

(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  
2014年3月27日(27.03.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/045654 A1

- (51) 国際特許分類:  
G11B 5/84 (2006.01) C03C 19/00 (2006.01)  
B24B 37/00 (2012.01) C03C 23/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/066707
- (22) 国際出願日: 2013年6月18日(18.06.2013)
- (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 2012-206989 2012年9月20日(20.09.2012) 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: 島津 典子(SHIMAZU, Noriko); 〒1007015 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 コニカミノルタ株式会社内 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).

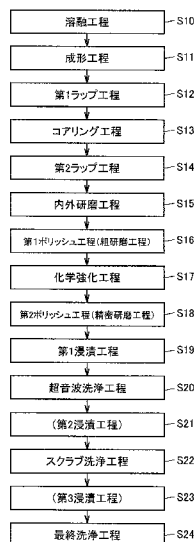
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, 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, 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

[続葉有]

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

(54) 発明の名称: 情報記録媒体用ガラス基板の製造方法

FIG.3



S10 Melting step  
S11 Molding step  
S12 First lapping step  
S13 Coring step  
S14 Second lapping step  
S15 Inside/outside polishing step  
S16 First polishing step (rough polishing step)  
S17 Chemical strengthening step  
S18 Second polishing step (precision polishing step)  
S19 First immersion step  
S20 Ultrasonic cleaning step  
S21 (Second immersion step)  
S22 Scrub cleaning step  
S23 (Third immersion step)  
S24 Final cleaning step

(57) Abstract: This method for producing a glass substrate for a recording medium is provided with: a precision polishing step (S18) for precision polishing the primary surface of a glass member with an acidic, colloidal-silica-containing polishing liquid having a pH of no greater than 4; a first immersion step (S19), after the precision polishing step (S18), for immersing in a solution for at least 5 minutes; and an ultrasonic cleaning step (S20), after the first immersion step (S19), for subjecting the glass member to ultrasonic cleaning. The surface roughness (Ra) of the glass member that has been precision polished in the precision polishing step (S18) is no greater than 3.0 Å in a measurement range of 1 μm<sup>2</sup>, and the pH of the solution in the first immersion step (S19) is 6.5-8.5 inclusive.

(57) 要約: 記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス部材の主表面をpH4以下の酸性のコロイダルシリカを含む研磨液で精密研磨する精密研磨工程(S18)と、精密研磨工程(S18)後に、溶液に5分以上浸漬させる第1浸漬工程(S19)と、第1浸漬工程(S19)後にガラス部材に超音波洗浄を施す超音波洗浄工程(S20)とを備え、精密研磨工程(S18)において精密研磨されたガラス部材の表面粗さRaは、1 μm<sup>2</sup>の測定範囲において、3.0 Å以下であり、第1浸漬工程(S19)の溶液のpHは、6.5以上8.5以下である。

WO 2014/045654 A1

**WO 2014/045654 A1**



---

(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))

## 明 細 書

発明の名称： 情報記録媒体用ガラス基板の製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] コンピュータなどに用いられる情報記録媒体（磁気ディスク記録媒体）には、従来からアルミニウム基板またはガラス基板が用いられている。これらの基板上に磁気薄膜層が形成され、磁気薄膜層を磁気ヘッドで磁化することにより、磁気薄膜層に情報が記録される。

[0003] 近年、ハードディスクドライブ（HDD）装置においては、記録密度が増々高密度化されてきている。記録密度の高密度化により、情報記録媒体（メディア）と情報記録媒体上を浮上しながら記録の読み書きを行なうヘッドとのギャップ（フライングハイト）は数nm程度にまで狭小化している。

[0004] フライングハイトが小さくなるにつれて、情報記録媒体をハードディスクドライブ装置に用いた場合の、媒体に記録されたデータにアクセスする際のリードエラーおよび／またはライトエラー、磁気ヘッドが媒体表面に衝突するヘッドクラッシュなどの問題が発生しやすくなっている。

[0005] そのため、情報記録媒体用ガラス基板に求められる清浄性は非常に高く、例えば研磨材、異物を確実に除去するために研磨工程後に、液体と接触させて付着物を除去しやすくした後でスクラブ洗浄を行なう等で対応してきた。

### 先行技術文献

#### 特許文献

[0006] 特許文献1：特許第4623210号

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0007] しかし、次世代の630Gbit/inch<sup>2</sup>以上の面記録密度に対応した情報記録媒体用ガラス基板において、平滑性、清浄性に問題がないにもかかわらず

ならず、磁気薄膜層を形成して情報記録媒体とされた場合において電磁変換特性（S N R）が低下し、読み取り精度を低下させてしまうという問題が発生した。

[0008] このような問題を精査したところ、メディアメーカーで行われる、更に清浄性を上げるために磁性膜形成前にアルカリ性の溶液で情報記録媒体用ガラス基板を洗浄し、基板上のわずかなパーティクルも除去するという工程において、わずかにガラス成分が溶出し、表面状態が変化してしまうために、その後、スパッタリング等で磁気薄膜層を形成する際の条件にバラツキが発生し、上記の問題が起こっていることが分かった。

[0009] 本発明は、上記のような課題に鑑みてなされたものであって、その目的は、清浄性を上げるために磁性膜形成前にアルカリ性の溶液で情報記録媒体用ガラス基板を洗浄したとしても、表面状態が変化することを抑制することができる情報記録媒体用ガラス基板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

