

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5437894号
(P5437894)

(45) 発行日 平成26年3月12日 (2014. 3. 12)

(24) 登録日 平成25年12月20日 (2013. 12. 20)

(51) Int. Cl.

F I

B 3 2 B 5/18 (2006. 01)

B 3 2 B 5/18

B 2 4 B 37/24 (2012. 01)

B 2 4 B 37/00

N

C 0 8 J 9/26 (2006. 01)

C 0 8 J 9/26

C 0 8 J 9/36 (2006. 01)

C 0 8 J 9/36

B 3 2 B 27/16 (2006. 01)

B 3 2 B 27/16

請求項の数 7 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2010-95887 (P2010-95887)
 (22) 出願日 平成22年4月19日 (2010. 4. 19)
 (65) 公開番号 特開2011-224845 (P2011-224845A)
 (43) 公開日 平成23年11月10日 (2011. 11. 10)
 審査請求日 平成25年2月8日 (2013. 2. 8)

(73) 特許権者 303000545
 帝人コードレ株式会社
 島根県大田市長久町長久イ 4 4 6 番地
 (74) 代理人 100169085
 弁理士 為山 太郎
 (72) 発明者 有藤 朗
 島根県大田市長久町長久イ 4 4 6 番地 帝
 人コードレ株式会社内
 (72) 発明者 岩重 安泰
 島根県大田市長久町長久イ 4 4 6 番地 帝
 人コードレ株式会社内
 (72) 発明者 竹山 直彦
 島根県大田市長久町長久イ 4 4 6 番地 帝
 人コードレ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多孔シート状物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フィルム上に、架橋剤と高分子弾性体 (A) を含有する接着処理液を塗布、乾燥して接着層とし、その表面に高分子弾性体 (B) と有機溶剤からなる溶液を塗布し、水を主成分とする凝固浴中にて高分子弾性体 (B) を湿式凝固させて多孔層を形成することを特徴とする多孔シート状物の製造方法。

【請求項 2】

架橋剤が、イソシアネート系架橋剤である請求項 1 記載の多孔シート状物の製造方法。

【請求項 3】

接着層を構成する高分子弾性体 (A) のガラス転移温度 T_g が 40 以上である請求項 1 または 2 記載の多孔シート状物の製造方法。 10

【請求項 4】

接着処理液の乾燥温度が 100 以下である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項である多孔シート状物の製造方法。

【請求項 5】

湿式凝固後の乾燥温度が 90 ~ 120 である請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項である多孔シート状物の製造方法。

【請求項 6】

最表面を研磨処理する請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項である多孔シート状物の製造方法。

【請求項 7】

表面を加熱プレス処理する請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項である多孔シート状物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、多孔シート状物の製造方法に関し、さらに詳しくは精密機器に用いられる基盤やレンズ、液晶ガラス等における平滑化加工時に最適に用いられる多孔シート状物の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年コンピューターなどの情報処理技術の発達に伴い、磁気記録媒体やシリコンウエハーに対する高精度の表面仕上げが要求されている。例えば磁気記録媒体のハードディスク等を製造する場合、被研磨物となるアルミニウム、ガラス等の表面を平滑化する加工が行われている。そしてこの平滑化加工には、高分子弾性体の多孔シートが広く用いられている。高分子からできた弾性体を、さらに多孔化することによってより柔軟になり、被研磨物に傷を与えることを有効に防止しうるからである。そしてこの平滑加工時に用いられる多孔シート状物においては、より高い均質性と平滑性が要求されてきている。高くなった被研磨物の仕上がりに対する要求特性を、十分に満たせるように加工しうる素材が求められているのである。

【0003】

このような平滑加工に用いられる多孔シートとしては、例えばポリウレタンの発泡体を作成し、それをフィルム、不織布、織布などからなる支持体の表面に張り合わせる製造方法が用いられている（研磨用パッドとして特許文献 1 や、吸着用パッドとして特許文献 2 など）。しかしポリウレタンの発泡体として、圧縮特性に優れる湿式凝固ポリウレタンを用いた場合には、平滑性に劣るという問題があった。そこで例えば、あらかじめ表面または裏面を研磨して平滑にしてから張り合わせる方法が、上記特許文献では提案されている。しかし、張り合わせるためにその接着部分の物性が低下し、はがれが発生し、耐久性に劣るという問題があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2006 - 175576 号公報

【特許文献 2】特開 2006 - 62059 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の目的は、均質性や平滑性に優れながら、耐久性に優れる多孔シート状物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】

【0006】

本発明の多孔シート状物の製造方法は、フィルム上に、架橋剤と高分子弾性体（A）を含有する接着処理液を塗布、乾燥して接着層とし、その表面に高分子弾性体（B）と有機溶剤からなる溶液を塗布し、水を主成分とする凝固浴中にて高分子弾性体（B）を湿式凝固させて多孔層を形成することを特徴とする。

【0007】

さらには、架橋剤がイソシアネート系架橋剤であることや、接着層を構成する高分子弾性体（A）のガラス転移温度 T_g が 40 以上であることが好ましい。また、接着処理液の乾燥温度が 100 以下であることや、湿式凝固後の乾燥温度が 90 ～ 120 であることが好ましい。さらには、最表面を研磨処理することや、表面を加熱プレス処理することが好ましい。

