

(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
2015 年 8 月 6 日(06.08.2015)

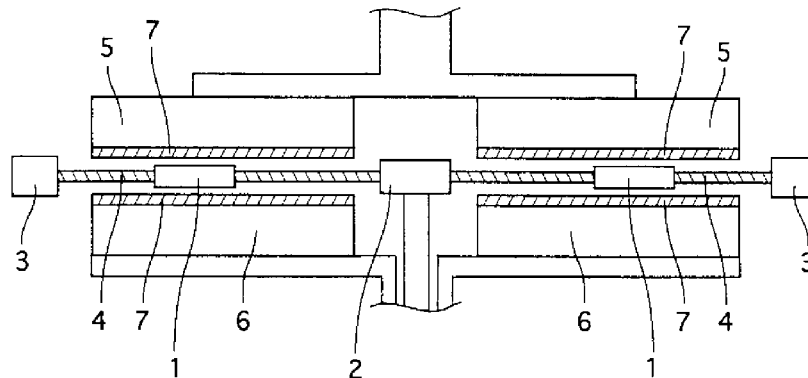


(10) 国際公開番号
WO 2015/115653 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01) *C09K 3/14* (2006.01)
B24B 37/00 (2012.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/052892
- (22) 国際出願日: 2015 年 2 月 2 日(02.02.2015)
- (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 2014-017134 2014 年 1 月 31 日(31.01.2014) JP
- (71) 出願人: H O Y A 株式会社(HOYA CORPORATION) [JP/JP]; 〒1618525 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 徳光 秀造(TOKUMITSU Shuzo); 〒1618525 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 H O Y A 株式会社内 Tokyo (JP). 原 好太(HARA Kouta); 〒1618525 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 H O Y A 株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 大塚 武史(OTSUKA Takefumi); 〒1040045 東京都中央区築地 4 丁目 3 番 1 2 号 秀和第二築地レジデンス 2 1 0 号室 Tokyo (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, BN, 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, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, 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, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, 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, KM, 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: MANUFACTURING METHOD FOR MAGNETIC DISK-USE SUBSTRATE AND MANUFACTURING METHOD FOR MAGNETIC DISK

(54) 発明の名称: 磁気ディスク用基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法



(57) Abstract: The present invention provides a manufacturing method for a magnetic disk-use glass substrate which can sufficiently reduce substrate surface defects by suppressing the remains of washing off abrasive grains. In the present invention, a circular plate-shaped substrate is sandwiched using a pair of platens for which polishing pads have been deployed on the surface thereof, a polishing fluid which includes colloidal silica as abrasive grains is supplied to the polishing surfaces, and the main surfaces of the circular plate-shaped substrate are polished. The polishing fluid includes, as an additive, the following substance which comprises a specified amide group or urea group. $R_1-NH-CO-R_2$ In the formula, R_1 represents an alkyl group or a hydrogen atom, R_2 represents an alkyl group or $-NH-R_3$, and R_3 represents an alkyl group.

(57) 要約: 本発明は、研磨砥粒の洗浄残りを抑制して、基板表面欠陥を十分に低減させることが可能な磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を提供する。本発明では、円板状の基板を、表面に研磨パッドが配備された一対の定盤で挟み、研磨面にコロイダルシリカを研磨砥粒として含む研磨液を供給して円板状の基板の主表面を研磨する。上記研磨液は、特定のアミド基あるいはウレア基を有する下記物質を添加剤として含有する。 $R_1-NH-CO-R_2$ 式中、 R_1 はアルキル基又は水素原子を表し、 R_2 はアルキル基又は $-NH-R_3$ を表し、 R_3 はアルキル基を表す。

WO 2015/115653 A1

明 細 書

発明の名称：

磁気ディスク用基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ハードディスクドライブ（HDD）等の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスク用基板の製造方法および磁気ディスクの製造方法に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブ（HDD）等の磁気ディスク装置に搭載される情報記録媒体の一つとして磁気ディスクがある。磁気ディスクは、基板上に磁性層等の薄膜を形成して構成されたものであり、その基板としてアルミ合金基板やガラス基板が用いられてきた。最近では、高記録密度化の追求に呼応して、アルミ合金基板と比べて磁気ヘッドと磁気ディスクとの間隔をより狭くすることが可能なガラス基板の占める比率が次第に高くなってきている。また、磁気ディスク用基板の表面は磁気ヘッドの浮上高さを極力下げることができるよう、高精度に研磨して高記録密度化を実現している。近年、HDDの更なる大記録容量化の要求は増すばかりであり、これを実現するためには、磁気ディスク用基板においても更なる高品質化が必要になってきており、より平滑でより清浄な基板表面であることが求められている。

[0003] 上述したように高記録密度化にとって必要な低フライングハイト（浮上量）化のために磁気ディスク表面の高い平滑性は必要不可欠である。磁気ディスク表面の高い平滑性を得るためには、結局、高い平滑性の基板表面が求められるため、高精度にガラス基板表面を研磨する必要があるが、それだけでは十分ではなく、研磨後の洗浄によって基板表面の付着異物を取り除いて清浄な基板表面を得る必要がある。

従来方法としては、研磨に関しては、たとえば特許文献1には、1-メチル-2-ピロリドン、1-エチル-2-ピロリドン、N，N-ジメチルア

セトアミド等の窒素含有化合物及び砥粒を含有する研磨用組成物及びそれを用いた研磨方法が開示されており、特に半導体装置の製造に用いられるシリコン単結晶やアモルファスシリコン、ポリシリコン等のシリコン基板を高い研磨速度で研磨するのに好適であることが開示されている。また、洗浄に関しては、たとえば特許文献2には、多価アミンを含有する研磨液を用いて研磨した後、基板をアルカリ（pH 8～13）洗浄する方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第2009/096495号

特許文献2：特開2012-107226号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 現在のHDDにおいては、例えば2.5インチ型（直径65mm）の磁気ディスク1枚に500ギガバイト程度の情報を収納することが可能になっているが、更なる高記録密度化、例えば750ギガバイト、更には1テラバイトの実現が要求されるようになってきている。このような近年のHDDの大容量化の要求に伴い、基板表面品質の向上の要求は今まで以上に厳しいものとなってきている。上記のような例えば750ギガバイトの磁気ディスク向けの次世代基板においては、メディア特性に与える基板の影響が大きくなるので、基板表面の粗さだけでなく、異物付着等による表面欠陥が存在しないことについても現行品からの更なる改善が求められる。

[0006] 次世代基板においてはメディア特性に与える基板の影響が大きくなるのは以下のような理由による。

磁気ヘッドの浮上量（磁気ヘッドと媒体（磁気ディスク）表面との間隙）の大幅な低下（低浮上量化）が挙げられる。こうすることで、磁気ヘッドと媒体の磁性層との距離が近づくため、より小さい磁性粒子の信号も拾うこと

ができるようになり、高記録密度化を達成することができる。近年、従来以上の低浮上量化を実現するために、D F H (Dynamic Flying Height) という機能が磁気ヘッドに搭載されている。これは、磁気ヘッドの記録再生素子部の近傍に極小のヒーター等の加熱部を設けて、記録再生素子部周辺のみを媒体表面方向に向けて突き出す機能である。今後、このD F H機能によって、磁気ヘッドの素子部と媒体表面との間隙は、2 n m未満または1 n m未満と極めて小さくなると見られている。このような状況下で、基板表面の平均粗さを極めて小さくしたところで、従来問題とならなかった極く小さな異物（例えば小さいもので主表面の面内方向の長さが10～40 n m程度）の付着等によって僅かに凸状となる程度の表面欠陥が存在すると、そのまま媒体表面においても凸状欠陥となるので、磁気ヘッドの衝突の危険性が高まる。

