

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3877924号
(P3877924)

(45) 発行日 平成19年2月7日(2007.2.7)

(24) 登録日 平成18年11月10日(2006.11.10)

(51) Int.C1.

F 1

C09K	3/14	(2006.01)	C09K	3/14	550Z
B24B	37/00	(2006.01)	C09K	3/14	550D
G11B	5/84	(2006.01)	B24B	37/00	H
			G11B	5/84	A

請求項の数 12 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-13858 (P2000-13858)
 (22) 出願日 平成12年1月24日 (2000.1.24)
 (65) 公開番号 特開2001-207161 (P2001-207161A)
 (43) 公開日 平成13年7月31日 (2001.7.31)
 審査請求日 平成16年12月24日 (2004.12.24)

(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
 (74) 復代理人 100094178
 弁理士 寺田 實
 (74) 代理人 100070378
 弁理士 菊地 精一
 (72) 発明者 宮田 憲彦
 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
 (72) 発明者 多田 清志
 大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気ディスク基板研磨用組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

水、二次粒子の平均粒子径が0.03~0.5μmの酸化ケイ素3~30質量%、ゲル化防止剤0.1~2質量%、硝酸アルミニウム1~20質量%及び過酸化水素0.2~5質量%を含む磁気ディスク基板研磨用組成物。

【請求項2】

酸化ケイ素がコロイダルシリカ、ヒュームドシリカ及びホワイトカーボンから選ばれる1種又は2種以上である請求項1に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

【請求項3】

ゲル化防止剤がホスホン酸系化合物、フェナントロリン及びアセチルアセトンアルミニウム塩から選ばれる1種又は2種以上である請求項1又は2に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。 10

【請求項4】

ゲル化防止剤がホスホン酸系化合物である請求項3に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

【請求項5】

ホスホン酸系化合物が1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸である請求項4に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

【請求項6】

さらに界面活性剤を含む請求項1~5のいずれか1項に記載の磁気ディスク基板研磨用 20

組成物。

【請求項 7】

さらに防腐剤を含む請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

【請求項 8】

水で希釈して請求項 1 に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物となる濃厚な組成物。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の濃厚な組成物として運搬する磁気ディスク基板研磨用組成物の運搬方法。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物を用いて研磨する磁気ディスク基板の研磨方法。 10

【請求項 11】

請求項 8 に記載の濃厚な組成物を希釈して研磨に用いる磁気ディスク基板の研磨方法。

【請求項 12】

請求項 10 または 11 に記載の磁気ディスク基板の研磨方法で研磨する工程を含む磁気ディスク基板の製造方法。 20

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は磁気ディスク基板研磨用組成物に関し、さらに詳しくは、磁気ヘッドが低浮上量で飛行するのに適した精度の高い磁気ディスク表面が得られる磁気ディスク基板研磨用組成物に関する。 20

【0002】

【従来の技術】

コンピューターやワードプロセッサーの外部記憶装置の中で高速でアクセス出来る手段として磁気ディスク（メモリーハードディスク）が広く使われている。この磁気ディスクの代表的な一例は、Al 合金基板の表面に NiP を無電解メッキしたものを基板とし、この基板を表面研磨した後、Cr 合金下地膜、Co 合金磁性膜そしてカーボン保護膜を順次スパッターで形成したものである。 30

磁気ディスク表面に磁気ヘッド浮上量以上の高さを有する突起が残っていると、所定高さにて浮上しながら高速で飛行する磁気ヘッドがその突起に衝突して損傷する原因になる。また、磁気ディスク基板に突起や研磨傷などがあると Cr 合金下地膜や Co 合金磁性膜などを形成したとき、それらの膜の表面に突起が現れ、また研磨傷に基づく欠陥が生じ、磁気ディスク表面が精度の高い平滑面にならないので、ディスク表面の精度を上げるには基板を精密に研磨する必要がある。 30

