好ましく、0 . 4 ~ 0 . 8 がさらに好ましい。0 . 1 未満であると、海成分の除去率が多くなるためコスト的に好ましくない。また 0 . 9 9 を越えると、島成分同士の合流が生じやすくなり、紡糸安定性の点で好ましくない。

【 0 0 3 7 】

次に、このようにして得られた極細繊維発生型繊維を絡合させて不織布とする。不織布化する方法としては、ウェブをカードやクロスラッパ、ランダムウエバーを用いて得る乾式法や、抄紙法等による湿式法を採用することができるが、本発明では、ニードルパンチ法と高速流体流処理の 2 種の絡合方法を容易に組み合わせることができる乾式法が好ましい。絡合処理の際に、適度な伸び又は伸び止まりを付与するため、または得られる不織布の強度等の物性を向上させるために他の織物、編物、不織布と積層、一体化させることもできる。

【 0 0 3 8 】

本発明の研磨布を得るのに好ましい方法は、極細繊維が発生可能な 1 ~ 1 0 デシテックスの繊維を用いてニードルパンチ法により短繊維不織布を製造し、次いで少なくとも 1 0 M P a 以上の圧力で高速流体流処理、例えば水流によるウォータージェットパンチ処理を行うことである。このニードルパンチ法と高速流体流処理を組み合わせることで、高度に絡合を行うことができる。

【 0 0 3 9 】

かかる短繊維不織布は、ニードルパンチ処理によって、好ましくは繊維見掛け密度が 0 . 1 2 ~ 0 . 3 g / c m ³、より好ましくは 0 . 1 5 ~ 0 . 2 5 g / c m ³ とすることが好ましい。0 . 1 2 g / c m ³ 未満であると、絡合が不十分であり、目的の物性が得られにくくなる。また上限は特に規定されないが、0 . 3 g / c m ³ を越えると、ニードル針の折れや、針穴が残留するなどの問題が生じるため、好ましくない。

【 0 0 4 0 】

また、ニードルパンチを行う際には、極細繊維発生型繊維の単繊維繊維度が 1 ~ 1 0 デシテックスであることが好ましく、2 ~ 8 デシテックスがより好ましく、2 ~ 6 デシテックスがさらに好ましい。単繊維繊維度が 1 デシテックス未満である場合や 1 0 デシテックスを越える場合は、ニードルパンチによる絡合が不十分となり、良好な物性の極細短繊維不織布を得ることが困難になる。

【 0 0 4 1 】

本発明におけるニードルパンチでは、上記のように単なる工程通過性を得るための仮止めとしての役割ではなく、繊維を十分に絡合させることが好ましい。従って好ましくは、1 0 0 本 / c m ² 以上の打ち込み密度がよく、より好ましくは 5 0 0 本 / c m ² 以上、さらに好ましくは 1 0 0 0 本 / c m ² 以上が良い。

【 0 0 4 2 】

このようにして得られた複合短繊維不織布は、乾熱または湿熱、あるいはその両者によって収縮させ、さらに高密度化することが好ましい。

【 0 0 4 3 】

このように十分なニードルパンチ処理、収縮処理等によって、引張強力や 1 0 % モジュラスを向上させることができる。

【 0 0 4 4 】

次いで、極細化処理をした後または極細化処理と同時に、あるいは極細化処理と同時かつその後、高速流体流処理を行って、極細繊維同士の絡合を行うことが好ましい。高速流体流処理を極細化処理と兼ねる事は可能であるが、少なくとも極細化処理が大部分終了した後にも高速流体流処理を行うことが、より極細繊維同士の絡合を進める上で好ましく、さらに、極細化処理を行った後に高速流体流処理を行うことが好ましい。