[0010] 本発明に係る情報記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板の主表面上に磁気薄膜層が形成され、磁気記録面における記録密度が630 G b i t /平方インチ以上である情報記録媒体に用いられる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法である。上記情報記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス部材の主表面をp H 4 以下の酸性のコロイダルシリカを含む研磨液で精密研磨する精密研磨工程と、精密研磨工程後に、溶液に5分以上浸漬させる第1 浸漬工程と、第1 浸漬工程後にガラス部材に超音波洗浄を施す超音波洗浄工程とを備える。上記精密研磨工程において精密研磨されたガラス部材の表面粗さR a は、1  $\mu$  m<sup>2</sup>の測定範囲において、3. 0 Å以下である。上記第1 浸漬工程の溶液のp Hは、6. 5以上8. 5以下である。

[0011] 好ましくは、上記超音波洗浄工程後に、ガラス部材をp H 6. 5以上8. 5以下の溶液に5分以上浸漬する第2 浸漬工程をさらに備える。好ましくは、上記超音波洗浄工程後にガラス部材にスクラブ洗浄を施すスクラブ洗浄工程と、スクラブ洗浄工程後に、p H 6. 5以上8. 5以下の溶液に5分以上

浸漬させる第3浸漬工程とさらに備える。

- [0012] 好ましくは、上記溶液のpHが6.5を下回ると、pHが6.5以上8.5以下となるように、溶液に調整剤を添加する工程をさらに備える。好ましくは、上記第1浸漬工程の溶液のpHは7以上8以下である。好ましくは、上記第1浸漬工程における浸漬時間は、120分以下である。

### 発明の効果

- [0013] 本発明に係る情報記録媒体用ガラス基板の製造方法によれば、浄性を上げるために磁性膜形成前にアルカリ性の溶液で情報記録媒体用ガラス基板を洗浄したとしても、表面状態が変化することを抑制することができる情報記録媒体用ガラス基板を製造することができる。

### 図面の簡単な説明

- [0014] [図1]情報記録媒体用ガラス基板1Gの斜視図である。  
[図2]情報記録媒体の斜視図である。  
[図3]ガラス基板1Gおよび情報記録媒体1の製造方法を示すフロー図である。

### 発明を実施するための形態

- [0015] 以下に、本発明の実施の形態および実施例について説明する。同一または相当する部分に同一の参照符号を付し、その説明を繰返さない場合がある。以下に説明する実施の形態および実施例において、個数、量などに言及する場合、特に記載がある場合を除き、本発明の範囲は必ずしもその個数、量などに限定されない。以下の実施の形態において、各々の構成要素は、特に記載がある場合を除き、本発明にとって必ずしも必須のものではない。

(情報記録媒体1の構成)

図1および図2を参照して、情報記録媒体用ガラス基板1Gおよび情報記録媒体1の構成について説明する。図1は、情報記録媒体用ガラス基板1Gの斜視図、図2は、情報記録媒体の斜視図である。

- [0016] 図1に示すように、情報記録媒体1に用いられる情報記録媒体用ガラス基板1G（以下、「ガラス基板1G」と称する。）は、中心に孔11が形成さ

れた環状の円板形状を呈している。ガラス基板 1 G は、外周端面 1 2、内周端面 1 3、表主表面 1 4、および裏主表面 1 5 を有している。ガラス基板 1 G としては、アモルファスガラス等を用い、たとえば、外径約 65 mm、内径約 20 mm、厚さ約 0.8 mm、表面粗さは、約 2.0 Å 以下である。

[0017] ガラス基板 1 G のインチサイズに特に限定はなく、0.8 インチ、1.0 インチ、1.8 インチ、2.5 インチ、3.5 インチ各種ガラス基板 1 G を、情報記録媒体用のディスクとして製造してもよい。

[0018] 落下衝撃によるガラス基板 1 G の割れに対して有効であることから、ガラス基板 1 G の厚みは 0.30 mm ~ 2.2 mm が好ましい。ここでいうガラス基板 1 G の厚みとは基板上の点対象となる任意の何点かで測定した値の平均値を意味する。

[0019] 図 2 に示すように、情報記録媒体 1 は、上記したガラス基板 1 G の表主表面 1 4 上に磁気薄膜層 2 3 が形成されている。図示では、表主表面 1 4 上のみ磁気薄膜層 2 3 が形成されているが、裏主表面 1 5 上にも磁気薄膜層 2 3 を設けることも可能である。

[0020] 磁気薄膜層 2 3 の形成方法としては従来公知の方法を用いることができ、たとえば、磁性粒子を分散させた熱硬化性樹脂をガラス基板 1 G 上にスピコートして形成する方法、スパッタリングにより形成する方法、無電解めっきにより形成する方法が挙げられる。

[0021] スピコート法での膜厚は約 0.3 ~ 1.2 μm 程度、スパッタリング法での膜厚は 0.04 ~ 0.08 μm 程度、無電解めっき法での膜厚は 0.05 ~ 0.1 μm 程度であり、薄膜化および高密度化の観点からはスパッタリング法および無電解めっき法による膜形成がよい。

[0022] 磁気薄膜層 2 3 に用いる磁性材料としては、特に限定はなく従来公知のものが使用できるが、高い保持力を得るために結晶異方性の高い Co を基本とし、残留磁束密度を調整する目的で Ni、Cr を加えた Co 系合金などが好適である。近年では、熱アシスト記録用に好適な磁性層材料として、FePt 系の材料が用いられるようになってきている。

