隙間材入りガラスディスク研磨スラリーの開発*

— 脂肪酸塩の研磨性能に対する効果 —

佐藤 誠** 亀山 哲也*** 野浪 亨† 佐々木 節夫††

Development of Interspace Material Polishing Slurry for Glass Disk
- Effect of Fatty Acid Salts on Polishing Performance -

Makoto SATO, Tetsuya KAMEYAMA, Toru NONAMI and Setsuo SASAKI

In glass disk polishing, fatty acid salts are added to Ceria Polishing Slurry for the purpose of the cost cut and the improvement in processing accuracy. A polishing performance improves by optimizing the concentration and the kind of fatty acid salts. A certain kind of fatty acid salts acts as interspace material of Ceria Polishing Slurry. In this paper, Interspace Material Polishing Slurry: ISM Slurry is proposed and the polishing performances are investigated. ISM Slurry raises a polishing performance sharply. Especially, a polishing rate improves about 50%, minute sinuosity is reduced about 40%, and the adhesion amount of resources of the glass disk surface is reduced to about 1/5. It realizes that ISM Slurry cuts cost in glass disk polishing, and makes accuracy high.

Key words: polishing, polishing slurry, fatty acid salts, liquid crystal, lyotropic liquid crystal, glass disk, ceria, viscosity, pH

1. 緒 言

カーナビゲーションやノートパソコン等に内蔵されているハードディスクドライブには、ガラスディスクが使われている。このガラスディスクの表面は非常に細かい表面粗さ (R_a が数Å) を要求され、それを実現する為に何段階もの加工工程を経て最後にセリアなどの砥粒を水に分散させたスラリーをかけながら加工するポリッシュ (研磨) が行なわれる。このスラリーは循環させて使用するが、スラリー中の砥粒が破碎して研磨レートが低くなったり、また異物が混入して傷が入りやすくなる為、定期的 (例えば1日毎) に廃棄される。この廃棄は環境負荷が大きく、処理コストもかなり高い。研磨能率が高ければガラスディスク1枚あたりの廃棄物量は少なくなり、加工のトータルコストも低くなる。また、従来法より高品位加工ができる研磨方法を見出せば、加工工程が減りコストダウンを実現しさらに廃棄物量も少なくて済む。

本報ではガラスディスク加工のトータルコスト削減と環境負荷の低減を実現する為に、従来のガラスディスク研磨加工に対して一段と高い高能率化、高品位化を目指して研磨スラリーに加える添加物を検討した。その結果、新しい研磨スラリーを提案するに至りこれを報告する。

2. 基礎研磨試験

2.1 研磨スラリー

本報では研磨スラリーに加える添加物として脂肪酸塩を用いる。脂肪酸塩は研削油剤などに用いられ研磨能率を向上させる効果があるとされており¹⁾²⁾、金属の切削においても効果が確認されている³⁾⁴⁾。さらに脂肪酸塩自体は天然に存在する物質であり自然

環境の下でバクテリア等により分解され、環境への負荷が少ない。各種脂肪酸塩の効果を調査する為に、表1に示すような炭素数が8(C8)から22(C22)までの脂肪酸カリウム塩を0.5mass%, 1mass%, 2mass%の3種類の濃度で用意した。これらの液に平均粒径約0.8 μm のセリアを10mass%添加しスラリーとした。表面張力の測定には滴下法を用い、それぞれ20回測定を行いその平均値を用いた。

2.2 研磨試験方法

2.2.1 研磨方式

研磨方式としては、図1に示すように、片面研磨方式の研磨機を用いて、回転する研磨パッドに各スラリーを供給しつつ、ガラスディスクをワークピースホルダーに固定し、研磨パッドに押し当てながら片面研磨を行った。

2.2.2 研磨条件

研磨条件を表2に示す。研磨試験時のワークピースホルダーと研磨パッドとの回転中心軸間距離は100mmとした。研磨パッドのコンディショニングはダイヤモンドコンディショナー

