

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-122487

(P2016-122487A)

(43) 公開日 平成28年7月7日(2016.7.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
G 1 1 B 5/84 (2006.01)	G 1 1 B 5/84 A	3 C 1 5 8
B 2 4 B 37/00 (2012.01)	B 2 4 B 37/00 H	5 D 1 1 2
C 0 9 K 3/14 (2006.01)	C 0 9 K 3/14 5 5 0 D	
	C 0 9 K 3/14 5 5 0 Z	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 21 頁)

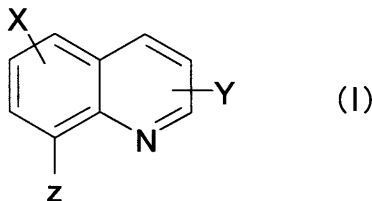
(21) 出願番号	特願2014-263499 (P2014-263499)	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1 0号
(22) 出願日	平成26年12月25日 (2014.12.25)	(74) 代理人	110000040 特許業務法人池内・佐藤アンドパートナーズ
		(72) 発明者	多久島 大樹 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研 究所内
		Fターム(参考)	3C158 AA07 CA01 CA06 CB01 CB03 CB10 EA01 EB01 ED10 ED21 ED23 ED26 5D112 AA02 AA24 BA03 BA09 GA08 GA09 GA14

(54) 【発明の名称】 ガラスハードディスク基板用研磨液組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】ガラス基板を酸性研磨液で研磨する工程と洗浄する工程を有するガラスハードディスク基板の製造方法において、研磨工程の研磨速度を維持したまま、洗浄工程におけるガラス基板の表面粗さの悪化を抑制できるガラスハードディスク基板用研磨液組成物を提供する。

【解決手段】シリカ粒子、酸、下記式(I)で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる少なくとも1種である成分、及び水を含む。



式(I)において、X及びYは、それぞれ独立して、水素原子、炭素原子数1以上4以下の炭化水素基、水酸基、スルホン酸基、カルボキシ基、ニトロ基、及びハロゲンからなる群から選られ、Zは、水素原子、水酸基、及びカルボキシ基からなる群から選ばれる。

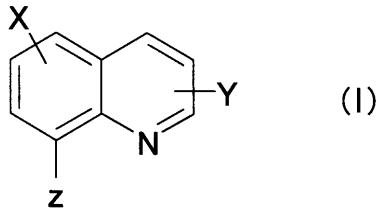
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリカ粒子、酸、下記式 (I) で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる少なくとも 1 種である成分 (A)、及び水を含む、ガラスハードディスク基板用研磨液組成物。

【化 1】



10

[式 (I) において、X 及び Y は、それぞれ独立して、水素原子、炭素原子数 1 以上 4 以下の炭化水素基、水酸基、スルホン酸基、カルボキシ基、ニトロ基、及びハロゲンからなる群から選られ、Z は、水素原子、水酸基、及びカルボキシ基からなる群から選ばれる。]

【請求項 2】

式 (I) で表される化合物が、8 - ヒドロキシキノリン、8 - キノリンカルボン酸、及びこれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 1 に記載の研磨液組成物。

20

【請求項 3】

さらにアミン化合物を含む、請求項 1 又は 2 に記載の研磨液組成物。

【請求項 4】

さらに水溶性高分子を含む、請求項 1 又は 2 に記載の研磨液組成物。

【請求項 5】

アルミノ珪酸ガラス基板を研磨するための、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の研磨液組成物。

【請求項 6】

pH が 1 . 0 以上 4 . 7 以下である、請求項 1 から 5 のいずれかに記載の研磨液組成物。

30

【請求項 7】

請求項 1 から 6 のいずれかに記載の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含む、ガラスハードディスク基板の製造方法。

【請求項 8】

さらに、前記研磨工程の後のガラス基板を、洗浄剤組成物を用いて洗浄する工程を含む、請求項 7 に記載のガラスハードディスク基板の製造方法。

【請求項 9】

さらに、ガラス基板上に磁性膜を形成する工程を含む、請求項 7 又は 8 に記載のガラスハードディスク基板の製造方法。

【請求項 10】

請求項 1 から 6 のいずれかに記載の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含む、ガラス基板の研磨方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、ガラスハードディスク基板用研磨液組成物、ガラスハードディスク基板の製造方法、及び、ガラス基板の研磨方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ハードディスクドライブに搭載されるハードディスクは高速で回転するため消費電力が

50

高く、近年では環境への配慮から、低消費電力化が求められている。消費電力を低減するためには、ハードディスク 1 枚あたりの記録容量を増大させ、ドライブに搭載されるハードディスクの枚数を減らし、軽量化する方法がある。基板 1 枚の重量を軽量化するためには、基板の厚さを薄くする必要があり、この観点から、アルミ基板に比べて機械的強度が高いガラス基板の需要が高まり、近年の伸張は著しい。また、基板 1 枚あたりの記録容量を向上させるためには、単位記録面積を縮小する必要がある。しかし、単位記録面積を縮小すると磁気信号が弱くなる問題が発生する。そこで磁気信号の検出感度を向上するため、磁気ヘッドの浮上高さをより低くするための技術開発が進められている。ガラスハードディスク基板の研磨においては、この磁気ヘッドの低浮上化に対応するため、表面粗さや残留物の低減に対する要求が厳しくなっている。このような要求に対し、酸性の研磨液組成物でガラス基板を研磨する技術が提案されている（例えば、特許文献 1 参照）。 10

【 0 0 0 3 】

酸性の研磨液組成物でガラス基板を研磨する方法は、研磨中にガラス基板に含有されるアルカリイオンが溶出するリーチング作用が起こり、基板表面の硬度が低下して研磨速度が向上するという利点がある。しかしながら、酸性の研磨液組成物でガラス基板を研磨する方法は、pH が低いとリーチング作用が大きく働くため、脆いリーチング層が深くまで生成し、研磨工程後のアルカリ洗浄工程におけるアルカリエッチングにより表面粗さが著しく悪化するという問題があった。

【 0 0 0 4 】

一方で、銅の金属配線を備える基板の CMP 工程においては、キノリン構造を有する化合物を含む研磨液組成物が開示されている（特許文献 2 ～ 5 参照）。 20

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 5 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 5 - 1 3 8 1 9 7 号公報

【特許文献 2】特開 2 0 0 5 - 0 2 6 6 0 6 号公報

【特許文献 3】特開 2 0 0 9 - 2 9 5 7 4 7 号公報

【特許文献 4】特開 2 0 1 3 - 0 4 2 1 2 3 号公報

【特許文献 5】特開 2 0 1 4 - 0 4 1 8 5 0 号公報

【発明の概要】 30

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

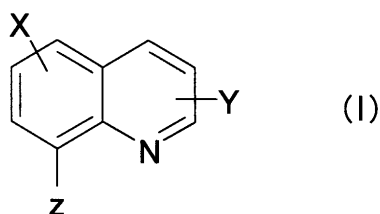
本開示は、一又は複数の実施形態において、ガラス基板を酸性研磨液で研磨する工程と洗浄する工程を有するガラスハードディスク基板の製造方法において、研磨工程の研磨速度を維持したまま、洗浄工程におけるガラス基板の表面粗さの悪化を抑制できるガラスハードディスク基板用研磨液組成物を提供する。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

本開示は、一又は複数の実施形態において、シリカ粒子、酸、下記式 (I) で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる少なくとも 1 種である成分 (A)、及び水を含むガラスハードディスク基板用研磨液組成物（以下、「本開示の研磨液組成物」ともいう）に関する。 40