10

20

30

40

50

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、均質性や平滑性に優れながら、耐久性に優れる多孔性シート状物の製造方法が提供される。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本発明の多孔シート状物の製造方法は、フィルム上に、架橋剤と高分子弾性体（A）を含有する接着処理液を塗布、乾燥して接着層とし、その表面に高分子弾性体（B）と有機溶剤からなる溶液を塗布し、水を主成分とする凝固浴中にて高分子弾性体（B）を湿式凝固させることを必須としている。

10

【0010】

本発明の製造方法において用いられるフィルムは、接着層や湿式凝固層の支持体となるものであるが、均質な厚みと硬度を持った合成樹脂からなるフィルムであることが好ましい。具体的には例えば合成樹脂フィルムとしては、主に、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリエチレンナフタレート（PEN）、ポリプロピレン（PP）、ポリエチレン（PE）や、ポリカーボネート（PC）などの素材が挙げられるが、なかでもポリエチレンテレフタレート（PET）がその均質性、寸法安定性と取り扱いやすさから良好な素材である。

【0011】

また、フィルムの厚さとしては、 $10\mu\text{m} \sim 300\mu\text{m}$ の範囲であることが好ましく、 $50\mu\text{m}$ 以上、特に $100\mu\text{m} \sim 250\mu\text{m}$ の範囲がより好ましい。フィルムの厚みが薄いと十分な剛性をフィルムが有さず、後に述べる接着層の成形や湿式凝固を行った多孔性シートが、成膜加工時に折れたり、張力等によりシワになったり、接着層の均一なコーティング加工が困難になる傾向にある。また逆にフィルムが厚い場合には、取り扱い性や加工性は向上するものの、できあがった多孔シート状物の剛性が高くなりすぎる傾向にある。フィルムが厚すぎる場合には、例えばロール状に巻き取るなどの加工時において巻き付けが困難になったり、または得られる多孔シート状物に巻き癖が付き、被研磨物の表面加工等に用いた後に、そりが発生したりするなどの欠点が生じる傾向にある。

20

【0012】

そして本発明の製造方法では、まずはこのようなフィルム上に架橋剤と高分子弾性体（A）を含有する接着処理剤を塗布、乾燥して接着層とする。接着層にて用いられる高分子弾性体（A）としては通常の接着剤に用いられる高分子弾性体を用いることができ、さらには溶剤系の接着剤であることが好ましい。またエステル樹脂系の接着剤であることが好ましく、特にポリエステルポリオール系の接着剤であることが好ましい。また接着層を構成する高分子弾性体（A）のガラス転移温度 T_g が 40 以上であることが好ましい。上限としては 80 以下、特に T_g が 60 以下の範囲であることが好ましい。このような温度範囲にすることにより、湿式凝固した多孔層とフィルムの間のより高い密着性を実現することが可能となる。

30

【0013】

そして、本発明にて用いる接着処理液としては、架橋剤を含有することが必要である。末端に高い反応性基を有する架橋剤によって、高い接着性を発揮し、多孔シート状物の耐久性を向上させるのである。

40

【0014】

さらはこの架橋剤がイソシアネート系架橋剤であることが好ましい。特に多孔層を構成する高分子弾性体をポリウレタン樹脂とした場合、イソシアネート系の架橋剤は高い接着性を発揮しうる。さらに架橋剤中の反応性の高い置換基部分が反応封鎖基でブロックされたブロック型架橋剤であることも好ましい。ブロックされた反応封鎖基の解離温度としては $80 \sim 180$ の範囲であれば良く、さらには 110 から 150 の範囲であることが好ましい。

【0015】

50

本発明にて好ましく用いられるこのようなブロック型イソシアネート架橋剤としては、ポリイソシアネートに活性水素を有するブロック剤を付加させることによって得られ、加熱によりブロック剤が解離してイソシアネート基が発生し、ポリオール基等の官能基と反応し硬化するものである。このようなブロックイソシアネートの例としては、例えばポリイソシアネート類としては、トリメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、ペンタメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートなどの脂肪族イソシアネート、1,3-シクロペンタジイソシアネート、1,4-シクロヘキサジイソシアネート、1,2-シクロサキサジイソシアネートなどの脂肪族環式イソシアネート、キシリレンジイソシアネート、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネートなどの芳香族イソシアネート、イソフォロンジイソシアネート、ノルボルナンジイソシアネートメチルなどの脂環族イソシアネート、これらのヌレート体などの多量体及び混合物を用いることができる。また、上記ブロック剤としては、例えば、ハロゲン化炭化水素、メタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、ベンジルアルコールなどの脂肪族、芳香族または複素環式アルコール、メチルエチルケトンオキシム、メチルイソブチルケトンオキシム、アセトンオキシム、シクロヘキサノートオキシムなどのオキシム類、その他にカプロラクタムなどを挙げることができる。