Table 1 Fatty Acid Salts

	Fatty Acid Salts	Fatty Acid / Potassium Ratio [mol/mol]	Surface Tension [10^{-3}N/m]		
			Concentration of Fatty Acid Salts		
			0.5 mass%	1.0 mass%	2.0 mass%
C8-K1	Potassium Caprylate	1/1	61	46	33
C12-K1	Potassium Laurate	1/1	37	31	30
C16-K1	Potassium Palmitate	1/1	69	62	53
C18-K1	Potassium Stearate	1/1	68	91	89
C18-K2	Potassium Stearate	1/2	74	69	74
C18-F1-K1	Potassium Oleate	1/1	28	29	28
C22-K1	Potassium Behenate	1/1	70	71	72

* 原稿受付 平成16年9月6日

** 学生会員 名古屋工業大学大学院 (名古屋市昭和区御器所町)

*** 名古屋工業大学大学院

† 名古屋工業大学大学院 (現、中京大学; 豊田市貝津町床立101)

†† 協同油脂(株) (神奈川県藤沢市辻堂神台1-4-1)

Fig.1 A schematic of the polishing experimental setup

Table 2 Polishing Conditions (Single Side Polishing)

Polishing Pad	Rodel Nitta MH-C15A ($\phi 320\text{mm}$)
Polishing Pad Revolutions	0.5s^{-1}
Work piece	Aluminosilicate Glass ($\phi 65\text{mm}$)
Work piece Revolutions	0.5s^{-1}
Polishing Pressure	18.7kPa
Abrasive Grains	Mirek E-10 (10mass%)
Slurry Flow	$0.17\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$
Polishing Time	600s

SD#100 を用い、定盤貼付け直後の研磨パッドには全面当たりするまでコンディショニングを行い、さらに各試験前にも 10 分間行った。研磨試験は各研磨スラリーにつき 5 回ずつ実施した。

2.2.3 評価方法

研磨後のガラスディスクに純水中で超音波洗浄を 10 分間、スピン乾燥 (約 25°C) を 500rpm で 5 分間行った。研磨レートは各ガラスディスクの研磨前後の重量を精密天秤で 0.01mg の単位まで読み取りその変化量と密度より厚みの変化を計算し導き出した。表面粗さ (R_a) は干渉型顕微鏡 (Zygo New View 200) により、各ガラスディスクにつき 4 箇所測定してその平均値を用いた。粘度測定は B 型粘度計にて 23°C で行った。

3. 基礎研磨試験結果

3.1 基礎研磨試験結果と考察

図 2 に C8-K1, C12-K1, C16-K1 を示し、図 3 に C18-K1, C18-K2, C18:F1-K1, C22-K1 を示す。各試験でのばらつきをエラーバーで示す。炭素数 16 以下の脂肪酸塩 (C8-K1, C12-K1, C16-K1) はそれぞれ濃度の影響をあまり受けて、研磨レートは低い。これらの中では C12-K1 の研磨レートが最も高く、表面粗さも最も細かくなった。これは C12-K1 の表面張力が低い為、砥粒の分散が良好であり、作用砥粒が多くなった為と考えられる。C18:F1-K1 も C12-K1 と同じような研磨レートと表面粗さであるが、これも表面張力が低い値である事が原因と考えられる。

C18-K1 と C22-K1 の研磨性能はよく似た挙動を示し、研磨レートは濃度 2mass% で最高となり、表面粗さは濃度 1mass% 以上では濃度が濃くなるに従い細かくなる。これらはともに濃度 2mass% までは脂肪酸塩の析出が適度であり、この析出した脂肪酸塩が砥粒の動きを拘束する事により、砥粒が効率的に働き、研磨能率が上昇する為であると考えられる。

C18-K2 は濃度 0.5mass%, 1mass% で研磨レートが高く、今回の試験の中で最高値を示している。表面粗さも今回の試験サンプルの中で最も細かくなっている。

Fig.2 Influence of change in Concentration of Fatty Acid Salts on Polishing Performance (C8-K1, C12-K1, C16-K1)

Fig.3 Influence of change in Concentration of Fatty Acid Salts on Polishing Performance (C18-K1, C18-K2, C18:F1-K1, C22-K1)