- [0023] 磁気ヘッドの滑りをよくするために磁気薄膜層 2 3 の表面に潤滑剤を薄くコーティングしてもよい。潤滑剤としては、例えば液体潤滑剤であるパーフロロポリエーテル（PFPE）をフレオン系などの溶媒で希釈したものが挙げられる。
- [0024] 必要により下地層、保護層を設けてもよい。情報記録媒体 1 における下地層は磁性膜に応じて選択される。下地層の材料としては、例えば、Cr、Mo、Ta、Ti、W、V、B、Al、Ni などの非磁性金属から選ばれる少なくとも一種以上の材料が挙げられる。
- [0025] 下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数層構造としても構わない。例えば、Cr/Cr、Cr/CrMo、Cr/CrV、NiAl/Cr、NiAl/CrMo、NiAl/CrV 等の多層下地層としてもよい。
- [0026] 磁気薄膜層 2 3 の摩耗、腐食を防止する保護層としては、例えば、Cr 層、Cr 合金層、カーボン層、水素化カーボン層、ジルコニア層、シリカ層などが挙げられる。保護層は、下地層、磁性膜など共にインライン型スパッタ装置で連続して形成できる。保護層は、単層としてもよく、あるいは、同一又は異種の層からなる多層構成としてもよい。
- [0027] 上記保護層上に、あるいは上記保護層に替えて、他の保護層を形成してもよい。例えば、上記保護層に替えて、Cr 層の上にテトラアルコキシランをアルコール系の溶媒で希釈した中に、コロイダルシリカ微粒子を分散して塗布し、さらに焼成して酸化ケイ素（SiO<sub>2</sub>）層を形成してもよい。
- [0028] 上述のように、情報記録媒体用のガラス基板 1 G は、製造後に梱包材料に密閉梱包されて流通された後、梱包材料から取り出されて磁気薄膜層 2 3 等が設けられるが、磁気薄膜層 2 3 等を設ける直前に、梱包時および運搬時に付着した微小パーティクルを除去したり、条件の違いによる表面状態の不均一性を解消する為に、アルカリ溶液等により洗浄処理が施される。
- [0029] このようなアルカリ処理が施された場合であっても、当該情報記録媒体用ガラス基板を 40℃、pH 11 の水酸化ナトリウム溶液で 30 分浸漬させる

アルカリ処理を行った場合に、ガラス基板の主表面 14, 15 の  $\text{SiOH}/\text{Si}$  の平均値が、0.20 以上 0.50 以下となるような情報記録媒体用ガラス基板であれば、磁気記録面における記録密度 630 Gbit/平方インチ以上であるような記録密度が非常に高い情報記録媒体に用いられた場合であっても信号対雑音比 (S/N 比) の低下を十分に抑制可能である。

[0030] 次に、磁気薄膜層の形成前にアルカリ処理が施されたとしても、S/N 比の低下を抑制することができるガラス基板の製造方法について説明する。

[0031] (ガラス基板 1 G の製造工程)

次に、図 3 を参照して、本実施の形態に係るガラス基板 1 G および情報記録媒体 1 の製造方法を説明する。図 3 は、ガラス基板 1 G および情報記録媒体 1 の製造方法を示すフロー図である。

[0032] まず、ステップ 10 (以下、「S10」と略す。ステップ 11 以降も同様。) の「ガラス溶融工程」において、ガラス基板を構成するガラス素材を溶融する。

[0033] S11 の「プレス成形工程」において、溶融させたガラス素材を上型および下型を用いたプレスによりガラス基板を作製した。使用したガラス組成は、一般的なアルミノシリケートガラスを用いた。ガラス基板の作製方法としては成形に限らず、公知の手法である板ガラスからの切り出し等でも構わず、ガラス組成もこれに限らない。

[0034] S12 の「第 1 ラップ工程 (第 1 研削工程)」において、ガラス基板の両主表面をラッピング加工した。この第 1 ラップ工程は、遊星歯車機構を利用した両面ラッピング装置を用いて行なった。具体的には、ガラス基板の両面に上下からラップ定盤を押圧させ、研削液をガラス基板の主表面上に供給し、これらを相対的に移動させてラッピング加工を行なった。このラッピング加工により、おおよそ平坦な主表面を有するガラス基板を得た。

[0035] S13 の「コアリング工程」において、円筒状のダイヤモンドドリルを用いて、ガラス基板の中心部に穴を形成し、円環状のガラス基板を作製した。ガラス基板の内周端面、および外周端面をダイヤモンド砥石によって研削し

、所定の面取り加工を実施した。

[0036] S 1 4 の「第 2 ラップ工程（第 2 研削工程）」において、ガラス基板の両主表面について、上記第 1 ラップ工程（S 1 2）と同様に、ラッピング加工を行なった。この第 2 ラップ工程を行なうことにより、前工程のコアリングおよび端面加工において主表面に形成された微細な凹凸形状を予め除去しておくことができる。その結果、後工程での主表面の研磨時間を短縮することができる。

[0037] S 1 5 の「内外周研磨工程」において、ガラス基板の外周端面について、ブラシ研磨による鏡面研磨を行なった。このとき研磨砥粒としては、一般的な酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いた。

[0038] S 1 6 の「第 1 ポリッシュ工程（粗研磨工程）」において、主表面研磨を行なった。この第 1 ポリッシュ工程は、上述の第 1 および第 2 ラップ工程（S 1 2, S 1 4）において主表面に残留したキズおよび／または反りを矯正することを主目的とするものである。この第 1 ポリッシュ工程においては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により主表面の研磨を行なった。研磨剤としては、一般的な酸化セリウム砥粒を用いた。

[0039] S 1 7 の「化学強化工程」において、ガラス基板 1 G の主表面に対して表面強化層を形成した。具体的には、300℃に加熱された硝酸カリウム（70%）と硝酸ナトリウム（30%）の混合溶液中に、ガラス基板 1 G を約 30 分間接触させることによって化学強化を行なった。その結果、ガラス基板の内周端面および外周端面のリチウムイオンおよびナトリウムイオンが、化学強化溶液中のナトリウムイオンおよびカリウムイオンにそれぞれ置換され、圧縮応力層が形成されることでガラス基板の主表面及び端面が強化された。

