

(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 10 月 4 日(04.10.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/133374 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01) *C03C 19/00* (2006.01)
C03C 15/00 (2006.01) *C03C 23/00* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/057871
- (22) 国際出願日: 2012 年 3 月 27 日(27.03.2012)
- (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 2011-074192 2011 年 3 月 30 日(30.03.2011) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): コニカミノルタアドバンスレイヤー株式会社 (Konica Minolta Advanced Layers, 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): 中江 葉月 (NAKAE, Hazuki) [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).

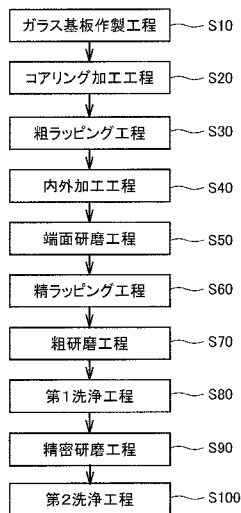
- (74) 代理人: 特許業務法人深見特許事務所 (Fukami Patent Office, p.c.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目 2 番 7 号 中之島セントラルタワー Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, 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), ユーロパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING MAGNETIC-DISK GLASS SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 磁気ディスク用ガラス基板の製造方法

【図2】



(57) Abstract: Provided is a method for producing a magnetic-disk glass substrate having a small amount of adhesion of adhered matters with sizes of 200 nm or smaller. This method for producing a magnetic-disk glass substrate involves a step of polishing the principal surface of a disk-shaped glass substrate precursor and is characterized in that: the step of polishing the principal surface involves a rough polishing step and a precise polishing step; a first cleaning step performed after the rough polishing step is a step of removing a thickness of 10-200 nm from the surface of the glass substrate precursor; and a second cleaning step performed after the precise polishing step is a step of irradiating the surface of the glass substrate precursor with an ultrasonic wave having a frequency of 900 kHz or higher.

(57) 要約: 200 nm以下の大きさの付着物の付着量が少ない磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を提供する。本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、円盤状のガラス基板前駆体の主表面を研磨する工程を含むものであって、該主表面を研磨する工程は、粗研磨工程と精密研磨工程とを含み、粗研磨工程の後に行なう第1洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面から10~200 nmの厚みを除去する工程であり、精密研磨工程の後に行なう第2洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面に900 kHz以上の周波数の超音波を照射する工程であることを特徴とする。

- S10 Glass substrate preparation step
S20 Coring step
S30 Rough lapping step
S40 Inside and outside processing step
S50 Edge-surface polishing step
S60 Fine lapping step
S70 Rough polishing step
S80 First cleaning step
S90 Precise polishing step
S100 Second cleaning step

WO 2012/133374 A1

MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

明 細 書

発明の名称：磁気ディスク用ガラス基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法に関する。

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。これに伴い、磁気記録媒体と記録の読み書きを行なうヘッドとのギャップ（ヘッド浮上量）は数nmレベルまで低下している。ヘッド浮上量が低下すると、ヘッドと磁気記録媒体とが衝突してヘッドクラッシュと呼ばれる現象が起き、ハードディスクの読み書きエラーが起こりやすくなる。

[0003] 上記のエラーの原因はいくつか考えられるが、その原因の1つとしてガラス基板の表面に付着した付着物による影響を挙げることができる。すなわち、ガラス基板の表面に付着物が付着していることにより、ヘッドが安定して浮上せずヘッドクラッシュが生じやすくなる。上記の付着物は、研磨工程で研磨剤として用いられる酸化セリウムやコロイダルシリカの他、環境にわずかに存在する鉄およびその酸化物、カーボン等の可能性が考えられる。これらの中でも、特に酸化セリウムはガラス基板に残存しやすいため、これまでガラス基板の表面に付着した酸化セリウムを除去する種々の試みがなされている。

[0004] たとえば特開2008-269767号公報（特許文献1）では、酸化セリウムを用いてガラス基板の表面を研磨した後に、ガラス基板の表面をエッチングすることにより、ガラス基板の表面に付着した酸化セリウムを除去する方法が開示されている。また、特開2010-238298号公報（特許文献2）では、ガラス基板の表面に付着する付着物の大きさを予め測定し、その大きさに見合う音圧および周波数の超音波を照射することにより付着物を除去する方法が開示されている。超音波による洗浄は、一般に周波数が高

い超音波を用いるほど、小さい付着物を除去し得ることが知られている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2008-269767号公報

特許文献2：特開2010-238298号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 近年、ハードディスクに用いられるガラス基板は、200nm以下の極微小な付着物の存在すら許されなくなりつつある。しかし、上記の特許文献1および2に記載された方法でガラス基板を洗浄しても、200nm以下の極微小な付着物を除去することができなかった。

[0007] 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、200nm以下の大きさの付着物の付着量が少ない磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を提供することにある。

[0008] 本発明者らは、微小な付着物を除去するために、洗浄時に照射する超音波の周波数を高くすることを検討した。その結果、たしかに超音波の周波数を高めるほど微小な付着物を除去し得るが、430nm以上に超音波の周波数を高めても、それ以上微小な付着物を除去することができない傾向があることがわかった。このように微小な付着物を除去できない理由は、超音波の周波数を高めるほど超音波の直進性が高まり、超音波が障害物に阻害されて微小な付着物に到達しなくなることによるものと考えられる。ちなみに、上記障害物は、研磨工程で用いる研磨剤が大半を占めるとの知見を得た。