【 0 0 4 5 】

極細化処理の方法としては、特に限定されるものではないが、例えば機械的方法、化学的方法が挙げられる。機械的方法とは、物理的な刺激を付与することによって極細化する方法であり、例えば上記のニードルパンチ法やウォータージェットパンチ法等の衝撃を与える方法の他に、ローラー間で加圧する方法、超音波処理を行う方法等が挙げられる。また化学的方法とは、例えば、海島型繊維を構成する少なくとも1成分に対し、薬剤によって膨潤、分解、溶解等の変化を与える方法が挙げられる。特にアルカリ易分解性海成分を用いて成る極細繊維発生型繊維で短繊維不織布を作製し、次いで中性～アルカリ性の水溶液で処理して極細化する方法は、溶剤を使用せず作業環境上好ましいことから、本発明の好ましい態様の一つである。ここでいう中性～アルカリ性の水溶液とは、pH 6～14を示す水溶液であり、使用する薬剤等は特に限定されるものではない。例えば有機または無機塩類を含む水溶液で上記範囲のpHを示すものであれば良く、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等のアルカリ金属塩、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム等のアルカリ土類金属塩等が挙げられる。また、必要によりトリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン等のアミンや減量促進剤、キャリアー等を併用することもできる。中でも水酸化ナトリウムが価格や取り扱いの容易さ等の点で好ましい。さらにシートに上述の中性～アルカリ性の水溶液処理を施した後、必要に応じて中和、洗浄して残留する薬剤や分解物等を除去してから乾燥を施すことが好ましい。

【0046】

これらの極細化処理と高速流体流処理を同時に行う方法としては、例えば水可溶性の海成分からなる複合繊維を用い、ウォータージェットパンチによって除去と絡合を行う方法、アルカリ分解速度の異なる2成分以上の複合繊維を用い、アルカリ処理液を通して易溶解成分を分解処理した後に、ウォータージェットパンチによって最終除去および絡合処理を行う方法、等が挙げられる。

【0047】

高速流体流処理としては、作業環境の点で水流を使用するウォータージェットパンチ処理を行うことが好ましい。この時、水は柱状流の状態で行うことが好ましい。柱状流を得るには、通常、直径0.06～1.0mmのノズルから圧力1～60MPaで噴出させることで得られる。かかる処理は、効率的な絡合性と良好な表面品位を得るために、ノズルの直径は0.06～0.15mm、間隔は5mm以下であることが好ましく、直径0.06～0.12mm、間隔は1mm以下がより好ましい。これらのノズルスペックは、複数回処理する場合、すべて同じ条件にする必要はなく、例えば大孔径と小孔径のノズルを併用することも可能であるが、少なくとも1回は上記構成のノズルを使用することが好ましい。特に直径が0.15mmを超えると極細繊維同士の絡合性が低下し、表面がモモケやすくなるとともに、表面平滑性も低下するため好ましくない。従ってノズル孔径は小さい方が好ましいが、0.06mm未満となるとノズル詰まりが発生しやすくなるため、水を高度に濾過する必要性からコストが高くなる問題があり好ましくない。また、厚さ方向に均一な交絡を達成する目的、および/または不織布表面の平滑性を向上させる目的で、好ましくは多数回繰り返して処理する。また、その水流圧力は処理する不織布の目付によって適宜選択し、高目付のもの程高圧力とすることが好ましい。さらに、極細繊維同士を高度に絡合させる目的で、少なくとも1回は10MPa以上の圧力で処理することが好ましく、15MPa以上がより好ましい。また上限は特に限定されないが、圧力が上昇する程コストが高くなり、また低目付であると不織布が不均一となる場合があり、繊維の切断により毛羽が発生する場合もあるため、好ましくは40MPa以下であり、より好ましくは30MPa以下である。こうすることによって、例えば海島型繊維から得た極細繊維の場合、繊維同士が集束した極細繊維束が主として絡合しているものが一般的であるが、本発明においては極細繊維束による絡合がほとんど観察されない程度にまで極細繊維同士が高度に絡合した極細短繊維不織布を得ることができ、またこれにより耐摩耗性等の表面特性を向上させることもできる。なお、ウォータージェットパンチ処理を行う前に、水浸漬処理を行ってもよい。さらに表面の品位を向上させるために、ノズルヘッドと不織布を相対

10

20

30

40

50

的に移動させる方法、交絡後に不織布とノズルの間に金網等を挿入して散水処理する方法等を行うこともできる。また、高速流体流処理を行う前には、厚み方向に対して垂直に2枚以上にスプリット処理を行うことが好ましい。このようにして、好ましくはタテ方向の10%モジュラスが5 N / cm以上となるまで、より好ましくは6 N / cm以上となるまで極細繊維同士を絡合させるとよい。