[0040] S 1 8 の「第 2 ポリッシュ工程（精密研磨工程）」において、主表面に精密研磨を施した。この第 2 ポリッシュ工程は上述までの工程で発生、残存している主表面上の微小欠陥等を解消して鏡面状に仕上げる、反りを解消し所望の平坦度に仕上げることを目的とする。この第 2 ポリッシュ工程は、

遊星歯車機構を有する両面研磨装置により研磨を行なった。研磨剤としては、平滑面を得る為に pH 4 以下の酸性のコロイダルシリカを含む研磨液を用いた。研磨後のガラス基板 1 G の主表面は、原子間力顕微鏡 (A F M : Atomic Force Microscope) で測定すると、測定範囲が  $1\ \mu\text{m}$  四方 ( $1\ \mu\text{m}^2$ ) において表面粗さ  $R_a$  (測定範囲:  $1\ \mu\text{m}$  四方) が  $3.0\ \text{\AA}$  以下である。

[0041] 仮に、ガラス基板 1 G を酸性の溶液と接触させると、ガラス基板 1 G 中からアルカリ成分が溶出し、骨格の歪んだ結合の非常に切れやすい状態になる。このような状態のガラス基板 1 G では、磁気薄膜層の形成前に施されるアルカリ洗浄によって表面状態が変化してしまう。研磨直後は、ガラス基板 1 G は非常に活性化しており、結合も伸びて切れやすい状態になっている。この状態で酸性の溶液と接触させると、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性が非常に低くなる。

[0042] 本実施の形態に係る製造方法においては、コロイダルシリカを用いた精密研磨では、コロイダルシリカの粒子径を研磨に用いるのに適したサイズに凝集させるために、酸性で使用する。その一方で、研磨によって常に古い表面部分が削られて、常に新しい表面が露出するので、アルカリ成分が流出した古い表層部分は、研磨によって除去され、順次、新たな表層部分が露出する。このため、本実施の形態に係る製造方法においては、表層のアルカリ成分が流出して結合強度が弱くなるといった問題は特にない。

[0043] S 1 9 の「第 1 浸漬工程」において、精密研磨が施されたガラス基板 1 G を pH 6.5 以上 8.5 以下の溶液に 5 分以上浸漬させる。溶液の pH は好ましくは、7 以上 8 以下である。溶液にガラス基板 1 G を浸漬させる浸漬時間は、120 分以下である。第 1 浸漬工程で用いられる溶液の pH は測定されており、当該溶液の pH が 6.5 を下回ると、pH が 6.5 以上 8.5 以下となるように、溶液に調整剤を添加する。調整剤としては、アルカリ性の調整剤を溶液に供給する。

[0044] S 2 0 の「超音波洗浄工程」において、第 1 浸漬工程後のガラス基板 1 G に高周波を用いて超音波洗浄を施す。

- [0045] S 2 1 の「第 2 浸漬工程」において、超音波洗浄が施されたガラス基板 1 G を pH 6. 5 以上 8. 5 以下の溶液に 5 分以上浸漬させる。溶液の pH は好ましくは、7 以上 8 以下である。溶液にガラス基板 1 G を浸漬させる浸漬時間は、1 2 0 分以下である。第 2 浸漬工程で用いられる溶液の pH は測定されており、当該溶液の pH が 6. 5 を下回ると、pH が 6. 5 以上 8. 5 以下となるように、溶液に調整剤を添加する。調整剤としては、アルカリ性の調整剤を溶液に供給する。
- [0046] S 2 2 の「スクラブ洗浄工程」において、スクラブ洗浄装置を用いて、第 2 浸漬工程が施されたガラス基板 1 G にスクラブ洗浄を施す。
- [0047] S 2 3 の「第 3 浸漬工程」において、スクラブ洗浄が施されたガラス基板 1 G を pH 6. 5 以上 8. 5 以下の溶液に 5 分以上浸漬させる。溶液の pH は好ましくは、7 以上 8 以下である。溶液にガラス基板 1 G を浸漬させる浸漬時間は、1 2 0 分以下である。第 3 浸漬工程で用いられる溶液の pH は測定されており、当該溶液の pH が 6. 5 を下回ると、pH が 6. 5 以上 8. 5 以下となるように、溶液に調整剤を添加する。調整剤としては、アルカリ性の調整剤を溶液に供給する。
- [0048] S 2 4 の「最終洗浄工程 (Final Cleaning)」において、ガラス基板の主表面、端面の最終洗浄を実施する。これによりガラス基板上に残存する付着物を除去する。最終洗浄工程は、ガラス基板の製造工程の最後に行われる工程であり、適宜乾燥工程も含むものである。
- [0049] 本実施の形態におけるガラス基板の製造方法は、以上のように構成される。このガラス基板の製造方法を用いることで、図 1 に示すガラス基板 1 G が得られる。その後、このようにして得られたガラス基板 1 G にアルカリ洗浄が施され、その後、磁気薄膜層が形成される。
- [0050] 次に、上記のように構成されたガラス基板 1 G によれば、アルカリ処理を施したとしても、信号対雑音比 (S / N 比) の低下を十分に抑制された情報記録媒体用ガラス基板を得ることができる。

