

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 7 月 5 日(05.07.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/090754 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01) *B24B 37/00* (2012.01)
B24B 1/00 (2006.01) *C03C 19/00* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/079330
- (22) 国際出願日: 2011 年 12 月 19 日(19.12.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2010-292325 2010 年 12 月 28 日(28.12.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): コニカミノルタオプト株式会社(KONICA MINOLTA OPTO, INC.) [JP/JP]; 〒1928505 東京都八王子市石川町 2 9 7 0 番地 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 島津 典子 (SHIMAZU, Noriko) [JP/JP]; 〒1928505 東京都八王子市石川町 2 9 7 0 番地 コニカミノルタオプト株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人深見特許事務所 (Fukami Patent Office, p.c.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目 2 番 7 号 中之島セントラルタワー Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GLASS SUBSTRATE FOR RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 記録媒体用ガラス基板を製造する方法

(57) Abstract: Provided is a method that is for producing a glass substrate for a recording medium and, by means of preventing splattering of a polishing agent from the end surface to the principal surface of the glass substrate, whereby it is difficult for subsequent errors to arise. The method for producing a glass substrate for a recording medium is characterized by: containing a step for polishing the end surface of a glass substrate precursor by means of a polishing brush using a polishing liquid containing a polishing agent; and in the polishing step, when the zeta potential of the polishing agent is ζ_{pol} , the zeta potential of the polishing brush is ζ_{brush} , and the zeta potential of the glass substrate precursor is ζ_{sub} , both ζ_{pol} and ζ_{sub} being less than 0 mV, and ζ_{sub} being smaller than ζ_{brush} .

(57) 要約: ガラス基板の端面から主表面への研磨剤の飛散を防ぐことにより、後発的なエラーが発生しにくい記録媒体用ガラス基板を製造する方法を提供する。本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、ガラス基板前駆体の端面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨ブラシによって研磨する工程を含み、該研磨する工程において、研磨剤のゼータ電位を ζ_{pol} とし、研磨ブラシのゼータ電位を ζ_{brush} とし、ガラス基板前駆体のゼータ電位を ζ_{sub} とすると、 ζ_{pol} および ζ_{sub} はいずれも、0 mV 未満であり、かつ ζ_{sub} は、 ζ_{brush} より小さいことを特徴とする。



WO 2012/090754 A1

明 細 書

発明の名称：記録媒体用ガラス基板を製造する方法

技術分野

[0001] 本発明は、記録媒体用ガラス基板を製造する方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、ハードディスクドライブ（HDD）においては、磁気記録媒体の記録容量が高密度化してきていることに伴い、磁気記録媒体に対する記録読取り用ヘッドの浮上量（フライングハイト）をより減少させたものとなっている。そのようなヘッドとして、DFH（Dynamic Flying Hight）機構を搭載したヘッドも普及している。

[0003] DFH機構は、磁気ヘッドに設けられた発熱素子の発熱によって磁気ヘッドが熱膨張し、磁気ヘッドが浮上面（ABS：Air bearing surface）方向にわずかに突出するように動作させるものであり、これによりフライングハイトを一定に保つことができる。

[0004] このようなDFH機構を搭載したヘッドは、フライングハイトが数nm程度であるため、磁気記録媒体を使用したときにヘッドクラッシュなどの不良が生じやすい。このような不良を減少するために、磁気記録媒体の表面平滑性を高めることが要求されている。

[0005] ガラス基板の表面平滑性を高める試みとして、たとえば特開2010-238310号公報（特許文献1）には、予め決められた移動量で研磨砥石をトラバースさせてガラス基板を研磨することにより、ガラス基板の表面欠陥の大きさおよび個数を減少させる技術が提案されている。

[0006] また、特開2009-087441号公報（特許文献2）には、シリカ粒子を用いてガラス基板を研磨するときに、ガラス基板と研磨液に含まれる凝集したシリカ粒子や不純物粒子との電位差を制御しながら研磨することによって、ガラス基板の主表面の表面欠陥が形成されるのを抑制する技術が開示されている。さらに、特開2007-254259号公報（特許文献3）に

は、酸化セリウムを用いて中性の液性条件下でガラス基板を研磨する技術が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2010-238310号公報

特許文献2：特開2009-087441号公報

特許文献3：特開2007-254259号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 磁気記録媒体用のガラス基板は、通常、最終洗浄を終えた後に光学式欠陥検査装置（OSA：Optical Surface Analyzer）によってガラス基板の表面および端面に付着した付着物の評価を行なう。上記特許文献1および3の方法によって製造されたガラス基板は、OSAによる評価でも、欠陥数が少ないと判定され、磁気記録媒体の製造効率が高いという利点を有する。