3.2 抜粋研磨試験

試験サンプルの中で研磨レートの最高値が高いものから 3 点、C18-K1, C18-K2, C22-K1 について、脂肪酸塩の濃度の影響が明確になるように更に濃度 4mass% のスラリーを作り、比較した。

Fig.4 Influence of change in Concentration of Fatty Acid Salts on Slurry Viscosity

3.2.1 脂肪酸塩濃度とスラリー粘度

脂肪酸塩濃度とスラリー粘度との関係を図4に示す。C18-K1は濃度2mass%までは粘度が低いまま推移し、濃度2mass%を過ぎてから急に粘度が高くなる。これは脂肪酸塩が析出して出来たゲルが点在していたものが、濃度2mass%を過ぎてから密集し繋がり粘度が高くなった為と考えられる。C18-K2は濃度0.5mass%から1mass%の間で粘度上昇があり、その後緩やかに濃度2mass%からさらに大きく上昇している。C18-K2はカリウムイオンがC18-K1に対し2倍でアルカリ性が強く水に溶け易いので濃度0.5mass%から2mass%においては濃度転移形(lyotropic)液晶状態⁵⁾になる。この為C18-K1より粘度が高くなり、2mass%以上では脂肪酸塩の析出により、更に粘度が高くなるものと考えられる。C22-K1は濃度0.5mass%から1mass%まで粘度が上昇し、濃度1mass%から4mass%までは緩やかな粘度上昇である。C22-K1はC18-K1より水に溶けにくく、濃度0.5mass%から1mass%までは脂肪酸塩が析出してゲル状になる為、粘度が急上昇する。濃度1mass%から4mass%まではC22-K1は疎水性が強い為、結晶が成長せず粘度の上昇が緩やかになっていると考えられる。

3.2.2 スラリーの粘度と研磨性能

スラリー粘度と研磨性能との関係を調査する為に、粘度因子以外は研磨加工にほとんど影響がないと考えられるポリエチレングリコール入りスラリーを対照とし、C18-K1、C18-K2、C22-K1と比較した。スラリーとしての調整は平均分子量400のポリエチレングリコール(PEG#400)の水溶液(濃度0, 25, 50, 75, 100mass%)に平均粒径0.8 μ mのセリアを10mass%添加した。C18-K1、C18-K2、C22-K1については図3のデータを基にして脂肪酸塩の添加量を変化させ粘度を調整した。添加量の範囲はスラリーとして流動性を維持できる範囲である4mass%以下とした。但し、C18-K1、C18-K2については粘度3mPa·s~100mPa·s付近で状態が変化しやすく安定しにくい為、この範囲の粘度に調整できなかった。図5にその結果を示す。各試験でのばらつきをエラーバーで表記する。

PEG#400は粘度が高くなると指数関数的に研磨レートが低くなり、表面粗さは粘度約80mPa·sまでほぼ一定で、それ以上で細くなる。これは粘度が高くなるにつれて液膜層が厚くなり、砥粒径とほぼ同じになり砥粒のガラスに対する接触が少なくなる為、研磨レートが低くなり、表面粗さが細くなるものと考えられる。

C18-K1とC18-K2は共に粘度が約3mPa·sで研磨レートが急に高くなり、粘度100mPa·sまではほぼ一定(C18-K1は若干下がる)で100mPa·s以上で下がり始める。C22-K1は粘度約100mPa·sでピークを迎える。単純に粘度因子だけ考えるならPEG#400と同様に

Fig.5 Influence of change in Viscosity on Polishing Performance

粘度上昇と共に研磨レートが下がり始めるはずであるが、C18-K1、C18-K2はいずれも一旦研磨レートが上昇し、高い研磨レートを維持してから下がる。またC22-K1は上昇しすぐに降下する。このことより粘度以外の因子の影響を受けている可能性が高い。