[0009] 本発明者らは、かかる知見に基づき、超音波洗浄を行なう前に、研磨工程で用いる研磨剤を除去する工程を導入することにより、高周波数の超音波が研磨剤に阻害されることなく、微小な付着物に到達せしめることができることを見出し、本発明を完成した。すなわち、本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、円盤状のガラス基板前駆体の主表面を研磨する工程を含

むものであって、主表面を研磨する工程は、粗研磨工程と精密研磨工程とを含み、粗研磨工程の後に行なう第1洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面から10～200nmの厚みを除去する工程であり、精密研磨工程の後に行なう第2洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面に900kHz以上の周波数の超音波を照射する工程であることを特徴とする。

[0010] 精密研磨工程は、ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.2nm以下に研磨する工程であることが好ましい。第1洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面から30～100nmの厚みを除去する工程であることが好ましい。第1洗浄工程を行なった後のガラス基板前駆体の表面は、 1.5 ng/cm^2 以下のセリウムの残渣量であることが好ましい。粗研磨工程は、ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.3～0.8nmに研磨する工程であることが好ましい。

発明の効果

[0011] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、上記のような構成を有することにより、200nm以下の大きさの付着物の付着量が少ない磁気ディスク用ガラス基板を製造し得るという極めて優れた効果を示す。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]本発明の製造方法によって製造される磁気ディスク用ガラス基板の一例を示す斜視図である。

[図2]本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法の工程の順序の一例を示すフローチャートである。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、本発明の磁気ディスク用ガラス基板およびその製造方法について図面およびフローチャートを用いて説明する。なお、長さ、幅、厚さ、深さなどの寸法関係は図面の明瞭化と簡略化のために適宜に変更されており、実際の寸法関係を表わすものではない。

[0014] <磁気ディスク用ガラス基板>

図1は、本発明の製造方法によって製造される磁気ディスク用ガラス基板

の一例を示す斜視図である。本発明の製造方法によって製造される磁気ディスク用ガラス基板は、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る。このような磁気ディスク用ガラス基板は、図 1 に示されるように円盤形状であり、その中心に孔 1 H が形成されている。磁気ディスク用ガラス基板 1 の表面とは、表主表面 1 A、裏主表面 1 B、内周端面 1 C、および外周端面 1 D を意味する。

[0015] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板 1 の大きさや形状は特に限定されず、たとえば 0.8 インチ、1.0 インチ、1.8 インチ、2.5 インチ、または 3.5 インチである。磁気ディスク用ガラス基板 1 の厚さは、破損防止の観点からたとえば 0.30 ～ 2.2 mm であることが好ましい。なお、磁気ディスク用ガラス基板 1 の厚さは、ガラス基板上の点対象となる任意の複数の点で測定した値の平均によって算出される。本発明の磁気ディスク用ガラス基板 1 の代表的な一例を示すと、磁気ディスク用ガラス基板の外径が約 64 mm であり、内径が約 20 mm であり、厚さが約 0.8 mm である。なお、一般的に 2.5 インチ型のハードディスクには、外径が 65 mm の磁気ディスク用ガラス基板を用いる。

[0016] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板を構成する材料は、アルミノシリケートガラスが好適に用いられる。かかるアルミノシリケートガラスの組成は、58 ～ 75 質量%の SiO_2 、5 ～ 23 質量%の Al_2O_3 、1 ～ 10 質量%の Li_2O 、4 ～ 13 質量%の Na_2O を主成分として含有するものである。なお、本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、上述のアルミノシリケートガラスのみに限定されるものではなく、種々のガラスの組成を用いることができる。

[0017] <磁気ディスク用ガラス基板の製造方法>

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、円盤状のガラス基板前駆体の主表面を研磨する工程を含むものであって、該主表面を研磨する工程は、粗研磨工程と精密研磨工程とを含み、粗研磨工程の後に行なう第 1 洗浄工程は、ガラス基板前駆体の表面から 10 ～ 200 nm の厚みを除去する工程であり、精密研磨工程の後に行なう第 2 洗浄工程は、ガラス基板前駆体の

表面に900kHz以上の周波数の超音波を照射する工程であることを特徴とする。

[0018] 上記の粗研磨工程による研磨によって研磨剤がガラス基板前駆体の主表面に付着するが、この研磨剤を第1洗浄工程で除去することにより、第2洗浄工程で用いる超音波が微小な大きさの付着物に到達し、もって200nm以下の大きさの微小な付着物を除去することができる。要するに、粗研磨工程で用いた研磨剤を第1洗浄工程で除去し、第2洗浄工程でさらにガラス基板前駆体の表面に付着した微小の付着物を除去する。このようにして作製された磁気ディスク用ガラス基板は、200nm以下の微小な付着物が少ないため、ヘッドクラッシュが生じにくいという優れた性質を示す。