[0009] しかしながら、特許文献1および3の方法で製造された磁気記録媒体を用いたときに、後発的にヘッドクラッシュなどの不良が生じることがあった。また、特許文献2に開示された研磨方法は、研磨液に含まれる凝集したシリカ粒子および不純物粒子とガラス基板との電位差を制御することによって、シリカ粒子による表面欠陥はある程度抑制することができるものの、研磨剤自体に起因した上記の問題を解決することはできなかった。また、更なる検討の結果、上記の問題は、ガラス基板と研磨剤との電位差のみを制御しても解決することはできず、研磨ブラシに付着した研磨剤粒子があると、劣化した研磨剤粒子が排出されずに凝集し、ゼータ電位が変化してガラス基板に再付着することも原因となっていることが判明した。

[0010] 本発明者は、上記不良の原因を究明したところ、ガラス基板の端面を研磨するときに使用する研磨剤がガラス基板の端面に付着していることが原因であることがわかった。すなわち、ガラス基板の端面に付着した研磨剤が磁性

膜の成膜時に端面から主表面に飛散し、これが記録装置用の磁気記録媒体として用いたときに後発的にヘッドクラッシュなどの不良を引き起こすとの知見を得た。

[0011] 本発明は、このような状況下においてなされたものであり、その目的とするところは、磁性膜の成膜時にガラス基板の端面から主表面への研磨剤の飛散を防ぐことにより、後発的なエラーが発生しにくい記録媒体用ガラス基板を製造する方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明者の研究により、上記研磨剤のガラス基板への付着の原因は、中性の研磨液を用いて研磨することによるものであることが明らかとなった。すなわち、中性で粗研磨すると、研磨剤のゼータ電位が等電点に近づくことによって該研磨剤がガラス基板に付着しやすくなるという知見が得られた。

[0013] そして、上記知見に基づいてさらに検討を重ねた結果、研磨する工程において、研磨剤、ガラス基板前駆体、および研磨ブラシのゼータ電位を適切に制御することによって、ガラス基板の端面に研磨剤を残留しにくくし、磁性膜の成膜時にガラス基板の端面から主表面への研磨剤の飛散を防ぐことができ、これが後発的なエラーを発生しにくくし得ることを見出し、本発明を完成した。

[0014] すなわち、本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、ガラス基板前駆体を用いるものであって、ガラス基板前駆体の端面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨ブラシによって研磨する工程を含み、該研磨する工程において、研磨剤のゼータ電位を ζ_{pol} とし、研磨ブラシのゼータ電位を ζ_{brush} とし、ガラス基板前駆体のゼータ電位を ζ_{sub} とすると、 ζ_{pol} および ζ_{sub} はいずれも、0 mV未満であり、かつ ζ_{sub} は、 ζ_{brush} より小さいことを特徴とする。

[0015] ζ_{sub} は、-30 mV以下であることが好ましい。研磨液のpHは9以上13以下であることが好ましい。上記の研磨液は、さらに分散剤を含み、該分散剤は、ポリカルボン酸、ウレタン樹脂、およびアクリル樹脂からなる群よ

り選択される１種以上であることが好ましい。

[0016] 研磨剤は、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、および酸化アルミニウムからなる群より選択される１種以上からなることが好ましい。

[0017] 研磨液は、さらに水溶性ポリマーを含み、該水溶性ポリマーは、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、メタアクリル酸共重合体、ポリメタアクリルアミド共重合体、およびポリエチレングリコールからなる群より選択される１種以上からなることが好ましい。

[0018] 研磨液は、さらに界面活性剤を含み、該界面活性剤は、スルホン酸系界面活性剤、リン酸系界面活性剤、または非イオン界面活性剤を含むことが好ましい。研磨ブラシは、アラミド系繊維、ポリブチレンテレフタレート、およびポリプロピレンからなる群より選択される１種以上の材料からなることが好ましい。

発明の効果

[0019] 本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、上記のような構成を有することにより、磁性膜の成膜時にガラス基板の端面から主表面への研磨剤の飛散を防ぐことができ、もって後発的なエラーが発生しにくいという極めて優れた効果を示す。このため、本発明の製造方法によって製造された記録媒体用ガラス基板は、後発的なエラーが発生しにくいという効果を示す。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

＜記録媒体用ガラス基板を製造する方法＞

本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、ガラス基板前駆体の端面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨ブラシで研磨する工程（以下、「端面研磨工程」）を少なくとも含むものである。

[0021] 本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、このように化学強化工程と端面研磨工程とを含む限り、他の工程を含むことができる。このような他の工程としては、たとえばガラス基板前駆体を円盤状に加工する円盤加工工程、ガラス基板前駆体の平行度および厚みなどを調整するラッピング工程

、ガラス基板前駆体の表面平滑性を高める研磨を行なう粗研磨工程、粗研磨工程で行なう研磨よりもガラス基板前駆体の平滑性を高める研磨を行なう精密研磨工程、ガラス基板前駆体の表面および端面に対して化学強化層を形成する化学強化工程、ガラス基板前駆体の表面および端面を洗浄する洗浄工程等を挙げることができる。