【0003】

このため、磁気ディスク基板の研磨において、突起物をなくし、またはその高さをできるだけ低くし、かつ研磨傷が生じ難い研磨用組成物として多くのものが提案されてきた。なかでも特開平 10 - 121035 (チタニアに硝酸アルミニウムを添加してなる組成物を使用) はサブミクロンの酸化チタニウム粒子を砥粒として使用しているので従来に比較して高い面精度、研磨速度は達成しやすいが、最近求められる面精度のレベルには砥粒物質の硬度の影響で達成が困難な状況である。また、特開平 11 - 167715 (コロイダルシリカに硝酸アルミニウムを添加してなる組成物を使用) は砥粒に硬度の小さい酸化ケイ素微粒子を使用しているため面精度は得られやすいが、実生産に使用できる研磨速度の達成が困難であった。 40

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

高密度磁気記録を可能とするアルミニウム磁気ディスク基板研磨用組成物に要求される品質は、ヘッドの低浮上を可能とする高精度ディスク面の達成である。

本発明の目的は、磁気ディスクの表面粗さが小さく、かつ突起や研磨傷を発生させず、高 50

密度記録が達成可能であり、しかも経済的な速度で研磨できる磁気ディスク基板の研磨用組成物を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、低浮上量型アルミニウム磁気ディスクに要求される高精度の研磨面を達成するための研磨剤について鋭意研究した結果、酸化ケイ素を研磨材とし、これに硝酸アルミニウム、ゲル化防止剤及び過酸化水素を配合してなる研磨用組成物が優れた性能を示すことを見いだし、本発明の完成に至った。

すなわち、本発明は以下の各発明からなる。

(1) 水、酸化ケイ素、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素を含む磁気ディスク基板研磨用組成物。 10

(2) 酸化ケイ素がコロイダルシリカ、ヒュームドシリカ及びホワイトカーボンから選ばれる1種又は2種以上である上記(1)に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(3) 酸化ケイ素の二次粒子の平均粒子径が0.03~0.5μmである上記(1)または(2)に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(4) 酸化ケイ素の組成物中濃度が3~30質量%である上記(1)~(3)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(5) ゲル化防止剤がホスホン酸系化合物、フェナントロリン及びアセチルアセトナルミニウム塩から選ばれる1種又は2種以上である上記(1)~(4)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。 20

(6) ゲル化防止剤がホスホン酸系化合物である上記(5)に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(7) ホスホン酸系化合物が1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸である上記(6)に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(8) ゲル化防止剤の組成物中濃度が0.1~2質量%である上記(1)~(7)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(9) 硝酸アルミニウムの組成物中濃度が1~20質量%である上記(1)~(8)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(10) 過酸化水素の組成物中濃度が0.2~5質量%である上記(1)~(9)のいずれか1項に記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。 30

(11) さらに界面活性剤を含む上記(1)~(10)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(12) さらに防腐剤を含む上記(1)~(11)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物。

(13) 水で希釈して上記(4)及び(8)~(10)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物となる濃厚な組成物。

(14) 上記(13)に記載の濃厚な組成物として運搬する磁気ディスク基板研磨用組成物の運搬方法。

(15) 上記(1)~(12)のいずれかに記載の磁気ディスク基板研磨用組成物を用いて研磨する磁気ディスク基板の研磨方法。 40

(16) 上記(13)に記載の濃厚な組成物を希釈して研磨に用いる磁気ディスク基板の研磨方法。

(17) 上記(15)または(16)に記載の磁気ディスク基板の研磨方法で研磨する工程を含む磁気ディスク基板の製造方法。

【0006】

本発明によれば、水、酸化ケイ素、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素を含んでなる組成物であって、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素の3成分が混在することにより、より高い研磨速度が得られることを特徴とする磁気ディスク基板研磨用組成物が提供される。

本発明の研磨用組成物は、例えば磁気抵抗(MR)効果を利用した磁気ヘッド用磁気ディ 50

スクに代表される高記録密度用の基板（通常、1 G b i t / i n c h² 以上の記録密度を有する）に有利に適用できるが、それ以下の記録密度を有する磁気ディスクに対しても信頼性向上という見地から効果的に応用できる。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨用組成物に研磨材として含まれる酸化ケイ素は、特に限定されるものではなく、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、ホワイトカーボンでも良く、二次粒子の平均粒子径は0.03～0.5 μmであることが好ましい。二次粒子の平均粒子径はレーザードップラー周波数解析式粒度分布測定器、マイクロトラックU P A 1 5 0 (Honeywell社製)により測定した値である。