[0019] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板を製造する方法は、上記の粗研磨工程、第1洗浄工程、精密研磨工程、第2洗浄工程を行なう限り、他の工程を含むことができる。ここで、他の工程としては、たとえば溶融ガラスを円盤状に加工するガラス基板作製工程、ガラス基板前駆体の中心に穴をあけるコアリング工程、ガラス基板前駆体の内周端面および外周端面を面取りする内外加工工程、ガラス基板前駆体の主表面を研削するラッピング工程等を挙げることができる。

[0020] 以下においては、ダイレクトプレス法によってガラス基板前駆体を作製する場合を説明するが、ガラス基板前駆体の作製は、ダイレクトプレス法のみ限定されるものではなく、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ガラス基板前駆体を作製しても差し支えない。

[0021] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板を図2のフローチャートにしたがって作製するときの各工程を説明する。なお、本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、粗研磨工程と第1洗浄工程と精密研磨工程と第2洗浄工程とをこの順に含む限り、さらにこれらの各工程の間に洗浄工程または研磨工程を含んでもよいし、その他の工程の順序を適宜変更しても差し支えない。

[0022] (ガラス基板作製工程：ステップS10)

まず、ガラス素材を溶融させて溶融ガラスを準備する。この溶融ガラスを下型に流し込み、上型および胴型によってプレス成形することにより円盤状のガラス基板前駆体を得る。このようにして溶融ガラスからガラス基板前駆体を得る工程のことをダイレクトプレス工程と呼ぶ。なお、上述したように、本発明の製造方法は、ダイレクトプレス工程によってガラス基板前駆体を作製するもののみに限られるものではなく、ダウンドロー法やフロート法を用いてシートガラスを作製し、このシートガラスから円盤状のガラス基板前駆体を切り出してもよい。

[0023] (コアリング加工工程：ステップS 20)

次に、コアリング加工工程で、ガラス基板前駆体の中心部に穴を開ける。穴開けは、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研削することで中心部に穴を開ける。穴の大きさは、ガラス基板前駆体の外径によって適宜変更することができ、たとえば外形が65mmのガラス基板前駆体の中心部には20mmの内径の孔（中心部の孔1Hの直径）を開ける。

[0024] (粗ラッピング工程：ステップS 30)

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、粗ラッピング加工では、たとえば両面ラッピング装置によって行なう。これによりガラス基板前駆体の全体形状、平行度、平坦度および厚みを予備的に調整することができる。

[0025] (内外加工工程：ステップS 40)

次に、内外加工工程において、上記のガラス基板前駆体の外周端面および内周端面の面取り加工を行なう。これによりガラス基板前駆体の端面の平坦度を高めることができる。

[0026] (端面研磨工程：ステップS 50)

続いて、端面研磨工程では、研磨砥粒として酸化セリウム砥粒を含むスラリー（遊離砥粒）を用いたブラシ研磨法により、ガラス基板前駆体の外周端面および内周端面を研磨する。ブラシ研磨法ではガラス基板前駆体を回転させながら外周端面および内周端面を研磨する。上記の内周側端面に対し、さ

らに磁気研磨法による研磨を行なうことにより、ガラス基板前駆体の内周端面を鏡面状態に加工する。そして、最後にガラス基板前駆体の表面を水で洗浄する。

[0027] (精ラッピング工程：ステップS60)

次いで、精ラッピング工程では、固定砥粒研磨パッドを用いてガラス基板前駆体の表裏を研削する。かかる精ラッピング工程は、遊星歯車機構を利用した両面研削機と呼ばれる公知の研削機を使用して研削することができる。この両面研削機は、上下に配置された円盤状の上定盤と下定盤とが互いに平行に備えられており、上定盤および下定盤が対向するそれぞれの面にガラス基板前駆体の表裏を研削するための複数のダイヤモンドペレットが貼り付けてある。

[0028] 上定盤と下定盤との間には、下定盤の外周に円環状に設けられたインターナルギアと下定盤の回転軸の周囲に設けられたサンギアとに結合して回転するキャリアが複数ある。このキャリアには、複数の穴が設けられており、この穴にガラス基板前駆体をはめ込んで配置する。なお、上定盤、下定盤、インターナルギア、およびサンギアは別駆動で動作することができ、上定盤および下定盤が互いに逆方向に回転する。

[0029] そして、ダイヤモンドペレットを介して定盤に挟まれているキャリアが、複数のガラス基板前駆体を保持した状態で、自転しながら定盤の回転中心に対して下定盤と同じ方向に公転する。このように動作する研削機において、上定盤とガラス基板前駆体の間および下定盤とガラス基板前駆体との間に研削液を供給することによりガラス基板前駆体の表裏の研削を行なうことができる。

[0030] この両面研磨機を使用する際、ガラス基板前駆体に加わる定盤の加重及び定盤の回転数を所望の研削状態に応じて適宜調整する。精ラッピング工程においては、第1ラッピング工程および第2ラッピング工程の2回に分けてラッピングを行なうことが好ましい。第1ラッピング工程および第2ラッピング工程における加重は、 60 g/cm^2 から 120 g/cm^2 とするのが好まし

い。また、定盤の回転数は、10rpmから30rpm程度とし、上定盤の回転数を下定盤の回転数より30%から40%程度遅くするのが好ましい。第2ラッピング工程を終えた時点で、ガラス基板前駆体の大きなうねり、欠け、ひび等の欠陥は除去される。