[0007] ところで、本発明者らの検討によると、上記特許文献に開示された方法をはじめとする従来の様々な精密研磨技術、精密洗浄技術を用いても、あるいはそれらを単純に組み合わせて用いただけでは、研磨材の洗浄残りを抑制して、基板表面欠陥を十分に低減させることが困難であることがわかってきた。

近年のH D Dの大容量化の要求に伴う基板表面品質の向上の要求は今まで以上に厳しいものとなっており、従来の改善手法によって基板表面品質の更なる向上を実現することには限界がある。

[0008] 本発明はこのような従来の課題を解決すべくなされたものであって、その目的は、第1に、研磨砥粒の洗浄残りを抑制して、基板表面欠陥を十分に低減させることが可能な磁気ディスク用基板の製造方法を提供することであり、第2に、精密研磨で得られた平滑な表面粗さをできる限り悪化させずに洗浄処理を行うことが可能で、その結果、低粗さ（高平滑性）を達成できる磁気ディスク用基板の製造方法を提供することであり、第3に、本発明により得られる高品質表面の基板を用いた磁気ディスクの製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0009] 磁気ディスク用基板として好適な高い平滑性のガラス基板表面を得るためには、特に仕上げ研磨においては小さな粒径のコロイダルシリカ砥粒を用いてガラス基板表面の精密研磨を行うことが好適であるが、コロイダルシリカ砥粒はガラスと成分が似ているため、研磨終了時に基板表面に強く付着してガラス基板表面に残留しやすく、一旦強く付着すると研磨後に洗浄処理を行っても基板表面から除去されずに洗浄残りとなり、異物欠陥（表面欠陥）となってしまう。この場合、たとえばアルカリ度の高いアルカリ薬液で洗浄することにより、ガラスの表面がエッチングされるため、固着した異物であっても除去することは可能である。しかしながら、アルカリ洗浄では、アルカリ度が高いほどガラスに対するエッチング効果が大きくなるので、アルカリ洗浄によって基板表面の粗さが上昇してしまい、精密研磨で得られた超平滑な表面粗さを維持することができなくなる。

[0010] そこで、本発明者らは、上記従来の課題を解決するための手段を模索した結果、研磨処理に用いる研磨液中に、特定のアミド基あるいはウレア基を有する物質を添加剤として含有させることにより、研磨終了時に基板表面に強く付着してガラス基板表面に残留し、あるいは研磨終了時に基板表面に残留するコロイダルシリカ砥粒がそのままガラス基板表面に強く付着して、研磨後に洗浄処理を行っても洗浄残りの欠陥となることを抑制できることを見出した。また、洗浄の際、特に強い洗浄条件（たとえばアルカリ度の高い）を適用しなくても高い洗浄性が得られるため、洗浄による基板表面の粗さ上昇を抑え、精密研磨で得られた超平滑な表面粗さを維持できることも見出した。さらには、この場合、研磨時の研磨速度が低下するような問題は生じないことも見出した。

[0011] 本発明者らは、得られたこれらの知見に基づき、更に鋭意研究の結果、本発明を完成させた。

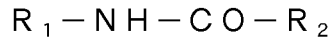
すなわち、本発明は以下の構成を有する。

[0012] （構成１）

円板状の基板を、表面に研磨パッドが配備された一対の定盤で挟み、前記

円板状の基板の研磨面にコロイダルシリカを研磨砥粒として含む研磨液を供給して前記円板状の基板の主表面を研磨する研磨処理を含む磁気ディスク用基板の製造方法であって、前記研磨液は、下記一般式 I で示される物質を添加剤として含有することを特徴とする磁気ディスク用基板の製造方法。

一般式 I



(式中、 R_1 はアルキル基または水素原子を表し、 R_2 はアルキル基または $-NH-R_3$ を表す。 R_3 はアルキル基を表す。 R_1 と R_2 は互いに同一の基であっても異なる基であってもよい。また、 R_1 と R_2 が結合して環を形成してもよい。また、 R_2 が $-NH-R_3$ である場合、 R_1 と R_3 が結合して環を形成してもよい。)

[0013] (構成 2)

前記一般式 I で示される物質の分子量が、500以下であることを特徴とする構成 1 に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

(構成 3)

前記一般式 I で示される物質は、前記一般式 I において R_1 と R_2 が結合して形成された環状構造、あるいは R_1 と R_3 が結合して形成された環状構造を有することを特徴とする構成 1 又は 2 に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[0014] (構成 4)

前記一般式 I で示される物質は、2-ピロリドン、2-ピペリドン、グリシン無水物からなる群より選ばれた1種以上の物質であることを特徴とする構成 3 に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

(構成 5)

前記一般式 I で示される物質の研磨液中の含有量は、0.01重量%～10重量%の範囲内であることを特徴とする構成 1 乃至 4 のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[0015] (構成 6)

前記研磨液は、アルカリ性に調整されたものであることを特徴とする構成 1 乃至 5 のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

(構成 7)

前記研磨処理は、複数の研磨処理のうち最後の研磨処理であることを特徴とする構成 1 乃至 6 のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[0016] (構成 8)

前記磁気ディスク用基板は、ガラス基板であることを特徴とする構成 1 乃至 7 のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

(構成 9)

構成 1 乃至 8 のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法により製造された磁気ディスク用基板上に、少なくとも磁気記録層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

発明の効果

[0017] 本発明によれば、研磨砥粒の洗浄残りを抑制して、基板表面欠陥を十分に低減させることが可能な磁気ディスク用基板の製造方法を提供することができる。また、本発明によれば、精密研磨で得られた平滑な表面粗さをできる限り悪化させずに洗浄処理を行うことが可能で、その結果、低粗さ（高平滑性）を達成できる磁気ディスク用基板の製造方法を提供することができる。このような本発明によれば、基板主表面の粗さをよりいっそう低減し、なお且つ異物付着等による表面欠陥を従来品より低減することができる高品質の磁気ディスク用基板を製造することが可能である。本発明によって得られる磁気ディスク用基板は、特に基板表面品質への要求が現行よりもさらに厳しいものとなっている次世代用の基板として好適に使用することが可能である。また、本発明によって得られる基板を利用し、たとえば D F H 機能を搭載した低浮上量設計の磁気ヘッドと組み合わせた場合においても長期に安定した動作が可能な信頼性の高い磁気ディスクを得ることができる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]磁気ディスク用ガラス基板の断面図である。

[図2]磁気ディスク用ガラス基板の全体斜視図である。

[図3]両面研磨装置の概略構成を示す縦断面図である。

発明を実施するための形態

[0019] 以下、本発明の実施の形態を詳述する。本実施の形態では、主に、磁気ディスク用基板として好適な磁気ディスク用ガラス基板について説明する。

磁気ディスク用ガラス基板は、通常、ガラス基板成型、研削処理、端面研磨処理、主表面研磨処理、化学強化処理、等の処理を経て製造される。なお、処理の順序は上記に限定されるものではない。

[0020] この磁気ディスク用ガラス基板の製造は、まず、熔融ガラスからダイレクトプレスにより円板状のガラス基板（ガラスディスク）を成型する。なお、このようなダイレクトプレス以外に、ダウンドロー法やフロート法で製造された板ガラスから所定の大きさに切り出してガラス基板（ガラスディスク）を得てもよい。

次に、この成型したガラス基板（ガラスディスク）に寸法精度及び形状精度を向上させるための研削処理を行う。この研削処理は、通常両面研削装置を用い、ダイヤモンド等の硬質砥粒を用いてガラス基板主表面の研削を行う。こうしてガラス基板主表面を研削することにより、所定の板厚、平坦度に加工するとともに、所定の表面粗さを得る。