【0016】

本発明の製造方法では、フィルム上にこのような架橋剤と高分子弾性体(A)を含有する接着処理液を塗布、乾燥して接着層とする。接着処理液の塗布量としては、乾燥後の接着層の厚さが5~100 μ mとなるような量を塗布することが好ましく、特に5~35 μ mの厚さとなるように塗布することがより好ましい。この厚さは処理液の塗布量や、固型分濃度を変更することにより調整しうる。接着層の厚みが小さすぎる場合には、コーティング加工における、装置の些細な歪み等により、接着不良等を引き起こす傾向にある。一方逆に接着層の厚さが大きすぎる場合には、得られる多孔シート状物の柔軟性に悪影響を及ぼす傾向にある。接着層が厚くなりすぎてしまい、接着層の影響が素材の硬さに影響を及ぼすようになるのである。例えば、多孔シート状物の剛性が高くなりすぎると、最終工程や途中工程にてロール状に巻き取る際に、巻き付けが困難になるばかりではなく、巻き癖が付くために、最終的な多孔シート状物にも、そりが発生するなどの問題点が出てくる傾向にある。

【0017】

また、接着処理液の塗布後の乾燥条件としては、乾燥温度が100以下であることが好ましい。特に60~80であることが好ましく、接着層の形成後なるべく早いタイミングで多孔層を成膜することが好ましい。このような低い温度にて乾燥させることにより、接着処理液を完全に乾燥することなく、その上に引き続き塗布する多孔層との接着性をより高めることが可能となる。また本発明ではこのような乾燥を行うことにより、接着層の塗布ムラや、別途接着加工を行う場合に起こりがちな加圧、加熱による接着剤の流動を、有効に抑えることが可能となったのである。高すぎる温度で乾燥した場合には、架橋剤が失活し接着性が低下する傾向にある。逆に乾燥温度が低すぎる場合には、接着層が粘着性を有し、巻き取り等の次の工程において不良の原因となる傾向にある。

【0018】

そして生産性を上げるためには、接着層を付与、乾燥した後に、一旦フィルムと接着層からなるシートを巻き取ることが好ましい。ただしこの場合には、高温雰囲気下や、高湿度雰囲気下に長時間放置しないことが好ましく、室温である5~25の範囲で保管することが好ましい。接着性を維持するためである。一方巻き取るためには、接着層はタック性を有さないことが好ましい。タック性(粘着性)を有した場合には、巻き取り後の工程を行う際に接着層の剥がれが発生し、得られたシートの接着性が低下する場合があるからである。

【0019】

本発明の多孔シート状物の製造方法では、このような接着層の表面に、引き続き高分子

弾性体（Ｂ）と有機溶剤からなる溶液を塗布し、水を主成分とする凝固浴中にて高分子弾性体（Ｂ）を湿式凝固させて多孔層を形成することが必要である。本発明においては別途多孔膜を作成して張り付ける工程を採用せず、直接フィルム、接着層の上に直接湿式多孔層を形成することにより、高い平滑性を達成したものである。これは張り合わせた場合には、フィルム、接着層、多孔層のそれぞれの厚さ斑が加算されるのに対し、直接各層を形成することにより次の層は前の工程の薄い部分に厚く、厚い部分に薄く塗布されることにより厚さが平均化され、平滑性が向上する効果であると考えられる。また、直接塗布しているために、多孔層の多孔構造を損なうことなく、物性的にも優れたものとなる。ことに圧縮による疲労性を向上させる効果がある。別途多孔膜を作成した場合にはその剥離工程等にて多孔構造が崩れたり、表面や裏面のスキン層が損なわれる場合が多いのである。

10

【００２０】

本発明では、まず接着層の表面に高分子弾性体（Ｂ）と有機溶剤からなる溶液を塗布するが、その塗布方法としては、ロールコート方式やナイフコート方式を採用することが好ましい。より具体的には、フィルム上に成膜された接着層の上に、所定のクリアランスを設けたロールやナイフにより、適量のコーティング液を塗布し、コーティング処理を行う方法が好ましい。

【００２１】

また、多孔層を形成するために用いられる高分子弾性体（Ｂ）としては、ポリウレタンエラストマー、ポリウレアエラストマー、ポリウレタン・ポリウレアエラストマー、ポリアクリル酸樹脂、アクリロニトリル・ブタジエンエラストマー、スチレン・ブタジエンエラストマー等が挙げられるが、なかでもポリウレタンエラストマー、ポリウレアエラストマー、ポリウレタン・ポリウレアエラストマー等のポリウレタン系のエラストマーであることが好ましい。さらに例えばポリウレタン系エラストマーの場合には、平均分子量５００～４０００のポリエーテルグリコール、ポリエステルグリコール、ポリエステル・エーテルグリコール、ポリカプロラクトングリコール、ポリカーボネートグリコール等から選ばれた、一種または二種以上のポリマーグリコールと、４，４'-ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレジンイソシアネート、トリレジンイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、イソフォロンジイソシアネート等の有機ジイソシアネートと、低分子グリコール、ジアミン、ヒドラジン、又は有機酸ヒドラジッド、アミノ酸ヒドラジッド等のヒドラジン誘導体等から選ばれた鎖伸長剤を反応させて得られるものである

20

30

【００２２】

また、使用する高分子弾性体（Ｂ）は、樹脂単体でも良いが、２種以上の樹脂をブレンドして使用することも好ましい。ブレンド使用を行うことにより、多孔層の弾性や塑性を調整し、最適な圧縮変形状態に制御することが可能になる。例えば多孔層の変形挙動制御のためには、ポリウレタン樹脂の構成セグメント比率（ハード成分・ミッド成分・ソフト成分）のバランスを変化させることが有効であり、このような構成セグメント比を各種樹脂のブレンド比率によって調整することも可能である。