[0031] 上記の定盤による加重を大きくするか、または定盤の回転数を速くすると、ガラス基板前駆体の研削量は多くなるが、加重を大きくしすぎるとガラス基板前駆体の面粗さが悪くなるため好ましくない。また、定盤の回転数が速すぎると平坦度が良好とならない。また加重が小さすぎたり、定盤の回転数が遅すぎたりしても、研削量が少なくなるため製造効率が低くなる。

[0032] 上記の精ラッピング工程を終えた後のガラス基板前駆体の主表面の面粗さは、Raが0.05~0.4 μ mであることが好ましく、主表面の平坦度は、7~10 μ mであることが好ましい。このような面状態とすることにより、後の第1ポリッシング工程での研磨の効率を高めることができる。

[0033] (粗研磨工程：ステップS70)

粗研磨工程は、精ラッピング工程でガラス基板前駆体の表裏に残留した傷や歪みを除去するために行なうものである。粗研磨工程は、ポリッシャがスウェードパッドである研磨パッドを上記の両面研磨機にセットし、ガラス基板前駆体の表裏を研磨することによって行なう。

[0034] ここで、粗研磨工程で用いる研磨剤は、酸化セリウムからなることが好ましい。研磨剤として酸化セリウムを用いることにより、加工能率が高く、しかも後述する表面粗さにガラス基板前駆体を加工しやすいという利点がある。このような研磨剤としては、酸化セリウム以外に、ジルコニア、ジルコニウム、アルミナ、酸化鉄、酸化マンガン等を用いることもできる。粗研磨工程で用いる研磨剤としては、0.5~1.5 μ mの平均粒子径のものを用いることが好ましい。このような平均粒子径の研磨剤を用いることにより、加工能率が高く、かつ傷が少ない所望の表面粗さや形状に仕上げることができる。

[0035] かかる粗研磨工程は、ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.3~0

、8 nmに研磨することが好ましく、より好ましくは、0.35～0.7 nmに研磨することである。このような表面粗さとすることにより、後の第1洗浄工程でエッチング液が浸透しやすくなり、研磨剤を除去しやすくなる。一方、粗研磨工程を終えた後のガラス基板前駆体の主表面の表面粗さが0.3 nm未満であると、後の第1洗浄工程でガラス基板前駆体のエッチングを除去することができず、0.8 nmを超えると、エッチングが均一に行なえず、エッチングムラが生じることになるため好ましくない。

[0036] (第1洗浄工程：ステップS80)

次に、第1洗浄工程では、ガラス基板前駆体をエッチング液に浸漬させることによって、その表面に付着している研磨剤等の付着物を除去する。このように精密研磨工程の前に第1洗浄工程を行なうことにより、粗研磨工程で付着した研磨剤をガラス基板前駆体の主表面に押し付けて固着させることを防止することができる。特に、粗研磨工程で酸化セリウムからなる研磨剤を用いた場合は、セリウムがガラス基板前駆体の表面に残渣しやすいため、本第1洗浄工程でセリウムを除去することが極めて重要となる。このようにセリウムが残渣しやすい理由は、セリウムがガラス組成中のSi-O結合のSiと置き換わり、Ce-O結合となるためである。

[0037] かかる第1洗浄工程では、ガラス基板前駆体の表面から10～200 nmの厚みを除去することを特徴とし、好ましくは30～100 nmの厚みを除去することである。このような厚みのガラス基板前駆体を除去することにより、粗研磨工程で用いた研磨剤であるセリウムの付着量を低減し、もって後の第2洗浄工程で用いる高周波数の超音波を研磨剤が阻害しなくなる。これにより高周波数の超音波が200 nm以下の大きさの微小な付着物に到達しやすくなり、微小な付着物を除去しやすくなることができる。一方、除去量の厚みが10 nm未満であると、ガラス基板前駆体の除去量が足りずに、付着物がガラス基板前駆体の表面に残るおそれがあり、200 nmを超えると、ガラス基板前駆体の表面をエッチングし過ぎる可能性がある。

[0038] 第1洗浄工程で用いられるエッチング液としては、たとえば0.1質量%

のフッ化水素と3質量%の硫酸とを混合した水溶液を用いることがより好ましい。また、エッチング液の温度は、エッチング液の材料、およびガラス基板前駆体の組成によっても異なるが、30℃に調整した状態でガラス基板前駆体を浸漬させることが好ましい。また、ガラス基板前駆体をエッチング液に浸漬させるときは80kHz程度の超音波を照射することが好ましい。その後、中性洗剤で120kHzの超音波を照射してさらに超音波洗浄を行なってもよいし、純水でリンスを行なって主表面を処理してもよい。

[0039] 上記の第1洗浄工程を終えた後のガラス基板前駆体の表面は、 $1.5 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下のセリウムの残渣量であることが好ましく、 $0.2 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下のセリウムの残渣量であることがより好ましく、さらに好ましくは $0.05 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下である。このようなセリウムの残渣量であることにより、精密研磨工程で照射する超音波を微小な付着物に到達せしめて除去することができる。セリウムの残渣量が $1.5 \text{ ng} / \text{cm}^2$ を超えると、後の精密研磨工程で用いる超音波がセリウムによって阻害され、200nm以下の大きさの微小な付着物を除去することができなくなるため好ましくない。