[0021] この研削処理の終了後は、ブラシ研磨等による端面研磨処理を経て、高精度な主表面（鏡面）を得るための主表面研磨処理を行う。ガラス基板の研磨方法としては、コロイダルシリカを研磨砥粒として含有する研磨液を供給しながら、ポリウレタン等の研磨パッドを用いて行うのが好適である。

[0022] このような研磨処理に用いられる研磨液は、研磨砥粒と溶媒である水の組合せであり、さらに研磨液のpHを調整するためのpH調整剤や、その他の添加剤が必要に応じて含有されている。

コロイダルシリカ砥粒を含む研磨液を組成するには、例えば純水を用い、さらに必要な添加剤を添加して研磨液とすればよい。

[0023] また、研磨処理（特に仕上げ（精密）研磨処理（後述の実施例における後

段の第2研磨処理)) に適用される上記研磨液は、研磨速度向上の観点から酸性域に調整されたものが用いられることが好適である。例えば、硫酸を研磨液に添加して、pHを酸性の好適な範囲に調整することができる。研磨速度向上の観点から、pHは5以下であることが好ましく、より好ましくは4以下である。また、最終洗浄での表面粗さの増加を低減する観点から、pHは1以上であることが好ましく、より好ましくは2以上である。両者のバランスを考慮すると、本発明では、pHは1～5の範囲であることが好ましく、2～4の範囲がより好ましい。

[0024] また、本発明の研磨液はアルカリ性で用いることも好適である。アルカリ性で研磨することによって、研磨後の洗浄処理で洗浄力の高いアルカリ性の洗浄液を使用した場合にpHの変化が少なく済むため、基板の表面粗さの上昇を最小限にすることが可能となる。特に本発明の研磨処理が最終研磨処理の場合、後続く洗浄処理は最終洗浄処理となるため、洗浄処理後は極めて清浄な表面が求められる。そこで、最終洗浄処理では、異物のリフトオフ効果により高い洗浄力が得られるアルカリ性の薬液を用いた洗浄処理を行うことが好ましいが、アルカリ性の薬液は表面粗さを上昇させてしまう場合があるので注意を要する。ここで、本発明の研磨液をアルカリ性で用いることにより、最終洗浄処理による表面粗さの上昇（悪化）を極めて小さく抑制して、最終洗浄処理後の基板の表面粗さを低減することが可能となる。

研磨液のpHは、表面粗さ低減の観点から、pHが10以上であることが好ましく、より好ましくは11以上である。このように研磨液をアルカリ性に調整する場合、例えばテトラメチルアンモニウムヒドロキシドや、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどを適宜添加して調整すればよい。

[0025] 本発明において、研磨液に含有されるコロイダルシリカ砥粒は、平均粒径が10～100nm程度のものを使用するのが研磨効率の点からは好ましい。特に、仕上げ研磨処理（後述の実施例の後段の第2研磨処理。最終研磨処理とも言う）に用いる研磨液に含有されるコロイダルシリカ砥粒は、本発明においては、表面粗さのいっそうの低減を図る観点から、平均粒径が10～

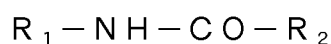
40 nm程度のものを使用するのが好ましく、特に10～20 nm程度の微細なものが好ましい。なお、前述のとおり、とりわけ次世代基板に要求される表面品質レベルでは、このような微細な砥粒がガラス基板表面に強く付着して洗浄残りとなった表面欠陥をも低減する必要があるので、微細なコロイダルシリカ砥粒を用いても表面欠陥を低減できる本発明は好適である。特に10～20 nmの微細なコロイダルシリカ砥粒が基板表面に付着した場合は洗浄除去しにくいので本発明が好適である。なお、本発明で表面欠陥と言う場合、基板表面に異物が残留した状態も含む。また、コロイダルシリカ砥粒の研磨液中の含有量は、1～20重量%の範囲内であることが研磨速度と生産コストの観点から好ましい。

[0026] なお、本発明において、上記平均粒径とは、光散乱法により測定された粒度分布における粉体の集団の全体積を100%として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが50%となる点の粒径（以下、「累積平均粒子径（50%径）」と呼ぶ。）を言う。本発明において、累積平均粒子径（50%径）は、具体的には、粒子径・粒度分布測定装置を用いて測定することができる。

[0027] また、本発明に用いるコロイダルシリカ砥粒は、有機ケイ素化合物を加水分解することで生成したコロイダルシリカ砥粒を用いることができる。このような砥粒は、不純物の量が極めて少ないため純度が高く、凝集しやすい性質を持っている。また、研磨処理後のガラス基板表面に強固に付着しやすく、本発明を適用することが有効である。

[0028] 本発明においては、上記研磨処理に適用する研磨液に、下記一般式Ⅰで示される物質（以下、「本発明添加剤」と呼ぶ。）を添加剤として含有させることを特徴とするものである。

一般式Ⅰ



式中、 R_1 はアルキル基または水素原子を表し、 R_2 はアルキル基または $NH-R_3$ を表す。 R_3 はアルキル基を表す。 R_1 と R_2 は互いに同一の基であ

っても異なる基であってもよい。また、 R_1 と R_2 が結合して環を形成してもよい。また、 R_2 が $-NH-R_3$ である場合、 R_1 と R_3 が結合して環を形成してもよい。

[0029] 上記 R_1 または R_2 で表されるアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基などが挙げられる。また、上記 R_3 で表されるアルキル基としては、上記 R_1 または R_2 で表されるアルキル基と同様の例示が挙げられる。

上記 R_2 がアルキル基の場合は、本発明添加剤は、アミド基を有する化合物であり、上記 R_2 が $-NH-R_3$ の場合は、本発明添加剤は、ウレア基を有する化合物である。

上記 R_1 と R_2 は互いに同一の基であっても異なる基であってもよい。

また、上記 R_1 と R_2 が結合して、5員環あるいは6員環などの環構造（ラクタム）を形成してもよい。また、上記 R_2 が $-NH-R_3$ である場合、上記 R_1 と R_3 が結合して、5員環あるいは6員環などの環構造を形成してもよい。

[0030] 本発明添加剤の代表的な具体例としては、以下の化合物が挙げられる。

環状ラクタム系化合物としては、例えば、2-ピロリドン、2-ピペリドン、グリシン無水物などが挙げられる。

環状ウレア系化合物としては、例えば、2-イミダゾリジノン、テトラヒドロ-2-ピリミジノン、ヒダントイン、グリコールウリル、アラントインなどが挙げられる。

また、非環状構造の化合物としては、例えば、アセトアミド（ R_1 =水素原子、 R_2 =メチル基）、N-メチルアセトアミド（ R_1 、 R_2 =メチル基）、N-エチルプロピオン酸アミド（ R_1 、 R_2 =エチル基）、N-プロピルブチルアミド（ R_1 、 R_2 =プロピル基）、などが挙げられる。