【００２３】

また、本発明の製造方法にて用いる高分子弾性体（Ｂ）の物性としては、その１００％モジュラスは２～３０ＭＰａであることが好ましい。さらには２～１０ＭＰａの範囲であることが好ましい。この１００％モジュラスと多孔層における多孔の分布により、より平滑化加工に適した多孔シート状物となるのである。

40

【００２４】

本発明の製造方法にて得られた多孔シート状物は、高分子弾性体からなる湿式多孔層が、その厚み方向に適度のクッション性を持たせることにより、被研磨物への表面密着性とフィット性をよくし、研磨用の多孔シート状物としての性能の安定化を実現する。１００％モジュラスが小さすぎる場合、その高分子弾性重合体中の結晶成分が極端に少なくなり成膜時に安定した多孔層フィルムを成型しにくい傾向にある。逆に１００％モジュラスが大きすぎる場合、高分子中の結晶成分が多く、弾性挙動が少なくなり

50

、平滑化加工時の圧力の分散が不均一となる傾向にある。例えば研磨加工に用いた場合には、被研磨体表面におけるマイクロスクラッチなどの欠点が多くなる傾向にある。このように100%モジュラスを調整することにより、本発明で得られる多孔シート状物の圧縮時の変形率（圧縮率）や圧縮後の回復性を示す圧縮弾性率などをより適正化することが可能となる。この多孔シート状物圧縮率や圧縮弾性率は、多孔シート状物を使用する被研磨物によって変更することが可能であり、適正化により被研磨物の種類毎に異なる要求特性（被研磨物の研磨後の表面粗さ、うねり、端部形状や研磨レート、パッド寿命など）にあわせた多孔シート状物にすることができる。

【0025】

また本発明では、このような高分子弾性体（B）を含む溶液を水を主成分とする凝固浴中にて湿式凝固して多孔層を形成するが、この湿式凝固時に、多孔状態を調整するために、高分子弾性重合体（B）の溶液中に、多孔構造を調整する各種添加剤を添加することも好ましい。

【0026】

高分子弾性体（B）がポリウレタン樹脂の場合には、有機溶剤としてはジメチルホルムアミド（DMF）を用いることが、湿式多孔を得るためには好ましい。またこの場合に用いる各種添加剤としては、DMFに溶解させた高分子弾性体溶液に湿式凝固助剤としてのセルロース系添加剤や、着色剤としてのトナー等を併用することが好ましい。また、ポリウレタンの湿式多孔構造の形成助剤として、シリコン系の親水剤や疎水剤を添加した溶液を用いることも好ましい。

【0027】

より具体的には、例えば高分子弾性体（B）がDMFに溶解したポリウレタン樹脂の場合、処理溶液中のDMFを、凝固浴中にて水と置換し、湿式凝固成膜を行う。このとき凝固浴としては、0～20%の範囲好ましくは、0～10%の範囲のDMF濃度の水溶液を用いることが通常である。この凝固浴に溶液を塗布したシート状物を浸漬させることにより、涙型あるいは円筒型の大きな孔と微多孔からなる断面多孔を持つ多孔層が形成される。水中における有機溶剤の濃度が高すぎると、凝固速度が遅くなり、表面の平滑性が低下する傾向にある。これは多孔層内部が、未凝固の間に製造工程におけるロール等に接するために、ロールとの接圧により多孔層の表面皮膜がずれた状態で凝固し、表面凹凸が発生するためである。

【0028】

凝固した後の多孔層の見かけ密度としては、 $0.10 \sim 0.40 \text{ g/cm}^3$ の範囲であることが好ましく、 $0.15 \sim 0.35 \text{ g/cm}^3$ であることがより好ましい。見かけ密度が小さすぎる場合には、平滑化加工時の圧力による多孔シート状物の変形が大きくなり、被研磨物表面の大きな周期の加工斑が大きくなる傾向にある。応力分散が大きくなるために加工時の圧力が安定しにくいためである。また逆に密度が大きすぎる場合には、多孔層が圧縮された時の変形率が小さくなり、被研磨物表面の小さな周期の加工斑が大きくなる傾向にある。研磨加工時に多孔シート状物の反発性が高くなるが、どうしても部分的な応力集中が発生し、その部分だけ研磨が進むためである。

【0029】

本発明の製造方法では、湿式凝固し多孔層を形成した後に、さらに水あるいは温水中に浸漬することにより、多孔内に残留するDMFなどの有機溶剤を、多孔層から除去することが好ましい。さらに得られた多孔シート状物は、乾燥処理を行いシート状物となる。

【0030】

この多孔シート状物の乾燥処理における乾燥温度としては、 $90 \sim 120$ が好ましく、 $100 \sim 120$ がより好ましい。湿式凝固により多孔層を形成する際には、高分子弾性体溶液中のジメチルホルムアミドなどの有機溶剤が水と置換されるが、低い温度で乾燥すると、多孔層内に残存する水分の蒸発が十分に起こりにくくなり、乾燥時間が非常に長くなり、生産効率が低下する問題が発生する傾向にある。逆に高い温度で一気に乾燥処理を行うと、多孔層内に残存するジメチルホルムアミド等の有機溶剤が突沸、蒸発し、品質