表面粗さについてはC18-K1とC18-K2はPEG#400よりも細くなる。これは脂肪酸塩の分散剤としての効果により、砥粒がより分散した為と思われる。C22-K1は分散効果が低い為、表面粗さが粗くなる。粘度80mPa·s以上ではC18-K1、C18-K2、C22-K1のいずれもPEG#400と同様に液膜層が厚くなり砥粒径と同じ厚みになり砥粒のエッジのみが作用する為、細くなるものと思われる。

今回の研磨試験条件においてはPEG#400で研磨レートが0になる粘度80~100mPa·s以上では液膜層が砥粒径よりも厚くなり、それが原因でC18-K1、C18-K2、C22-K1の研磨レート低下と、表面粗さRaの低下が生じると考えられる。

3.2.3 スラリーのpHと研磨性能

一般にセリアによるガラスの研磨ではpHの影響を受け易いと言われている⁷⁾。スラリーのpHと研磨性能との関係を調査する為に、KOH水溶液(0N, 0.001N, 0.005N, 0.01N, 0.1N)に平均粒径0.8 μ mのセリアを10mass%添加したスラリーを対照とし、C18-K1、C18-K2、C22-K1との比較を行った。C18-K1、C18-K2、C22-K1は図3のデータを基に脂肪酸塩添加量4mass%以下の範囲で添加量を変化させてpHを調整した。C22-K1についてはpH7.8以上では添加量が多くなる為スラリーとして流動性を維持できなかった。図6にその結果を示し各試験でのばらつきをエラーバーで表記する。

KOH水溶液ではpH6~13の範囲において、pHが高くなるに従って研磨レートは緩やかに上昇し、表面粗さは僅かに細くなっている。これに対しC18-K1はpH9.3に研磨レートのピークがあり、表面粗さはpH7.6で急に細くなりその後緩やかに細くなっている。KOH水溶液とは異なった変化をしているので、C18-K1の研磨性能がpHの影響を受けているとは考えられない。また、C18-K2はpH12まで研磨レートが上昇しpH12~13で急激に研磨レートが変化する。表面粗さもpH8~12で少しずつ粗くなりpH12~13で急

Fig.6 Influence of change in pH on Polishing Performance

Fig.7 SEM micrographs of the dry C18-K2 (1mass%) Slurry

激に変化しており、研磨性能がpHの影響を受けているとは考えられない。C22-K1もpH7~8の狭い範囲で研磨レートと表面粗さが大きく異なっている。これらの事からpHと研磨性能との関連性は低い。

3.2.4 脂肪酸塩と研磨性能

以上の様に脂肪酸塩水溶液を濃度転移形(lyotropic)液晶状態から析出ゲルの状態で研磨スラリーとして使用する場合、PEG#400で得られた「研磨スラリーの粘度上昇と共に液膜が厚くなり砥粒が作用し難くなり研磨性能が悪くなる」法則とは異なる現象がおきている。この現象はpHの影響を直接受けているものでも無い。

C18-K2 (1mass%)スラリーの水分を蒸発させ、そのSEM写真を図7に示す。この処理は約25℃で行ったので、スラリー中の構造がほぼそのまま残っていると考えられる⁹⁾。針状または繊維状の結晶になった脂肪酸塩が砥粒に絡まっている様子がわかる。この写真により、スラリー中で液晶またはゲル状態(針状または繊維状の結晶)になっている脂肪酸塩が隙間材(Interspace Material)となって砥粒に対し機械的に動きを拘束している事が判明した。図8の右側に示す様に、針状または繊維状の結晶になった脂肪酸塩(隙間材)がある場合にはワークピースに作用する砥粒数が多

Fig.8 Mechanism of the polishing with the Interspace Material

くなり、また砥粒が均質に作用する為研磨レートが向上し表面粗さが細くなる。隙間材がない場合は図8の左側のようにワークピースに作用する砥粒数が少なく不均質になる。特にワークピースの端面部に砥粒が集まり端面ダレを起こしやすくなる。

4. 新しい研磨スラリーの提案

基礎研磨試験の結果を基に、添加物として針状または繊維状の結晶になった脂肪酸塩(隙間材)を使った、隙間材入り(ISM: Interspace Material)研磨スラリーを提案する。基礎研磨試験において研磨性能が最も良好であるC18-K2 (1mass%)を基に、針状結晶が維持出来るように微量のアミンを添加し、平均粒径0.8μmのセリアを10mass%加えてこれをISM研磨スラリーとした。