上記例示化合物はあくまでも一例であって、本発明添加剤は上記例示化合物に限定されるものではない。

[0031] 本発明添加剤を研磨液に添加剤として含有することにより、研磨処理後に

特に強い条件の洗浄処理を行わなくても、通常の洗浄処理によって研磨砥粒の洗浄残りの欠陥となることを抑制できる理由は以下のように推測される。

[0032] 本発明添加剤は、アミド基を有するため、分極した構造との共役状態となっていると考えられる。

本発明添加剤は共役状態にあることにより安定化する。そして、非局在化した電子により、本発明添加剤におけるアミド基の水素結合性が高い。したがって、本発明添加剤は、そのアミド基の水素結合によってコロイダルシリカ砥粒表面に吸着し、コロイダルシリカ砥粒表面は本発明添加剤による適当な（つまり、ちょうど良い）付着力で覆われているものと考えられる。また、水を分散媒とした研磨処理ではガラス基板表面は常にシラノール基で覆われており、本発明添加剤のアミド基はガラス基板表面のシラノール基と水素結合を形成するために、ガラス基板表面も本発明添加剤による適当な（つまり、ちょうど良い）付着力で覆われているものと考えられる。このように、研磨処理に適用する研磨液に本発明添加剤を含有させることにより、研磨処理中は、コロイダルシリカ砥粒表面も、ガラス基板表面も本発明添加剤によって適当な付着力で覆われるため、研磨処理終了後にガラス基板表面にコロイダルシリカ砥粒が残留していてもガラス基板表面に強く付着（あるいは吸着）することを抑制できる。そして、研磨処理後に洗浄処理を行えば、ガラス基板表面に残留しているコロイダルシリカ砥粒は容易に除去されるので、従来のように砥粒が基板表面に強く吸着して、洗浄処理を行っても洗浄残りの欠陥となることを防ぐことが可能である。また、洗浄処理の際、特にエッチング力が強い条件で洗浄処理を行わなくても上記のように容易に洗浄可能であるため、洗浄処理による基板表面の粗さ上昇を抑え、精密研磨で得られた超平滑な表面粗さを維持することができる。

[0033] また、本発明添加剤は、水素結合程度の付着力でコロイダルシリカ砥粒あるいはガラス基板表面を覆っているため、研磨処理中に砥粒表面とガラス基板表面との相互作用を妨げることはなく、研磨時の研磨速度が低下するような問題は生じない。

以上は本発明添加剤がアミド基を有する化合物である場合を説明したが、本発明添加剤がウレア基を有する化合物である場合にも同様な理由によって本発明の作用効果が得られる。

[0034] 以上のように、本発明添加剤によるガラス基板表面を覆う効果が得られるため、本発明は特にガラス基板の研磨処理に好適である。また、本発明は、上述のとおりコロイダルシリカを研磨砥粒として用いる研磨処理に好適であるので、NiP合金膜を表面に有するアルミニウム合金基板をコロイダルシリカを研磨砥粒として含む研磨液を用いて研磨する場合にも有効である。

[0035] なお、本発明添加剤は、上記一般式Iにおいて、N原子に結合する一方は例えばアルキル基(R_1)であるが、もう一方は水素原子(H)である。これに対して、N原子に結合する2つの結合基がいずれもアルキル基である場合は、立体障害によりコロイダルシリカ砥粒やガラス基板表面との水素結合が阻害されると考えられる。この結果、本発明の作用効果は得られ難い。

[0036] 本発明添加剤の分子量は、500以下であることが好ましい。分子量が500より大きいと、添加剤分子の拡散速度が低下し、コロイダルシリカ砥粒やガラス基板の表面が研磨されることにより生じる新しい表面に添加剤分子が到達する時間が遅くなるので、添加剤による研磨砥粒等の表面への吸着が不十分となる場合がある。このため、シリカ砥粒の研磨面への残留が十分抑制できない場合がある。また、添加剤分子が一度砥粒等の表面へ吸着した後、脱離しにくくなることによって、研磨レートが低下する場合がある。なお、上記観点から、添加剤の分子量はより好ましくは160以下、さらに好ましくは115以下、最も好ましくは100以下である。

[0037] また、本発明添加剤は、前記一般式Iにおいて R_1 と R_2 が結合して形成された環状構造、あるいは R_1 と R_3 が結合して形成された環状構造を有することが好ましい。環状構造をとることで、本発明添加剤の立体構造が固定されるため、非環状構造をとる場合よりも、N-C周辺に非局在化した電子による砥粒やガラス表面のシラノール基への水素結合を阻害しにくくなるのでより好ましい。

本発明添加剤は、上記の環状構造を有する場合、アミド基を有する環状ラクタム系化合物であることが好ましい。水素結合性が特に強いからである。中でも、2-ピロリドン、2-ピペリドン、グリシン無水物は、5員環または6員環であるため比較的安定性が高く、また、水に良く溶けるため特に好適である。これらは、分子量が114以下と比較的小さく拡散速度が速いことも好適な理由である。

[0038] また、本発明添加剤の研磨液中の含有量（添加量）は、0.01重量%～10重量%の範囲内であることが好適である。含有量が0.01重量%未満であると、本発明の作用効果が十分に得られない場合がある。また、含有量が10重量%よりも多いと、コロイダルシリカ砥粒やガラス基板の表面が添加剤によって過剰に覆われてしまい、研磨レートが低下する場合がある。また、含有量が10重量%よりも多いと、粘度が上がりすぎて研磨抵抗が増える場合がある。さらに、含有量が10重量%よりも多いと、スラリーがゲル化する場合がある。本発明添加剤の研磨液中の含有量のより好ましくは、0.1重量%～3重量%の範囲内である。

また、本発明において、研磨液は、酸化剤を含有しないことが好ましい。本発明の添加剤と酸化剤とを両方含むと、添加剤中のアミド基やウレア基が酸化剤と反応して添加剤が分解してしまい、本発明の効果が得られない場合がある。

[0039] 本発明では、研磨処理における研磨方法は特に限定されるものではないが、例えば、ガラス基板と研磨パッドとを接触させ、研磨砥粒を含む研磨液を供給しながら、研磨パッドとガラス基板とを相対的に移動させて、ガラス基板の表面を鏡面状に研磨すればよい。

例えば図3は、ガラス基板の研磨処理に用いることができる遊星歯車方式の両面研磨装置の概略構成を示す縦断面図である。図3に示す両面研磨装置は、太陽歯車2と、その外方に同心円状に配置される内歯歯車3と、太陽歯車2及び内歯歯車3に噛み合い、太陽歯車2や内歯歯車3の回転に応じて公転及び自転するキャリア4と、このキャリア4に保持された被研磨加工物1

を挟持可能な研磨パッド7がそれぞれ貼着された上定盤5及び下定盤6と、上定盤5と下定盤6との間に研磨液を供給する研磨液供給部（図示せず）とを備えている。

[0040] このような両面研磨装置によって、研磨処理時には、キャリア4に保持された被研磨加工物1、即ちガラス基板を上定盤5及び下定盤6とで挟持するとともに、上下定盤5、6の研磨パッド7と被研磨加工物1との間に研磨液を供給しながら、太陽歯車2や内歯歯車3の回転に応じてキャリア4が公転及び自転しながら、被研磨加工物1の上下両面が研磨される。

[0041] 特に仕上げ研磨用の研磨パッドとしては、軟質ポリッシャの研磨パッド（スウェードパッド）であることが好ましい。研磨パッドの硬度はアスカーC硬度で、60以上80以下とすることが好適である。研磨パッドのガラス基板との当接面は、発泡ポアが開口した発泡樹脂、取り分け発泡ポリウレタンとすることが好ましい。このようにして研磨を行うと、ガラス基板の表面を平滑な鏡面状に研磨することができる。

[0042] 本発明においては、洗浄処理後のガラス基板主表面の表面粗さ（ R_a ）と、洗浄処理直前のガラス基板主表面の表面粗さ（ R_a ）との差が、0.06 nm以内とすることが可能であり、より好ましくは0.05 nm以下、さらに0.03 nm以下、またさらに好ましくは0.02 nm以下とすることも可能である。

すなわち、本発明によれば、強いガラスエッチング力を有する洗浄方法（たとえばアルカリ度の高いアルカリ洗浄）を適用しない場合でも、研磨処理後の洗浄による基板表面の粗さ上昇を抑えることが可能である。

