

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4667025号  
(P4667025)

(45) 発行日 平成23年4月6日(2011.4.6)

(24) 登録日 平成23年1月21日(2011.1.21)

(51) Int. Cl. F I  
**B 2 4 B 37/00 (2006.01)** B 2 4 B 37/00 H  
**C 0 9 K 3/14 (2006.01)** C 0 9 K 3/14 5 5 0 D  
 C 0 9 K 3/14 5 5 0 Z

請求項の数 13 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2004-351685 (P2004-351685)	(73) 特許権者	390037165
(22) 出願日	平成16年12月3日(2004.12.3)		日本マイクロコーティング株式会社
(65) 公開番号	特開2006-159322 (P2006-159322A)		東京都昭島市武蔵野3丁目4番1号
(43) 公開日	平成18年6月22日(2006.6.22)	(74) 代理人	100096725
審査請求日	平成19年11月16日(2007.11.16)		弁理士 堀 明▲ひこ▼
		(72) 発明者	堀本 真樹
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミ クロコーティング株式会社内
		(72) 発明者	市川 統
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミ クロコーティング株式会社内
		(72) 発明者	齋藤 満
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミ クロコーティング株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨スラリー及び方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

研磨スラリーであって、  
 研磨粒子、及び  
 この研磨粒子を分散させる分散媒、  
 から成り、  
 前記分散媒が、  
 水、  
 研磨促進剤、  
 潤滑剤、及び  
 凝集防止剤、  
 から成り、  
 前記研磨粒子として、シリカ粒子が使用され、  
 前記研磨促進剤として、蔞酸アンモニウムが使用され、  
 前記潤滑剤として、グリセリンが使用され、  
 前記凝集防止剤として、カルボン酸誘導体及びアルキレングリコールが使用され、  
前記研磨スラリーの全量に対し、  
前記シリカ粒子の含有量が、1重量%～50重量%の間の範囲にあり、  
前記蔞酸アンモニウムの含有量が、0.01重量%～5.0重量%の間の範囲にあり、  
前記グリセリンの含有量が、0.01重量%～1.0重量%の間の範囲にあり、

前記カルボン酸の誘導体の含有量が、0.05重量%～20.0重量%の間の範囲にあり、

前記アルキレングリコールの含有量が、0.01重量%～4.0重量%の間の範囲にある、

、

ところの研磨スラリー。

**【請求項2】**

請求項1の研磨スラリーであって、

前記シリカ粒子の平均粒径が、5nm～300nmの間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項3】**

請求項1の研磨スラリーであって、

前記シリカ粒子の平均粒径が、5nm～100nmの間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項4】**

請求項1の研磨スラリーであって、

添加剤からさらに成り、

前記添加剤として、キレート剤、防錆剤、水溶性の有機高分子又はこれら混合物が使用される、

ところの研磨スラリー。

**【請求項5】**

請求項4の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの全量に対し、

前記キレート剤の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項6】**

請求項4の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの全量に対し、前記防錆剤の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項7】**

請求項4の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの全量に対し、

前記水溶性の有機高分子の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項8】**

請求項1の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの液性が、アルカリ性であり、pH8.0～pH11.0の間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