酸化ケイ素の二次粒子径が大きくなると細目のゲル化、凝集は抑制しやすくなるが、粗い粒子の存在確率も高くなるため、研磨傷発生の原因となる。また、二次粒子径が小さくなると、前述のゲル化、凝集が起きやすくなり、やはり研磨傷発生の原因となる。従って、本発明の研磨用組成物に研磨材として含まれる酸化ケイ素の二次粒子の平均粒子径は0.03～0.5 μmであることが好ましく、更には0.04～0.2 μmがより好ましい。

【0008】

研磨用組成物中の酸化ケイ素の濃度が3質量%未満の場合は研磨速度が著しく低い。また、濃度が高くなるにつれて研磨速度は高くなるが、30質量%を越えると研磨速度の上昇が見られないだけでなく、特にコロイダルシリカではゲル化しやすくなる。経済性を加味すると実用的には30質量%が上限となる。従って、酸化ケイ素の組成物中濃度としては3～30質量%の範囲であることが好ましく、更には5～15質量%が好ましい。

【0009】

本発明の研磨用組成物に用いるゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素はこれら3成分の混在により、大きな研磨促進の効果を出すが、それぞれの添加量はゲル化防止剤が0.1～2質量%、更に好ましくは0.3～1質量%、硝酸アルミニウムが1～20質量%、更に好ましくは2～15質量%、過酸化水素が0.2～5質量%、更に好ましくは0.5～3質量%である。

ゲル化防止剤の添加量が0.1質量%未満では研磨促進への効果が低く、なお且つ、ゲル化しやすくなる。また、ゲル化防止剤の添加量が2質量%を越えても研磨促進への効果は高くならない。

【0010】

硝酸アルミニウムの添加量が1質量%未満では研磨促進への効果が低い。また、硝酸アルミニウムの添加量が20質量%を越えるとよりゲル化しやすくなる傾向がある。

過酸化水素の添加量が0.2質量%未満では研磨促進への効果が低い。また、過酸化水素の添加量が5質量%を越えても研磨促進への効果は高くならない。

【0011】

本発明に用いられるゲル化防止剤は、好ましくはホスホン酸系化合物、フェナントロリン及びアセチルアセトンアルミニウム塩から選ばれた1種又は2種以上の混合物である。具体的には、ホスホン酸系化合物としては、1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸(C₂H₆O₇P₂)若しくはアミノトリメチレンホスホン酸(C₂H₁₂O₉P₃N)を、フェナントロリンとしては、1,10-フェナントロリノー水和物(C₁₂H₈N₂·H₂O)を、アセチルアセトンアルミニウム塩としては、アセチルアセトンのアルミニウム錯塩(A₁₂[CH(COCH₃)₃])をそれぞれ例示することが出来る。この中でも特に、研磨促進としては1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸の効果が一番高い。

【0012】

上記の各成分濃度は磁気ディスク基板を研磨する際の濃度である。研磨用組成物を製造し、運搬等する場合は上記濃度より濃厚な組成物とし、使用に際して上記の濃度に薄めて使用するのが効率的である。

【0013】

10

20

20

30

40

50

本発明の研磨用組成物は酸化ケイ素にゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素の3成分を混在させることにより、大きな研磨促進の効果を出すが、そのメカニズムについては定かではないが、ゲル化防止剤の分散効果によるマイルドな機械研磨作用、過酸化水素の酸化効果が硝酸アルミニウムの研磨促進効果を増幅させ化学研磨作用をより効果的にさせるように働いていることが推測される。これら3成分が混在することにより、どの2成分の混在よりも研磨速度が高く、研磨傷及びピットの発生を抑制することが確認されている。

【0014】

本発明の磁気ディスク基板の研磨用組成物は前記の各成分の他に、界面活性剤、防腐剤等を添加することができる。しかし、その種類及び添加量はゲル化を引き起こさないよう注意が必要である。10

本発明の研磨用組成物は、従来の研磨用組成物と同様に、水に酸化ケイ素を懸濁し、これにゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素等を添加することによって調製することができる。