[0043] また、洗浄処理直前のガラス基板主表面の表面粗さ（ R_a ）が、0.20 nm以下の超平滑な表面であることが好ましい。本発明によれば、研磨処理後の洗浄による基板表面の粗さ上昇を抑えることができるので、研磨処理によって得られた上記超平滑な基板表面粗さをできる限り悪化させないようにすることが可能である。

また、最終仕上げ研磨における取代は、板厚換算で0.1 μm 以上10 μm

m以下とすることが好ましい。取代が0.1 μm より少ないと表面粗さを0.20 nm以下にできない場合がある。また、取代が10 μm より多いと主表面の端部のRoll-off（ロール・オフ）傾向が強まり、外周側における磁気ヘッドの浮上を阻害するおそれがある。

また、研磨時に基板にかかる荷重は、研磨速度と研磨品質の観点から50～200 g/cm²であることが好ましい。

また、本発明においては、キャリアに複数の基板を同時に保持させ、遊星歯車運動をさせて、複数の基板の両面を同時に研磨することが好ましい。特に、1回の研磨処理（1バッチ）では50枚以上の基板を同時に研磨処理することが好ましい。

[0044] なお、通常、主表面研磨処理は、前記のように研削処理で残留した傷や歪みを除去するための第1研磨処理と、この第1研磨処理で得られた平坦な表面を維持しつつ、ガラス基板主表面の表面粗さを平滑な鏡面に仕上げる第2研磨処理の2段階を経て行われることが一般的である（但し、3段階以上の多段階研磨を行うこともある）が、この場合、少なくとも後段の第2研磨処理、つまり複数の研磨処理のうちの最終仕上げ研磨処理において本発明を適用することが好ましい。

[0045] 本発明においては、ガラス基板を構成するガラス（の硝種）は、アルミノシリケートガラスとすることが好ましい。また、アモルファスのアルミノシリケートガラスとするとさらに好ましい。このようなガラス基板は表面を鏡面研磨することにより平滑な鏡面に仕上げることができ、また加工後の強度が良好である。このようなアルミノシリケートガラスとしては、SiO₂が58重量%以上75重量%以下、Al₂O₃が5重量%以上23重量%以下、Li₂Oが3重量%以上10重量%以下、Na₂Oが4重量%以上13重量%以下を主成分として含有するアルミノシリケートガラス（ただし、リン酸化物を含まないアルミノシリケートガラス）を用いることができる。さらに、例えば、SiO₂を62重量%以上75重量%以下、Al₂O₃を5重量%以上15重

量%以下、 Li_2O を4重量%以上10重量%以下、 Na_2O を4重量%以上12重量%以下、 ZrO_2 を5.5重量%以上15重量%以下、主成分として含有するとともに、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.5以上2.0以下、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.4以上2.5以下であるリン酸化物を含まないアモルファスのアルミノシリケートガラスとすることができる。

[0046] また、次世代基板の特性として耐熱性を求められる場合もある。この場合の耐熱性ガラスとしては、例えば、モル%表示にて、 SiO_2 を50～75%、 Al_2O_3 を0～6%、 BaO を0～2%、 Li_2O を0～3%、 ZnO を0～5%、 Na_2O および K_2O を合計で3～15%、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO を合計で14～35%、 ZrO_2 、 TiO_2 、 La_2O_3 、 Y_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Nb_2O_5 および HfO_2 を合計で2～9%、含み、モル比 $[(\text{MgO}+\text{CaO})/(\text{MgO}+\text{CaO}+\text{SrO}+\text{BaO})]$ が0.85～1の範囲であり、且つモル比 $[\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{MgO}+\text{CaO})]$ が0～0.30の範囲であるガラスを好ましく用いることができる。

なお、本発明は、特に磁気ディスク用ガラス基板に好適であるが、ガラス基板以外の例えばアルミニウム基板(NiP/Al)にも適用することが可能である。

[0047] 本発明においては、上記研磨処理後のガラス基板の表面は、算術平均表面粗さ R_a が0.20nm以下、特に0.15nm以下、更に好ましくは0.10nm以下であることが好ましい。更に、最大粗さ R_{max} が2.0nm以下、特に1.5nm以下、更に好ましくは1.0nm以下であることが好ましい。なお、本発明において R_a 、 R_{max} というときは、日本工業規格(JIS)B0601:1982に準拠して算出される粗さのことである。 R_a は算術平均粗さ、 R_{max} は最大高さである。これらの表面は、鏡面であることが好ましい。

また、本発明において上記表面粗さは、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて $1\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ の範囲を 256×256 ピクセルの解像度で測定したときに得られる表面形状の表面粗さとすることが実用上好ましい。

[0048] 本発明においては、主表面研磨処理の前または後に、化学強化処理を施すことができる。化学強化処理の方法としては、例えば、ガラス転移点の温度を超えない温度領域でイオン交換を行う低温型イオン交換法などが好ましい。化学強化処理とは、溶融させた化学強化塩とガラス基板とを接触させることにより、化学強化塩中の相対的に大きな原子半径のアルカリ金属元素と、ガラス基板中の相対的に小さな原子半径のアルカリ金属元素とをイオン交換し、ガラス基板の表層に該イオン半径の大きなアルカリ金属元素を浸透させ、ガラス基板の表面に圧縮応力を生じさせる処理のことである。化学強化処理されたガラス基板は耐衝撃性に優れているので、例えばモバイル用途のHDDに搭載するのに特に好ましい。化学強化塩としては、硝酸カリウムや硝酸ナトリウムなどのアルカリ金属硝酸を好ましく用いることができる。

[0049] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法によって、図1および図2に示すように、両主表面11, 11と、その間に外周側端面12、内周側端面13を有する円板状のガラス基板1が得られる。外周側端面12は、側壁面12aと、その両側の主表面との間にある面取面12b、12bによりなる。内周側端面13についても同様の形状である。

[0050] 以上説明したように、本発明によれば、研磨砥粒の洗浄残りを抑制して、基板表面欠陥を十分に低減させることが可能となる。また、本発明によれば、精密研磨で得られた平滑な表面粗さをできる限り悪化させずに洗浄処理を行うことが可能で、その結果、低粗さ（高平滑性）を達成できる。したがって、このような本発明によれば、基板主表面の粗さをよりいっそう低減し、なお且つ異物付着等による表面欠陥を従来品より低減することができる高品質の磁気ディスク用ガラス基板を製造することが可能である。本発明によって得られる磁気ディスク用ガラス基板は、特に基板表面品質への要求が現行よりもさらに厳しいものとなっている次世代用の基板として好適に使用することが可能である。

[0051] また、本発明は、以上の磁気ディスク用基板を用いた磁気ディスクの製造方法についても提供する。本発明において磁気ディスクは、本発明により得

られる磁気ディスク用基板の上に少なくとも磁性層（磁気記録層）を形成して製造される。磁性層の材料としては、異方性磁界の大きな六方晶系である CoCrPt 系や CoPt 系強磁性合金を用いることができる。磁性層の形成方法としてはスパッタリング法、例えばDCマグネトロンスパッタリング法によりガラス基板等の上に磁性層を成膜する方法を用いることが好適である。

[0052] また、磁性層の上に、保護層、潤滑層をこの順に形成することが好ましい。保護層としてはアモルファスの水素化炭素系保護層が好適である。また、潤滑層としては、パーフルオロポリエーテル系化合物の潤滑剤を用いることができる。

本発明によって得られる磁気ディスク用ガラス基板を用いることにより、たとえばDFH機能を搭載した低浮上量設計の磁気ヘッドと組み合わせた場合においても長期に安定した動作が可能な信頼性の高い磁気ディスクを得ることができる。

実施例

[0053] 以下に実施例を挙げて、本発明の実施の形態について具体的に説明する。なお、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