【化 1】



【式 (I) において、X 及び Y は、それぞれ独立して、水素原子、炭素原子数 1 以上 4 以 50

下の炭化水素基、水酸基、スルホン酸基、カルボキシ基、ニトロ基、及びハロゲンからなる群から選ばれ、Zは、水素原子、水酸基、及びカルボキシ基からなる群から選ばれる。]

【0008】

本開示は、その他の一又は複数の実施形態において、本開示の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含むガラスハードディスク基板の製造方法及び同工程を含むガラス基板の研磨方法に関する。

【発明の効果】

【0009】

本開示によれば、一又は複数の実施形態において、研磨工程において研磨速度を維持しつつ、洗浄工程においてガラス基板の表面粗さの悪化を効果的に抑制できる。本開示のその他の一又は複数の実施形態においては、研磨工程において研磨速度を維持しつつ、洗浄工程においてガラス基板の表面粗さの悪化を効果的に抑制できる。

10

【発明を実施するための形態】

【0010】

本開示は、一又は複数に実施形態において、ガラス基板を酸性研磨液で研磨した後にアルカリ洗浄をした場合であっても、前記研磨液に式(I)で表される化合物が含まれていると、前記研磨液による研磨速度を維持しつつ、洗浄によるガラス基板の表面粗さの悪化を抑制できる。

【0011】

20

本開示の研磨液組成物により、研磨工程で研磨速度が維持され、かつ、洗浄によるガラス基板の表面粗さの悪化が抑制される理由の詳細は明らかではないが、以下のように推定される。すなわち、研磨時に研磨液組成物中の式(I)で表される化合物がガラス基板表面に膜を形成してリーチング作用を抑制し、表面粗さの悪化が抑制されると推定される。但し、本開示は、これらのメカニズムに限定されて解釈されなくてもよい。

【0012】

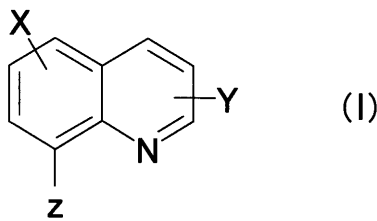
[成分(A)]

本開示に係る研磨液組成物は、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、下記式(I)で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる少なくとも1種である成分(A)を含有する。

30

【0013】

【化2】



【0014】

40

上記式(I)において、X及びYは、それぞれ独立して、水素原子、炭素原子数1以上4以下の炭化水素基、水酸基、スルホン酸基、カルボキシ基、ニトロ基、及びハロゲンからなる群から選ばれる。炭素原子数1以上4以下の炭化水素基としては、一又は複数の実施形態において、炭素原子数1以上4以下、1以上3以下、1以上2以下、又は1のアルキル基が挙げられる。ハロゲンとしては、一又は複数の実施形態において、フッ素、塩素、臭素、又はヨウ素が挙げられる。X及びYは、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、水素が好ましい。

【0015】

上記式(I)において、Zは、水素原子、水酸基、及びカルボキシ基からなる群から選ばれる。Zは、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑

50

制する観点から、キノリン環の窒素原子とともにガラスから溶出するアルミニウムイオン、ナトリウムなどの第1族元素、及びCa、Mgなどの第2族元素金属をキレートできるものであることが好ましい。また、研磨後の洗浄性の観点から、Zは、水酸基又はカルボキシル基がより好ましい。

【0016】

上記式(I)で表される化合物は、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、好ましくは8-ヒドロキシキノリン、8-キノリンカルボン酸、2-メチル-8-ヒドロキシキノリンであり、より好ましくは8-ヒドロキシキノリン及び8-キノリンカルボン酸であり、更に好ましくは8-ヒドロキシキノリンである。

10

【0017】

成分(A)は塩の形態であってもよい。塩を形成させるための対イオンは、特に限定されないが、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属イオン、アンモニウムイオン、アルキルアンモニウムイオン等から選ばれる1種以上を用いることができる。

【0018】

本開示の研磨液組成物における成分(A)の含有量は、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、好ましくは10ppm以上、より好ましくは50ppm以上、さらに好ましくは100ppm以上である。また、その含有量は、同様の観点から、好ましくは500ppm以下が好ましく、より好ましくは300ppm以下である。また、その含有量は、同様の観点から、好ましくは10ppm以上500ppm以下が好ましく、より好ましくは50ppm以上300ppm以下、さらに好ましくは100ppm以上300ppm以下である。なお、本開示において「研磨液組成物中における含有成分の含有量」とは、研磨液組成物を研磨に使用する時点での前記成分の含有量をいう(以下同じ)。したがって、本開示の研磨液組成物が濃縮物として作製された場合には、前記成分の含有量はその濃縮分だけ高くなりうる。また、成分(A)は1種類であってもよく、複数種類であってもよい。複数種類の場合は、上記含有量は、成分(A)の合計の含有量をいう。

20

【0019】

[シリカ粒子]

本開示の研磨液組成物は、研磨速度向上の観点から、シリカ粒子を研磨砥粒として含有することが好ましい。本開示に使用されるシリカ粒子としては、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、表面修飾したシリカ等のシリカが挙げられるが、一又は複数の実施形態において、研磨速度の維持及び洗浄後の表面粗さの悪化抑制の観点から、コロイダルシリカが好ましい。また、シリカ粒子の使用形態としては、一又は複数の実施形態において、スラリー状であることが好ましい。

30

【0020】

前記コロイダルシリカは、一又は複数の実施形態において、珪酸ナトリウム等の珪酸アルカリ金属塩を原料とし、水溶液中で縮合反応させて粒子を成長させる水ガラス法で得られる。あるいは、前記コロイダルシリカは、テトラエトキシシラン等のアルコキシシランを原料とし、アルコール等の水溶性有機溶媒を含有する水溶液中で縮合反応させて成長させるアルコキシシラン法で得られる。また、前記ヒュームドシリカは、一又は複数の実施形態において、四塩化珪素等の揮発性珪素化合物を原料とし、酸素水素パーナーによる1000以上の高温下で加水分解させて成長させる気相法で得られる。

40

【0021】

シリカ粒子の一次粒子の平均粒子径は、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、5nm以上200nm以下が好ましく、より好ましくは7nm以上100nm以下、さらに好ましくは9nm以上80nm以下、さらにより好ましくは10nm以上50nm以下である。ここで、シリカ粒子の一次粒子の平均粒子径は、実施例に記載の方法により測定される。

【0022】

50

研磨液組成物中におけるシリカ粒子の含有量は、一又は複数の実施形態において、研磨速度を維持しつつ表面粗さ悪化を抑制する観点から、好ましくは1質量%以上20質量%以下、より好ましくは2質量%以上19質量%以下、さらに好ましくは3質量%以上18質量%以下、さらにより好ましくは5質量%以上16質量%以下である。