## 実施例 1

- [0051] 本出願の実施例は、60～65 (mol%) の  $\text{SiO}_2$  と、8～12 (mol%) の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と、5～12 (mol%) の  $\text{Na}_2\text{O}$  と、0～3 (mol%) の  $\text{K}_2\text{O}$  と、6～10 (mol%) の  $\text{MgO}$  と、0～5 (mol%) の  $\text{CaO}$  とを含むガラス組成を用いて検証した。但し、ガラス組成はこれに限定されるものではなく、情報記録媒体用ガラス基板に用いる全組成で適用可能である。
- [0052] 図3に示すS18の「第2ポリッシュ工程（精密研磨工程）」を施したガラス基板に「第1浸漬工程」を施すときに、pHが各種異なる溶液に10分間浸漬させ、その後、S20の「超音波洗浄工程」とS22の「スクラブ洗浄工程」とS24の「最終洗浄工程」とを経ることで、下記表1に示す実施例1～3と、比較例1～3とに係るガラス基板を作製した。
- [0053] 下記表1は、各実施例1～3および各比較例1～3によって作製されたガラス基板、100枚から、10枚を抜き取り、原子間力顕微鏡（AFM: Atomic Force Microscope）でRa測定（測定範囲：1  $\mu\text{m}$  × 1  $\mu\text{m}$ ）を行った。その後、pH11のNaOH溶液(40℃)で30分処理し、再度AFMでRa測定（測定範囲：1  $\mu\text{m}$  × 1  $\mu\text{m}$ ）を行ない、処理前後のRa変化を評価した結果を示す。
- [0054] 下記表1は、各実施例1～3および各比較例1～3によって作製されたガラス基板の残り90枚のうち20枚に磁気薄膜層を形成し、電磁変換特性を評価、基準基板に対するSNR変化値を比較した結果を示す。
- [0055] ガラス基板は100枚単位（100枚/1バッチ）で製造され、同一バッチでのバラツキは小さい事ので、上記のような評価とした。
- [0056] 電磁変換特性評価を行なう場合には、まず、得られたガラス基板にアルカリ性の溶液でガラス基板を洗浄し、その後、磁性膜を形成することで、情報記録媒体を制作する。制作された情報記録媒体についてスピンドルを用いて磁気ヘッドによる記録再生特性を調べることにより行った。具体的には、記録周波数を変えて記録密度を変化させて信号を記録し、この信号の再生出力を読み取ることにより調べた。磁気ヘッドとしては、垂直記録用単磁極ヘッド（記録用）、GMRヘッド（再生用）が一体となった垂直記録用マー

ジ型ヘッドを用いた。

[0057] [表1]

|       | 溶液の<br>pH | Ra 変化 (Å) | SNR 変化 (db) | 判定 |
|-------|-----------|-----------|-------------|----|
| 実施例 1 | 6.5       | 0.45      | -0.17       | B  |
| 実施例 2 | 7         | 0.24      | -0.10       | A  |
| 実施例 3 | 8.5       | 0.33      | -0.14       | B  |
| 比較例 1 | 9         | 0.48      | -0.33       | D  |
| 比較例 2 | 6         | 0.81      | -0.37       | D  |
| 比較例 3 | 10.5      | 0.65      | -0.41       | D  |

[0058] 上記表 1 の判定基準として下記の「A」、「B」、「C」、「D」を採用した。「A」は、SNR 変化が  $-0.1 \text{ db}$  以下であることを示す。「B」は、SNR 変化が  $-0.11 \sim -0.20 \text{ db}$  であることを示す。「C」は、SNR 変化が  $-0.21 \sim -0.30 \text{ db}$  であることを示す。「D」は、SNR 変化が  $-0.31 \text{ db}$  以下であることを示す。

[0059] 比較例 1 については、Ra 変化は小さかったが、浸漬工程後の Ra が高くなり規格外の物が発生した。比較例 3 についても、同様に浸漬工程後の Ra が悪化していた。表 1 から第 1 浸漬工程の溶液は、pH が 6.5 以上 8.5 以下であることが好ましいことが分かる。第 1 浸漬工程の溶液は、好ましくは、pH が 7 以上 8 以下であることが分かる。

[0060] 次に、上記の S 2 1 の「第 2 浸漬工程」で用いる溶液の pH と、SNR 変化および Ra 変化との関係について検討した。具体的には、S 1 9 の「第 1 浸漬工程」において、pH が 7 の溶液に 10 分間浸漬させたガラス基板に S 2 0 の超音波洗浄を施した後に、各種の pH の溶液にガラス基板を浸漬し（S 2 1 の「第 2 浸漬工程」）、その後、S 2 2 の「スクラブ洗浄工程」と S 2 4 の「最終洗浄工程」とを経ることで、下記の実施例 A, B, C に係るガラス基板を作製した。

[0061]

[表2]

|       | 溶液の<br>pH | Ra 変化<br>(Å) | SNR 変化 (db) | 判定 |
|-------|-----------|--------------|-------------|----|
| 実施例 A | 6.5       | 0.2          | -0.07       | AA |
| 実施例 B | 7         | 0.15         | -0.04       | AA |
| 実施例 C | 8.5       | 0.17         | -0.08       | AA |

[0062] 上記表 2 は、実施例 A, B, C に係るガラス基板について、上記実施例 1 ～ 3 および比較例 1 ～ 3 と同様に SNR 変化 (db) および Ra 変化を測定した結果を示す。判定基準として、下記の「AA」、「BB」、「CC」、「DD」を採用した。「AA」は、SNR 変化が -0.1 db 以下であることを示す。「BB」は、SNR 変化が -0.11 ～ -0.20 db であることを示す。「CC」は、SNR 変化が -0.21 ～ -0.30 db であることを示す。「DD」は、SNR 変化が -0.31 db 以下であることを示す。