（実施例1）

以下の（1）粗研削処理、（2）形状加工処理、（3）精研削処理、（4）端面研磨処理、（5）主表面第1研磨処理、（6）化学強化処理、（7）主表面第2研磨処理、を経て本実施例の磁気ディスク用ガラス基板を製造した。

[0054] （1）粗研削処理

まず、熔融ガラスから上型、下型、胴型を用いたダイレクトプレスにより直径66mmφ、厚さ1.0mmの円盤状のアルミノシリケートガラスからなるガラス基板を得た。なお、このようなダイレクトプレス以外に、ダウンドロー法やフロート法で製造された板ガラスから所定の大きさに切り出してガラス基板を得てもよい。このアルミノシリケートガラスとしては、 SiO_2

: 58～75重量%、 Al_2O_3 : 5～23重量%、 Li_2O : 3～10重量%、 Na_2O : 4～13重量%を含有する化学強化可能なガラスを使用した。

[0055] 次いで、このガラス基板に寸法精度及び形状精度の向上させるためアルミナ系の遊離砥粒を用いて粗研削処理を行った。この粗研削処理は両面研削装置を用いて行った。

[0056] (2) 形状加工処理

次に、円筒状の砥石を用いてガラス基板の中央部分に孔を空けると共に、外周端面の研削をして直径を65mm ϕ とした後、外周端面および内周端面に所定の面取り加工を施した。一般に、2.5インチ型HDD（ハードディスクドライブ）では、外径が65mmの磁気ディスクを用いる。

[0057] (3) 精研削処理

この精研削処理は両面研削装置を用い、ダイヤモンド砥粒を樹脂で固定したペレットが貼り付けられた上下定盤の間にキャリアにより保持したガラス基板を密着させてクーラントを供給しつつ行なった。

上記精研削処理を終えたガラス基板を洗浄した。

[0058] (4) 端面研磨処理

次いで、ブラシ研磨により、ガラス基板を回転させながらガラス基板の端面（内周、外周）を研磨した。そして、上記端面研磨を終えたガラス基板を洗浄した。

[0059] (5) 主表面第1研磨処理

次に、上述した研削処理で残留した傷や歪みを除去するための第1研磨処理を前述の図3に示す両面研磨装置を用いて行なった。両面研磨装置においては、研磨パッド7が貼り付けられた上下研磨定盤5、6の間にキャリア4により保持したガラス基板を密着させ、このキャリア4を太陽歯車2と内歯車3とに噛合させ、上記ガラス基板を上下定盤5、6によって挟圧する。その後、研磨パッドとガラス基板の研磨面との間に研磨液を供給して各歯車と上下定盤をそれぞれ回転させることによって、ガラス基板が定盤5、6上で自転しながら公転して遊星歯車機構により両面を同時に研磨加工するもの

である。具体的には、ポリシャ（研磨パッド）として硬質ポリシャ（硬質発泡ウレタン）を用い、第1研磨処理を実施した。研磨液としては、酸化セリウム（平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ ）を研磨砥粒として含む中性に調整されたものを使用した。また、研磨荷重は $100\ \text{g}/\text{cm}^2$ 、取代は板厚換算で $30\ \mu\text{m}$ とした。研磨後の基板表面の粗さは R_a で $0.5\ \text{nm}$ 以下であった。また、研磨後の基板表面は鏡面であった。

上記第1研磨処理を終えたガラス基板を洗浄した。

[0060] （6）化学強化処理

次に、上記洗浄を終えたガラス基板に化学強化を施した。硝酸カリウムと硝酸ナトリウムの混合した熔融塩である化学強化液中に上記洗浄・乾燥済みのガラス基板を浸漬して化学強化処理を行なった。化学強化を終えたガラス基板を洗浄した。

[0061] （7）主表面第2研磨処理

次いで上記の第1研磨処理で使用したものと同様の両面研磨装置を用い、ポリシャをアスカーC硬度が70の軟質ポリシャ（スウェードタイプ）の研磨パッド（発泡ポリウレタン製）に替えて第2研磨処理を実施した。この第2研磨処理は、上述した第1研磨処理で得られた平坦な表面を維持しつつ、例えばガラス基板主表面の表面粗さを R_a で $0.2\ \text{nm}$ 以下、 R_{max} で $2\ \text{nm}$ 以下の平滑な鏡面に仕上げるための鏡面研磨処理である。研磨液としては、10重量%のコロイダルシリカ（平均粒径 $15\ \text{nm}$ ）を研磨砥粒として含む研磨液中に、2-ピロリドン 1.0 重量%の含有量（添加量）で含有させたものを使用した。なお、研磨液の pH は、予め硫酸を添加して酸性（ $\text{pH}=2$ ）に調整した。また、研磨荷重は $100\ \text{g}/\text{cm}^2$ 、取代は板厚換算で $3\ \mu\text{m}$ とした。

[0062] 次に、上記第2研磨処理を終えたガラス基板を洗浄処理（最終洗浄処理）した。具体的には、アルカリ性洗剤を純水に添加した洗浄槽に浸漬して、超音波洗浄を行った。その後、ガラス基板を純水で十分にリンスした後、乾燥させた。

[0063] 上記各処理を経て得られた100枚のガラス基板について、上記最終洗浄処理後のガラス基板主表面の表面粗さ(Ra)と、上記最終洗浄処理直前(つまり第2研磨処理終了後)のガラス基板主表面の表面粗さ(Ra)をそれぞれ原子間力顕微鏡(AFM)にて測定し、その差(ΔRa :洗浄処理後のRaから洗浄処理前のRaを引いた値)を求めたところ、0.06nm以内であった。なお、上記表面粗さの値は製造したガラス基板から任意に選択した10枚の平均値である。また、以下の実施例2~12においても ΔRa は同様に0.06nm以内であった。

また、得られた100枚のガラス基板から任意に選択した10枚に対して異物欠陥の評価を実施した。選択したガラス基板10枚の表裏の主表面をレーザー式の表面検査装置にて観察し、検出された表面欠陥のうち1面あたり10点ずつをSEM及びEDSで分析した。そして、シリカ砥粒の残留が原因である欠陥のカウント数に応じてレベル1~4に分けた。すなわち、上記カウント数が1個以下の場合をレベル1、2~3個の場合をレベル2、4~5個の場合をレベル3、6個以上の場合をレベル4とした。レベル1が最も欠陥が少なく、レベル1~3が合格である。レベル4はシリカ砥粒の残留が多く不合格である。なお、上記カウント数は1面あたりの平均値である。

また、本実施例の上記第2研磨処理における研磨速度は、上記本発明添加剤を研磨液に含有させなかった場合と同等であった。

[0064] (実施例2~12)

上記実施例1における主表面第2研磨処理に用いた研磨液に含有させる本発明添加剤を表1に示す物質にそれぞれ替えた研磨液を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、実施例2~12のガラス基板を作製した。

[0065] (比較例1~6)

上記実施例1における主表面第2研磨処理に用いた研磨液に含有させる本発明添加剤を表1に示す物質にそれぞれ替えた研磨液を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、比較例1~6のガラス基板を作製した。

[0066] 上記実施例2~12、及び比較例1~6で作製したガラス基板についても

、実施例 1 と同様に異物欠陥評価を行い、その結果を纏めて下記表 1 に示した。

[0067] [表1]