【0023】

〔酸〕

本開示の研磨液組成物は、一又は複数の実施形態において、研磨速度向上の観点から、酸を含有することが好ましい。使用される酸としては、無機酸及び有機酸の少なくとも一方が挙げられる。無機酸としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、トリポリリン酸、アミド硫酸等が挙げられる。有機酸としては、メタンジスルホン酸、エタンジスルホン酸、フェノールジスルホン酸、ナフタレンジスルホン酸等の含硫黄有機酸、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリ(メチレンホスホン酸)、エチレンジアミンテトラ(メチレンホスホン酸)、ジエチレントリアミンペンタ(メチレンホスホン酸)、エタン-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1,2-ジカルボキシ-1,2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1,2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2,3,4-トリカルボン酸、-メチルホスホノコハク酸等の含リン有機酸、シュウ酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、フタル酸、ニトロトリ酢酸、ニトロ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、オキサロ酢酸等のカルボン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、イソクエン酸、グリコール酸等の分子内に水酸基を有する有機カルボン酸、グルタミン酸、ピコリン酸、アスパラギン酸等のアミノカルボン酸等が挙げられる。一方、基板製造における排水による水質汚染の基準であるCOD値低減の観点から、無機酸の使用が好ましく、リン酸、硫酸がより好ましい。また循環研磨における研磨液の耐久性向上の観点から、多価カルボン酸、分子内に水酸基を有する有機カルボン酸、含リン無機酸及び含リン有機酸から選ばれる一種以上が好ましく、多価カルボン酸、分子内に水酸基を有する有機カルボン酸、及び含リン有機酸から選ばれる一種以上がより好ましく、さらに好ましくは多価カルボン酸、分子内に水酸基を有する有機カルボン酸である。具体的には、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、グリコール酸、コハク酸、リンゴ酸、酒石酸、及びクエン酸から選ばれる一種以上が好ましく、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、グリコール酸、リンゴ酸、及びクエン酸から選ばれる一種以上がより好ましく、入手容易性も考慮すると、グリコール酸、リンゴ酸、及びクエン酸から選ばれる一種以上がさらに好ましい。これらの化合物は単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。

【0024】

前記酸は塩の形態であってもよい。これらの酸の塩を用いる場合、特に限定はなく、具体的には、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム等との塩が挙げられる。これらの中でも、研磨速度向上、粗さ低減の観点からアルカリ金属又はアンモニウムとの塩が好ましい。

【0025】

研磨液組成物における酸の含有量は、一又は複数の実施形態において、研磨速度向上の観点(及び循環研磨における耐久性向上の観点)から、0.05質量%以上が好ましく、より好ましくは0.1質量%以上、さらに好ましくは0.15質量%以上である。また、前記酸の含有量は、研磨装置の腐食をさらに抑制できるため、10質量%以下が好ましく、より好ましくは7.5質量%以下、さらに好ましくは5.5質量%以下、さらにより好ましくは2質量%以下である。また、研磨液組成物における酸の含有量は、一又は複数の実施形態において、上述の観点から、0.05質量%以上10質量%以下が好ましく、より好ましくは0.1質量%以上7.5質量%以下、さらに好ましくは0.15質量%以上5.5質量%以下、さらにより好ましくは0.15質量%以上2質量%以下である。なお

10

20

30

40

50

、上述の酸の含有量は、研磨液組成物中の酸が複数種類の場合、全ての酸の合計含有量を示す。

【 0 0 2 6 】

[アミン化合物]

本開示の研磨液組成物は、一又は複数の実施形態において、洗浄後の表面粗さの低減の観点（循環研磨における耐久性向上の観点、）及び、ガラス基板の清浄性向上の観点から、アミン化合物を含有することが好ましく、多価アミン化合物を含有することがより好ましい。なお、本開示において清浄性とは研磨工程において基板表面に残留する物質を除去する性能を指す。研磨後に基板表面に残留する物質には、例えば砥粒、研磨中に発生する研磨クズ、研磨パッドのカス、ステンレスなどの研磨機に使用される部材などが挙げられる。

10

【 0 0 2 7 】

本開示の研磨液組成物に使用される多価アミン化合物中に含まれる窒素原子の数は、研磨速度を維持する観点から、10個以下が好ましく、8個以下がより好ましく、6個以下がさらに好ましく、4個以下がさらにより好ましく、洗浄工程における表面粗さの悪化を抑制する観点から、2個以上である。

【 0 0 2 8 】

本開示の研磨液組成物に使用される多価アミン化合物中に含まれる窒素原子の数は、清浄性を向上する観点から、2個以上が好ましく、3個以上がより好ましい。

【 0 0 2 9 】

また、前記多価アミン化合物の分子量は、研磨速度を維持する観点から、500以下が好ましく、400以下がより好ましく、300以下がさらに好ましく、200以下がさらにより好ましく、洗浄工程における表面粗さの悪化を抑制し、さらに清浄性を向上させる観点から、40以上が好ましく、60以上がより好ましく、80以上がさらに好ましく、100以上がさらにより好ましい。したがって、研磨速度を維持し、洗浄工程における表面粗さの悪化を抑制し、さらに清浄性を向上させる観点から、好ましくは40以上500以下、より好ましくは60以上400以下、さらに好ましくは80以上300以下、さらにより好ましくは100以上200以下である。研磨液組成物に含有される多価アミン化合物は、一種類でもよく、二種類以上でもよい。また、前記多価アミン化合物は、塩の形態であってもよく、例えば、塩酸、硫酸、リン酸等の無機酸、有機酸等との塩、アニオン性界面活性剤との塩が挙げられる。

20

30

【 0 0 3 0 】

前記多価アミン化合物の具体例としては、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントetraアミン、テトラエチレンペンタアミン、ペンタエチレンヘキサアミン、2 - [(2 - アミノエチル) アミノ] エタノール (A - E A)、2 - [メチル [2 - (ジメチルアミノ) エチル] アミノ] エタノール、2, 2 - (エチレンビスイミノ) ビスエタノール、N - (2 - ヒドロキシエチル) - N - (2 - アミノエチル) エチレンジアミン、2, 2 - (2 - アミノエチルイミノ) ジエタノール、N1, N4 - ビス (ヒドロキシエチル) ジエチレントリアミン、N1, N7 - ビス (ヒドロキシエチル) ジエチレントリアミン、1, 3 - ジアミノ - 2 - プロパノール、ピペラジン、1 - メチルピペラジン、3 - (1 - ピペラジニル) - 1 - プロパンアミン、1 - (2 - アミノエチル) ピペラジン、4 - メチルピペラジン - 1 - アミン、1 - ピペラジンメタンアミン、4 - エチル - 1 - ピペラジンアミン、1 - メチル - 4 - (2 - アミノエチル) ピペラジン、1 - (2 - ヒドロキシエチル) ピペラジンが挙げられるが、研磨速度を維持し、洗浄工程での表面粗さの悪化を抑制し、清浄性を向上させる観点から、2 - [(2 - アミノエチル) アミノ] エタノール、1 - (2 - アミノエチル) ピペラジン、1 - (2 - ヒドロキシエチル) ピペラジン、ジエチレントリアミン、トリエチレントetraアミンが好ましく、2 - [(2 - アミノエチル) アミノ] エタノール、1 - (2 - アミノエチル) ピペラジン、1 - (2 - ヒドロキシエチル) ピペラジン、ジエチレントリアミンがより好ましく、2 - [(2 - アミノエチル) アミノ] エタノール、1 - (2 - アミノエチル) ピペラジン、ジエチレントリア

40

50

ミンがさらに好ましく、ジエチレントリアミンがさらにより好ましい。又、特に、研磨速度を維持する観点からは、1 - (2 - ヒドロキシエチル) ピペラジン、2 - [(2 - アミノエチル) アミノ] エタノールが好ましい。