[0040] (精密研磨工程：ステップS90)

続いて、精密研磨工程では、ガラス基板前駆体に対し、軟質ポリッシャ（スウェード）である研磨パッドを用いて、ガラス基板前駆体の表裏を研磨する。ここで、精密研磨工程では、ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.2nm以下にすることが好ましい。0.2nmを超えると、後述する第2洗浄工程で用いる超音波が照射されにくくなり、微小な付着物を除去しにくくなるため好ましくない。

[0041] また、精密研磨工程では、ガラス基板前駆体の主表面から0.3μm以上の厚みを除去することが好ましい。0.3μm未満の厚みであると、上記の洗浄工程で過剰にエッチングした領域を除去することができず、磁気ディスク用ガラス基板の平滑性が低下することになるため好ましくない。また、精密研磨工程で用いる研磨剤としては、粗研磨工程で用いた酸化セリウムよりも微細なシリカ砥粒を用いることが好ましい。

[0042] (第2洗浄工程：ステップS100)

上記の精密研磨を終えたガラス基板前駆体を、アルカリ性洗剤および純水にそれぞれ浸漬させた上で、ガラス基板前駆体の表面に900kHz以上の周波数の超音波を照射することを特徴とする。このような周波数の超音波を照射することにより、ガラス基板前駆体の表面に付着した微小な付着物を除去し、もって付着物の少ない磁気ディスク用ガラス基板を作製することができる。

[0043] また、上記の超音波の周波数は950kHz以上であることが好ましい。これによりガラス基板前駆体の表面に付着した微小な付着物を除去することができるというメリットがある。一方、超音波の周波数が900kHz未満であると、微小な付着物を必ずしも除去することができなくなるため好ましくない。上記のアルカリ性洗浄液としては、たとえば純水に水酸化ナトリウムや水酸化カリウムを用いてpHを調製した水溶液にポリカルボン酸やポリスルホン酸などのキレート分散剤、界面活性剤などを添加したものをを用いることができる。

[0044] (最終洗浄工程)

上記の第2洗浄工程を終えたガラス基板前駆体に対し、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、ガラス基板前駆体に付着した異物を洗い流すことができる他、磁気ディスク用ガラス基板の主表面を安定にし、長期の保存安定性に優れたものとすることができる。以上のようにして磁気ディスク用ガラス基板を作製することができる。なお、このようにして作製した磁気ディスク用ガラス基板に対し、さらに磁気薄膜形成工程を行なうことにより、磁気ディスクを得ることができる。

実施例

[0045] 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。

[0046] <実施例1>

本実施例では、以下の各工程の順に行なうことにより磁気ディスク用ガラス基板を製造した。

[0047] (ガラス基板作製工程：S10)

まず、ガラス素材を溶融させることにより溶融ガラスを準備した。この溶融ガラスを下型に流し入れて、上型および胴型を用いてダイレクトプレスすることにより、直径66mmφ、厚さ1.2mmの円盤状のガラス基板前駆体を得た。上記のガラス素材としては、アルミノシリケートガラスを用いた。

[0048] (コアリング加工工程：S20)

次に、カッター部にダイヤモンド砥石等を備えたコアドリルでガラス基板前駆体の中心部を研削することにより穴を開けた。このようにして外径が65mmのガラス基板前駆体の中心部に20mmの内径の孔（中心部の孔1Hの直径）を開けた。

[0049] (粗ラッピング工程：S30)

次に、ガラス基板前駆体を両面ラッピング装置にセットして、#400（粒径約40～60μm）の粒度のアルミナ砥粒を用いて、アルミナ上定盤の荷重を100kg程度に設定して、ガラス基板前駆体の表裏面を研磨した。このようにしてキャリア内に収納したガラス基板前駆体は、その両面の面精度が0μm～1μmであり、表面粗さRmaxが6μm程度であった。

[0050] (内外加工工程：S40)

次に、上記のガラス基板前駆体の外周端面および内周端面の面取り加工を行なった。これによりガラス基板前駆体の端面の面粗さは、Rmaxで2μm程度となった。

[0051] (端面研磨工程：S50)

続いて、研磨砥粒として酸化セリウム砥粒を含むスラリー（遊離砥粒）を用いて、ブラシ研磨方法により、ガラス基板前駆体を回転させながらガラス基板前駆体の外周端面および内周端面を研磨した。ここでは、ガラス基板前駆体の外周端面および内周端面の表面粗さがRmaxで0.4μm、Raで

0.1 μm 程度になるまで研磨を行なった。

[0052] 上記の内周側端面に対し、さらに磁気研磨法による研磨を行なうことにより、パーティクル等の発塵を防止する鏡面状態に加工した。そして、このようにして内周端面を研磨した後に、ガラス基板前駆体の表面を水で洗浄した。

[0053] (精ラッピング工程：S60)