表1	添加剤種類	添加剤分子量	研磨液pH	異物欠陥評価
実施例1	2-ピロリドン	85	2	レベル1
実施例2	2-ピペリドン	99	2	レベル1
実施例3	グリシン無水物	114	2	レベル1
実施例4	2-イミダゾリジノン	86	2	レベル2
実施例5	テトラヒドロ-2-ピリミジノン	100	2	レベル2
実施例6	ヒダントイン	100	2	レベル2
実施例7	グリコールウリル	142	2	レベル2
実施例8	アラントイン	158	2	レベル2
実施例9	アセトアミド	59	2	レベル3
実施例10	N-メチルアセトアミド	73	2	レベル3
実施例11	N-エチルプロピオン酸アミド	101	2	レベル3
実施例12	N-プロピルブチルアミド	129	2	レベル3
比較例1	N-メチル-2-ピロリドン	99	2	レベル4
比較例2	ポリビニルピロリドン	約40000(平均)	2	レベル4
比較例3	γ-ブチロラクトン	86	2	レベル4
比較例4	N, N'-ジメチルホルムアミド	73	2	レベル4
比較例5	N, N'-ジメチルアセトアミド	87	2	レベル4
比較例6	なし	-	2	レベル4

[0068] 上記表 1 の結果から以下のことがわかる。

1. 本発明の実施例によれば、研磨処理に適用する研磨液に本発明添加剤を添加剤として含有することにより、比較例に対して異物検出数を大幅に少なくすることが可能であり、異物表面欠陥を十分に低減させることができる。

また、実施例 1 ～ 8 と実施例 9 ～ 12 との対比から、本発明添加剤は特に環状構造を有する化合物が好ましい。

また、実施例 1 ～ 3 と実施例 4 ～ 8 との対比から、本発明添加剤は特に、ウレア系化合物よりも、アミド系化合物が好ましい。この理由は、ウレア基の酸素原子の電子がアミド基の酸素原子の電子よりも非局在化しにくいためと推察される。

2. これに対して、比較例 1 ～ 5 では、本発明添加剤とは異なる種類の添加剤を研磨液に含有させても、洗浄後のシリカ砥粒の残留が原因である異物欠陥が多く検出された。この異物欠陥を少なくするためにはたとえばエッチング力の強いアルカリ洗浄を行う必要があり、洗浄後の基板表面の粗さ上昇が大きくなる。また、研磨液に添加剤を添加しない比較例 6 においても、異物

欠陥が多く検出された。

[0069] (実施例 13～16)

上記実施例 1 における主表面第 2 研磨処理に用いた研磨液に含有させる本発明添加剤（2-ピロリドン）を表 2 に示す含有量（添加量）にそれぞれ変更した研磨液を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 13～16 のガラス基板を作製した。

上記第 2 研磨処理時の研磨速度を求め、その結果を纏めて以下の表 2 に示した。また、実施例 1 の結果についてもあわせて示した。なお、表 2 に示す研磨速度は、実施例 1 の研磨速度を 1 としたときの相対値（つまり、実施例 13, 14, 15 又は 16 の研磨速度／実施例 1 の研磨速度）である。この研磨速度の比が 0.90 以上あれば実用上問題はない。

[0070] [表2]

表2	含有量(重量%)	研磨速度
実施例13	0.1	1.00
実施例1	1.0	1.00
実施例14	3.0	0.98
実施例15	10.0	0.95
実施例16	12.0	0.85

[0071] 上記表 2 に示されるように、本発明添加剤の含有量が 10 重量%以下であれば、研磨速度の低下は小さく実用上問題とならない。しかし、含有量が 10 重量%を超えると研磨速度が急激に低下してしまう。なお、実施例 13～16 における異物欠陥評価は実施例 1 とほぼ同等であった。

[0072] (実施例 17～19)

上記実施例 1 における主表面第 2 研磨処理に用いた研磨液の pH を表 3 に示す pH（アルカリ性領域）にそれぞれ調整した研磨液を用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 17～19 のガラス基板を作製した。なお、研磨液の pH は、予めテトラメチルアンモニウムヒドロキシドを添加して調整した。

上記最終洗浄処理前後のガラス基板主表面の表面粗さ（ R_a ）の差（ ΔR_a ）を上記実施例 1 と同様にして求め、その結果を纏めて以下の表 3 に示した。また、実施例 1 の結果についてもあわせて示した。

[0073] [表3]

表3	研磨液のpH	最終洗浄前後の R_a の差： $\Delta R_a(\text{nm})$
実施例1	2.0	0.06
実施例17	7.0	0.05
実施例18	10.0	0.03
実施例19	11.0	0.02

[0074] 上記表 3 の結果から、本発明の研磨液をアルカリ性で用いることにより、最終洗浄処理による表面粗さの上昇を極めて小さく抑制することが可能である。研磨液の pH は、表面粗さ低減の観点からは、pH が 10 以上であることが好適である。

[0075] (実施例 21～32、比較例 7～12)

上記主表面第 2 研磨処理に用いる研磨液として、10 重量%のコロイダルシリカ（平均粒径 15 nm）を研磨砥粒として含む研磨液中に、表 4 に示す各添加剤を 1.0 重量%の含有量（添加量）で含有させたものを使用した。研磨液の pH は、予めテトラメチルアンモニウムヒドロキシドを添加して全てアルカリ性（pH = 12.5）に調整した。また、研磨荷重は 100 g/cm²、取代は板厚換算で 3 μm とした。

上記主表面第 2 研磨処理に上記のようにして調製した研磨液をそれぞれ用いたこと以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 21～32 及び比較例 7～12 のガラス基板を作製した。

上記実施例 1 と同様にして異物欠陥評価を行い、その結果を纏めて以下の表 4 に示した。また、上記最終洗浄処理前後のガラス基板主表面の表面粗さの差（ ΔR_a ）についても上記実施例 1 と同様にして求めた。

[0076] [表4]

表4	添加剤種類	異物欠陥評価
実施例21	2-ピロリドン	レベル1
実施例22	2-ピペリドン	レベル1
実施例23	グリシン無水物	レベル1
実施例24	2-イミダゾリジノン	レベル2
実施例25	テトラヒドロ-2-ピリミジノン	レベル2
実施例26	ヒダントイン	レベル2
実施例27	グリコールウリル	レベル2
実施例28	アラントイン	レベル2
実施例29	アセトアミド	レベル3
実施例30	N-メチルアセトアミド	レベル3
実施例31	N-エチルプロピオン酸アミド	レベル3
実施例32	N-プロピルブチルアミド	レベル3
比較例7	N-メチル-2-ピロリドン	レベル4
比較例8	ポリビニルピロリドン	レベル4
比較例9	γ -ブチロラクトン	レベル4
比較例10	N, N'-ジメチルホルムアミド	レベル4
比較例11	N, N'-ジメチルアセトアミド	レベル4
比較例12	なし	レベル4

[0077] 本発明の研磨液をアルカリ性で用い、アルカリ性で研磨することにより、酸性研磨（上記表1の結果）と比較して、異物欠陥数のレベルは同等ながら、 $\Delta R a$ は全てのサンプルで0.03nm以下となった。よって、アルカリ性研磨は、表面粗さ低減の観点で有利である。

[0078] (磁気ディスクの製造)

上記実施例1で得られた磁気ディスク用ガラス基板に以下の成膜工程を施して、垂直磁気記録用磁気ディスクを得た。

すなわち、上記ガラス基板上に、CrTi系合金薄膜からなる付着層、CoTaZr合金薄膜からなる軟磁性層、NiWからなるシード層、Ru薄膜からなる下地層、CoCrPt系合金からなる垂直磁気記録層、カーボン保護層、潤滑層を順次成膜した。保護層は、磁気記録層が磁気ヘッドとの接触

によって劣化することを防止するためのもので、水素化カーボンからなり、耐磨耗性が得られる。また、潤滑層は、アルコール変性パーフルオロポリエーテルの液体潤滑剤をディップ法により形成した。