【0031】

研磨液組成物における、多価アミン化合物の含有量は、研磨速度の維持及び基板の清浄性向上の観点から、5質量%以下が好ましく、4質量%以下がより好ましく、3質量%以下がさらに好ましく、1質量%以下がさらにより好ましく、0.5質量%以下がさらにより好ましく、0.1質量%以下がさらにより好ましく、洗浄工程における表面粗さの悪化を抑制する観点、基板の清浄性向上の観点（及び循環研磨における研磨液の耐久性向上の観点）から、研磨液組成物における、多価アミン化合物の含有量は、0.001質量%以上が好ましく、0.005質量%以上がより好ましく、0.01質量%以上がさらに好ましい。したがって、研磨速度を維持し、洗浄工程における表面粗さ悪化を抑制する観点、基板の清浄性向上の観点及び循環研磨における研磨液の耐久性向上の観点から、0.001質量%以上5質量%以下が好ましく、0.005質量%以上4質量%以下がより好ましく、0.01質量%以上3質量%以下がさらに好ましく、0.01質量%以上1質量%以下がさらにより好ましく、0.01質量%以上0.5質量%以下がさらにより好ましく、0.01質量%以上0.1質量%以下がさらにより好ましい。なお、前記含有量は、研磨液組成物中の多価アミン化合物が複数種類の場合、全多価アミン化合物の合計含有量を示す。

10

【0032】

研磨液組成物における多価アミン化合物と酸の質量比（多価アミン化合物の質量/酸の質量）は、研磨速度を維持し、洗浄工程における表面粗さ悪化を抑制する観点、清浄性の向上の観点、並びに循環研磨における耐久性向上の観点から、0.001以上1.0以下が好ましく、より好ましくは0.005以上0.5以下、さらに好ましくは0.01以上0.3以下である。

20

【0033】

[水溶性高分子]

本開示の研磨液組成物は、一又は複数の実施形態において、洗浄工程における表面粗さ悪化を抑制する観点から水溶性高分子を含有することが好ましく、アニオン性基を有する水溶性高分子（以下「アニオン性高分子」とも言う。）を含有することがより好ましい。

30

【0034】

アニオン性高分子のアニオン性基としては、カルボン酸基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、ホスホン酸基等が挙げられる。これらのアニオン性基は塩の形態であってもよい。アニオン性基が塩を形成する場合、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。アルキルアンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウム等が挙げられる。中でも、作業性の観点からナトリウム塩が好ましい。

40

【0035】

アニオン性高分子は、例えば、スルホン酸基を有する単量体、カルボン酸基を有する単量体等のアニオン性基を有する単量体を重合することにより得られうる。これら単量体の重合は、ランダム、ブロック、又はグラフトのいずれでもよい。

【0036】

スルホン酸基を有する単量体の具体例としては、イソプレンスルホン酸、2 - (メタ) アクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸、スチレンスルホン酸、メタリルスルホン酸、ビニルスルホン酸、アリルスルホン酸、イソアミレンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。カルボン酸基を有する単量体としては、例えば、イタコン酸、(メタ) アクリル酸、マレイン酸等が挙げられる。リン酸エステル基又はホスホン酸基を有する単量体としては、例えば、ビニルホスホン酸、メタクロイルオキシメチルリン酸、メ

50

タクロリルオキシエチルリン酸、メタクロイルオキシブチルリン酸、メタクロリルオキシヘキシルリン酸、メタクロリルオキシオクチルリン酸、メタクロリルオキシデシルリン酸、メタクロリルオキシラウリルリン酸、メタロイルオキシステアリルリン酸、メタクロイルオキシ1、4-ジメチルシクロヘキシルリン酸が挙げられる。

【0037】

また、アニオン性高分子には、上記以外の単量体を用いることもできる。他の単量体としては、例えば、スチレン、*m*-メチルスチレン、ビニルトルエン、*p*-メチルスチレン等の芳香族ビニル化合物、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸オクチル等の(メタ)アクリル酸アルキルエステル類、ブタジエン、イソプレン、2-クロル-1,3-ブタジエン、1-クロル-1,3-ブタジエン等の脂肪族共役ジエン、(メタ)アクリロニトリル等のシアン化ビニル化合物が挙げられる。

10

【0038】

アニオン性高分子としては、一又は複数の実施形態において、ポリアクリル酸、(メタ)アクリル酸/イソプレンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体(AA-AMPS)、(メタ)アクリル酸/イソプレンスルホン酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、メチルナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、アントラセンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、メラミンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、リグニンスルホン酸、変成リグニンスルホン酸、アミノアリールスルホン酸-フェノール-ホルムアルデヒド縮合物、スチレン/イソプレンスルホン酸共重合体、スチレン/スチレンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸アルキルエステル/スチレンスルホン酸共重合体が挙げられるが、研磨速度の維持及び洗浄後の表面粗さの悪化抑制の観点から、ポリアクリル酸、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、スチレン/イソプレンスルホン酸共重合体、及びスチレン/スチレンスルホン酸共重合体から選ばれる1種以上が好ましく、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、及びスチレン/スチレンスルホン酸共重合体から選ばれる1種以上がより好ましい。

20

【0039】

水溶性高分子の重量平均分子量は、一又は複数の実施形態において、研磨速度の維持及び洗浄後の表面粗さの悪化抑制の観点から、500以上12万以下であることが好ましく、1000以上10万以下がより好ましく、1000以上3万以下がさらに好ましく、1000以上1万以下がさらにより好ましく、1500以上8000以下がさらにより好ましい。該重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)を用いて実施例に記載の方法により求めることができる。

30

【0040】

研磨液組成物における水溶性高分子の含有量は、一又は複数の実施形態において、研磨速度の維持及び洗浄後の表面粗さの悪化抑制の観点から、0.001質量%以上1質量%以下が好ましく、より好ましくは0.005質量%以上0.5質量%以下、さらに好ましくは0.01質量%以上0.2質量%以下、さらにより好ましくは0.01質量%以上0.1質量%以下、さらにより好ましくは0.015質量%以上0.075質量%以下、さらにより好ましくは0.02質量%以上0.075質量%以下である。

40

【0041】

[水]

本開示の研磨液組成物は、媒体として水を含む。水は、一又は複数の実施形態において、蒸留水、イオン交換水、純水及び超純水等が使用され得る。本開示の研磨液組成物中の水の含有量は、研磨液組成物の取扱いがさらに容易になるため、55質量%以上が好ましく、より好ましくは70質量%以上、さらに好ましくは80質量%以上、特に好ましくは85質量%以上である。また、前記水の含有量は、研磨速度向上の観点から、99質

50

量%以下が好ましく、より好ましくは98質量%以下、さらに好ましくは97質量%以下である。したがって、前記媒体の含有量は、55質量%以上99質量%以下が好ましく、より好ましくは70質量%以上98質量%以下、さらに好ましくは80質量%以上97質量%以下、さらにより好ましくは85質量%以上97質量%以下である。

【0042】

[その他の成分]

本開示の研磨液組成物は、さらに、殺菌剤、抗菌剤、増粘剤、分散剤、防錆剤等を含んでもよい。これらの成分の研磨液組成物中の含有量は、研磨特性の観点から、5質量%以下が好ましく、より好ましくは3質量%以下、さらに好ましくは1質量%以下である。

【0043】

[研磨液組成物のpH]

本開示の研磨液組成物のpHは、研磨速度向上及び洗浄工程での表面粗さ低減の観点、循環研磨における耐久性向上の観点、研磨機の腐食防止及び作業者の安全性向上の観点から、好ましくは1.0以上4.7以下であり、より好ましくは1.5以上4.3以下、更に好ましくは2.0以上4.1以下である。本開示に係る研磨液組成物においては、従来困難とされていた低pHの生産効率のよい条件においても表面粗さの低減が実現できる。なお、上記のpHは、25における研磨液組成物のpHであり、pHメータを用いて測定できる。