**【請求項9】**

研磨スラリーであって、

研磨粒子、及び

この研磨粒子を分散させる分散媒、

から成り、

前記分散媒が、

水、

研磨促進剤、

潤滑剤、及び

凝集防止剤、

10

20

30

40

50

から成り、

前記研磨粒子として、シリカ粒子が使用され、

前記研磨促進剤として、稼酸アンモニウムが使用され、

前記潤滑剤として、グリセリンが使用され、

前記凝集防止剤として、カルボン酸誘導体及びアルキレングリコールが使用され、

添加剤からさらに成り、

前記添加剤として、キレート剤、防錆剤、水溶性の有機高分子又はこれら混合物が使用され、

当該研磨スラリーの全量に対し、前記防錆剤の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

10

ところの研磨スラリー。

【請求項10】

請求項9の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの全量に対し、

前記キレート剤の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

ところの研磨スラリー。

【請求項11】

請求項9の研磨スラリーであって、

当該研磨スラリーの全量に対し、

前記水溶性の有機高分子の含有量が、0.01重量%～10.0重量%の間の範囲にある、

20

ところの研磨スラリー。

【請求項12】

垂直磁気記録ディスク用の非磁性の基板上に形成した軟磁性層の表面を研磨する方法であって、

前記軟磁性層の表面に研磨スラリーを供給する工程、及び

前記軟磁性層の表面に研磨パッドを押し付け、前記軟磁性層と前記研磨パッドとを相対的に移動させる工程、

から成り、

前記研磨スラリーが、

研磨粒子、及び

この研磨粒子を分散させるための分散媒、

から成り、

前記分散媒が、

水、

研磨促進剤、

潤滑剤、及び

凝集防止剤、

から成り、

前記研磨粒子として、シリカ粒子が使用され、

30

前記研磨促進剤として、稼酸アンモニウムが使用され、

前記潤滑剤として、グリセリンが使用され、

前記凝集防止剤として、カルボン酸の誘導体及びアルキレングリコールが使用され、

前記研磨スラリーの全量に対し、

前記シリカ粒子の含有量が、1重量%～50重量%の間の範囲にあり、

前記稼酸アンモニウムの含有量が、0.01重量%～5.0重量%の間の範囲にあり、

前記グリセリンの含有量が、0.01重量%～1.0重量%の間の範囲にあり、

前記カルボン酸の誘導体の含有量が、0.05重量%～20.0重量%の間の範囲にあり、

40

前記アルキレングリコールの含有量が、0.01重量%～4.0重量%の間の範囲にある

50

ところの方法。

【請求項 13】

請求項 12 の方法であって、

前記軟磁性層が、Ni、Co及びFeのうちの少なくとも一種からなる高透磁率の軟磁性層である、

ところの方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、垂直磁気記録ディスクの製造プロセスにおいて、基板上に形成した軟磁性層の表面を研磨するのに適した研磨スラリー及び方法に関する。

【背景技術】

【0002】

文字、画像、音声などの情報を記録し再生する情報処理装置が、コンピュータだけでなく、テレビジョン、カメラ、電話機などにも搭載されるようになり、情報処理装置には、より高い処理能力（すなわち記録容量の増大）と、再生の正確さが要求され、さらに情報処理装置の小型化が要求されている。

【0003】

情報は、情報処理装置の磁気ヘッドによって、磁気記録媒体に磁氣的に記録され、また磁気記録媒体から再生される。

【0004】

このような磁気記録媒体として、垂直磁気記録ディスクが検討されている（非特許文献1及び2参照）。この垂直磁気記録ディスクは、表面にアルマイト処理やNi-Pメッキなどを施したアルミニウム基板やガラス基板など（以下、これらを総称して基板という）の表面に、高透磁率の軟磁性層、垂直記録層及び保護層をスパッタリングやメッキなどの成膜技術を利用して順次形成したものである。垂直記録層は、高温の基板の表面に堆積させた磁性材料の組成分離による偏析構造をもった柱状の結晶子が集合したものであり、各結晶子は、基板の表面と垂直な方向に伸びる強磁性の柱状の中心部分とこの中心部分の周囲に形成される非磁性の周囲部分とから構成され、これら柱状の結晶子によって、基板の表面と垂直な方向に磁化する記録ビットが形成される。

【0005】

そして、垂直磁気記録ディスクの情報の記録容量の増大と、再生の正確さは、水平磁気記録ディスクと同様に、垂直磁気記録ディスクの表面と磁気ヘッドとの間の距離に大きく依存する。すなわち、情報は、磁気ヘッドから磁気信号を出力して垂直記録層に小さな磁石を形成することによって記録され、この小さな磁石からの磁気信号を磁気ヘッドで読み取ることによって再生されるので、磁気ヘッドが磁気ディスクの表面から遠ざかると、磁気ヘッドから出力される磁気信号が拡散し、単位面積当りの記録量（記録密度又は記録容量）が低下するので、情報の記録容量を増大し、正確に再生するためには、磁気ディスクの表面と磁気ヘッドとの間の距離を小さくしなければならず、また、単位面積当りの記録量を増大させると、磁気ディスクを小型化できるのである。このため、磁気ディスクの表面と磁気ヘッドとの間の距離を15nm以下にすることが要求されている。

【0006】

このことから、垂直磁気記録ディスクでは、基板の表面と垂直な方向に伸びる柱状の結晶子からなる垂直記録層を形成するため、基板の表面は、平滑（平均表面粗さが2.0以下の範囲）且つ平坦（表面うねりが1以下の範囲）に研磨されている。

【0007】

このような基板の表面の研磨は、遊離砥粒研磨により行われている。

【0008】

遊離砥粒研磨は、表面に織布、不織布、発泡体などからなるパッドを貼り付けた上下定盤

10

20

30

40

50

の間に、基板を挟んだ状態で、上下定盤を相対的に回転させ、上下定盤の間に研磨スラリーを供給することにより行われる（特許文献 1、2 を参照）。

【0009】

そして、シリカ粒子を使用すると基板の表面を平滑に研磨できるため、研磨粒子としてシリカ粒子を分散させた研磨スラリーが広く使用されている。

【0010】

一方、このようにシリカ粒子を分散させた研磨スラリーは、研磨レートが低く、研磨時間がかかるため、従来、分散媒に、研磨促進剤として、酸化力のある過酸化水素水や強いエッチング性のある硝酸、塩酸、硝酸アルミニウム、硝酸鉄などが加えられている（特許文献 3、4、5 を参照）。