得られた磁気ディスクについて、D F Hヘッドを備えたH D Dに組み込み、80℃かつ80% R Hの高温高湿環境下においてD F H機能を作動させつつ1ヶ月間のロードアンロード耐久性試験を行ったところ、特に障害も無く、良好な結果が得られた。なお、他の実施例で得られた磁気ディスク用ガラス基板を用いた場合も同様の結果が得られた。

符号の説明

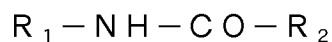
- [0079] 1 ガラス基板
- 2 太陽歯車
- 3 内歯歯車
- 4 キャリア
- 5 上定盤
- 6 下定盤
- 7 研磨パッド
- 1 1 基板の主表面
- 1 2, 1 3 基板の端面

請求の範囲

[請求項1] 円板状の基板を、表面に研磨パッドが配備された一対の定盤で挟み、前記円板状の基板の研磨面にコロイダルシリカを研磨砥粒として含む研磨液を供給して前記円板状の基板の主表面を研磨する研磨処理を含む磁気ディスク用基板の製造方法であって、

前記研磨液は、下記一般式 I で示される物質を添加剤として含有することを特徴とする磁気ディスク用基板の製造方法。

一般式 I



(式中、 R_1 はアルキル基または水素原子を表し、 R_2 はアルキル基または $-NH-R_3$ を表す。 R_3 はアルキル基を表す。 R_1 と R_2 は互いに同一の基であっても異なる基であってもよい。また、 R_1 と R_2 が結合して環を形成してもよい。また、 R_2 が $-NH-R_3$ である場合、 R_1 と R_3 が結合して環を形成してもよい。)

[請求項2] 前記一般式 I で示される物質の分子量が、500以下であることを特徴とする請求項1に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[請求項3] 前記一般式 I で示される物質は、前記一般式 I において R_1 と R_2 が結合して形成された環状構造、あるいは R_1 と R_3 が結合して形成された環状構造を有することを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[請求項4] 前記一般式 I で示される物質は、2-ピロリドン、2-ピペリドン、グリシン無水物からなる群より選ばれた1種以上の物質であることを特徴とする請求項3に記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[請求項5] 前記一般式 I で示される物質の研磨液中の含有量は、0.01重量%～10重量%の範囲内であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[請求項6] 前記研磨液は、アルカリ性に調整されたものであることを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法

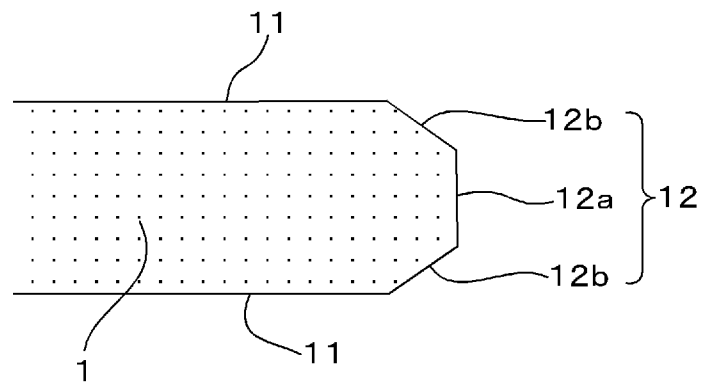
。

[請求項7] 前記研磨処理は、複数の研磨処理のうち最後の研磨処理であることを特徴とする請求項1乃至6のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

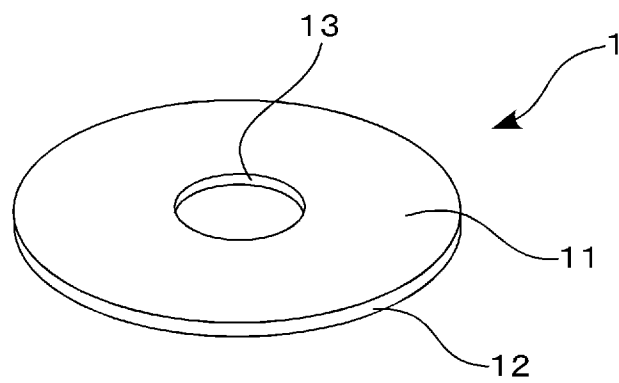
[請求項8] 前記磁気ディスク用基板は、ガラス基板であることを特徴とする請求項1乃至7のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法。

[請求項9] 請求項1乃至8のいずれかに記載の磁気ディスク用基板の製造方法により製造された磁気ディスク用基板上に、少なくとも磁気記録層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

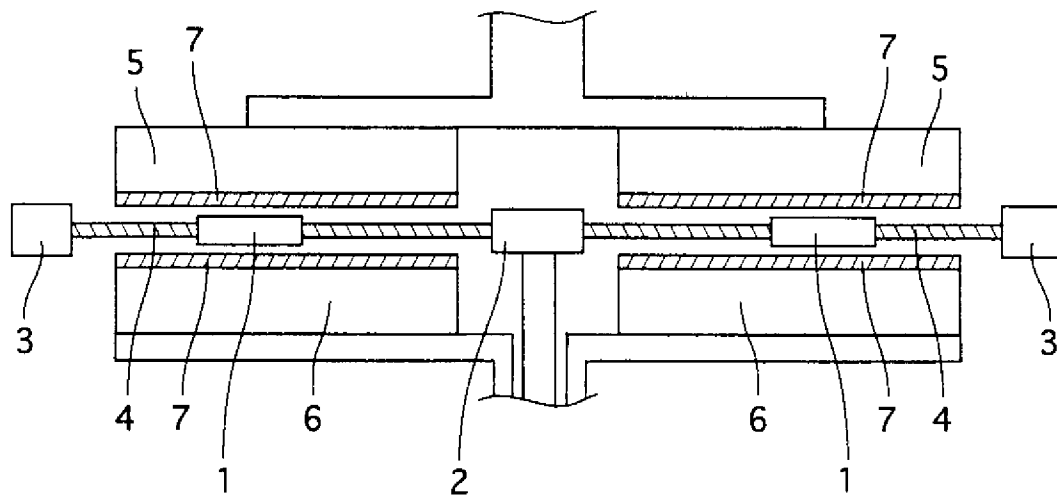
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/052892

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, C09K3/14(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, B24B37/00, C09K3/14

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	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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.
A	JP 2002-294223 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 09 October 2002 (09.10.2002), paragraphs [0013] to [0047] (Family: none)	1-9
A	WO 2009/096495 A1 (Fujimi Inc.), 06 August 2009 (06.08.2009), paragraphs [0011] to [0033] & US 2010/0301014 A1 & EP 2237311 A1	1-9
A	JP 2012-107226 A (Kao Corp.), 07 June 2012 (07.06.2012), paragraphs [0010] to [0056] & US 2013/0220973 A1 & CN 103180902 A	1-9

☐ 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
13 March 2015 (13.03.15)

Date of mailing of the international search report
24 March 2015 (24.03.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

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, B24B37/00(2012.01)i, C09K3/14(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, B24B37/00, C09K3/14

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 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 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
A	JP 2002-294223 A（信越半導体株式会社）2002. 10. 09, 段落[0013]-[0047]（ファミリーなし）	1 - 9
A	WO 2009/096495 A1（株式会社フジミインコーポレーテッド） 2009. 08. 06, 段落[0011]-[0033] & US 2010/0301014 A1 & EP 2237311 A1	1 - 9
A	JP 2012-107226 A（花王株式会社）2012. 06. 07, 段落[0010]-[0056] & US 2013/0220973 A1 & CN 103180902 A	1 - 9

☐ 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 3 . 0 3 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

2 4 . 0 3 . 2 0 1 5

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）

白井 卓巳

5 D

4 5 5 0

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