【0044】

[研磨液組成物の調製方法]

本開示の研磨液組成物は、各成分を公知の方法で混合することにより、調製することができる。研磨液組成物は、経済性の観点から、通常、濃縮液として製造され、これを使用時に希釈する場合が多い。研磨液組成物は、そのまま使用してもよいし、濃縮液であれば希釈して使用すればよい。濃縮液を希釈する場合、その希釈倍率は、特に制限されず、前記濃縮液における各成分の濃度(研磨材の含有量等)や研磨条件等に応じて適宜決定できる。

【0045】

研磨液組成物のpHは、前記成分の混合後、所定のpHに調整してもよいし、混合前にそれぞれ調整していてもよい。pHの調整は、酸、水溶性金属塩、(多価)アミン化合物、及びそれら以外のpH調整剤により行うことができる。

【0046】

[被研磨ガラス基板]

本開示の研磨液組成物の研磨対象である被研磨ガラス基板は、一又は複数の実施形態において、ガラスハードディスク基板の製造工程にあるガラス基板である。前記ガラス基板としては、アルミノ珪酸ガラス、ホウ珪酸ガラス、アルミノホウ珪酸ガラス、化学強化工程でナトリウムがカリウムに置換されたアルミノ珪酸ガラス等のSi以外の金属原子を含有するガラスが挙げられるが、研磨速度向上の観点から、アルミノ珪酸ガラス基板、及び化学強化工程でナトリウムがカリウムに置換されたアルミノ珪酸ガラスが好ましく、アルミノ珪酸ガラス基板がより好ましい。また、本発明に用いられる被研磨ガラスハードディスク基板は、一又は複数の実施形態において、水平磁気記録用基板、垂直磁気記録用基板、熱アシスト記録(HAMR)用基板のいずれにも用いることができる。

【0047】

アルミノ珪酸ガラス基板は、その構成元素としてO(酸素)以外ではSiを最も多く含み、次いでAl(アルミニウム)を多く含む。通常、Siの含有量は15~40質量%であり、Alの含有量は2~25質量%であり、他にもNa、K、Ti、Zn、S、Ca、Mg、P、B、Zr、Fe、Sr、Nb、Ba、Niなどを含むことがある。ハードディスク用として用いられる場合には、アルミノ珪酸ガラス基板は、研磨速度の向上及び基板の透明性維持の観点から、Alの含有量は、3質量%以上20質量%以下が好ましく、4質量%以上15質量%以下がより好ましい。なお、アルミノ珪酸ガラス基板中に含まれるSi及びAlの含有量はESCA等の元素分析装置を用いて求めることができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 8 】

〔 ガラスハードディスク基板の製造方法 〕

一般に、ガラスハードディスク基板は、溶融ガラスの型枠プレス又はシートガラスから切り出す方法によってガラス基材を得る工程から、形状加工工程、端面研磨工程、粗研削工程、精研削工程、粗研磨工程、仕上げ研磨工程、化学強化工程を経て製造される。化学強化工程は仕上げ研磨工程の前に施しても良い。また各工程の間には洗浄工程が含まれることがある。研磨工程後のガラスハードディスク基板は、磁性膜の形成を含む記録部形成工程を経ることで磁気ディスク化されたガラスハードディスク基板となる。本開示の研磨液組成物は、仕上げ研磨工程における研磨に使用されることが好ましい。

【 0 0 4 9 】

したがって、本開示は、その他の態様において、本開示の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含むガラスハードディスク基板の製造方法（以下、「本開示の基板製造方法」ともいう）に関する。

【 0 0 5 0 】

〔 ガラス基板の研磨工程 〕

本開示の基板製造方法における被研磨ガラス基板を研磨する工程は、一又は複数の実施形態において、被研磨ガラス基板の研磨対象面に本開示の研磨液組成物を供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、所定の圧力（荷重）をかけながら、研磨パッドや被研磨基板を動かすこと等によって行う工程である。上述したとおり、この工程は、ガラスハードディスク基板の研磨工程の最終工程である仕上げ研磨工程であることが好ましい。また、仕上げ研磨工程では、一又は複数の実施形態において、本開示の研磨液組成物を用いて循環研磨してもよい。本開示において、循環研磨とは、ガラス基板の研磨工程において、使用した研磨液を再度研磨機に投入し、研磨液を研磨機内で循環させて再利用する手法をいう。研磨後の廃液を一度全量回収してから研磨機に再投入してもよいし、廃液を回収タンクに戻しながら連続的に研磨機に再投入してもよい。

【 0 0 5 1 】

〔 研磨機 〕

ガラス基板の研磨に用いられる研磨機としては、特に制限はなく、被研磨基板を保持する治具（キャリア：アラミド製等）と研磨布（研磨パッド）とを備える研磨機を用いることができる。中でも、両面研磨機が好適に用いられる。

【 0 0 5 2 】

〔 研磨パッド 〕

研磨パッドの材質としては、有機高分子等が挙げられ、前記有機高分子としては、ポリウレタン等が挙げられる。前記研磨パッドの形状は、不織布状が好ましい。例えば、粗研磨工程ではスウェード調のウレタン製硬質パッド、仕上げ研磨工程ではスウェード調のウレタン製軟質パッドが好適に用いられる。

【 0 0 5 3 】

研磨機を用いる研磨は、一又は複数の実施形態において、被研磨ガラス基板をキャリアで保持し研磨パッドを貼り付けた1対の研磨定盤で挟み込み、本開示の研磨液組成物を研磨パッドと被研磨基板との間に供給し、所定の圧力の下で研磨定盤及び/又は被研磨基板を動かすことにより、本開示の研磨液組成物を被研磨ガラス基板に接触させながら被研磨基板を研磨する方法が挙げられる。

【 0 0 5 4 】

被研磨ガラス基板を研磨する工程における研磨荷重は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは3 kPa以上、4 kPa以上がより好ましく、5 kPa以上がさらに好ましく、6 kPa以上がさらにより好ましい。研磨中に研磨機に振動が発生しないように安定に研磨できるという観点から、好ましくは40 kPa以下、30 kPa以下がより好ましく、20 kPa以下がさらに好ましく、15 kPa以下がさらにより好ましい。従って、研磨速度を維持し、安定に研磨できるという観点から、好ましくは3 kPa以上40 kPa以下、より好ましくは4 kPa以上30 kPa以下、さらに好ましくは5 kPa以上2

10

20

30

40

50

0 k P a 以下、さらにより好ましくは 6 k P a 以上 1 5 k P a 以下である。ここで、「研磨荷重」とは、研磨時に被研磨基板を挟み込む定盤から被研磨ガラス基板の研磨対象面に加えられる圧力をいう。

【 0 0 5 5 】

本開示の研磨液組成物の供給方法は、予め本開示の研磨液組成物の構成成分が十分に混合された状態で研磨パッドとガラス基板の間にポンプ等で供給する方法、研磨の直前の供給ライン内等で構成成分を混合して供給する方法、シリカ粒子スラリーと両性金属の水溶性金属塩を含有する水溶液とを別々に研磨装置に供給する方法等を用いることができる。

【 0 0 5 6 】

本開示の研磨液組成物の供給速度は、コスト低減の観点及び研磨速度の向上の観点から、被研磨基板 1 c m²あたり 0 . 0 1 m L / 分以上 1 . 0 m L / 分以下が好ましく、より好ましくは 0 . 0 2 5 m L / 分以上 0 . 6 m L / 分以下、さらに好ましくは 0 . 0 5 m L / 分以上 0 . 4 m L / 分以下、さらにより好ましくは 0 . 1 m L / 分以上 0 . 4 m L / 分以下である。また循環研磨をする場合であれば研磨液組成物を再利用できるので供給流量は上記記載の流量よりも多くなってもよい。