10

20

30

40

50

が低下する傾向にある。形成された多孔層の表面や内部を有機溶剤が再溶解し、多孔を開口したり、表面平滑性を悪化する場合があるのである。乾燥温度としては、特に100～120の範囲であることが好ましい。架橋剤中などにも、若干の有機溶剤（例えば、トルエン、メチルエチルケトン、酢酸エチルなど）が含まれるが、これらの有機溶剤の気化を促進し、シート状物内の残溶媒量を減らすことができるからである。また、この乾燥により未反応であった架橋剤中の置換基部分が高分子弾性体中のウレタン基等と反応し、多孔層と接着層、接着層とフィルムとの接着強度を強固にすることとなる。

【0031】

本発明の製造方法により得られた多孔シート状物の多孔層の多孔状態としては、涙型の大きな孔と微多孔からなる断面多孔を成形することが特に好ましい。厚さとしては200～1000 μm の範囲であることが、より好ましくは300～900 μm の厚さであることが好ましい。このような形状とすることにより、平滑化加工に適した弾性率を得ることができる。小変形時には大きな多孔が変形し、大変形時には微多孔や、弾性体事態が持つ弾性変形により、各種応力に対し連続的に被研磨物に掛かる荷重をコントロールしうるのである。高分子弾性重合体からなる湿式成膜フィルムはその厚み方向に適度のクッション性を持たせることにより被研磨物への表面密着性とフィット性をよくし、本発明で得られる多孔シート状物は、特に吸着パッドや研磨パッドとして用いることにより、被研磨物の研磨精度を高めることができるようになった。

【0032】

本発明の製造方法により優れた多孔シート状物が得られるメカニズムは定かではないが、接着処理液に含まれる架橋剤と、多孔層中の湿式凝固される高分子弾性体（B）とが、架橋反応することが重要であると考えられる。例えば接着処理液が有機溶剤溶液であって水を含まない場合、多孔層を構成する高分子弾性体（B）と架橋反応が起こるが、その後の湿式凝固の際に水を主成分とする凝固浴中で余分な架橋剤が失活し、その後の乾燥等によっても必要以上に硬度が硬くなることなく、多孔シート状物の物性を適度に柔軟に保つのであると考えられる。さらに架橋剤は接着層の高分子弾性体（A）等と架橋反応を起こし、接着力を向上させる。

【0033】

また、好ましい態様として架橋反応基をブロックされたブロックイソシアネート等の架橋剤を使用した場合には、接着処理液を乾燥する温度をその解離温度よりも低温で行うことにより、優れた多孔シート状物が得られるのであると考えられる。ブロックされた架橋剤中の反応基は、水を含む凝固浴中でもブロックされたまま、湿式成膜時する際にも、反応基が残留する。そしてその後の乾燥時に水分が除去され、素材温度が100以上となり反応封鎖基の解離温度となったところで、架橋剤中の反応基がフリーとなり多孔層を形成する高分子弾性重合体（B）との間で架橋反応を起こし、架橋剤と高分子弾性体（A）を含有する接着処理液により、フィルムと高分子弾性重合体（B）からなる多孔層の間が剥がれることを防止し、強い接着力を発揮しうるのである。

【0034】

このようにして本発明の製造方法にて得られた多孔シート状物は、その平滑化加工の精度の要因として、多孔シート状物の平滑さが重要となる。そこで表面に多孔層を成形させた後、さらに加熱プレスにより表面の平滑性を向上させることも好ましい方法である。

【0035】

表面を加熱プレスする方法としては、一枚の多孔シート状物毎にフラットな平板にて均一に熱と圧力をかけてプレスする方法や、表面がフラットな金属ロールに多孔シート状物の表面を押しつけて加熱プレスを行う方法などを挙げることができる。さらにはシート状態で金属ロールを用いて加熱プレス加工する方法が、生産性も良く好ましい。金属ロールを用いる場合、平滑な2本の金属ロール間でプレスする方法以外に、片方のみ平滑な金属ロールでプレスする方法などを採用することもできる。

【0036】

また、より好ましい加熱プレスの方法としては、平滑なフィルムを多孔層に接するよう

10

20

30

40

50

に設置し、そのフィルムの多孔層の反対側から加熱するフィルムプレス方法であることが好ましい。このフィルムプレスのより具体的な方法としては、例えば多孔シート状物の基体となるフィルム上に接着層と多孔層を形成させた後、その多孔層の表面に、平滑な合成樹脂フィルム表面を密着させながら、金属板状物や金属ロールを介して熱を付与し、加圧する方法を挙げることができる。このフィルムプレス加工により、合成樹脂フィルム表面の持つ表面粗さの低い形状を多孔層の表面に転写することができ、多孔シート状物の表面粗さ斑を極めて低いレベルとすることが可能となる。平滑性を向上させるためにはフィルムプレスに用いる合成樹脂フィルムの表面が平滑であることが好ましい。

【 0 0 3 7 】

またこのとき加工プロセスとしては、連続的（連続加工処理）あるいは非連続（バッチ加工処理）なプロセスを採用することができ、生産性の面からは連続加工処理であることが好ましい。