研磨スラリーに機械的作用を及ぼす添加物を加える手法としては盧らが提案する複合粒子研磨法⁹⁾があるが、これは研磨パッドの代わりにスラリー中にポリマー粒子を導入しようというものである。これに対し本報の提案は従来型研磨パッドを用いスラリー中に隙間材を加える事によりスラリー中の砥粒の動きをある程度拘束しこれにより研磨性能を向上させようという点で異なる。また、スラリーを循環使用しようとした場合、ポリマー粒子は砥粒より大きい為異物除去フィルターを通過できないが、ISMスラリーはスラリー中の添加物が脂肪酸塩である為供給前の異物除去フィルターを比較的通過し易い。また使用済みスラリーを廃棄する際に微生物による分解も可能である為環境に対する負荷が少ない。

4.1 研磨試験方法

このISM研磨スラリーを用いて両面研磨試験を行った。対照のスラリーとしては純水に平均粒径0.8μmのセリアを10mass%加えたものを用いた。試験条件を表3に、研磨試験装置を図9に示す。スラリーは循環式で供給され、循環過程の途中に2μm以下を通すフィルターを設置した。研磨パッドのコンディショニングは基礎研磨試験と同様に行った。各スラリーでの研磨試験は1バッチ3枚のガラスディスクを用いて、5回実施した。

研磨後のガラスディスクに対して、基礎研磨試験と同様に超音波洗浄、スピン乾燥を行った。研磨レートは基礎研磨試験と同様にして求め、5回の試験の平均値を用いた。表面粗さ(Ra)、微小うねり(Wa)は干渉型顕微鏡(Zygo New View 200)により測定した。また、ガラスディスク表面付着物量は干渉型顕微鏡の3次元映像より突起をカウントして導き出した。これらの測定値は、各ガラスディスクにつき片面2箇所ずつ合計4箇所測定しその平均値より導き出した。端面ダレ(Duboff)は斜入射干渉型平面度測定機(TROPEL MF200HR)で測定した。

Table 3 Polishing Conditions (Double Side Polishing)

Polishing Pad	Rodel Nitta MH-C15A ($\phi 320\text{mm}$)
Over Plate Revolutions	-0.25s^{-1}
Under Plate Revolutions	0.75s^{-1}
Work piece	Aluminosilicate Glass ($\phi 65\text{mm}$)
Polishing Pressure	9.8kPa
Abrasive Grains	Mirek E-10 (10mass%)
Slurry Flow	$13.9\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$
Polishing Time	7200s

Fig.9 A schematic of the polishing experimental setup (Double Side Polishing)

4.2 両面研磨試験の結果と考察

試験の間の研磨パッドの摩耗はマイクロメータ (最小単位 $1\mu\text{m}$) による測定で上下両面共に 8 箇所の平均値で $1\mu\text{m}$ 以下であった。

図 10 に 7200s 研磨加工後の研磨レート, 表面粗さ, 微小うねり, 端面ダレ, ガラスディスク表面付着物量の比較を示す。

研磨レートは純水スラリーに対し ISM 研磨スラリーは 5 割ほど高い。これは ISM 研磨スラリーの方が隙間材により作用砥粒数が多くなる為である (図 8 参照) と考えられる。

微小うねりは純水スラリーに対し ISM 研磨スラリーの方が 4 割ほど小さくなっている。これは脂肪酸塩の分散剤としての効果と隙間材による砥粒の機械的拘束効果により砥粒の局在化が防止できている為であると考えられる。

表面粗さは純水スラリーに対し ISM 研磨スラリーの方が 1 割ほど細くなっている。これも微小うねりの場合と同じで砥粒の機械的拘束効果により砥粒の局在化が防止できている為であると考えられる。表面粗さであり差が出なかったのは、表面粗さは研磨パッドの表面状態 (うねりや凹凸等) の影響を受け易く今回の研磨試験条件では性能差がはっきりするほど研磨パッドの表面粗さが細くなかった為であると考えられる。