10

【 0 0 5 7 】

[ガラス基板の洗浄工程]

本開示の基板製造方法は、一又は複数の実施形態において、本開示の研磨液組成物を用いた研磨が施されたガラス基板（被洗浄基板）を、上述の洗浄剤組成物を用いて洗浄する工程を含む。洗浄工程における被洗浄基板には、本開示の研磨液組成物を使用した研磨工程の直後のガラス基板や、研磨工程後に乾燥を防ぐための水等への浸漬工程、予備洗浄として水洗浄工程や酸洗浄工程等を経たガラス基板が含まれる。この洗浄工程は、一又は複数の実施形態において、（ a ）被洗浄基板を洗浄剤組成物に浸漬するか、及び / 又は、（ b ）洗浄剤組成物を射出して被洗浄基板の表面上に洗浄剤組成物を供給することにより行われる。

20

【 0 0 5 8 】

前記方法（ a ）において、被洗浄基板の洗浄剤組成物への浸漬条件としては、特に制限はないが、例えば、洗浄剤組成物の温度は、安全性及び操業性の観点から 2 0 以上 1 0 0 以下であると好ましく、浸漬時間は、洗浄剤組成物による洗浄性と生産効率の観点から 1 0 秒以上 3 0 分以内であると好ましい。また、残留物の除去性及び残留物の分散性を高める観点から、洗浄剤組成物には超音波振動が付与されていると好ましい。超音波の周波数としては、好ましくは 2 0 k H z 以上 2 0 0 0 k H z 以下であり、より好ましくは 4 0 k H z 以上 2 0 0 0 k H z 以下であり、さらに好ましくは 4 0 k H z 以上 1 5 0 0 k H z 以下である。

30

【 0 0 5 9 】

前記方法（ b ）では、残留物の洗浄性や油分の溶解性を促進させる観点から、超音波振動が与えられている洗浄剤組成物を射出して、被洗浄基板の表面上に洗浄剤組成物を接触させて当該表面を洗浄するか、又は、洗浄剤組成物を被洗浄基板の表面上に射出により供給し、洗浄剤組成物が供給された当該表面を洗浄用ブラシでこすることにより洗浄することが好ましい。さらには、超音波振動が与えられている洗浄剤組成物を射出により洗浄対象の表面上に供給し、かつ、洗浄剤組成物が供給された当該表面を洗浄用ブラシでこすることにより洗浄することが好ましい。

40

【 0 0 6 0 】

洗浄剤組成物を被洗浄基板の表面上に供給する手段としては、スプレーノズル等の公知の手段を用いることができる。また、洗浄用ブラシとしては、特に制限はなく、例えばナイロンブラシや P V A（ポリビニルアルコール）スポンジブラシ等の公知のものを使用することができる。超音波の周波数としては、前記方法（ a ）で好ましく採用される値と同様であればよい。

【 0 0 6 1 】

洗浄工程では、前記方法（ a ）及び / 又は前記方法（ b ）に加えて、揺動洗浄、スピ

50

ナー等の回転を利用した洗浄、パドル洗浄等の公知の洗浄を用いる工程を1つ以上含んでもよい。

【0062】

[洗浄剤組成物]

洗浄剤組成物は、アルカリ剤、水、及び必要に応じて各種添加剤を含有するものを使用できる。

【0063】

[アルカリ剤]

前記洗浄剤組成物で使用されるアルカリ剤は、無機アルカリ剤及び有機アルカリ剤のうちのいずれであってもよい。無機アルカリ剤としては、例えば、アンモニア、水酸化カリウム、及び水酸化ナトリウム等が挙げられる。有機アルカリ剤としては、例えば、ヒドロキシアルキルアミン、テトラメチルアンモニウムヒドロオキサイド、及びコリンからなる群より選ばれる一種以上が挙げられる。これらのアルカリ剤は、単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。

10

【0064】

ヒドロキシアルキルアミンとしては、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、メチルエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、モノプロパノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミン、メチルプロパノールアミン、メチルジプロパノールアミン、アミノエチルエタノールアミン等が挙げられる。なかでも、製品安定性及び環境保全性を向上させる観点から、モノエタノールアミン、メチルジエタノールアミン及びアミノエチルエタノールアミンが好ましく、モノエタノールアミン及びアミノエチルエタノールアミンがより好ましい。これらのヒドロキシアルキルアミンは単独で用いても良く、二種以上を混合して用いても良い。

20

【0065】

前記アルカリ剤のうち、洗浄剤組成物の基板上的残留物の分散性の向上、保存安定性の向上、及び特にガラスに対するエッチング制御の容易化の観点から、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、モノエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、及びアミノエチルエタノールアミンからなる群から選ばれる少なくとも1種が好ましく、水酸化カリウム及び水酸化ナトリウムからなる群から選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

【0066】

洗浄剤組成物におけるアルカリ剤の含有量は、洗浄剤組成物の基板上的残留物に対する洗浄性を発現させ、かつ、取扱時の安全性を高める観点から、0.1質量%以上10質量%以下であると好ましく、0.3質量%以上3質量%以下であるとより好ましい。

30

【0067】

洗浄剤組成物のpHは、基板上的残留物の分散性を向上させる観点から、8.0以上13.0以下であり、好ましくは9.0以上13.0以下、より好ましくは10.0以上13.0以下、さらに好ましくは11.0以上13.0以下である。なお、上記のpHは、25における洗浄剤組成物のpHであり、pHメータ(東亜電波工業株式会社、HM-30G)を用いて測定でき、電極の洗浄剤組成物への浸漬後3分後の数値である。

【0068】

[各種添加剤]

前記洗浄剤組成物には、アルカリ剤以外に、非イオン界面活性剤、キレート剤、エーテルカルボキシレート、脂肪酸、アニオン性界面活性剤、水溶性高分子、消泡剤(成分に該当する界面活性剤は除く。)、アルコール類、防腐剤、酸化防止剤等が含まれていても良い。

40

【0069】

前記洗浄剤組成物に含まれる水以外の成分の含有量は、コスト低減や各種添加剤の十分な効果が発現される濃縮度である事と保存安定性向上との両立の観点から、水の含有量と水以外の成分の含有量の合計を100質量%とすると、好ましくは10質量%以上60質量%以下であり、より好ましくは15質量%以上50質量%以下であり、さらに好ましく

50

は 15 質量%以上 40 質量%以下である。

【0070】

前記洗浄剤組成物は、希釈して用いられる。希釈倍率は、洗浄効率を考慮すると、好ましくは 10 倍以上 500 倍以下、より好ましくは 20 倍以上 200 倍以下、更に好ましくは 50 倍以上 100 倍以下である。希釈用の水は、下記と同様のものでよい。

【0071】

[水]

前記洗浄剤組成物に含まれる水は、溶媒としての役割を果たすことができるものであれば特に制限はなく、例えば、超純水、純水、イオン交換水、又は蒸留水等を挙げることができるが、超純水、純水、又はイオン交換水が好ましく、超純水がより好ましい。尚、純水及び超純水は、例えば、水道水を活性炭に通し、イオン交換処理し、さらに蒸留したものを、必要に応じて所定の紫外線殺菌灯を照射、又はフィルターに通すことにより得ることができる。尚、洗浄剤組成物は、溶媒として上記水に加えて水系溶媒（例えば、エタノール等のアルコール）をさらに含んでいてもよいが、洗浄剤組成物に含まれる溶媒は水のみからなると好ましい。