【 0 0 3 8 】

このフィルムプレス工程に用いることができる合成樹脂フィルムの種類は、プロセスでの処理時間や加熱ロール温度、プロセスにおける合成樹脂フィルムに掛かる張力等により選択することが可能である。このような合成樹脂フィルムの素材としては、たとえばポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリエチレンナフタレート（PEN）、ポリプロピレン（PP）、ポリエチレン（PE）や、ポリカーボネート（PC）などの素材が挙げられる。中でもポリエチレンテレフタレート（PET）がその均質性と取り扱いやすさ及び耐熱性の点から、特に好ましい。

【 0 0 3 9 】

合成樹脂フィルムの好ましい厚みとしては、0.10mm～0.50mmの範囲であることが好ましく、0.15mm～0.30mmの範囲がより好ましい。薄い場合には加圧時の合成樹脂フィルムの変形が大きく、皺などがフィルム表面に入り易いという問題がある。このような場合、多孔シート状物の多孔層にしわ等が転写され、欠点となる傾向にある。厚すぎる場合には、加熱する金属ロールや金属板からの熱伝達率が低下する問題がある。平滑な合成樹脂フィルム表面の多孔シート状物への転写が不十分となる傾向にあるのである。

【 0 0 4 0 】

合成樹脂フィルムの裏面に密着させながら加熱する物としては、熱伝導性が良好で、熱膨張しにくい金属製が好ましい。形状としては、ロール状や板状などが採用できるが、表面粗さをより向上するためには、その表面形状が鏡面であることが好ましい。また、熱処理を行う場合、同時に圧力を付与することが好ましく、そのためには基材の多孔質層が存在しない側、すなわちフィルムプレスに用いるフィルムの反対側を、支持物に接触させ保持することが好ましい。このような支持物を用いることにより、平面状態を保ったまま加熱し、加圧することが容易となる。プレス用のフィルム表面が、吸着パッド用素材に密着する時間を長くすることができる。支持物としては金属ロールや金属板でも良いが、フェルト状物や織編物、メッシュ状物等のシート状物を用いることが好ましい。

【 0 0 4 1 】

加熱温度としては、60～200 が好ましく、特に100～180 がより好ましい。低い温度であると、熱接触時間を長くとしたとして平滑な合成樹脂フィルム表面の転写が十分でなく、目的の平滑性が得られない傾向にある。また、高い温度の場合、多孔シート状物表面の軟化が進み過ぎて、合成樹脂フィルムへ融着したり、プロセス通過後に剥離できない等の不具合を生じる傾向にある。

【 0 0 4 2 】

加熱プレス時の加圧圧力としては、1～10kg/cm²の範囲が好ましく、4～8kg/cm²であることがより好ましい。圧力が低いと十分な合成樹脂フィルム表面の転写ができず、目的の表面粗さが得られない傾向にある。逆に高すぎると、加工後に合成樹脂フィルムからの剥離が困難となる傾向にある。工程通過性や、多孔層の表面が剥がれ落ちるなどの問題を生じる傾向にある。

【 0 0 4 3 】

また加熱プレスの際には、合成樹脂フィルム表面を多孔層の表面に密着するように接することが必要であるが、一定時間熱を付与した後、一定時間冷却することにより、熱固定を促進させることが好ましい。冷却時間としては5分以上であることが好ましい。加熱温度、冷却温度は、取り扱う高分子弾性体（B）の分子量や高分子の種類、架橋度などを参考に、ガラス転移点温度や流動開始温度等の高分子弾性体の特性に応じて決定することができる。

【 0 0 4 4 】

本発明の好ましい態様としては、表面を加熱プレスすることにより、仕上がり面をより平滑に調整することができる。また、プレスにおける圧縮率は、プレス前の厚みに対し、30～95%の範囲が好ましい。加熱温度が低すぎる場合には、表面の平滑性の向上効果が十分に得られず、一方高すぎる場合には、多孔層の多孔構造がつぶれてしまい、性能が低下する傾向にある。また、圧縮しすぎた場合も同様に多孔構造がつぶれてしまい、圧縮が少ない場合には、表面の平滑性向上効果があまり得られない。

【 0 0 4 5 】

本発明の製造方法にて得られた多孔シート状物は、特に平滑化加工等の加工目的に用いることができる。ところで平滑化加工の中でも、精密機器に用いられる基盤やレンズ、液晶ガラス等における平滑化加工の方法としては、被研磨物の両面に研磨加工を同時に行う方法と、被研磨物を保持しながら片面のみに研磨加工を実施する方法がある。本発明で得られた多孔シート状物は、これらの精密機器用の平滑化加工においては、研磨パッドとして用いることや、被研磨物を保持する吸着パッドに用いることが可能である。

【 0 0 4 6 】

得られた多孔シート状物を研磨パッドとして用いる場合には、その最表面をさらに研磨処理することが好ましい。そのようにして表面に多孔を露出させ、開口部を形成することにより、研磨液（スラリー）を安定して被研磨物に作用させることが可能となる。また、研磨精度の要因として表面における平滑さが重要となるため、多孔層を成形させた後、上記の加熱プレスにより表面の平滑性を向上させた後に、その表面を開孔するという手段を用いることもできる。