[0063] 上記表 2 から明らかなように、S 19 の「第 1 浸漬工程」において、pH が 7 の溶液に 10 分間浸漬させたガラス基板に S 20 の超音波洗浄を施した後に、pH が 6.5 以上 8.5 以下の溶液に 10 分浸漬し、S 22 の「スクラブ洗浄工程」と S 24 の「最終洗浄工程」とを経ることで得られたガラス基板によれば、電磁変換特性のよい情報記録媒体を得ることができることが分かる。

[0064] 次に、第 3 浸漬工程で用いられる溶液の pH と、NR 変化および Ra 変化との関係について検討した。具体的には、pH が 7 の溶液に 10 分間浸漬させる「第 1 浸漬工程 (S 19)」と、「超音波洗浄工程 (S 20)」と、pH が 7 の溶液に 10 分間浸漬する「第 2 浸漬工程 (S 21)」と、「スクラブ洗浄工程 (S 22)」とを経た後、各種の pH の溶液にガラス基板を浸漬し（「第 3 浸漬工程 (S 23)」）、その後、「最終洗浄工程 (S 24)」を経ることで、下記の実施例 a, b, c に係るガラス基板を作製した。下記表 3 は、実施例 a, b, c について、上記実施例 1 ～ 3 および比較例 1 ～ 3

と同様に S N R 変化 ( d b ) および R a 変化を測定した結果を示す。

[0065] [表3]

|       | 溶液の pH | Ra 変化<br>(Å) | SNR 変化 (db) | 判定  |
|-------|--------|--------------|-------------|-----|
| 実施例 a | 6.5    | 0.2          | 0.01        | AAA |
| 実施例 b | 7      | 0.1          | 0.03        | AAA |
| 実施例 c | 8.5    | 0.14         | 0.01        | AAA |

[0066] 判定基準として「A A A」、「B B B」、「C C C」、「D D D」、「E E E」を採用した。「A A A」は S N R 変化が + であることを示す。「B B B」は S N R 変化が 0 ~ - 0. 1 d b であることを示す。「C C C」は、S N R 変化が - 0. 1 ~ - 0. 2 0 d b であることを示す。「D D D」は、S N R 変化が - 0. 2 1 ~ - 0. 3 0 d b であることを示す。「E E E」は、S N R 変化が - 0. 3 1 d b 以下であることを示す。+ と言うのは基準に比べて S / N 比が向上したことを表す。

[0067] 上記表 3 から明らかなように、実施例 a, b, c のいずれにおいても、電磁変換特性のよい情報記録媒体となるガラス基板を得ることができることが分かる。

[0068] 上記表 1 ~ 3 に示すように、所定の p H の溶液を用いた浸漬工程を設ける事で、S N R 低下の改善が認められる。特に、研磨工程および／またはスクラブ洗浄工程等、物理的な刺激を与える工程の後に浸漬工程を設けると高い効果が見られる。

[0069] 次に、溶液の浸漬時間と、R a 変化 ( Å ) および S N R 変化 ( d b ) との関係について検討した。

[0070] 具体的には、図 3 に示す S 1 8 の「第 2 ポリッシュ工程 ( 精密研磨工程 ) 」を施したガラス基板に、p H 7 の溶液に浸漬する ( 「第 1 浸漬工程」 ) 浸漬時間を各種変化させて、その後、S 2 0 の「超音波洗浄工程」と S 2 2 の「スクラブ洗浄工程」と S 2 4 の「最終洗浄工程」とを経ることで、下記表 4 に示す実施例 i ~ i v に係るガラス基板を作製した。

[0071]

[表4]

|         | 浸漬時間<br>(分) | Ra 変化(Å) | SNR 変化(db) | 判定 |
|---------|-------------|----------|------------|----|
| 実施例 i   | 5           | 0.27     | -0.08      | A2 |
| 実施例 ii  | 60          | 0.24     | -0.09      | A2 |
| 実施例 iii | 120         | 0.25     | -0.07      | A2 |
| 実施例 iv  | 150         | 0.30     | -0.22      | A3 |

[0072] 判定基準は、「A 1」「A 2」「A 3」「A 4」「A 5」を採用した。「A 1」は、SNR変化が+であることを示す。「A 2」は、SNR変化が0～-0.1dbであることを示す。「A 3」は、SNR変化が-0.11～-0.20dbであることを示す。「A 4」は、SNR変化が-0.21～-0.30dbであることを示す。「A 5」は、SNR変化が-0.31db以下であることを示す。

[0073] 表4から明らかなように、第1浸漬工程における浸漬時間は、120分以下とするのが好ましいことが分かる。

[0074] 以上、本発明の実施の形態および実施例について説明したが、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。