10

【0072】

[磁性膜の形成工程]

本開示の基板製造方法は、一又は複数の実施形態において、被研磨ガラス基板の研磨工程及び洗浄工程後のガラス基板上に磁性膜を形成する工程、或いは、磁性膜の形成を含む記録部形成工程を有してもよい。

20

【0073】

[ガラス基板の研磨方法]

本開示は、その他の態様において、被研磨ガラス基板の研磨対象面に本開示の研磨液組成物を供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び前記被研磨基板の少なくとも一方を動かして研磨することを含むガラス基板の研磨方法に関する。本開示の研磨方法における、研磨液組成物の供給方法、研磨条件、実施形態は、上述の研磨工程における研磨と同様とすることができる。

【0074】

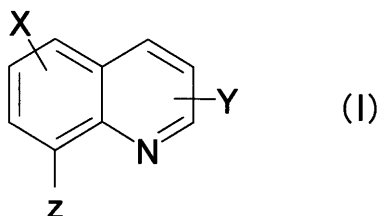
上述した実施形態に関し、本開示はさらに以下の一又は複数の実施形態にかかる組成物、製造方法、或いは用途を開示する。

30

【0075】

< 1 > シリカ粒子、酸、下記式 (I) で表される化合物及びその塩からなる群から選ばれる少なくとも 1 種である成分 (A)、及び水を含む、ガラスハードディスク基板用研磨液組成物。

【化 3】



40

[式 (I) において、X 及び Y は、それぞれ独立して、水素原子、炭素原子数 1 以上 4 以下の炭化水素基、水酸基、スルホン酸基、カルボキシ基、ニトロ基、及びハロゲンからなる群から選られ、Z は、水素原子、水酸基、及びカルボキシ基からなる群から選ばれる。]

【0076】

< 2 > 式 (I) で表される化合物が、8 - ヒドロキシキノリン、8 - キノリンカルボン酸、及びこれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 種である、< 1 > に記載の研磨液組成物。

50

< 3 > 成分 (A) の含有量が、好ましくは 1 0 p p m 以上、より好ましくは 5 0 p p m 以上、さらに好ましくは 1 0 0 p p m 以上である、< 1 > 又は < 2 > に記載の研磨液組成物。

< 4 > 成分 (A) の含有量が、好ましくは 5 0 0 p p m 以下が好ましく、より好ましくは 3 0 0 p p m 以下である、< 1 > から < 3 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 5 > 成分 (A) の含有量が、好ましくは 1 0 p p m 以上 5 0 0 p p m 以下が好ましく、より好ましくは 5 0 p p m 以上 3 0 0 p p m 以下、さらに好ましくは 1 0 0 p p m 以上 3 0 0 p p m 以下である、< 1 > から < 4 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 6 > シリカ粒子の一次粒子の平均粒子径が、好ましくは 5 n m 以上 2 0 0 n m 以下、より好ましくは 7 n m 以上 1 0 0 n m 以下、さらに好ましくは 9 n m 以上 8 0 n m 以下、さらにより好ましくは 1 0 n m 以上 5 0 n m 以下である、< 1 > から < 5 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

10

< 7 > シリカ粒子の含有量が、好ましくは 1 質量% 以上 2 0 質量% 以下、より好ましくは 2 質量% 以上 1 9 質量% 以下、さらに好ましくは 3 質量% 以上 1 8 質量% 以下、さらにより好ましくは 5 質量% 以上 1 6 質量% 以下である、< 1 > から < 6 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 8 > 酸の含有量が、0 . 0 5 質量% 以上が好ましく、より好ましくは 0 . 1 質量% 以上、さらに好ましくは 0 . 1 5 質量% 以上である、< 1 > から < 7 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 9 > 酸の含有量が、1 0 質量% 以下が好ましく、より好ましくは 7 . 5 質量% 以下、さらに好ましくは 5 . 5 質量% 以下、さらにより好ましくは 2 質量% 以下である、< 1 > から < 8 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

20

< 1 0 > 酸の含有量が、0 . 0 5 質量% 以上 1 0 質量% 以下が好ましく、より好ましくは 0 . 1 質量% 以上 7 . 5 質量% 以下、さらに好ましくは 0 . 1 5 質量% 以上 5 . 5 質量% 以下、さらにより好ましくは 0 . 1 5 質量% 以上 2 質量% 以下である、< 1 > から < 9 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 1 > さらにアミン化合物を含有する、< 1 > から < 1 0 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 2 > アミン化合物中に含まれる窒素原子の数が、好ましくは 1 0 個以下、より好ましくは 8 個以下、更に好ましくは 6 個以下、更により好ましくは 4 個以下である、< 1 1 > に記載の研磨液組成物。

30

< 1 3 > アミン化合物中に含まれる窒素原子の数が、好ましくは 2 個以上、より好ましくは 3 個以上である、< 1 1 > 又は < 1 2 > に記載の研磨液組成物。

< 1 4 > アミン化合物の分子量が、好ましくは 5 0 0 以下、より好ましくは 4 0 0 以下、更に好ましくは 3 0 0 以下、更により好ましくは 2 0 0 以下である、< 1 1 > から < 1 3 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 5 > アミン化合物の分子量が、好ましくは 4 0 以上、より好ましくは 6 0 以上、更に好ましくは 8 0 以上、更により好ましくは 1 0 0 以上である、< 1 1 > から < 1 4 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 6 > アミン化合物の分子量が、好ましくは 4 0 以上 5 0 0 以下、より好ましくは 6 0 以上 4 0 0 以下、さらに好ましくは 8 0 以上 3 0 0 以下、さらにより好ましくは 1 0 0 以上 2 0 0 以下である、< 1 1 > から < 1 5 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

40

< 1 7 > アミン化合物の含有量が、好ましくは 5 質量% 以下、より好ましくは 4 質量% 以下、更に好ましくは 3 質量% 以下、更により好ましくは 1 質量% 以下、更により好ましくは 0 . 5 質量% 以下、更により好ましくは 0 . 1 質量% 以下である、< 1 1 > から < 1 6 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 8 > アミン化合物の含有量が、好ましくは 0 . 0 0 1 質量% 以上、より好ましくは 0 . 0 0 5 質量% 以上、更により好ましくは 0 . 0 1 質量% 以上である、< 1 1 > から < 1 7 > のいずれかに記載の研磨液組成物。

< 1 9 > アミン化合物の含有量が、好ましくは 0 . 0 0 1 質量% 以上 5 質量% 以下、

50

より好ましくは0.005質量%以上4質量%以下、更に好ましくは0.01質量%以上3質量%以下、更により好ましくは0.01質量%以上1質量%以下、更により好ましくは0.01質量%以上0.5質量%以下、更により好ましくは0.01質量%以上0.1質量%以下である、<11>から<18>のいずれかに記載の研磨液組成物。

<20> アミン化合物と酸の質量比(多価アミン化合物の質量/酸の質量)が、好ましくは0.001以上1.0以下、より好ましくは0.005以上0.5以下、さらに好ましくは0.01以上0.3以下である、<11>から<19>のいずれかに記載の研磨液組成物。

<21> さらに水溶性高分子を含有する、<1>から<20>のいずれかに記載の研磨液組成物。

<22> 水溶性高分子の分子量が、好ましくは500以上12万以下、より好ましくは1000以上10万以下、更に好ましくは1000以上3万以下、更により好ましくは1000以上1万以下、更により好ましくは1500以上8000以下である、<21>に記載の研磨液組成物。