[0022] <記録媒体用ガラス基板>

本発明で製造される記録媒体用ガラス基板は、ハードディスクドライブ装置等の情報記録装置において情報記録媒体の基板として用いられるものであり、その大きさや形状は特に限定されない。たとえば、外径が2.5インチ、1.8インチ、1インチ、0.8インチなどであり、厚みが2mm、1mm、0.65mm、0.8mmなどである、円板状のものとすることができる。また、その円板状の中央部には、情報記録装置にセットするための孔が開けられていてもよい。

[0023] <円盤加工工程>

円盤加工工程では、まず、ガラス素材を溶融し（ガラス溶融工程）、溶融ガラスを下型に流し込み、上型によってプレス成形して円板状のガラス基板前駆体を得る（プレス成形工程）。なお、円板状のガラス基板前駆体は、このようなプレス成形工程によらず、たとえばダウンドロー法やフロート法で形成したシートガラスを研削砥石で切り出して作製してもよい。

[0024] ここで、上記ガラス素材としては、イオン交換による化学強化が可能なガラスであれば特に限定されない。たとえば、 SiO_2 、 Na_2O 、 CaO を主成分としたソーダライムガラス、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 R_2O （ $\text{R}=\text{K}$ 、 Na 、 Li ）を主成分としたアルミノシリケートガラス、ボロシリケートガラス、 $\text{Li}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ 系ガラス、 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス、 $\text{R}'\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス（ $\text{R}'=\text{Mg}$ 、 Ca 、 Sr 、 Ba ）などを使用することができる。中でも、アルミノシリケートガラスやボロシリケートガラスは、耐衝撃性や耐振動性に優れるため特に好ましい。上記ガラス素材の組成として、 SiO_2 と Al_2O_3 と B_2O_3 との合計が50～85質量%であり、 LiO_2 と

Na_2 と K_2O との合計が0.1～20質量%であり、 MgO と CaO と BaO と SrO と ZnO との合計が2～20質量%であるものを用いることができる。中でも、ガラス素材としては、 SiO_2 は50～70質量%であり、 Al_2O_3 は0～20質量%であり、 B_2O_3 は0～5質量%であるものを好適に用いることができる。

[0025] 次いで、上記のようにプレス成形したガラス基板前駆体は、カッター部にダイヤモンド砥石等を備えたコアドリル等で中心部に孔が開けられる（コアリング加工工程）。以下では、この孔の端面を内周端面という。

[0026] <ラッピング工程>

上記のガラス基板前駆体の表裏の両面に対し、ラッピング加工を施す。ここで、ラッピング加工は、たとえば研削加工によって行なうことができ、これによりガラス基板前駆体の全体形状、すなわちガラス基板前駆体の平行度、平坦度および厚みを予備調整することができる。

[0027] <端面研磨工程>

上記ラッピング工程後のガラス基板前駆体の端面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨ブラシによって研磨する。具体的には、研磨ブラシに研磨剤を含む研磨液を供給し、ガラス基板前駆体の端面に接触するように研磨ブラシを配置した上で、ガラス基板前駆体を回転させながら、研磨ブラシをあてることにより、ガラス基板前駆体の端面を研磨する。なお、本発明における「端面」とは、ガラス基板前駆体の内周端面および外周端面を意味する。

[0028] 本発明は、上記研磨ブラシを用いた端面研磨工程において、研磨剤のゼータ電位を ζ_{pol} とし、研磨ブラシのゼータ電位を ζ_{brush} とし、ガラス基板前駆体のゼータ電位を ζ_{sub} とすると、 ζ_{pol} および ζ_{sub} はいずれも、0 mV未満であり、かつ ζ_{sub} は、 ζ_{brush} より小さくなるように設定して研磨することを特徴とする。このように研磨剤およびガラス基板前駆体のゼータ電位をそれぞれマイナスとすることにより、ガラス基板前駆体への研磨剤の付着を防止することができる。

[0029] そして、ガラス基板前駆体のゼータ電位を研磨ブラシのゼータ電位よりも

低くすることにより、ガラス基板前駆体に対する研磨剤の反発力が高められ、研磨剤が電氣的にガラス基板前駆体から離れやすくする（研磨剤の付着を防ぐ）ことができる。このように研磨剤の付着を防止することにより、ガラス基板の端面から主表面への研磨剤の飛散を防ぐことができ、もって磁気記録媒体として加工したときの後発的な不良の発生を防ぐことができる。