【0015】

本発明の研磨用組成物を適用する磁気ハードディスク基板は格別限定されるものではないが、アルミニウム（合金を含む）基板、とくに、例えばNiPを無電解メッキしたアルミニウム基板の研磨に本発明の組成物を適用すると、酸化ケイ素によるマイルドな機械的研磨作用とゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素による化学的研磨作用とが相俟って、高品質の研磨面が得られる。20

研磨方法は一般にスラリー状研磨材に用いられる研磨パッドを磁気ディスク基板上に摺り合わせ、パッドと基板の間にスラリーを供給しながらパッドまたは基板を回転させる方法である。

本発明の研磨用組成物を用いて研磨した基板からつくられた磁気ディスクは、マイクロピット、マイクロスクランチ等微細な欠陥について発生頻度が非常に低く、また表面粗さ（Ra）も0.2～0.3nm位であり、非常に平滑性に優れている。

【0016】

【実施例】

以下、本発明の実施例について具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。30

（実施例1～13）

コロイダルシリカ（デュポン（株）製、サイトンHT-50F）に水、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素を表2に示す割合で添加し、種々の水性研磨用組成物を調製し、以下に示す研磨装置および研磨条件で研磨を行った。その結果を表2に示す。

なお、粒子径はレーザードップラー周波数解析式粒度分布測定器、マイクロトラックUPA150（Honeywell社製）により測定した。粒度測定値を表1に示す。

【0017】

（実施例14、15）

ホワイトカーボン（日本シリカ工業（株）製、E-150J）及びヒュームドシリカ（日本アエロジル（株）製、AEROSIL50）を媒体攪拌ミルにより粉碎、整粒により粗粒子を除去し、二次粒子の平均粒子径が0.1μmの酸化ケイ素を調製した。次に、水、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素を表2に示す割合で添加し、種々の水性研磨用組成物を調製し、以下に示す研磨装置および研磨条件で研磨を行った。その結果を表2に示す。なお、粒度測定値は表1に示す。40

【0018】

研磨条件

使用した基板：NiPを無電解メッキした3.5インチサイズのアルミニウムディスク。

使用した研磨装置および研磨条件

研磨試験機 4ウェイ式両面ポリシングマシン

研磨パッド スエードタイプ（ポリテックスDG、ロデール社製）

10

20

30

40

50

下定盤回転速度 60 r p m
 スラリー供給速度 50 ml / min
 研磨時間 5 min
 加工圧力 50 g / cm²

【0019】

研磨特性の評価

研磨レート アルミニウムディスクの研磨前後の重量減より換算。

表面粗さ タリステップ、タリデータ2000（ランクテーラー・ホブソン社製）を使用。

研磨傷および研磨ピットの深さは触針式表面解析装置P-12（TENCOR社製）の3次元モードにより形状解析し深さをもとめた。 10

研磨特性の評価結果を表2に示す。表2中の研磨傷Aは研磨傷深さが5nm以下であり、研磨傷Bは研磨傷深さが5~10nmである。またピットAはピット深さが5nm以下であり、ピットBはピット深さが5~10nmである。研磨傷深さが10nmより大きなもの、またピット深さが10nmより大きなものは、実施例、比較例共に発生しなかった。

【0020】

(比較例1~2)

コロイダルシリカ（サイトンHT-50F、デュポン（株）製）に水、ゲル化防止剤、硝酸アルミニウム及び過酸化水素を表2に示す割合で添加し、水性研磨用組成物を調製し、実施例と同様に研磨した。その結果を表2に示す。 20

【0021】

(比較例3)

酸化チタニウム（スーパー・タイタニアF-2、昭和タイタニウム（株）製）を媒体攪拌ミルにより粉碎、整粒により粗粒子を除去し、平均粒子径0.3μmの酸化チタニウムをまず得た。次に、水、硝酸アルミニウムを表2に示す割合で添加し、水性研磨用組成物を調製し、実施例と同様に研磨した。その結果を表2に示す。なお、粒度測定値は表1に示す。 30

【0022】

【表1】

	品名	一次粒子径 (μm)	二次粒子径 (μm)
酸化ケイ素①(シリカ①)	サイトンHT-50F	0.05	0.05
酸化ケイ素②(シリカ②)	E-150J	0.03	0.1
酸化ケイ素③(シリカ③)	AEROSIL50	0.05	0.1
酸化チタニウム(チタニア)	F-2	0.06	0.3