### 産業上の利用可能性

[0075] 本発明は、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に適用することができる。

### 符号の説明

[0076] 1 情報記録媒体、1 G 情報記録媒体用ガラス基板、1 2 外周端面、1 3 内周端面、1 4, 1 5 主表面、2 3 磁気薄膜層。

## 請求の範囲

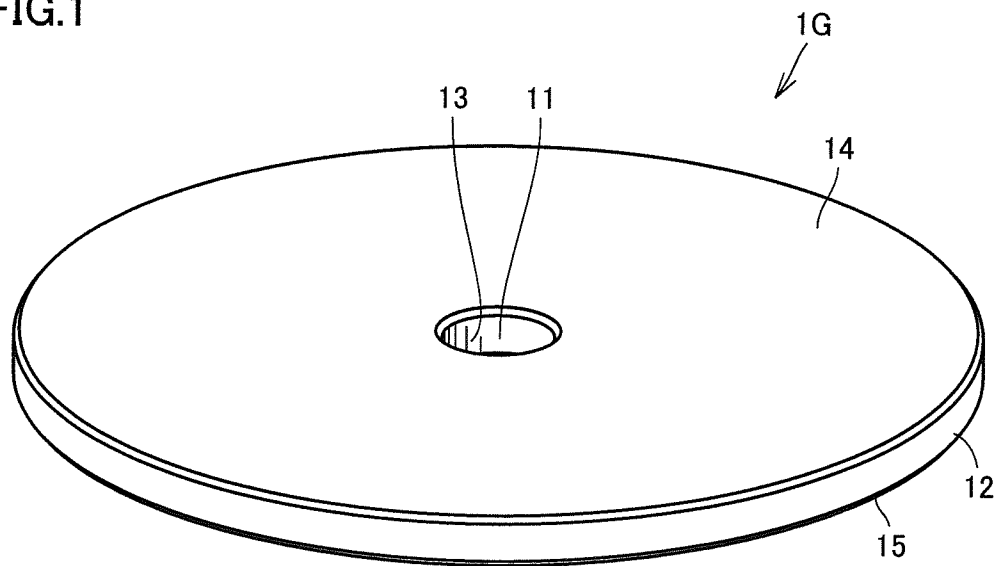
- [請求項1]            ガラス基板の主表面上に磁気薄膜層が形成され、磁気記録面における記録密度が630 Gbit / 平方インチ以上である情報記録媒体に用いられる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法であって、
- ガラス部材の主表面をpH4以下の酸性のコロイダルシリカを含む研磨液で精密研磨する精密研磨工程と、
- 前記精密研磨工程後に、溶液に5分以上浸漬させる第1浸漬工程と、
- 、
- 前記第1浸漬工程後に前記ガラス部材に超音波洗浄を施す超音波洗浄工程と、
- を備え、
- 前記精密研磨工程において精密研磨された前記ガラス部材の表面粗さRaは、 $1\text{ }\mu\text{m}^2$ の測定範囲において、3.0 Å以下であり、
- 前記第1浸漬工程の前記溶液のpHは、6.5以上8.5以下である、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。
- [請求項2]            前記超音波洗浄工程後に、前記ガラス部材をpH6.5以上8.5以下の溶液に5分以上浸漬する第2浸漬工程をさらに備えた、請求項1に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。
- [請求項3]            前記超音波洗浄工程後に前記ガラス部材にスクラブ洗浄を施すスクラブ洗浄工程と、
- 前記スクラブ洗浄工程後に、pH6.5以上8.5以下の溶液に5分以上浸漬させる第3浸漬工程と、
- をさらに備えた、請求項1または請求項2に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。
- [請求項4]            前記溶液のpHが6.5を下回ると、pHが6.5以上8.5以下となるように、前記溶液に調整剤を添加する工程をさらに備えた、請求項1から請求項3のいずれかに記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

[請求項5] 前記第 1 浸漬工程の前記溶液の pH は 7 以上 8 以下である、請求項 1 から請求項 4 のいずれかに記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

[請求項6] 前記第 1 浸漬工程における前記浸漬時間は、120 分以下である、請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

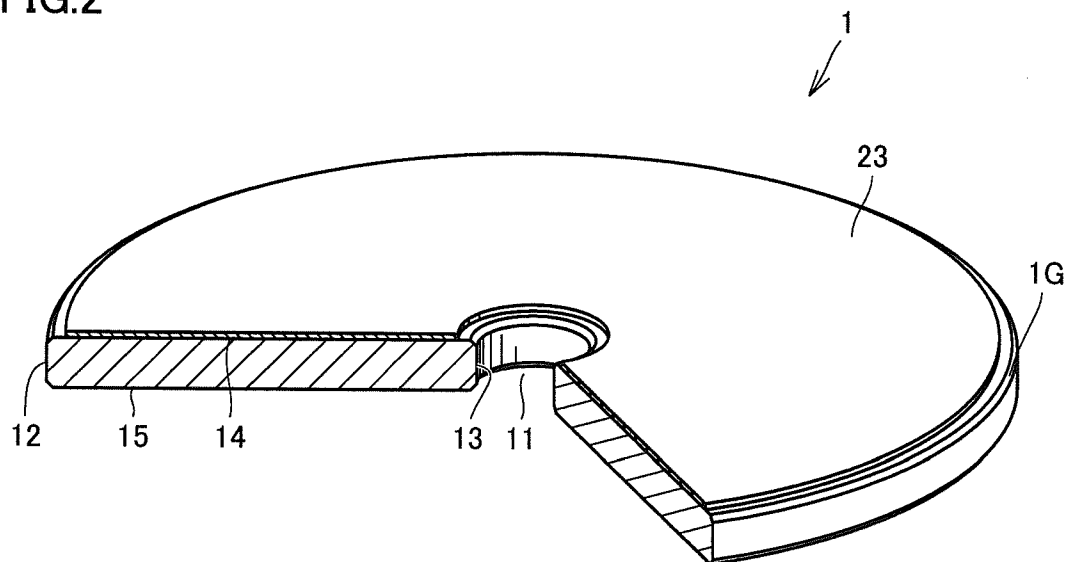
[図1]