[0030] ここで、ゼータ電位（ ζ 電位）とは、溶媒中に固体が分散されているときに、その溶液と固体との界面に電荷分離が起こり、その界面近傍で電位差が生じたときの界面近傍の電位と、該界面から十分離れた溶媒の電位との電位差を意味する。かかる ζ 電位は、プラスの ζ 電位を有するもの同士またはマイナスの ζ 電位を有するもの同士の間で斥力が働き、プラスの ζ 電位を有するものとマイナスの ζ 電位を有するものとは引力が働く。そして、 ζ 電位の絶対値が大きいものほど強力な引力または斥力が働くこととなる。本発明は、このような ζ 電位の特性を利用して、ガラス基板前駆体の ζ 電位と研磨剤の ζ 電位とをいずれもマイナスとし、特にガラス基板前駆体の ζ 電位の絶対値を大きくすることにより、ガラス基板前駆体と研磨剤との斥力を高め、研磨剤がガラス基板前駆体の端面に付着しないように、または付着しても洗浄工程で容易に取れやすくしたものである。

[0031] 上記ガラス基板前駆体、研磨剤、および研磨ブラシの ζ 電位を測定する方法としては、従来公知の方法を用いることができるが、電気泳動法、流動電位法、超音波法、ESA法などを用いることが好ましい。

[0032] 上記の ζ_{sub} は、 -30 mV 以下であることが好ましい。このようにガラス基板前駆体のゼータ電位を定めることにより、研磨剤がガラス基板前駆体から電氣的により離れやすくすることができる。かかる ζ_{sub} を下げるためには、研磨剤を分散した研磨液のpHを変化させることが好ましく挙げられるが、この手法のみに限られるものではなく、たとえば分散剤等の添加剤やガラス組成を変化させることによって ζ_{sub} を変化させても差し支えない。

[0033] 上記の研磨液に含まれる研磨剤は、 $1\sim 15$ 質量%で含まれていることが好ましく、より好ましくは $3\sim 7$ 質量%である。また、研磨剤の平均粒子径

は、 $1\ \mu\text{m}$ 以上 $2.5\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、より好ましくは $1\ \mu\text{m}$ 以上 $1.5\ \mu\text{m}$ 以下である。

[0034] 上記で用いられる研磨剤は、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、および酸化アルミニウムからなる群より選択される1種以上からなるものを用いることが好ましい。このような研磨剤は、ガラス基板前駆体を効率よく研磨することができ、しかも研磨剤のゼータ電位を制御しやすいからである。かかる研磨剤のゼータ電位は、研磨剤を分散した研磨液の組成としてポリカルボン酸系分散剤を添加することにより、研磨剤のゼータ電位を低下させることができる。また、研磨液の液性をアルカリ性とするによっても、研磨剤のゼータ電位を低下させることができる。

[0035] また、研磨液の液性は、研磨剤のゼータ電位を -30 mV 以下に制御することができるものであれば、特に限定されるものではないが、アルカリ性であることが好ましく、より好ましくはpHが、9以上13以下である。このような液性を有する研磨液を用いることにより、研磨剤のゼータ電位をマイナスに調整しやすくなる。

[0036] 上記の研磨液は、分散剤を含むことが好ましい。該分散剤は、ポリカルボン酸、ウレタン樹脂、およびアクリル樹脂からなる群より選択される1種以上であることが好ましい。このような分散剤を含むことにより、研磨液中に研磨剤を均一に分散させることができ、もってガラス基板前駆体の端面を効率的に研磨することができる。

[0037] 研磨液は、さらに水溶性ポリマーを含むことが好ましい。該水溶性ポリマーは、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、メタアクリル酸共重合体、ポリメタアクリルアミド共重合体、およびポリエチレングリコールからなる群より選択される1種以上からなることが好ましい。このような水溶性ポリマーを研磨液に導入することにより、研磨剤のゼータ電位を調整することができる。すなわち、水溶性ポリマーの組成としてメタアクリル酸共重合体を用いることにより、研磨剤のゼータ電位を低下させることができ、水溶性ポリマーの組成としてポリエチレングリ

コールを用いることにより、研磨剤のゼータ電位を上昇させることができる。

[0038] 研磨液は、さらに界面活性剤を含むことが好ましい。該界面活性剤は、スルホン酸系界面活性剤、リン酸系界面活性剤、または非イオン界面活性剤からなる群より選択される１種以上を用いることができる。このような界面活性剤を研磨液に導入することにより、研磨剤のゼータ電位を調整することができる。すなわち、水酸基エチリデンフォスホン（HEDP：1-Hydroxy Ethylidene-1,1-Diphosphonic Acid）のような界面活性剤を用いることにより、研磨剤のゼータ電位を増加させることができる傾向があり、スルファミン酸のような界面活性剤を用いることにより、研磨剤のゼータ電位を低下させることができる傾向がある。

[0039] 本発明において、ガラス基板前駆体を端面を研磨する研磨ブラシは、アラミド系繊維、ポリブチレンテレフタレート、およびポリプロピレンからなる群より選択される１種以上からなることが好ましい。このような材料からなる研磨ブラシを用いることにより、より簡便にゼータ電位を制御しながら端面形状を作り込むことができる。