【0023】

【表2】

40

		研磨材		ゲル化防止剤		硝酸アルミニウム		過酸化水素		研磨レート (μm/min.)		表面粗さ (Ra) (nm)		研磨傷		ピット	
		種類 (質量%)	添加量 (質量%)	種類 (質量%)	添加量 (質量%)	添加量 (質量%)	添加量 (質量%)	添加量 (質量%)	添加量 (質量%)	研磨レート (μm/min.)	表面粗さ (Ra) (nm)	研磨傷	ピット				
実施	1	シリカ①	2	1-ヒドロキシエチル-1,1-ジホスホン酸	0.3	5.0	1.0	0.3	0.11	0.20	0.2	A	A	A	A	A	A
	2	〃	6	〃	0.3	5.0	1.0	0.3	0.24	0.24	0.2	A	A	A	A	A	A
	3	〃	1.5	〃	0.3	5.0	1.0	0.3	0.24	0.24	0.2	A	A	A	A	A	A
	4	〃	6	〃	1.0	5.0	1.0	0.3	0.25	0.25	0.2	A	A	A	A	A	A
	5	〃	6	〃	2.0	5.0	1.0	0.3	0.18	0.18	0.2	A	A	A	A	A	A
	6	〃	6	〃	0.3	2.0	0.3	0.3	0.5	0.1	0.2	A	A	A	A	A	A
	7	〃	6	〃	0.3	1.0	0.3	0.3	0.5	0.1	0.2	A	A	A	A	A	A
	8	〃	6	〃	0.3	5.0	0.3	0.3	0.5	0.1	0.2	A	A	A	A	A	A
	9	〃	6	〃	0.3	5.0	0.3	0.3	0.5	0.1	0.2	A	A	A	A	A	A
	10	〃	6	〃	0.3	5.0	0.3	0.3	0.2	0.2	0.2	A	A	A	A	A	A
例	11	〃	6	アミノトリメチレンホスホン酸	0.3	5.0	1.0	0.3	0.20	0.20	0.2	A	A	A	A	A	A
	12	〃	6	1,10-フェナントロリン-4-水和物	0.3	5.0	1.0	0.3	0.19	0.19	0.2	A	A	A	A	A	A
	13	〃	6	アセチルセトアルミニウム塩	0.3	5.0	1.0	0.3	0.19	0.19	0.2	A	A	A	A	A	A
比較例	14	シリカ②	6	1-ヒドロキシエチル-1,1-ジホスホン酸	0.3	5.0	1.0	0.3	0.20	0.20	0.2	A	A	A	A	A	A
	15	シリカ③	6	〃	0.3	5.0	1.0	0.3	0.20	0.20	0.2	A	A	A	A	A	A
比較例	1	シリカ①	6	〃	5.0	1.0	0.0	0.8	0.4	B	A	A	A	A	A	A	B
	2	〃	6	〃	0.3	5.0	1.0	0.0	0.9	0.2	A	A	A	A	A	A	B
	3	チタニア	6	〃	—	—	—	0.21	0.4	B	A	A	A	A	A	B	B

【0024】

【発明の効果】

本発明の研磨用組成物を用いてディスクの研磨を行うと、表面粗さが非常に小さく、しかも高い速度で研磨することが出来る。研磨したディスクを用いた磁気ディスクは低浮上型

ハードディスクとして有用であり、高密度記録が可能である。

特に、研磨したディスクを用いた磁気ディスクは、MRヘッド用メディアに代表される高記録密度媒体（ 1 Gbit/inch^2 以上の記録密度を有する）として有用度が高い。それ以下の記録密度を有する磁気ディスクに対しても高信頼性媒体と言う観点で有用である。

フロントページの続き

(72)発明者 富田 賢二
大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

審査官 藤原 浩子

(56)参考文献 特開平9-208934(JP,A)
特開平9-204657(JP,A)
特開平10-121035(JP,A)
特開平10-121034(JP,A)
特開平11-246849(JP,A)
特開平10-321569(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09K 3/14
B24B 37/00 -37/04
G11B 5/84