10

【0011】

【特許文献 1】特開平 8 - 3540 号公報

【特許文献 2】特開平 9 - 7987 号公報

【特許文献 3】特開平 11 - 167715 号公報

【特許文献 4】特開 2000 - 362739 号公報

【特許文献 5】特開 2001 - 18824 号公報

【非特許文献 1】IBM 東京基礎研究所ホームページ、研究分野プロジェクト、“垂直磁気記録”（<http://www.trl.ibm.com/projects/perpen/>）

【非特許文献 2】東京工業大学電子物理工学学科中川研究室ホームページ、研究紹介、“Co-Cr 系高密度垂直磁気記録媒体の作成”（<http://spin.petitech.ac.jp/hp/research/nfts2/>）

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

垂直磁気記録ディスクの製造プロセスでは、このように基板の表面を研磨した後、基板の表面に、軟磁性層、垂直記録層及び保護層が順次連続して形成されている。

【0013】

この軟磁性層は、基板の表面に、スパッタリングやメッキなどの成膜技術を利用して、 $0.1\ \mu\text{m}$  から  $3\ \mu\text{m}$  の厚さ（水平磁気記録ディスクにおける磁性層よりも厚いので成膜に比較的時間がかかる）に形成されるので、成膜中に、特定方向の結晶が異常成長（エピタキシャルグロース）したり、異物（パーティクル）が付着し、軟磁性層の表面に、この異常成長や異物に起因した凹凸が形成され、この上に垂直記録層が形成され、さらに保護層が形成される。

30

【0014】

しかし、垂直記録層は、軟磁性層の表面を研磨せずに、凹凸が形成されている軟磁性層の表面に直接形成されているのが現状であり、垂直磁気記録ディスクの表面と磁気ヘッドとの間の距離を  $15\ \text{nm}$  以下にすることができない。

【0015】

また、シリカ粒子を分散した従来の研磨スラリーには、酸化力やエッチング性のある研磨促進剤が使用されているので、この従来の研磨スラリーを使用して軟磁性層の表面を研磨すると、軟磁性層の表面が溶解したり、腐食する、という問題が生じる。

40

【0016】

したがって、本発明の目的は、垂直磁気記録ディスクの基板の表面に形成した軟磁性層の表面を、平均表面粗さが  $2.0$  以下の範囲で、スクラッチやパーティクルさらに腐食欠陥がなく、表面うねりが  $1$  以下の範囲に、平滑且つ平坦に研磨できる研磨スラリー及び方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0017】

上記目的を達成する本発明の研磨スラリーは、研磨粒子、及びこの研磨粒子を分散させ

50

るための分散媒から構成される。

【0018】

分散媒は、水、研磨促進剤、潤滑剤、及び凝集防止剤から構成される。

【0019】

研磨粒子として、シリカ粒子が使用される。シリカ粒子の平均粒径が、5 nm ~ 300 nmの間の範囲、好ましくは、5 nm ~ 100 nmの間の範囲にある。シリカ粒子の含有量は、1重量% ~ 50重量%の間の範囲にある。

【0020】

研磨促進剤として、稼酸アンモニウムが使用される。稼酸アンモニウムの含有量は、0.01重量% ~ 5.0重量%の間の範囲にある。

10

【0021】

潤滑剤として、グリセリンが使用される。グリセリンの含有量は、0.01重量% ~ 1.0重量%の間の範囲にある。

【0022】

凝集防止剤として、カルボン酸の誘導体及びアルキレングリコールが使用される。カルボン酸の誘導体の含有量は、0.05重量% ~ 20.0重量%の間の範囲にあり、アルキレングリコールの含有量は、0.01重量% ~ 4.0重量%の間の範囲にある。

【0023】

本発明の研磨スラリーは、添加剤からさらに構成され得る。

【0024】

添加剤として、キレート剤、防錆剤、水溶性の有機高分子又はこれら混合物が使用される。

20

【0025】

キレート剤の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にあり、防錆剤の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にある。また、水溶性の有機高分子の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にある。

【0026】

本発明の研磨スラリーの液性は、アルカリ性であり、pH8.0 ~ pH11.0の間の範囲にある。

【0027】

本発明に従って、垂直磁気記録ディスク用の非磁性の基板上に形成した軟磁性層の表面を研磨する。この軟磁性層は、軟磁性層の表面に上記本発明の研磨スラリーを供給し、この軟磁性層の表面に研磨パッドを押し付け、軟磁性層と研磨パッドとを相対的に移動させることによって研磨される。