【 0 0 4 7 】

さらに、研磨を目的とする研磨用多孔シート状物（研磨パッド）の作成方法を具体的に述べると、多孔層の表面を開孔するためには、多孔シート状物の多孔層の深さが所定の長さになるように、砥粒付きサンドペーパーを用いて多孔シート状物の研磨加工処理を行う方法である。砥粒付きサンドペーパーの番手としては、研磨量に応じて＃120～＃1000から適宜選択して使用することができる。研磨パッドの場合、多孔層表面の孔径（開口径）は、20～130μmの範囲であることが好ましく、30～100μmがより好ましい。孔径が小さい場合、研磨加工時に用いるスラリー（研磨液）の多孔層内での循環不良や、研磨加工時の削り粉が開口部入り口あるいは、多孔内部に詰まる傾向にある。この場合、スラリーの循環が妨げられ、研磨加工に時間を要する上、被研磨物が所望の研磨表面を得られない傾向にある。また、孔径が大きすぎる場合、研磨パッド表面の被研磨物と接触する面積が減ることとなり、スラリーの循環量こそ増えるものの、研磨レートが低下する等、研磨加工の非効率化をもたらす傾向にある。多孔層表面と被研磨物の間に存在し得るスラリーが減少することにより、物理化学的な研削仕事量の低下を招いてしまうためである。

【 0 0 4 8 】

一方、得られた多孔シート状物を吸着パッドとして用いる場合には、湿式多孔表面にはすでに微小な孔が開いているので、表面を研磨することなくそのまま本発明の多孔シート状物を用いることができる。さらには先に述べた加熱プレスなどの平滑化加工を行うことが好ましい。吸着パッドは、吸着、保持を目的とするため、平滑性により加工物との密着性が向上することが特に有効なのである。ことに吸着パッドが用いられる片面研磨加工については、高い均質性と平滑性が要求されてきているので本発明の製造方法で得られる多

孔シート状物は有効である。近年、液晶用ガラスを用いた製品の需要が高騰している上、液晶用ガラスの大きさも大型化、それに伴う研磨機の大型化が進んでいるためである。本発明の製造方法により得られる多孔シート状物はその要求に高いレベルでこたえることができる。

【 0 0 4 9 】

このような本発明の製造方法にて得られた多孔シート状物は、フィルム多孔層が存在しない側に両面テープを接着し、平滑加工機の定盤に両面テープを用いて接着することにより、例えば上記の研磨パッドや吸着パッドとして用いることができるのである。

【 実施例 】

【 0 0 5 0 】

以下、実施例により、本発明を更に具体的に説明する。なお濃度は特に記載のない限り重量 % である。

【 0 0 5 1 】

[実施例 1]

接着処理液として、高分子弾性体 (A) であるポリエステルポリオール系接着剤 (大日精化株式会社製、E - 2 5 6) と、架橋剤であるイソシアネートとを、重量比 1 0 0 : 1 2 となるように混合し、固形分濃度を 2 5 % となるよう溶剤で調整した溶液を準備した。

そして厚さ 1 5 0 μm のポリエステル (P E T) フィルム上に、ポリエステルポリオール系接着剤からなる上記接着処理液を、クリアランス 1 0 0 μm の条件にてコーティングし、8 0 の乾燥機で 2 分乾燥させ、ポリエステルフィルム上に 2 5 μm の接着層を形成し、一旦巻き取ったベース基材を得た。巻き取り時には、接着層のタック性 (粘着性) はなくなっていた。なお、接着層等の厚さは、一般の厚さ計で測定した。その後、サンプリングしたサンプルの断面層を、電子顕微鏡及びマイクロスコプで測定したところ膜厚は 2 4 μm であった。

【 0 0 5 2 】

次に得られたベース基材の接着層の上に、1 0 0 % モジュラスが 7 M P a であるポリエーテルエステル系ポリウレタンの 2 0 % 濃度ジメチルホルムアミド (D M F) 溶液にシリコーン系の凝固調節剤を添加したものを 7 5 0 g / m^2 となるようにコーティングした。その後、1 0 % D M F 水溶液の水バス (凝固浴) 中で凝固し、十分に水洗を行った後、1 4 0 で乾燥し多孔シート状物を得た。サンプリングして測定したところ多孔層の厚さは 6 0 0 μm であった。

得られた多孔シート状物のポリエステルフィルムの多孔層等がコーティングされていない側の面に両面テープを貼り付け、研磨加工時に被研磨物を固定化しておくための吸着パッドとした。得られた吸着パッドを使用したところ、表面平滑状態、吸着力、加工斑ともに優れたものであった。

【 0 0 5 3 】

[実施例 2]

実施例 1 の多孔層のコーティングを 7 5 0 g / m^2 から 8 0 0 g / m^2 に変更する以外は、実施例 1 と同様に行い、多孔シート状物を得た。

得られた多孔シート状物の表面を # 1 5 0 のサンドペーパーでバフ処理することで表面に微多孔を除いた孔の径が 3 0 ~ 7 0 μm の範囲で分布する開口部を形成し、研磨パッドとした。サンプリングして測定したところ多孔層の厚さは 5 4 0 μm であった。得られた研磨パッドを使用したところ、研磨レートに優れ、スクラッチ傷も少ないものであった。しかし、うねりや端部の形状の乱れが若干生じていた。