次いで、精ラッピング工程では、上記のガラス基板前駆体の表裏の両面を遊星歯車機構を利用した両面研削機にセットした。そして、ダイヤモンドシートを用いて、ガラス基板前駆体に加わる定盤の加重を60 g/cm^2 から120 g/cm^2 として、定盤の回転数を10 rpm から30 rpm とし、上の定盤の回転数を下の定盤回転数より30%から40%程度遅くして、ガラス基板前駆体の表裏を研磨した。このようにしてガラス基板前駆体の主表面の表面粗さRaが0.1 μm 以下で、平坦度を7 μm 以下となるまでラッピングを行なった。

[0054] (粗研磨工程：S70)

まず、上述した両面研磨装置を用いて精ラッピング工程で残留した傷や歪みを除去するための粗研磨工程を行なった。この粗研磨工程においては、ポリリッシャガスウェードパッドである研磨パッドを用いて、以下の条件でガラス基板前駆体の表裏を研磨した。このようにして粗研磨工程を行なった後のガラス基板前駆体の主表面の表面粗さは0.36 nm であった。

研磨液 : 酸化セリウム (平均粒径1.3 μm) + 水

荷 重 : 80~100 g/cm^2

研磨時間 : 30分~50分

除去法 : 35 μm ~45 μm

(第1洗浄工程：S80)

次に、上記ガラス基板前駆体の表面に付着している研磨剤を洗浄によって除去した。該洗浄は、0.2質量%のHF水溶液をエッチング液として用いて、これにガラス基板前駆体を浸漬することにより、ガラス基板前駆体の表

面から10nmの厚みを除去した。その後、中性洗剤で120kHzの超音波を照射して超音波洗浄を行ない、最後に純水でリンスを行なってIPA乾燥した。

[0055] この第1洗浄工程を終えた後のガラス基板前駆体の表面に付着するセリウムの残渣量を誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS：製品名：7700s（アジレントテクノロジー株式会社製））を用いて測定した。該測定は、80℃で2Nの硝酸水溶液30mlにガラス基板前駆体を30分間浸漬させることにより行なった。この測定の結果を表1の「Ce残渣量」の欄に示す。

[0056] （精密研磨工程：S90）

続いて、ガラス基板前駆体に対し、軟質ポリッシャ（スウェード）である研磨パッドを用いて、ガラス基板前駆体の表裏を研磨し、ガラス基板前駆体の表面から1μmの厚みを除去した。なお、精密研磨工程で用いる研磨剤としては、粗研磨工程で用いた酸化セリウムよりも微細なシリカ砥粒を用いた。精密研磨工程を終えた後のガラス基板前駆体の表面粗さRaを原子間力顕微鏡（AFM：製品名：Dimension V（Bruker Corporation社製））を用いて測定したところ、表1の「除去量」の欄に示すように0.18nmであった。

[0057] （第2洗浄工程：S100）

次に、第2洗浄工程では、上記の精密研磨を終えたガラス基板前駆体を、アルカリ性洗剤および純水にそれぞれ浸漬させた上で、ガラス基板前駆体の表面に950kHzの周波数の超音波を照射した。ここで、アルカリ性洗剤としては、水酸化ナトリウムでpH12に調製した水溶液にポリカルボン酸型アニオン界面活性剤を溶解した洗剤を用いた。

[0058] （最終洗浄工程）

最後に上記超音波処理を終えたガラス基板前駆体に対し、中性洗剤および純水にて洗浄し乾燥させた。以上のようにして本実施例の磁気ディスク用ガラス基板を作製した。

[0059] <実施例 2～4、比較例 3～4>

上記の実施例 1 に対し、第 1 洗浄工程で除去するガラス基板前駆体の厚みを表 1 の各欄に示したように変えたことが異なる他は、実施例 1 と同様の方法によって、実施例 2～4 および比較例 3～4 の磁気ディスク用ガラス基板を作製した。なお、第 1 洗浄工程で用いるエッチング液の HF 濃度は変更せずに、浸漬時間のみを変更することによってガラス基板前駆体を除去する厚みを調整した。

[0060] [表1]

	除去量 (nm)	Ce 残渣量 (ng/cm ²)	Ra (nm)	エラー数 (回)
実施例 1	10	1.3	0.18	32
実施例 2	30	0.18	0.18	31
実施例 3	100	0.04	0.18	17
実施例 4	200	0.04	0.20	21
比較例 1	10	1.6	0.34	210
比較例 2	—	5.2	0.18	315
比較例 3	5	2.05	0.18	210
比較例 4	250	0.04	0.28	105

[0061] <比較例 1>

比較例 1 では、実施例 1 の製造工程の順序のうちの第 1 洗浄工程と精密研磨工程とを逆にしたことが異なる他は、実施例 1 と同様の方法によって磁気ディスク用ガラス基板を作製した。すなわち、比較例 1 では、粗研磨工程、精密研磨工程、第 1 洗浄工程、第 2 洗浄工程の順で磁気ディスク用ガラス基板を作製した。

[0062] <比較例 2>

比較例 1 では、実施例 1 の第 2 洗浄工程で用いる超音波の周波数を変えたことが異なる他は、実施例 1 と同様の方法によって磁気ディスク用ガラス基板を作製した。すなわち、比較例 2 では、第 2 洗浄工程において、120 kHz の超音波を用いてガラス基板前駆体の表面を洗浄した。