30

【0028】

軟磁性層は、Ni、Co及びFeのうちの少なくとも一種からなる高誘磁率の軟磁性層であり得る。

【発明の効果】

【0029】

本発明が以上のように構成されるので、垂直磁気記録ディスクの基板の表面に形成した軟磁性層の表面を、平均表面粗さが2.0以下の範囲で、スクラッチやパーティクルさらに腐食欠陥がなく、表面うねりが1以下の範囲に、平滑且つ平坦に研磨できる、という効果を奏する。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

本発明の研磨スラリーは、研磨粒子、及びこの研磨粒子を分散させるための分散媒から構成される。

【0031】

分散媒は、水、研磨促進剤、潤滑剤、及び凝集防止剤から構成される。

【0032】

50

研磨粒子として、シリカ粒子が使用される。シリカ粒子として、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカなどが使用される。

【0033】

シリカ粒子の平均粒径が、5 nm ~ 300 nmの間の範囲、好ましくは、5 nm ~ 100 nmの間の範囲にある。平均粒径が5 nm未満であると、研磨に時間がかかりすぎて実用的ではない。また、平均粒径が300 nmを超えると、被研磨面（軟磁性層の表面）が粗くなる。シリカ粒子の含有量は、本発明の研磨スラリーの全量に対し、1重量% ~ 50重量%の間の範囲にある。

【0034】

研磨促進剤として、稼酸アンモニウムが使用される。稼酸アンモニウムの含有量は、本発明の研磨スラリーの全量に対し、0.01重量% ~ 5.0重量%の間の範囲にある。この含有量が0.01重量%未満であると、研磨促進効果が低下し、5.0重量%を超えると、稼酸アンモニウムが溶解し難くなる。

10

【0035】

潤滑剤として、水溶性のグリセリンが使用される。グリセリンの含有量は、本発明の研磨スラリーの全量に対し、0.01重量% ~ 1.0重量%の間の範囲にある。この含有量が0.01重量%未満であると、研磨具と軟磁性層との間の研磨抵抗が大きくなり、軟磁性層の表面にスクラッチが形成される。また、この含有量が1.0重量%を超えると、この研磨抵抗が低すぎて、研磨レートが低下し、短時間で研磨できなくなる。

【0036】

20

凝集防止剤として、研磨後の洗浄が容易なカルボン酸誘導体とアルキレングリコールが使用される。この凝集防止剤は、研磨スラリー中での研磨粒子の凝集を防止し、凝集粒子に起因するスクラッチを軟磁性層の表面に形成させないためのものである。

【0037】

カルボン酸誘導体の含有量は、本発明の研磨スラリーの全量に対し、0.05重量% ~ 20.0重量%の間の範囲にある。この含有量が、0.05重量%未満であると、研磨レートが低下し、また研磨粒子が残留する。また、この含有量が20.0重量%を超えても、凝集防止効果に変化がないので、省コスト化のため、この含有量の上限を20重量%とした。このようなカルボン酸誘導体として、例えば、市販のポリカルボン酸型高分子界面活性剤（製品名：デモールEP、花王株式会社）（製品名：ポイズ520、花王株式会社）が使用できる。

30

【0038】

また、アルキレングリコールの含有量は、本発明の研磨スラリーの全量に対し、0.01重量% ~ 4.0重量%の間の範囲にある。この含有量が、0.01重量%未満であると、研磨レートが低下し、また研磨粒子が残留する。また、この含有量が4.0重量%を超えても、凝集防止効果に変化がないので、省コスト化のため、この含有量の上限を4.0重量%とした。

【0039】

本発明の研磨スラリーは、添加剤からさらに構成され得る。

【0040】

40

添加剤として、キレート剤、防錆剤、水溶性の有機高分子又はこれら混合物が使用される。

【0041】

本発明の研磨スラリーの全量に対し、キレート剤の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にあり、防錆剤の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にある。また、水溶性の有機高分子の含有量は、0.01重量% ~ 10.0重量%の間の範囲にある。

【0042】

キレート剤として、既知のアミノカルボン酸系のキレート剤が使用される。このアミノカルボン酸系のキレート剤は、例えば、エチレンジアミン4酢酸、ヒドロキシエチレンジ

50

アミン 2 酢酸、ジエチレントリアミン 5 酢酸、トリエチレンテトラミン 6 酢酸、ヒドロキシエチルイミノ 2 酢酸、ジヒドロキシエチルグリシン、1 - 3 プロパンジアミン 4 酢酸などや、これらのナトリウム塩、カリウム塩又はアンモニウム塩である。

【 0 0 4 3 】

防錆剤として、トリアゾール、イミタゾール、トリルトリアゾール又はベンゾトリアゾールなどのトリアゾール類やイミタゾール類が使用される。

【 0 0 4 4 】

水溶性の有機高分子として、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース及びポリエチレンオキサイドが使用される。