【 0 0 5 4 】

[実施例 3]

実施例 1 の多孔層のコーティングに用いたポリウレタンの 1 0 0 % モジュラスを 7 M P a から 6 M P a に変更する以外は、実施例 1 と同様に行い、多孔シート状物を得た。

得られた多孔シート状物の多孔層表面を厚さ 0 . 2 5 mm の平滑なポリエステルフィルムの表面に密着させた状態で、ポリエステルフィルムの裏面側から金属ロールを介して 1

10

20

30

40

50

50 に加熱し、加圧圧力 $5 \text{ kg} / \text{cm}^2$ にて連続的に6分間、加熱フィルムプレス処理を行い最終的な多孔シート状物とした。サンプリングして測定したところ接着層の膜厚は $23 \mu\text{m}$ 、多孔層の膜厚は $570 \mu\text{m}$ であった。

得られた多孔シート状物のポリエステルフィルムの多孔層等がコーティングされていない側の面に両面テープを貼り付け、研磨加工時に被研磨物を固定化しておくための吸着パッドとした。得られた吸着パッドを使用したところ、表面平滑状態、吸着力、加工斑ともに優れたものであり、特に表面平滑状態、吸着力について、実施例1の吸着パッドよりも優れたものであった。

【0055】

[実施例4]

実施例2の多孔層のコーティングに用いたポリウレタンの100%モジュラスを7MPaから6MPaに変更する以外は、実施例1と同様に行い、多孔シート状物を得た。

得られた多孔シート状物の多孔層表面を厚さ0.25mmの平滑なポリエステルフィルムの表面に密着させた状態で、ポリエステルフィルムの裏面側から金属ロールを介して150 に加熱し、加圧圧力 $5 \text{ kg} / \text{cm}^2$ にて連続的に6分間、加熱フィルムプレス処理を行った。

さらに得られた多孔シート状物の表面を#150のサンドペーパーでバフ処理することで表面に微多孔を除いた孔の径が $30 \sim 70 \mu\text{m}$ の範囲で分布する開口部を形成した、研磨パッドとした。サンプリングして測定したところ接着層の膜厚は $23 \mu\text{m}$ 、多孔層の膜厚は $470 \mu\text{m}$ であった。得られた研磨パッドを使用したところ、研磨レートに優れ、スクラッチ傷も少ないものであるばかりか、うねりや端部の形状の乱れについても優れたものであった。

【0056】

[実施例5]

実施例1の多孔層のコーティングに用いたポリウレタンの100%モジュラスを7MPaから23MPaに変更する以外は、実施例1と同様に行い、多孔シート状物を得た。サンプリングして測定したところ接着層の膜厚は $23 \mu\text{m}$ 、多孔層の膜厚は $650 \mu\text{m}$ であった。

得られた多孔シート状物のポリエステルフィルムの多孔層等がコーティングされていない側の面に両面テープを貼り付け、研磨加工時に被研磨物を固定化しておくための吸着パッドとした。得られた吸着パッドを使用したところ、表面平滑状態こそ実施例1より優れており、実施例3と同レベルであったものの、吸着力、加工斑ともに若干不満足なものであった。

【0057】

[実施例6]

実施例2の多孔層のコーティングに用いたポリウレタンの100%モジュラスを7MPaから23MPaに変更する以外は、実施例1と同様に行い、多孔シート状物を得た。

さらに得られた多孔シート状物の表面を#150のサンドペーパーでバフ処理することで表面に微多孔を除いた孔の径が $30 \sim 70 \mu\text{m}$ の範囲で分布する開口部を形成した、研磨パッドとした。サンプリングして測定したところ接着層の膜厚は $23 \mu\text{m}$ 、多孔層の膜厚は $550 \mu\text{m}$ であった。得られた研磨パッドを使用したところ、端部の形状の乱れこそプレス加工を行った実施例4よりも優れていたものの、研磨レート、スクラッチ傷、うねりについては若干不満足なものであった。

【0058】

[比較例1]

実施例1の接着処理液から架橋剤であるイソシアネートを使用しなかった以外は、実施例1と同様に行い、多孔シート状物を得た。しかし、多孔層がところどころフィルムから剥がれ浮いた状態であり、吸着パッドや研磨パッドとしては、使用できないものであった。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 5 9 】

本発明は、平滑化加工に適した多孔質シート状物の製造方法である。特に精密機器に用いられる基盤やレンズ、液晶ガラス等における平滑化加工時に被研磨物の被研磨面の平坦性を安定的に向上させ、かつ加工中に支持体層と高分子弾性重合体からなる層との間で剥がれない性能を実現し、加工途中のトラブルの少ない長期間の使用が可能となる多孔質シート状物の製造方法である。

フロントページの続き

審査官 長谷川 大輔

(56)参考文献 特開 2 0 0 4 - 0 2 7 1 2 6 (J P , A)
特開 2 0 0 8 - 0 8 8 5 6 3 (J P , A)
特開 2 0 0 5 - 3 3 5 0 2 8 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0
B 2 4 B 3 / 0 0 - 3 / 6 0
2 1 / 0 0 - 3 9 / 0 6
C 0 8 J 9 / 0 0 - 9 / 4 2