また、研磨ブラシやガラス基板のゼータ電位は 研磨液の pH を変更することに加えて、上記水溶性ポリマーまたは界面活性剤と研磨処理前に接触させることにより調整することも可能である。界面活性剤による処理時間や処理に用いる水溶性ポリマーや界面活性剤の濃度を調整することでゼータ電位の値を上昇させたり、下降させることが可能である。例えば、水溶性ポリマーとの接触時間を長くして、ガラス基板や研磨ブラシにおける OH 基や COOH 基の導入量を増加させた場合には、ゼータ電位の値は減少し、OH 基や COOH 基の導入量を低下させた場合にはゼータ電位の値は増加する傾向を示す。

[0040] <粗研磨工程>

上記端面研磨工程後のガラス基板前駆体の表裏面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨パッドによって研磨する。具体的には、ガラス基板前駆体の表面

に研磨剤を含む研磨液を供給し、ガラス基板前駆体の表裏の両面に接触するように研磨パッドを配置した上で、表裏面それぞれの研磨パッドを逆方向に回転させることにより、ガラス基板前駆体の表面を研磨する。粗研磨工程で用いられる研磨パッドとしては、たとえば発泡ウレタン製のパッドを使用することができ、好ましくは硬度Aで80～90程度の硬度を有する硬質パッドである。

[0041] ここで、研磨剤および研磨液は、上記の端面研磨工程で述べたものと同様のものを用いることができる。また、研磨パッドと研磨剤と研磨液のゼータ電位を上記研磨ブラシと同様に制御することにより、ガラス基板前駆体の表裏面に研磨剤を付着しにくくすることができる。

[0042] <精密研磨工程>

精密研磨工程は、ガラス基板前駆体の表面平滑性をより高めるために行なわれるものであり、上記の粗研磨工程よりもより精度の高い研磨方法でガラス基板前駆体を研磨する工程である。このような精密研磨工程は、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、ポリウレタン系軟質ポリシャの研磨パッドを用いて、ガラス基板の表裏面の鏡面研磨を行なうことが好ましい。ここで用いる研磨液としては、たとえば、超純水に平均粒子径が40nm以下のコロイダルシリカを分散させたものを使用することが好ましく、より好ましくは、20～40nmの平均粒子径のコロイダルシリカを分散させたものを使用することである。

[0043] <化学強化工程>

化学強化工程では、上記の精密研磨を行なったガラス基板前駆体の表面および端面に対し、化学強化層を形成する。かかる工程は、通常、ガラス基板前駆体の表面を化学強化処理液を用いて強化するものである。このような化学強化工程は、記録媒体用ガラス基板の製造方法において化学強化工程として知られる従来公知の方法を特に限定することなく採用することができる。

[0044] 具体的には、たとえば、ガラス基板前駆体を化学強化処理液に浸漬させる工程等を挙げることができる。これにより、ガラス基板前駆体の表面および

端面において、表面から数 μm の領域、好ましくは5 μm 程度の領域に化学強化層が形成される。

[0045] より詳しくは、このような化学強化工程は、加熱された化学強化処理液にガラス基板前駆体を浸漬させることによって、ガラス基板前駆体に含まれるリチウムイオンやナトリウムイオン等のアルカリ金属イオンをそれよりイオン半径の大きなカリウムイオン等のアルカリ金属イオンに置換するイオン交換法によって行なわれる。イオン半径の違いによって生じる歪みにより、イオン交換された領域に圧縮応力が発生し、その領域においてガラス基板前駆体の表面が強化される。このような化学強化処理液としては、たとえば、硝酸カリウム（60%）と硝酸ナトリウム（40%）とを混合した溶液等を挙げることができる。

[0046] <最終洗浄工程>

上記の化学強化層を形成したガラス基板に対し、中性洗剤および純水にて洗浄し乾燥させることが好ましい。このような洗浄を行なうことにより、化学強化処理液に含まれる異物の付着を洗い流すことができる他、記録媒体用ガラス基板の表面を安定にし、長期の保存安定性に優れたものとすることができる。以上のようにして記録媒体用ガラス基板を作製することができる。

[0047] 本発明の記録媒体用ガラス基板を製造する方法は、上述した製造方法のみに限られるものではなく、たとえば精密研磨工程と化学強化工程との順序を逆にして製造してもよい。このように記録媒体用ガラス基板を製造しても、上記の製造方法で製造した記録媒体用ガラス基板と同等の性能を得ることができる。

実施例

[0048] 以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0049] [実施例1]