【0048】

本発明は、ニードルパンチによる絡合のしやすい繊維と高速流体流処理による絡合のしやすい繊維の相違に着目し、特に上記のようなプロセスにより製造することで、容易に本発明の優れた極細短繊維不織布が得られることを見出したものである。すなわち、1 ~ 10 デシテックスの繊維が太い状態ではニードルパンチによる絡合が優れ、0 . 0001 ~ 0 . 2 デシテックスの極細領域では高速流体流処理による絡合が優れる傾向があることを利用したものである。これらの繊維繊度と絡合方法を組み合わせるために、繊度1 ~ 10 デシテックスの極細繊維発生型繊維を用いてニードルパンチにより十分に絡合させ、次いで0 . 0001 ~ 0 . 2 デシテックスの極細繊維を得る極細化処理をした後、または極細化処理と同時に、あるいは極細化処理と同時およびその後に、高速流体流処理を行うことが好ましい。

10

【0049】

本発明の研磨布を製造するにおいては、本発明の効果を損なわない範囲でウレタン等の高分子弾性体を付与しても良い。この場合は、極細短繊維不織布を製造した後、高分子弾性体を含浸する。かかる高分子弾性体としては、適宜目的とする風合い、物性、品位が得られるものを種々選択して使用することができ、例えばポリウレタン、アクリル、スチレン - ブタジエン等が挙げられる。この中で柔軟性の点でポリウレタンを用いることが好ましい。ポリウレタンの製造方法としては、特に限定されるものではなく、従来から知られている方法、すなわち、ポリマーポリオール、ジイソシアネート、鎖伸張剤を適宜反応させて製造することができる。また、溶剤系であっても水分散系であっても良いが、作業環境の点で水分散系の方が好ましい。

20

【0050】

高分子弾性体を含浸する際には、実質的に表面に高分子弾性体が露出しないように、十分注意する必要がある。その観点から、高分子弾性体が含まれる量は、全重量の10%以下が好ましく、5%以下がより好ましく、2%以下がさらに好ましい。また、溶剤系高分子弾性体を用いる場合は湿式凝固法を採用し、水分散型高分子弾性体を用いる場合は、感熱凝固性のものを用いるなど、表面への高分子弾性体のマイグレーションを抑制することが好ましい。

30

【0051】

しかしながら、本発明の研磨布の特徴がより明確であり、従来と比較してより優れる点で、実質的に高分子弾性体を含まず、主として繊維素材からなることが好ましい。さらに、繊維素材についても実質的に非弾性ポリマーの繊維からなることが好ましい。また、高分子弾性体を含まないことで、研磨布の剛性が高くなり、より高い研削力が得られるという効果もある。

【0052】

また、揉み処理を行うことは、立毛の分散性が向上し、研磨時における砥粒の分散性や保持性が向上するため好ましい。揉み処理は、一般に風合い加工機や染色機と呼ばれる装置によっておこなうことができ、具体的には液流染色機やウィンス染色機、ジッガー染色機、タンブラー、リラクサー等を用いることができる。本発明において、揉み処理は高速流体流処理を行った後に行うことが好ましい。高速流体流処理を行う前に揉み処理を行う場合は、その効果は高速流体流処理によって大きく低減し、また揉み加工時の寸法変化が増加するため好ましくない。

40

【0053】

さらに、高速流体流処理を行った後、カレンダーによって100 ~ 250 の温度で厚みを0 . 1 ~ 0 . 8 倍に圧縮すると、繊維見掛け密度を増加させることができ、また表面

50

平滑性が優れ、容易に表面粗さを本発明の範囲に調整できる点で好ましい。0.1倍未満に圧縮すると風合いが堅すぎて好ましくない。また0.8倍を越えても良いが、圧縮の効果が少なくなる。さらに、100未満で処理しても、圧縮の効果が少なくなり、好ましくない。また250を越える温度で処理すると、繊維の融着等によってスクラッチが発生しやすくなるため、好ましくない。なお、高速流体流処理の前に圧縮すると、高速流体流処理による絡合が進みにくくなるため、好ましくない。

【0054】

さらにまた、立毛調の表面を得るためにはサンドペーパーやブラシ等を用いることが好ましい。かかる立毛化処理や上述の揉み処理や圧縮処理の順序は、高速流体流処理の後であれば特に限定されるものではないが、最終製品での平滑性を増加させるために、揉み処理を行った後に圧縮処理を行い、ついで立毛処理を行うことが好ましい。