【 0 0 4 5 】

本発明の研磨スラリーの液性は、アルカリ性であり、pH 8 . 0 ~ pH 1 1 . 0 の間の範囲にある。この pH 値が 8 . 0 未満であると、研磨スラリー中でシリカ粒子が凝集する。また、この pH 値が 1 1 . 0 を超えると、研磨スラリー中でシリカ粒子が溶ける。

【 0 0 4 6 】

本発明の研磨スラリーが、この範囲の pH 値にあるので、軟磁性層の腐食や溶解が防止され、研磨スラリーのゲル化も防止される。

【 0 0 4 7 】

本発明に従って、垂直磁気記録ディスク用の非磁性の基板上に形成した軟磁性層の表面を研磨する。この軟磁性層の研磨は、軟磁性層の表面上に上記本発明の研磨スラリーを供給し、この軟磁性層の表面に研磨パッドを押し付け、軟磁性層と研磨パッドとを相対的に移動させることにより行われる。

【 0 0 4 8 】

軟磁性層は、Ni、Co及びFeのうちの少なくとも一種を含む高誘磁率の軟磁性層であり得る。

【 0 0 4 9 】

軟磁性層は、アルミニウム、ガラスなどの非磁性の基板の表面に、無電界メッキ、スパッタリングなどの既知の成膜技術により形成される。微結晶Ni - P (軟磁性を示す)、Co - Ni - P、Fe - Co - Ni - P、Ni - Fe - Pなどは、無電界メッキにより基板の表面に形成され、Ni - Fe、Co - Nb - Zr、Co - Ni - Fe、Fe - Siなどはスパッタリングにより形成される。

【 0 0 5 0 】

この軟磁性層は、基板の片面又は両面に形成されるものである。

【 0 0 5 1 】

図 1 A 及び図 1 B に、本発明を実施する研磨装置の一例を示す。ここで、図示の装置は、基板の両面を同時に研磨するものであるが、既知の片面研磨装置 (図示せず) を使用して片面ずつ研磨してもよい。また、図示の装置は、複数枚の基板を一括してどう次に研磨するものであるが、既知の枚葉式の研磨装置 (図示せず) を使用して、一枚ずつ研磨してもよい。

【 0 0 5 2 】

図示のように、下定盤 1 2 に貼り付けた研磨パッド 1 0 の表面上に、太陽ギヤ 1 7 とインターナルギヤ 1 6 とに噛合う遊星ギヤ 1 3 の開口 1 4 に研磨対象物 (基板の両面に軟磁性層を形成したものを) を嵌め入れて、配置する。次に、上定盤 1 1 に貼り付けた研磨パッド 1 0 ' で、遊星ギヤ 1 3 (開口 1 4 内に研磨対象物が嵌め入れられている) を上から押え付ける。次に、上定盤 1 1 の穴 1 8 を通じて、上下定盤 1 1、1 2 の間に上記本発明の研磨スラリーを供給する (これにより、本発明の研磨スラリーは、軟磁性層の表面に供給される)。そして、太陽ギヤ 1 7 を矢印 W の方向に回転させて、遊星ギヤ 1 3 を矢印 X の方向に自転させながら、矢印 Y の方向に公転させる (これにより、軟磁性層と研磨パッドとが相対的に移動する)。これにより、軟磁性層の表面が研磨される。

【 0 0 5 3 】

研磨パッド 1 0、1 0 ' として、スウェード、織布、不織布、植毛布、発泡体などから

10

20

30

40

50

なるシートをパッド状にカットした既知のものが使用される。

【 0 0 5 4 】

本発明では、軟磁性層の表面部分を数十ナノメートルのオーダーで研磨するため、キメの細かい表面を有する研磨パッドが使用され、好適に、スウェードタイプのものが使用される。

【 0 0 5 5 】

なお、軟磁性層は、上記のように、メッキやスパッタリングにより基板の表面に形成されるが、スパッタリングでは、成膜時に膜厚を制御することが容易であるが、真空装置内で行われるため成膜に時間がかかる。一方、メッキによると、短時間で成膜でき、比較的厚い膜を形成することができる。このため、メッキにより、基板の表面に厚さ  $3 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$  の軟磁性層を形成した後に、本発明に従った上記の研磨方法により、厚さ  $0.5 \mu\text{m} \sim 2.0 \mu\text{m}$  に仕上げるのが望ましい。

【 0 0 5 6 】

<実施例 1 ~ 6 > まず、純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）、潤滑剤（グリセリン）及び凝集防止剤（カルボン酸誘導体及びアルキレングリコール）を加え、攪拌して分散媒を製造した。