本実施例では、以下の各工程によって記録媒体用ガラス基板を製造した。

[0050] <円盤加工工程>

まず、アモルファスガラスからなる多成分系のガラス素材を用意した。かかるガラス素材の構成としては、アルミノシリケートガラスを用いた。このガラス素材の化学組成は、 SiO_2 が50～70質量%、 Al_2O_3 が0～20質量%、 B_2O_3 が0～5質量%（ただし、 SiO_2 、 Al_2O_3 、および B_2O_3 の合計が50質量～85質量%）、 Li_2O 、 Na_2O 、および K_2O の合計が0.1～20質量%、 MgO 、 CaO 、 BaO 、 SrO 、および ZnO の合計が2～20質量%であった。

[0051] 上記のガラス素材をダイレクトプレス法で成形することによって、ディスク状のガラス基板前駆体を形成した。そして、砥石を用いてガラス基板前駆体の中央部分に孔をあけ、中心部に円孔を有するディスク状のガラス基板前駆体とした。さらに、ガラス基板前駆体の外周端面および内周端面に面取加工を施した。

[0052] <ラッピング工程>

上記で端面を研磨したガラス基板前駆体に対し、#1000の粒度の砥粒を用いて、ガラス基板前駆体の表裏の両面を研削した。これにより、ガラス基板前駆体を0.95mm程度の厚みに調整したとともに、ガラス基板前駆体の平行度を高めた。

[0053] <端面研磨工程>

続いて、ガラス基板前駆体を回転させながら、研磨ブラシによりガラス基板の端面（内周、外周）の表面粗さを、最大高さ（ R_{max} ）で1.0 μm 程度、算術平均粗さ（ R_a ）で0.3 μm 程度になるように研磨した。ここで、研磨ブラシは、ナイロン6からなるものを用い、予め研磨液を含ませた。かかる研磨液は、1.5 μm の平均粒子径の酸化セリウムからなる研磨剤を水に混合し、研磨剤の濃度を7質量%とした。さらに1mol/Lの水酸化カリウムを添加することによりpHを10に調製した。

[0054] このような研磨液に含まれる研磨剤のゼータ電位 ζ_{pol} は、フローセルユニットを用いて、60mV/cmの印加電圧を加えることによって測定した。また、ガラス基板前駆体のゼータ電位 ζ_{sub} および研磨ブラシのゼータ電位 ζ

brushは、それぞれ37mm×16mm×5mmのサンプルを作製し、平板セルを用いることによって測定した。なお、これらのゼータ電位の測定には、ゼータ電位・粒径測定システム（製品名：ELS Z-2（大塚電子株式会社製）を用いた。上記のゼータ電位の測定の結果、 ζ_{pol} は-50mVであり、 ζ_{sub} は-40mVであり、 ζ_{brush} は-30mVであった。

また、本実施例においては、研磨ブラシ及びガラス基板のゼータ電位は、研磨液のpHを調整したことに加え、研磨処理前に界面活性剤としてリン酸系界面活性剤溶液と接触させる時間を調整することで、それぞれ調整した。具体的には、リン酸系界面活性剤（モノアルキルリン酸塩溶液）の濃度を変更することで調整した。この際、濃度を高くした場合には、ゼータ電位は減少し、低くした場合には増加（するか未処理と変化なし）する傾向を示す。

[0055] <粗研磨工程>

次に、ガラス基板の両主表面を研磨できる研磨装置を用いて粗研磨を実施した。研磨パッドには、硬質ポリリッシャを用いた。かかる研磨パッドには、上記の研磨液と同様のものを含ませたものを用いた。

[0056] <精密研磨工程>

遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、ポリウレタン系軟質ポリリッシャの研磨パッドを用いて、ガラス基板前駆体の表裏面を鏡面研磨した。研磨液は、超純水に、平均粒子径が20nmのコロイダルシリカを分散させたものを用いた。

[0057] <洗浄工程>

続いて、ガラス基板前駆体を、3～5質量%の濃度のNaOH水溶液に浸漬して超音波を印加しながら、アルカリ洗浄を行なった。さらに、中性洗剤、純水、IPA、およびIPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。

[0058] <化学強化工程>

続いて、硝酸カリウム（60%）と硝酸ナトリウム（40%）とを混合して化学強化溶液を用意した。そして、この化学強化溶液を400℃に加熱し

たとともに、上記の洗浄後のガラス基板前駆体を 300℃に予熱した上で、それを上記化学強化処理液に約 3 時間浸漬することにより化学強化処理を行った。ここでの浸漬は、ガラス基板前駆体の表面全体を均一に化学強化するために、複数のガラス基板前駆体を端面で保持したホルダに収納した状態で行なった。このようにしてガラス基板前駆体の全表面に化学強化層を形成した。化学強化工程を終えた後は、ガラス基板前駆体を 20℃の水槽に浸漬して急冷し、約 10 分維持することにより、記録媒体用ガラス基板を作製した。