10

【0055】

本発明の研磨布において、水滴吸収時間や接触角を調整する好ましい方法として、親水性化合物や疎水性化合物を処理することが上げられる。この処理は、上述した製造方法のうち、いずれのタイミングで行っても良いが、水滴吸収時間や接触角の調整が容易な点で、好ましくはニードルパンチやウォータージェットパンチ等の絡合処理が終わった後、より好ましくは、立毛処理を行った後が良い。この場合、基材の密度や繊維度、使用する繊維種等によって、その処理薬剤や付与量は目的に応じ、適宜調整する必要がある。

【0056】

例えば、本発明の研磨布において、水滴吸収時間を減少させる目的、および/又は、接触角を減少させる目的で処理を行う場合は、界面活性剤、アクリル系、シリコン系、PVA系高分子等から1種類以上の成分を選び、その溶液又はエマルジョン溶液を浸漬処理するか、又は不織布表面へ噴霧した後乾燥し固着させる。該界面活性剤には、イオン系と非イオン系界面活性剤があるが、金属成分を回避する点から非イオン系の界面活性剤が好ましい。

20

【0057】

一方、本発明の研磨布において、水滴吸収時間を増加させる目的、および/又は、接触角を増加させる目的で処理を行う場合は、例えばケイ素、フッ素等を含むオリゴマーやポリマー、オレフィン系ポリマー、パラフィン等を上記同様、浸漬処理、噴霧処理等によって処理することができる。

30

【0058】

また、吸水性と撥水性をバランスさせるため、撥水処理後、親水性成分処理することもできる。

【0059】

なお、織編物やフィルムを含む研磨布とする場合、その積層方法としては特に限定されるものではなく、上述のニードルパンチや高速流体処理時に重ね合わせて絡合させる手段や、あるいは接着による手段で行うことができる。これらの中で剥離を防止し、コストを抑制でき、また種々の織編物を容易に積層できることから、高速流体流処理による方法が好ましい。これらの手段によって、引張強力や10%モジュラスを向上させることが可能である。

40

【実施例】

【0060】

以下、実施例により、本発明をさらに詳細に説明する。研磨評価においては、アルミニウム板にNi-Pメッキし、ポリッシュ加工した平均表面粗さ2.8オングストロームの基板A(サブストレート)、又はアモルファスガラスを用いた基板B(サブストレート)に対し、以下の条件で各研磨布を用いて行った。評価枚数は100枚とし、その平均値を評価値とした。

【0061】

砥粒	0.2 μm のダイヤモンドスラリー(0.2%水分散液)
滴下速度	10 mL / 分

50

ディスク回転速度 500 rpm
 加工圧力 10 N / cm²
 研磨時間 30 秒

なお、実施例中の物性値は以下に述べる方法で測定した。

(1) 繊維見掛け密度

JIS L 1096 8.4.2 (1999) の方法で目付を測定し、厚みをダイヤルシックネスゲージ(株)尾崎製作所製、商品名“ピーコックH”)により測定した。目付の値から計算によって繊維見掛け密度を求めた。

(2) 引張強力、10%モジュラス

JIS L 1096 8.12.1 (1999) により、幅5cm、長さ20cmのサンプルを採取し、つかみ間隔10cmで定速伸長型引張試験器にて、引張速度10cm/分にて伸長させた。得られた値を幅1cmあたりに換算して引張強力とした。またタテ方向における10%伸長時の強力を10%モジュラスの値とした。

10

(3) 表面粗さ

表面試験機 KES - FB4 (カトーテック(株)製)を用い、KES法により測定した。

(4) 研磨布断面観察

研磨布を厚み方向に切った後、SEMにて繊維の絡合状態を観察した。

(5) スクラッチ数

ZYG0製干渉型顕微鏡で研磨後の基板の表面観察し、各サンプルの表面スクラッチ数を測定した。スクラッチは0.1μm×100μm以上の大きさのものを数えた。

20

(6) 基板表面粗さ(Ra)

ZYG0製表面粗さ測定器(TMS2000)で研磨後の基板の表面粗さを測定した。

(7) 水滴吸収時間の測定

FACE/CA-A型の接触角想定装置(協和界面科学(株)製)を用い、注射器に蒸留水を入れ、注射針(外径0.60mm、内径0.45mm)から水滴1滴を研磨布上に滴下し、その水滴を該装置の接眼レンズから観察し、吸収時間(tq)を次式にて求めた。