端面ダレは純水スラリーに対し ISM 研磨スラリーの方が 3 割ほど小さくなっている。これは純水スラリーでは砥粒が動き易く図 8 の左側の様にガラスディスクの端部に砥粒が集り易い為に端面ダレが大きくなるのに対し、ISM 研磨スラリーでは図 8 の右側の様に砥粒の動きが隙間材により拘束されてガラスディスクの端部に砥粒が集り難い為であると考えられる。

ガラスディスク表面付着物量については、その殆どがセリアの付着であるが、純水スラリーに対し ISM 研磨スラリーは 5 分の 1 以下となり圧倒的に少ない。セリアはガラスに付着しガラス成分をもぎ取る事によって研磨が進むと考えられる。純水スラリーを使用した従来法は、ガラス成分をもぎ取らずに付着したままになったものがガラスディスク表面の付着物となるので、セリアによる研磨後はある程度の付着物の存在は避けられない。ISM 研磨スラリーは結晶化しなかった脂肪酸塩がガラスディスク表面とセリア粒子をソフトに取り囲みガラスディスク表面へのセリアの付着を防ぐ。セリア粒子がガラスディスク表面に押

Fig.10 Comparison of Polishing Performance (Double Side Polishing)

し付けられた時だけ脂肪酸塩が押しのけられ、セリア粒子がガラスディスク表面に吸着し研磨作用を起こすと考えられる。

5. 結 言

本研究ではセリアスラリーによるガラスディスクの研磨において脂肪酸塩 (特にステアリン酸カリウムが有効) をセリアスラリーに加える事により研磨性能が向上する事を確認した。このメカニズムとしてスラリー中の脂肪酸塩の結晶 (液晶) 状態が影響を及ぼしている事が明らかになった。これを基に、針状もしくは繊維状の脂肪酸塩の結晶を隙間材として添加した ISM 研磨スラリーを提案し研磨性能の調査を行ったところ特に研磨レートの向上, 微小うねりの低減, ガラスディスク表面の付着物量の低減に効果がある事が判明した。ISM 研磨スラリーはガラスディスクの研磨加工の高能率化 (低コスト化), 高品位化に大いに寄与すると期待できる。また添加物が脂肪酸塩である為、微生物による分解が可能で廃棄物処理の点でも有効である。

参 考 文 献

- 1) 山中康夫, 大井力, 佐藤誠: CBNホイール用研削油剤の開発 (6), 日本トライボロジー学会トライボロジー会議 (春) 予稿集, (1998) 323.
- 2) Y. Yamanaka, M. Hayama, T. Oi, Y. Sakai and M. Sato: Development of a New Grinding Fluid for the CBN Grinding Wheels - Part II, *Lubr. Eng.*, **53**, 2 (1997) 20-26.
- 3) 田頭孝介, 池田慎一, 米川賢: 希薄なオレイン酸を塗布した純鉄の切りくず発生機構, 精密工学会誌, **66**, 12 (2000) 1917.
- 4) 池田慎一, 田頭孝介: 炭素数の異なるカルボン酸塗布によるアルミニウムの切削抵抗の減少, 精密工学会誌, **67**, 7 (2001) 1115.
- 5) 稲葉恵一, 平野二郎: 新版脂肪酸化学, 幸書房, (1997) 121.
- 6) 佐藤進: 液晶の世界, 産業図書, (1994) 40.
- 7) L. M. Cook: Chemical processes in polishing, *J. Non-Cryst. Solids*, **120**, (1990) 152-171.
- 8) 北原文雄, 玉井康勝, 早野茂夫, 原一郎: 界面活性剤 物性・応用・化学生態学, 講談社, (1996) 367-358.
- 9) 盧毅申, 谷泰弘, 河田研治: 研磨パッドを用いない鏡面研磨法の提案 (複合粒子研磨法の開発), 日本機械学会論文集 (C編), **68**, 10 (2002) 3102.