[0059] <最終洗浄工程>

上記急冷を終えた記録媒体用ガラス基板を、約 40℃に加熱した硫酸に浸漬することによって洗浄した。そして、硫酸で洗浄した後のガラス基板を純水を満たした洗浄槽に浸漬させて洗浄し、さらに、同記録媒体用ガラス基板を IPA を満たした洗浄槽に浸漬させることによって洗浄した。

[0060] <実施例 2～8、比較例 1～3>

上記の実施例 1 に対し、粗研磨工程における研磨剤と研磨ブラシとガラス基板前駆体とのゼータ電位が表 1 のように異なること、および研磨液に硫酸水溶液または水酸化カリウムを添加することにより、研磨液の pH が表 1 のように異なること以外は、実施例 1 と同様の方法によって、実施例 2～8 および比較例 1～3 の記録媒体用ガラス基板を作製した。

[0061]

[表1]

	研磨工程でのゼータ電位 (mV)			研磨液 (pH)
	ζ brush	ζ pol	ζ sub	
実施例 1	-30	-50	-40	10
実施例 2	-30	-70	-60	13
実施例 3	-15	-30	-35	9
実施例 4	-13	-20	-30	8
実施例 5	-10	-15	-25	7
実施例 6	-7	-14	-23	6
実施例 7	-5	-6	-20	5
実施例 8	-3	-4	-20	4
比較例 1	-1	5	-20	3
比較例 2	0	8	1	2
比較例 3	1	15	0	1

[0062] <製造不良の評価>

上記の製造方法によって製造した記録媒体用ガラス基板を各実施例および各比較例においてそれぞれ 15 枚ずつ作製した。かかる記録媒体用ガラス基板の欠陥数および衝突エラー数を以下のようにして測定することにより、記録媒体用ガラス基板が均一に化学強化できているか否かを評価した。

[0063] (欠陥数)

上記で作製した各実施例および各比較例の記録媒体用ガラス基板の 15 枚をそれぞれ、光学式表面検査機（製品名：Optical Surface Analyzer：Candela6300（Candela社製））を用いて、磁気ヘッドの浮上を妨げる異物や、サーマルアスペリティ障害の原因となる異物の有無を検査した。そして、15 枚の記録媒体用ガラス基板のうちの最も異物が多いものの異物の個数を表 2 の「表面欠陥数」および「端面欠陥数」の欄に示した。なお、表面欠陥数および端面欠陥数が少ないほど、記録媒体用ガラス基板の表面平滑性が優れていることを示している。

[0064] (衝突エラー数)

このようにして作製した記録媒体用ガラス基板に対し、DFH機構を搭載

したTAテストヘッドを用いてエラーが検出された記録媒体用ガラス基板の枚数を数えた。表2の「衝突エラー数」の欄に、衝突エラーが生じた記録媒体用ガラス基板の枚数を示す。なお、衝突エラーとは、記録媒体用ガラス基板の外周端面から5mmの間に起きた衝突エラーを意味し、衝突エラーの枚数が少ないほど、記録媒体用ガラス基板の表面平滑性が優れていることを示している。

[0065] [表2]

	表面欠陥数	端面欠陥数	衝突エラー数
実施例 1	10	5	1
実施例 2	8	4	0
実施例 3	9	6	1
実施例 4	11	10	3
実施例 5	10	12	5
実施例 6	7	15	5
実施例 7	8	18	7
実施例 8	9	17	8
比較例 1	11	27	10
比較例 2	12	30	13
比較例 3	11	38	15

[0066] 表2から明らかなように、実施例1～8の製造方法で製造された記録媒体用ガラス基板は、その端面に付着した研磨剤が減ったことにより、端面から主表面に飛散する研磨剤も減ったために、衝突エラーが生じにくいことを確認できた。これに対し、比較例1～3の製造方法で製造された記録媒体用ガラス基板は、磁性膜の成膜時にその端面に付着した研磨剤が主表面に飛散したため、衝突エラーが生じやすいことが確認された。

[0067] したがって、本発明の製造方法に従って製造された記録媒体用ガラス基板は、研磨剤、ガラス基板前駆体、および研磨ブラシのゼータ電位を制御して粗研磨を行なったことにより、その端面に研磨剤の付着を防止するとともに、端面から主表面への研磨剤の飛散を防止することができ、もって衝突エラーを生じにくくできたことが明らかである。

[0068] 以上のように本発明の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の各実施の形態および実施例の構成を適宜組み合わせることも当初から予定している。