[0063] <エラー数の評価>

各実施例および各比較例で作製した磁気ディスク用ガラス基板の表面に磁性膜をスパッタにより成膜した後に、D F H機構を有するハードディスクドライブに搭載し、ディスク全面の読み書きエラーを評価した。その結果を表1の「エラー数」の欄に示す。このエラー数の評価は、ディスク全面を読み書きしたときに、読み書きエラーが発生した領域が $0.5\mu\text{m}$ 以上のエラーをカウントすることにより行なった。エラーはbit単位で起こるが、ヘッドクラッシュによるエラーはある程度まとまったbitで起こるため、 $0.5\mu\text{m}$ 以上の大きさのエラー領域をヘッドクラッシュが生じた原因として評価した。このエラー数が少ないほど、磁気ディスク用ガラス基板にヘッドクラッシュが生じにくいことを示し、磁気ディスク用ガラス基板の表面に付着する付着物が少ないことを示すと考えられる。

[0064] 表1から明らかなように、実施例1～4の磁気ディスク用ガラス基板はエラー数が少なかったのに対し、比較例1～4の磁気ディスク用ガラス基板はエラー数が多かった。

[0065] 実施例1～4で作製した磁気ディスク用ガラス基板のエラー数が少なかったのは、粗研磨工程で用いた研磨剤を第1洗浄工程によって除去し、さらに第2洗浄工程によって 200nm 以下の微小な付着物を除去することができ、もって付着物が少ない磁気ディスク用ガラス基板を作製することができたことによるものと考えられる。

[0066] 一方、比較例1で作製した磁気ディスク用ガラス基板のエラー数が多かったのは、粗研磨工程を行ってから第1洗浄工程を行わずに、精密研磨工程を行なっているため、粗研磨工程でガラス基板前駆体の表面に付着した研磨剤を精密研磨工程でさらに押し付けて固着させており、磁気ディスク基板の表面のセリウム残渣量が多くなったことによるものと考えられる。

[0067] また、比較例2で作製した磁気ディスク用ガラス基板のエラー数が多かったのは、超音波の周波数が 120kHz と低かったことにより、 200nm 以下の微小の付着物を除去しきれなかったことによるものと考えられる。

[0068] さらに、比較例 3 では、第 1 洗浄工程で除去するガラス基板前駆体の厚みが小さすぎるため、比較例 4 では、第 1 洗浄工程で除去するガラス基板前駆体の厚みが多すぎるため、それぞれエラー数が多くなったものと考えられる。

[0069] したがって、本発明の製造方法に従って製造された磁気ディスク用ガラス基板は、付着物が少ないことが示された。特に、実施例 3～4 に示されるように、第 1 洗浄工程で 30～100nm の厚みのガラス基板前駆体を除去することにより、磁気ディスク用ガラス基板の表面に付着する付着物の減少が顕著であった。