【 0 0 5 7 】

実施例 1 ~ 4 の研磨スラリーは、この分散媒にシリカ粒子（コロイダルシリカ）を加え、攪拌して製造した。ここで、コロイダルシリカは、純水（イオン交換水）に平均粒径  $20 \text{nm}$  のシリカ粒子を分散させたアルカリ性（ $\text{pH} 10$ ）のものであった。

【 0 0 5 8 】

また、実施例 5、6 の研磨スラリーは、この分散媒に、実施例 1 ~ 4 で使用したのと同じシリカ粒子（コロイダルシリカ）を加え、さらに添加剤（キレート剤）を添加し、攪拌して製造した。

【 0 0 5 9 】

実施例 1 ~ 6 の研磨スラリーの液性は、アルカリ性であり、 $\text{pH} 9.0 \sim \text{pH} 10.5$  の間の範囲にあった。

【 0 0 6 0 】

実施例 1 ~ 6 の研磨スラリーの組成は、下記の表 1 に示すとおりであった。

【表 1】

表 1

研磨スラリーの組成（実施例 1 ~ 6）（単位：重量%）

実施例 No.		1	2	3	4	5	6
研磨粒子	シリカ粒子	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
研磨促進剤	蔞酸アンモニウム	0.25	0.25	0.20	0.30	0.25	0.25
潤滑剤	グリセリン	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
凝集防止剤	カルボン酸誘導体	0.72	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20
	アルキレングリコール	0.14	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24
キレート剤	DTPA	-	-	-	-	0.70	0.50
水	純水	93.79	93.21	93.26	93.16	92.51	92.71

カルボン酸誘導体：ポリカルボン酸型高分子界面活性剤（製品名：デモールEP、花王（株））

アルキレングリコール：ジエチレングリコールモノ n ブチルエーテル

DTPA：ジエチレントリアミン5酢酸

10

20

30

40

50

## 【 0 0 6 1 】

< 比較例 1 > 純水に、研磨促進剤（硝酸及び蔞酸アンモニウム）、潤滑剤（グリセリン）、研磨促進助剤（乳酸）及び酸化剤（30%過酸化水素水）を加え、攪拌して分散媒を製造し、これに上記実施例 1 で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径 20 nm のシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加えて攪拌し、さらに添加剤（キレート剤）を添加し、攪拌して比較例 1 の研磨スラリーを製造した。比較例 1 の研磨スラリーの組成は、下記の表 2 に示すとおりであった。

## 【 0 0 6 2 】

< 比較例 2 > 純水に、研磨促進剤（硝酸及び硝酸アルミニウム）、潤滑剤（グリセリン）及び酸化剤（30%過酸化水素水）を加え、攪拌して分散媒を製造し、これに上記実施例 1 で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径 20 nm のシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加えて攪拌して比較例 2 の研磨スラリーを製造した。比較例 2 の研磨スラリーの組成は、下記の表 2 に示すとおりであった。

## 【 0 0 6 3 】

下記の表 2 に比較例 1、2 の研磨スラリーの組成を示す。比較例 1、2 の研磨スラリーの液性は、酸性であり、pH2.4 ~ pH3.0 の間の範囲にあった。

## 【 表 2 】

表 2

研磨スラリーの組成（比較例 1、2）（単位：重量%）

比較例 No.		1	2
研磨粒子	シリカ粒子	5.0	5.0
研磨促進剤	硝酸	2.0	1.0
	硝酸アルミニウム	-	4.0
	蔞酸アンモニウム	2.0	-
潤滑剤	グリセリン	0.4	0.4
研磨促進助剤	乳酸	2.4	-
酸化剤	30%過酸化水素水	10	10
キレート剤	鉄キレート錯体	2.8	-

## 【 0 0 6 4 】

< 比較例 3 > 純水（分散媒）に、上記実施例 1 で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径 20 nm のシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例 3 の研磨スラリーを製造した。比較例 3 の研磨スラリーの組成は、下記の表 3 に示すとおりであった。

## 【 0 0 6 5 】

< 比較例 4 > 純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例 1 で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径 20 nm のシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例 4 の研磨スラリーを製造した。比較例 4 の研磨スラリーの組成は、下記の表 3 に示すとおりであった。

## 【 0 0 6 6 】

< 比較例 5 > 純水に、潤滑剤（グリセリン）及び凝集防止剤（カルボン酸誘導体及びアルキレングリコール）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例 1 で

使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径20nmのシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例5の研磨スラリーを製造した。比較例5の研磨スラリーの組成は、下記の表3に示すとおりであった。

【0067】

<比較例6> 純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）及び潤滑剤（グリセリン）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例1で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径20nmのシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例6の研磨スラリーを製造した。比較例6の研磨スラリーの組成は、下記の表3に示すとおりであった。