【0062】

$$t_q = t_2 - t_1 \quad (\text{秒})$$

30

t₁: 水滴が研磨布上に落ちた時間

t₂: 研磨布中に水滴が吸い込まれ、表面上に水滴がなくなる時間

このt₁、t₂の状態は、通常の場合(およそt_qが10秒以上)では目視で測定可能であるが、非常に速い場合や観察し難い場合は、前述の装置で水滴が注射針から滴下開始する時間から水滴が研磨布中に十分吸収されるまでの状態を該装置の接眼レンズを通して水滴の状態の全画像をビデオに撮影してから測定することができる。

【0063】

このようにして、製品から任意に取出した試料で20個の測定を行い、該20個の測定値(t_q)の中で、最も大きい方の5個のデータの平均値をとり、該平均値を吸水時間の値とした。

40

(8) 接触角の測定

上記同様の装置を用い、液滴法にて、温度20℃、湿度60%の環境下測定を行った。なお、接触角は、吸水時間の測定と同様に任意の試料を用いて20個の測定を行い、該20個の測定値の中で、最も大きい方の5個のデータの平均値をとり、該平均値を接触角の値とした。

【0064】

実施例1

海成分としてポリスチレンが70部、島成分としてナイロン6が30部からなる単繊維繊維度4.4デシテックス、70島、繊維長51mmの海島型短繊維を用い、カード、クロスラッパーを通してウェブを作製した。次いで1バープ型のニードルパンチにて3000

50

本 / cm^2 の打ち込み密度で処理し、繊維見掛け密度 0.23 g / cm^3 の短繊維不織布を得た。次に約 95 に加温した重合度 500、ケン化度 88% のポリビニルアルコール (PVA1) 12% の水溶液に固形分換算で不織布重量に対し 25% の付着量になるように浸漬し、PVA の含浸と同時に 2 分間収縮処理を行い、100 にて乾燥して水分を除去した。得られたシートを約 30 のトリクレンでポリスチレンを完全に除去するまで処理し、単繊維繊度約 0.02 デシテックスの極細繊維を得た。次いで、室田製作所 (株) 製の標準型漉割機を用いて、厚み方向に対して垂直に 2 枚にスプリット処理した後、0.1 mm の孔径で、0.6 mm 間隔のノズルヘッドからなるウォータージェットパンチにて、1 m / 分の処理速度で表裏ともに 10 MPa と 20 MPa で処理し、PVA1 の除去とともに絡合を行った。この際に PVA1 は完全に脱落していた。

10

【0065】

このようにして得られた極細短繊維不織布に対しサンドペーパーを用いて立毛を形成させ、液流染色機を用いて 60 で 20 分揉み処理を行った後、150 のカレンダープレスによって 5 m / 分で処理し、厚みを 0.52 倍まで圧縮してから整毛した。このようにして得られた研磨布の断面を観察した結果、極細繊維同士が絡合した緻密なシートであり、また繊維素材以外の樹脂状付着物は観察されなかった。この研磨布の物性、及び得られた研磨布を用いて基板 A の研磨を行った結果を表 1 に示した。

【0066】

実施例 2

島成分としてナイロン 6 の代わりにポリエチレンテレフタレートを用いた以外は実施例 1 と同様にして研磨布を得た。この研磨布の断面を観察した結果、実施例 1 と同様、極細繊維同士が絡合した緻密なシートであり、また繊維素材以外の樹脂状付着物は観察されなかった。この研磨布の物性、及び得られた研磨布を用いて基板 A の研磨を行った結果を表 1 に示した。

20

【0067】

実施例 3

実施例 1 で得られた研磨布を用い、基板 B の研磨を行った。その結果、表面粗さ、スクラッチ個数ともに数値は小さいものの、研削力不足により、基板表面に凹凸を形成できていない研削不良個所が多発した。

【0068】

実施例 4

実施例 2 で得られた研磨布を用い、基板 B の研磨を行った。その結果、実施例 3 のような研削不良が発生せず、良好なテクスチャー加工ができた。この結果を表 1 に示した。