[0070] 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。

[0071] 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。

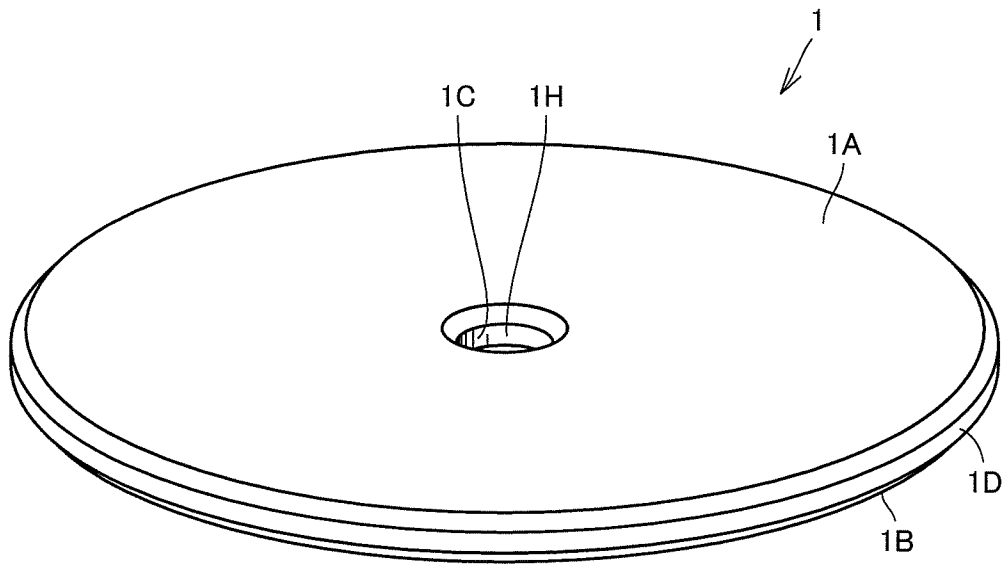
符号の説明

[0072] 1 ガラス基板前駆体、1 A 表主表面、1 B 裏主表面、1 C 内周端面、1 D 外周端面、1 H 孔。

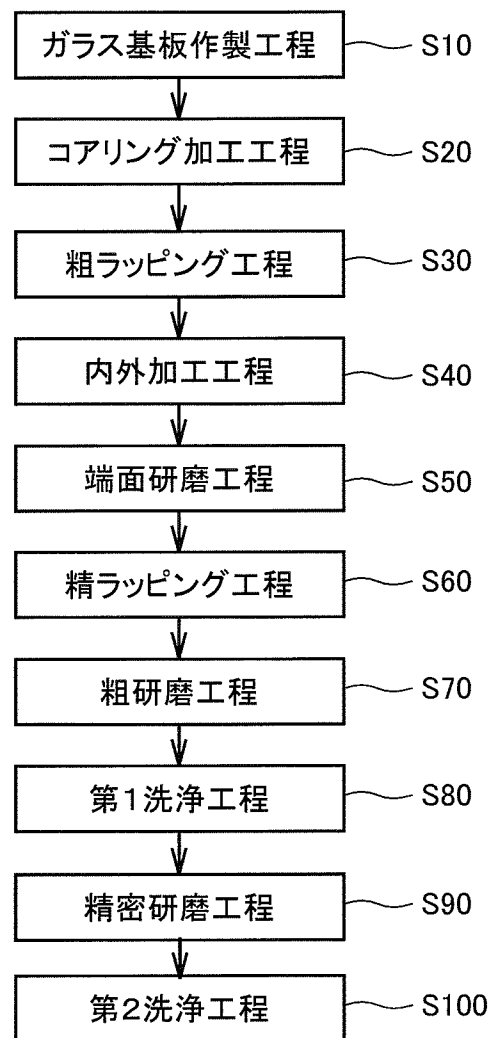
請求の範囲

- [請求項1] 円盤状のガラス基板前駆体の主表面を研磨する工程を含む磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、
前記主表面を研磨する工程は、粗研磨工程と精密研磨工程とを含み、
前記粗研磨工程の後に行なう第1洗浄工程は、前記ガラス基板前駆体の表面から10～200nmの厚みを除去する工程であり、
前記精密研磨工程の後に行なう第2洗浄工程は、前記ガラス基板前駆体の表面に900kHz以上の周波数の超音波を照射する工程である、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。
- [請求項2] 前記精密研磨工程は、前記ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.2nm以下に研磨する工程である、請求項1に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。
- [請求項3] 前記第1洗浄工程は、前記ガラス基板前駆体の表面から30～100nmの厚みを除去する工程である、請求項1または2に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。
- [請求項4] 前記第1洗浄工程を行なった後の前記ガラス基板前駆体の表面は、 1.5 ng/cm^2 以下のセリウムの残渣量である、請求項1～3のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。
- [請求項5] 前記粗研磨工程は、前記ガラス基板前駆体の主表面の表面粗さを0.3～0.8nmに研磨する工程である、請求項1～4のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/057871

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01)i, C03C15/00(2006.01)i, C03C19/00(2006.01)i, C03C23/00(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, C03C15/00, C03C19/00, C03C23/00

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 2008-269767 A (Hoya Corp.), 06 November 2008 (06.11.2008), claim 1; paragraphs [0040], [0071] to [0083]; fig. 1 (Family: none)	1-5
Y	JP 2006-146250 A (Hoya Corp.), 08 June 2006 (08.06.2006), claim 7; paragraphs [0045], [0065] to [0073], [0082], [0089], [0090], [0125], [0129], [0130], [0146] & JP 2004-54285 A & US 2004/0137828 A1 & WO 2004/008247 A1 & DE 10392942 T	1-3, 5

☒ 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
15 May, 2012 (15.05.12)Date of mailing of the international search report
22 May, 2012 (22.05.12)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/057871

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 2006-351081 A (Fuji Electric Holdings Co., Ltd.), 28 December 2006 (28.12.2006), paragraphs [0039], [0047] (Family: none)	1-5
Y	JP 2010-86563 A (Kao Corp.), 15 April 2010 (15.04.2010), paragraphs [0055], [0056] (Family: none)	1-5
Y	JP 2002-167240 A (Hitachi Plant Engineering & Construction Co., Ltd.), 11 June 2002 (11.06.2002), claim 1; fig. 2 (Family: none)	1-5

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, C03C15/00(2006.01)i, C03C19/00(2006.01)i, C03C23/00(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, C03C15/00, C03C19/00, C03C23/00

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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	JP 2008-269767 A (H O Y A株式会社) 2008. 11. 06, 請求項 1, 段落 0040, 0071-0083, 図 1 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 2006-146250 A (H O Y A株式会社) 2006. 06. 08, 請求項 7, 段落 0045, 0065-0073, 0082, 0089, 0090, 0125, 0129, 0130, 0146 & JP 2004-54285 A & US 2004/0137828 A1 & WO 2004/008247 A1 & DE 10392942 T	1-3, 5

☒ 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

「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
「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
「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)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「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

「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

「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

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 5 . 0 5 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 5 . 2 0 1 2

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 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

谷澤 恵美

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 5 1

5 D

3 9 9 5

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	JP 2006-351081 A (富士電機ホールディングス株式会社) 2006. 12. 28, 段落 0039, 0047 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 2010-86563 A (花王株式会社) 2010. 04. 15, 段落 0055, 0056 (フ ァミリーなし)	1-5
Y	JP 2002-167240 A (日立プラント建設株式会社) 2002. 06. 11, 請求 項 1, 図 2 (ファミリーなし)	1-5