10

【0068】

<比較例7> 純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）及び凝集防止剤（カルボン酸誘導体及びアルキレングリコール）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例1で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径20nmのシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例7の研磨スラリーを製造した。比較例7の研磨スラリーの組成は、下記の表3に示すとおりであった。

【0069】

<比較例8> 純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）、潤滑剤（グリセリン）、凝集防止剤（カルボン酸誘導体及びアルキレングリコール）及び酸化剤（30%過酸化水素水）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例1で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径20nmのシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例8の研磨スラリーを製造した。比較例8の研磨スラリーの組成は、下記の表3に示すとおりであった。

20

【0070】

<比較例9> 純水に、研磨促進剤（蔞酸アンモニウム）、潤滑剤（グリセリン）、凝集防止剤（カルボン酸誘導体及びアルキレングリコール）及び酸化剤（硝酸）を加え、攪拌して分散媒を製造し、この分散媒に、上記実施例1で使用したのと同じシリカ粒子（純水（イオン交換水）に平均粒径20nmのシリカ粒子を分散させたアルカリ性（pH10）のコロイダルシリカ）を加え、攪拌して比較例9の研磨スラリーを製造した。比較例9の

30

【0071】

下記の表3に比較例3～9の研磨スラリーの組成を示す。比較例3～9の研磨スラリーの液性は、アルカリ性であり、pH9.0～pH10.5の間の範囲にあった。

## 【表 3】

表 3

研磨スラリーの組成（比較例 3～9）（単位：重量％）

比較例 No.		3	4	5	6	7	8	9
研磨粒子	シリカ粒子	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
研磨促進剤	蔞酸アンモニウム	-	0.25	-	0.25	0.25	0.25	0.25
潤滑剤	グリセリン	-	-	0.10	0.10	-	0.10	0.10
凝集防止剤	カルボン酸誘導体	-	-	1.20	-	1.20	1.20	1.20
	アルキレングリコール	-	-	0.24	-	0.24	0.24	0.24
酸化剤	30%過酸化水素水	-	-	-	-	-	2.50	-
	硝酸	-	-	-	-	-	-	1.00

カルボン酸誘導体：ポリカルボン酸型高分子界面活性剤（製品名：デモールEP、花王（株））

アルキレングリコール：ジエチレングリコールモノnブチルエーテル

10

20

## 【0072】

< 研磨試験 > 実施例 1～6、比較例 1～9の研磨スラリーをそれぞれ使用して、両面に軟磁性層を形成した基板を研磨し、研磨レート、平均表面粗さ（Ra）及び表面うねり（Wa）を計測し、また、研磨後のスクラッチ数、腐食欠陥数及びパーティクル数を計数した。

## 【0073】

研磨対象物は、直径 2.5 インチのアルミニウム基板の両面に非磁性の Ni - P 膜を形成し、これら両面の Ni - P 膜上にそれぞれ厚さ約 3.0 μm の軟磁性層（Co - Ni - P）を無電界メッキにより形成したものであり、研磨前の軟磁性層の表面の平均表面粗さ（Ra）は 5.0 ～ 10.0 であり、表面うねり（Wa）は 0.8 ～ 1.0 であ

30

## 【0074】

研磨は、図 1 に示すような両面研磨装置（製品番号：9BF、ハマイ社）を使用して行った。両面研磨装置の上下定盤には、それぞれ、スウェードタイプの研磨パッドを貼り付け、10 枚の基板を一括して研磨した。研磨条件は、下記の表 4 に示すとおりであった。

## 【表 4】

表 4  
研磨条件

研磨圧力	90 gf / cm <sup>2</sup>
回転数	40 rpm
研磨スラリー供給量	200 ml / 分
研磨時間	10 分

40

## 【0075】

研磨レート（単位時間当りの研磨量）（単位：mg / 分）は、研磨前後の研磨対象物の重量差を研磨時間で割ったものである。被研磨物の重量は、計量器（製品番号：HF - 20

50

0、A & D社)を使用して計測した。

【0076】

平均表面粗さ(Ra)(単位: )は、AFM(原子間力顕微鏡)(製品番号: ナノスコープ Dimension 3100シリーズ、デジタルインスツルメント社)を使用し、視野10 $\mu$ m、レンジ5nmで計測した。

【0077】

表面うねり(Wa)(単位: )は、非接触3次元表面形状測定器(製品番号: New View 5000、Z Y G O社)を使用し、対物レンズ10倍、中間レンズ0.8倍、カットオフフィルタ0.05mm~0.5mmで計測した。

【0078】

スクラッチ数、腐食欠陥数及びパーティクル数は、それぞれ、研磨後の研磨対象物の両面を片面ずつ、ディスク表面外観目視装置(製品番号: MicroMAX VMX-2100、有限会社ビジョンサイテック)を使用して計数し、この計数値を平均したものである(単位: 個/面)。