FIG.1



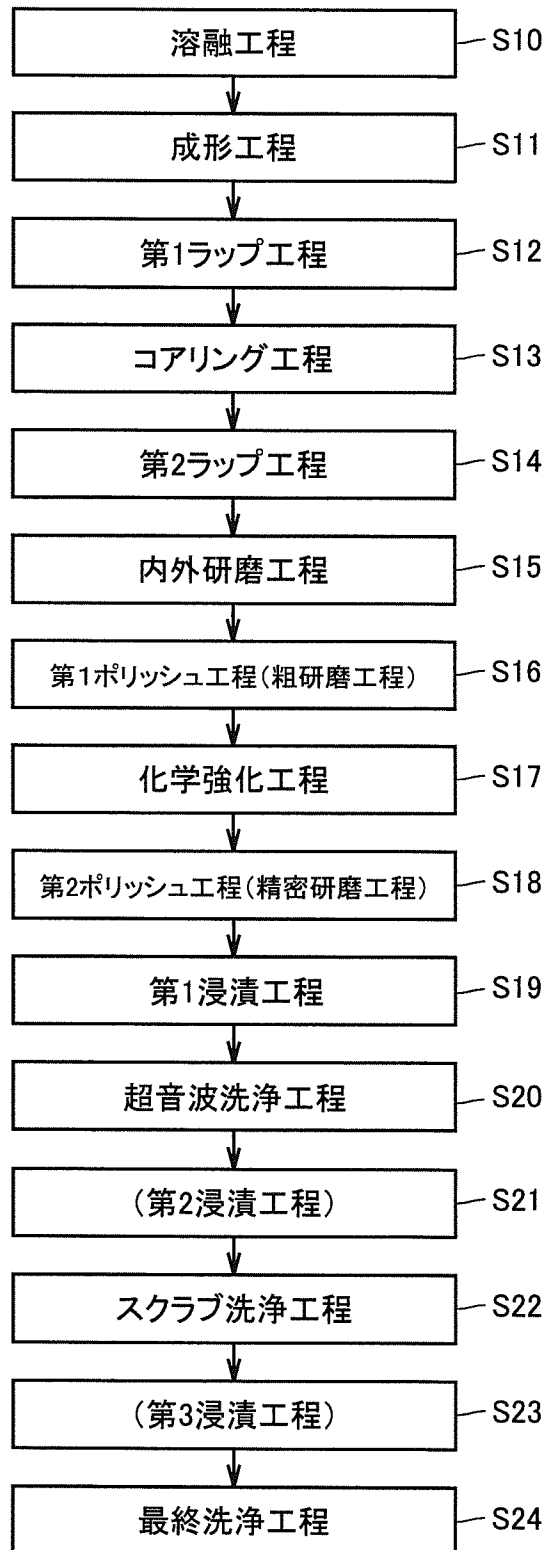
[図2]

FIG.2



[図3]

FIG.3



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/066707

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)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, B24B37/00, 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 1996-2013  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013

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         | WO 2008/004470 A1 (Konica Minolta Opto, Inc.),<br>10 January 2008 (10.01.2008),<br>paragraphs [0018], [0023] to [0029]; fig. 1<br>& JP 2011-60416 A & US 2008/0011017 A1<br>& WO 2008/004470 A1 | 1-6                   |
| Y         | JP 2011-225436 A (Konica Minolta Opto, Inc.),<br>10 November 2011 (10.11.2011),<br>paragraphs [0032] to [0033], [0061] to [0062]<br>(Family: none)                                              | 1-6                   |
| Y         | JP 2002-074653 A (Hoya Corp.),<br>15 March 2002 (15.03.2002),<br>paragraphs [0004], [0044]; fig. 4, 5<br>(Family: none)                                                                         | 2-6                   |

☒ 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  
07 August, 2013 (07.08.13)Date of mailing of the international search report  
20 August, 2013 (20.08.13)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/066707

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 2000-311336 A (Nippon Sheet Glass Co., Ltd.),<br>07 November 2000 (07.11.2000),<br>paragraph [0042]<br>& US 6553788 B1                      & US 2003/0230112 A1 | 2-6                   |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                            |                |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））<br>Int.Cl. G11B5/84(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, C03C19/00(2006.01)i, C03C23/00(2006.01)i                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                                                                            |                |
| B. 調査を行った分野<br>調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））<br>Int.Cl. G11B5/84, B24B37/00, 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<br>日本国実用新案公報 1922-1996年<br>日本国公開実用新案公報 1971-2013年<br>日本国実用新案登録公報 1996-2013年<br>日本国登録実用新案公報 1994-2013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<br>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<br>請求項の番号 |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | WO 2008/004470 A1（コニカミノルタオプト株式会社）2008.01.10, 段落【0018】、【0023】－【0029】、図1<br>& JP 2011-60416 A<br>& US 2008/0011017 A1<br>& WO 2008/004470 A1 | 1-6            |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | JP 2011-225436 A（コニカミノルタオプト株式会社）2011.11.10, 段落【0032】－【0033】、                                                                               | 1-6            |
| <input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> 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<br>「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<br>「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<br>「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）<br>「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献<br>「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献<br>「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<br>「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<br>「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<br>「&」 同一パテントファミリー文献 |                                                                                                                                            |                |
| 国際調査を完了した日<br>07.08.2013                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 国際調査報告の発送日<br>20.08.2013                                                                                                                   |                |
| 国際調査機関の名称及びあて先<br>日本国特許庁（I S A / J P）<br>郵便番号100-8915<br>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）<br>斎藤 眞<br>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<br>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<br>請求項の番号 |
|                       | <b>【0061】－【0062】</b> (ファミリーなし)                                                                      |                |
| Y                     | J P 2002-074653 A (ホーヤ株式会社) 200<br>2.03.15, 段落【0004】、【0044】、図4、図5 (フ<br>ァミリーなし)                     | 2-6            |
| Y                     | J P 2000-311336 A (日本板硝子株式会社) 2<br>000.11.07, 段落【0042】<br>& U S 6553788 B1<br>& U S 2003/0230112 A1 | 2-6            |