[0069] 今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

請求の範囲

- [請求項1] ガラス基板前駆体を用いて記録媒体用ガラス基板を製造する方法であって、
- 前記ガラス基板前駆体の端面を研磨剤を含む研磨液を用いて研磨ブラシにより研磨する工程を含み、
- 前記研磨する工程において、前記研磨剤のゼータ電位を ζ_{pol} とし、前記研磨ブラシのゼータ電位を ζ_{brush} とし、前記ガラス基板前駆体のゼータ電位を ζ_{sub} とすると、前記 ζ_{pol} および前記 ζ_{sub} はいずれも、0 mV未満であり、かつ前記 ζ_{sub} は、前記 ζ_{brush} より小さい、記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項2] 前記 ζ_{sub} は、 -30 mV以下である、請求項1に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項3] 前記研磨液のpHは、9以上13以下である、請求項1に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項4] 前記研磨液は、さらに分散剤を含み、
- 前記分散剤は、ポリカルボン酸、ウレタン樹脂、およびアクリル樹脂からなる群より選択される1種以上である、請求項1に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項5] 前記研磨剤は、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、および酸化アルミニウムからなる群より選択される1種以上からなる、請求項1に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項6] 前記研磨液は、さらに水溶性ポリマーを含み、
- 前記水溶性ポリマーは、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、メタアクリル酸共重合体、ポリメタアクリルアミド共重合体、およびポリエチレングリコールからなる群より選択される1種以上からなる、請求項1に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。
- [請求項7] 前記研磨液は、さらに界面活性剤を含み、

前記界面活性剤は、スルホン酸系界面活性剤、リン酸系界面活性剤、または非イオン界面活性剤を含む、請求項 1 に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。

[請求項 8] 前記研磨ブラシは、アラミド系繊維、ポリブチレンテレフタレート、およびポリプロピレンからなる群より選択される 1 種以上の材料からなる、請求項 1 に記載の記録媒体用ガラス基板を製造する方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079330

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01) i, B24B1/00(2006.01) i, B24B37/00(2012.01) i, C03C19/00(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G11B5/84, B24B1/00, B24B37/00, C03C19/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2012

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2012 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-86632 A (Konica Minolta Opto, Inc.), 15 April 2010 (15.04.2010), paragraphs [0017] to [0037] (Family: none)	1-8
Y	JP 2006-120912 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 11 May 2006 (11.05.2006), paragraph [0067] (Family: none)	1-8
Y	JP 2010-192041 A (Fuji Electric Device Technology Co., Ltd.), 02 September 2010 (02.09.2010), paragraphs [0062] to [0065], [0076]; fig. 9, 10 & US 2010/0209742 A1	1-8



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 February, 2012 (22.02.12)

Date of mailing of the international search report

06 March, 2012 (06.03.12)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079330

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2005-154558 A (Kishimoto Sangyo Co., Ltd., Fine Polymers Corp.), 16 June 2005 (16.06.2005), paragraph [0072] & US 2007/0105735 A1 & EP 1688477 A1 & WO 2005/052109 A1 & DE 602004029704 D & KR 10-2006-0087607 A & CN 1867659 A	2
Y	JP 2010-80022 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 08 April 2010 (08.04.2010), paragraph [0016] & US 2010/0084373 A1	4
Y	JP 2006-306924 A (Kao Corp.), 09 November 2006 (09.11.2006), paragraphs [0008], [0023], [0031] (Family: none)	6, 7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. G11B5/84(2006.01)i, B24B1/00(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, C03C19/00(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. G11B5/84, B24B1/00, B24B37/00, C03C19/00			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2012年 日本国実用新案登録公報 1996-2012年 日本国登録実用新案公報 1994-2012年			
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
Y	J P 2 0 1 0 - 8 6 6 3 2 A (コニカミノルタオプト株式会社), 2 0 1 0 . 0 4 . 1 5, 段落【0017】-【0037】(ファミリーなし)	1-8	
Y	J P 2 0 0 6 - 1 2 0 9 1 2 A (松下電器産業株式会社), 2 0 0 6 . 0 5 . 1 1, 段落【0067】(ファミリーなし)	1-8	
Y	J P 2 0 1 0 - 1 9 2 0 4 1 A (富士電機デバイステクノロジー株式会社), 2 0 1 0 . 0 9 . 0 2, 段落【0062】-【006	1-8	
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献	
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献	
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
国際調査を完了した日 22.02.2012		国際調査報告の発送日 06.03.2012	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官（権限のある職員） 斎藤 眞 電話番号 03-3581-1101 内線 3551	5D 3793

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	5】、【0076】、図9、図10 & US 2010/0209742 A1 JP 2005-154558 A (岸本産業株式会社、フアイン ポリマーズ株式会社), 2005. 06. 16, 段落【0072】 & US 2007/0105735 A1 & EP 1688477 A1 & WO 2005/052109 A1 & DE 602004029704 D & KR 10-2006-0087607 A & CN 1867659 A	2
Y	JP 2010-80022 A (昭和電工株式会社), 2010. 04. 08, 段落【0016】 & US 2010/0084373 A1	4
Y	JP 2006-306924 A (花王株式会社), 2006. 1 1. 09, 段落【0008】、【0023】、【0031】(ファミリー なし)	6, 7