【0079】

<試験結果> 試験結果を下記の表5及び表6に示す。表中、スクラッチ数、腐食欠陥数及びパーティクル数について、○は、10本/面(又は個/面)未満であり、◎は、10本/面(又は個/面)以上、20本/面(又は個/面)未満であり、×は、20本/面(又は個/面)以上を示す。

【表5】

10

20

表5

試験結果(実施例1~6)

実施例	研磨レート (mg/分)	平均表面粗さ (Ra) (Å)	表面うねり (Wa) (Å)	スクラッチ 数(本/面)	腐食欠陥数 (個/面)	パーティクル 数(個/面)
1	1.30	1.30	0.70	◎	◎	○
2	1.40	1.20	0.60	◎	◎	◎
3	1.20	1.50	0.70	◎	◎	◎
4	1.55	1.70	0.70	◎	◎	◎
5	1.50	1.30	0.50	◎	◎	◎
6	1.45	1.30	0.60	◎	◎	◎

30

【表 6】

表 6  
試験結果（比較例 1～9）

比較例	研磨レート (mg/分)	平均表面粗さ (Ra) (Å)	表面うねり (Wa) (Å)	スクラッチ 数(本/面)	腐食欠陥数 (個/面)	パーティクル 数(個/面)
1	計測不能	計測不能	計測不能	計数不能	計数不能	計数不能
2	計測不能	計測不能	計測不能	計数不能	計数不能	計数不能
3	0.20	2.40	0.60	×	○	×
4	1.10	1.80	0.70	×	○	×
5	0.50	2.10	0.80	○	○	○
6	1.30	1.40	0.70	○	○	×
7	1.50	1.30	0.70	×	○	○
8	2.20	1.50	1.30	○	×	○
9	2.10	1.90	1.80	○	×	○

10

20

## 【0080】

表 5 に示すとおり、本発明によると、垂直磁気記録ディスクの基板の表面に形成した軟磁性層の表面を、平均表面粗さが 2.0 以下の範囲で、スクラッチやパーティクル、そして腐食欠陥がなく、表面うねりが 1 以下の範囲に、平滑且つ平坦に研磨できたことがわかる。一方、表 6 に示すように、比較例の研磨スラリーによると、表面粗さが 2 を超えていたり、スクラッチやパーティクルそして腐食欠陥が形成されるという結果が得られた。特に、過酸化水素水や硝酸を使用すると、軟磁性層の表面の腐食が顕著であった（比較例 1、2、8、9）。

30

## 【図面の簡単な説明】

## 【0081】

【図 1】図 1 は、本発明を実施する研磨装置の一例を示す。

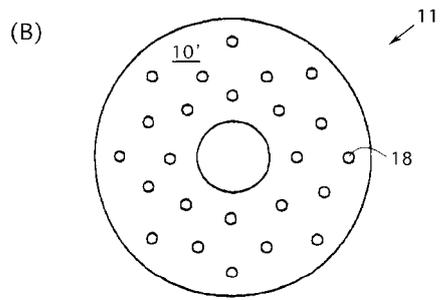
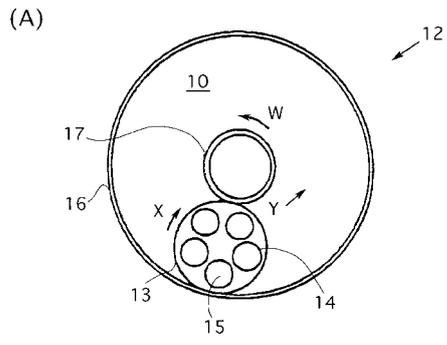
## 【符号の説明】

## 【0082】

- 10、10'・・・研磨パッド
- 11・・・上定盤
- 12・・・下定盤
- 13・・・遊星ギヤ
- 14・・・開口
- 15・・・研磨対象物
- 16・・・インターナルギヤ
- 17・・・太陽ギヤ
- 18・・・穴
- W、X、Y・・・回転方向

40

【 図 1 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 横田 靖之  
東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本マイクロコーティング株式会社内
- (72)発明者 山口 和栄  
東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本マイクロコーティング株式会社内

審査官 阿部 利英

- (56)参考文献 特開2003-178430(JP,A)  
特開2004-277615(JP,A)  
特開2000-087010(JP,A)  
特開2004-259378(JP,A)  
特開2000-001666(JP,A)  
特開平09-204657(JP,A)  
特開2004-300347(JP,A)  
特開2003-173517(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24B 3/00 - 3/60  
B24B 21/00 - 39/06  
C09K 3/14  
H01L 21/304