30

【0069】

比較例 1

実施例 1 で得られた短繊維不織布を用い、海成分を除去する前に 0.1 mm の孔径で、0.6 mm 間隔のノズルヘッドからなるウォータージェットパンチにて、1 m / 分の処理速度で両面ともに 10 MPa、20 MPa で処理し、絡合を行った。次に約 95 に加温した PVA1 の 12% 水溶液に固形分換算で不織布重量に対し 25% の付着量になるように浸漬し、PVA1 の含浸と同時に 2 分収縮処理を行い、100 にて乾燥して水分を除去した。得られたシートを約 30 のトリクレンでポリスチレンを完全に除去するまで処理し、次いで室田製作所 (株) 製の標準型漉割機を用いて、厚み方向に対して垂直に 2 枚にスプリット処理した後、PVA1 を除去して、単繊維繊度約 0.02 デシテックスの極細繊維を得た。

40

【0070】

このようにして得られた研磨布の断面を観察した結果、極細繊維束が主として絡合しており、また繊維素材以外の樹脂状付着物は観察されなかった。また、10% モジュラスが低く実施例 1 で得られた研磨布と比較して容易に変形するほど形態保持性に劣るものであり、表面も粗いものであった。この研磨布の物性、及びこのようにして得られた研磨布を用いて基板 A の研磨を行った結果を表 1 に示した。

50

【 0 0 7 1 】

比較例 2

比較例 1 で得られた研磨布を液流染色機を用いて 6 0 で 2 0 分揉み処理を行ったところ、表面に毛玉が多く発生し、所々に破れが生じるなど、研磨布として使用することができなかった。

【 0 0 7 2 】

実施例 5

実施例 1 で得られたシートにポリアミド系親水剤を固形分 0 . 5 重量 % が付与されるように浸漬処理した後、乾燥し 1 6 0 で乾熱熱処理した。得られたシートの水滴吸収時間は 1 0 秒であり、接触角は 2 0 ° であった。この研磨布の物性、及び得られた研磨布を用いて基板 A の研磨を行った結果を表 1 に示した。スクラッチが実施例 1 と比較して減少する効果があった。

【 0 0 7 3 】

実施例 6

実施例 1 で得られたシートにフッ素系樹脂を固形分 1 . 0 重量 % が付与されるように浸漬処理した後、乾燥し 1 6 0 で乾熱熱処理した。得られたシートの水滴吸収時間は 2 0 0 秒であり、接触角は 1 2 0 ° であった。この研磨布の物性、及び得られた研磨布を用いて基板 A の研磨を行ったところ、実施例 1 と比較して研削効率が向上する効果があった。

【 0 0 7 4 】

【表 1】

	繊維	目付 (g/m ²)	密度 (g/cm ³)	引張強力 (N/cm)	10%伸縮率 (N/cm)	表面粗さ (μ)	基板 種類	基板表面粗さ (Å)	スクラッチ (個/枚)
実施例 1	N6	1 9 9	0 . 4 2	9 5	7 . 6	3 . 1	A	2 . 5	6
実施例 2	PET	2 4 7	0 . 4 4	1 5 1	1 8 . 2	3 . 0	A	3 . 0	1 0
実施例 3	N6	1 9 9	0 . 4 2	9 5	7 . 6	3 . 1	B	1 . 0	1
実施例 4	PET	2 4 7	0 . 4 4	1 5 1	1 8 . 2	3 . 0	B	2 . 5	2
実施例 5	N6	1 9 9	0 . 4 2	9 0	5 . 6	3 . 1	A	2 . 4	5
実施例 6	N6	1 9 9	0 . 4 2	9 7	7 . 9	3 . 1	A	2 . 6	6
比較例 1	N6	1 9 8	0 . 3 0	9 1	1 . 8	1 5	A	3 . 2	3 0

フロントページの続き

審査官 井上 政志

- (56)参考文献 特開2000-237951(JP,A)
特開2003-011068(JP,A)
特開2001-001253(JP,A)
特開2002-079472(JP,A)
特公平04-001113(JP,B2)
特開昭60-075682(JP,A)
特開昭63-303187(JP,A)
特開2003-278072(JP,A)
特開平11-090810(JP,A)
特開2003-236739(JP,A)
特開2003-235896(JP,A)
特開2003-094320(JP,A)
特開平02-234981(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D04H1/00-18/00
B24B3/00-3/60
B24B21/00-39/06