<23> 水溶性高分子の含有量が、好ましくは0.001質量%以上1質量%以下、より好ましくは0.005質量%以上0.5質量%以下、更に好ましくは0.01質量%以上0.2質量%以下、更により好ましくは0.01質量%以上0.1質量%以下、更により好ましくは0.015質量%以上0.075質量%以下、更により好ましくは0.02質量%以上0.075質量%以下である、<21>又は<22>に記載の研磨液組成物。

<24> アルミノ珪酸ガラス基板を研磨するための、<1>から<23>のいずれかに記載の研磨液組成物。

<25> pHが、好ましくは1.0以上4.7以下、より好ましくは1.5以上4.3以下、更に好ましくは2.0以上4.1以下である、<1>から<24>のいずれかに記載の研磨液組成物。

<26> <1>から<25>のいずれかに記載の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含む、ガラスハードディスク基板の製造方法。

<27> さらに、前記研磨工程の後のガラス基板を、洗浄剤組成物を用いて洗浄する工程を含む、<26>記載のガラスハードディスク基板の製造方法。

<28> さらに、ガラス基板上に磁性膜を形成する工程を含む、<26>又は<27>に記載のガラスハードディスク基板の製造方法。

<29> <1>から<25>のいずれかに記載の研磨液組成物を使用して被研磨ガラス基板を研磨する工程を含む、ガラス基板の研磨方法。

【実施例】

【0077】

[実施例1~15、比較例1~7]

1. 被研磨ガラス基板の調製

セリア砥粒を含有する研磨液組成物であらかじめ粗研磨したアルミノ珪酸ガラス基板を被研磨ガラス基板として用意した。基板中に含まれる構成元素は、Siの含有量は20質量%、Alの含有量は5質量%であった。構成元素は、ESCA(Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)法を用い以下の測定条件で測定した。

【0078】

[ESCA測定条件]

・試料作製

アルミノ珪酸ガラス基板を1cm×1cmに切断し、カーボン製両面テープ上に乗せ固定した。表面のゴミ等を除くためにArスパッタを加速電圧2kVで6分間かけ、ESCA測定を実施した。

・測定

機器：アルバックファイ製 PHI Quantera SXM

10

20

30

40

50

X線源：単色化 Al K 線、1486.6 eV、25 W、15 kV

ビーム径：100 μm

X線入射角：45°

測定範囲：500 × 500 (μm²)

Pass energy：280.0 (survey)、140.0 eV (narrow)

Step size：1.00 (survey)、0.250 eV (narrow)

測定元素：C, N, O, Na, Mg, Al, Si, S, K, Ti, Zr, Nb

帯電補正：Neutralizer 及び Ar⁺照射

【0079】

2. 研磨液組成物の調製

10

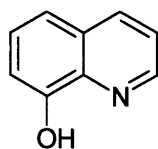
イオン交換水に下記表1の助剤を同様の濃度となるように添加し、さらにコロイダルシリカ（一次粒子平均粒子径：25 nm）を研磨液組成物中8質量%になるよう添加し、酸（クエン酸、又はクエン酸+硫酸）を用いてpHを調整し、実施例1～15及び比較例1～7の研磨液組成物を得た。なお、pHは、pHメータ（東亜電波工業株式会社、HM-30G）を用い、電極を25の研磨液組成物への3分間浸漬した後の数値である。

【0080】

〔助剤〕

実施例1～5：8-ヒドロキシキノリン

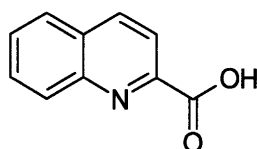
【化4】



20

実施例6：キナルジン酸

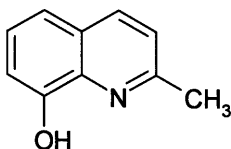
【化5】



30

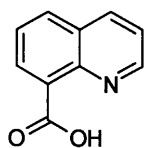
実施例7：2メチル-8-ヒドロキシキノリン

【化6】



実施例8：8-キノリンカルボン酸

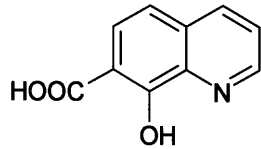
【化7】



40

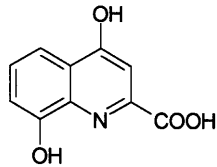
実施例9：8-ヒドロキシキノリン-7-カルボン酸

【化 8】



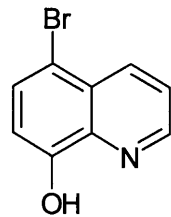
実施例 10 : キサンツレン酸

【化 9】



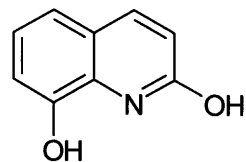
実施例 11 : 5 - ブロモ - 8 - ヒドロキシキノリン

【化 10】



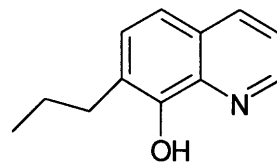
実施例 12 : 2 , 8 - ジヒドロキシキノリン

【化 11】



実施例 13 : 7 - プロピル 8 - ヒドロキシキノリン

【化 12】



実施例 14 : 8 - ヒドロコキシキノリン及びヒドロキシエチルピペラジン

実施例 15 : 8 - ヒドロコキシキノリン及び A A / A M P S

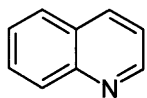
A A / A M P S = アクリル酸/アクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸共重合体ナトリウム塩 (モル比90mol% / 10mol%、重量平均分子量 18000 (P E G 換算)、東亜合成社製)

比較例 1、7 : なし

比較例 2 : ベンゾトリアゾール

比較例 3 : キノリン

【化 13】



比較例 4 : 8 - ヒドロキシキノリン N - オキシド

10

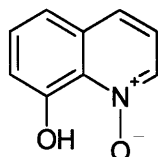
20

30

40

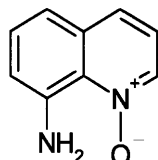
50

【化 1 4】



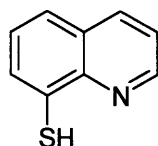
比較例 5 : 8 - アミノキシキノリン N - オキシド

【化 1 5】



比較例 6 : 8 - メルカプトキノリン

【化 1 6】



【0081】

〔シリカ粒子の一次粒子平均粒子径の測定方法〕

コロイダルシリカを含む試料を、透過型電子顕微鏡「JEM-2000FX」(80kV、1~5万倍、日本電子社製)により当該製造業者が添付した説明書に従って試料を観察し、TEM(Transmission Electron Microscope)像を写真撮影した。この写真をスキャナで画像データとしてパソコンに取り込み、解析ソフト「WinROOF ver. 3.6」(販売元:三谷商事)を用いて、個々のシリカ粒子の円相当径を計測し、粒子径を求めた。このようにして、1000個のシリカ粒子の粒子径を求めた後、これらの平均値を算出し、この平均値を一次粒子の平均粒子径とした。

【0082】

重合平均分子量の測定

水溶性高分子化合物の重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法を下記の条件で適用して得たクロマトグラム中のピークに基づき算出した。

装置: HLC-8320 GPC(東ソー株式会社製、検出器一体型)

カラム: TSK gel - M+TSK gel - M(カチオン、東ソー株式会社製)

溶離液: エタノール/水(=3/7)に対して、LiBr(50mmol/L(0.43質量%))、CH₃COOH(166.7mmol/L(1.0質量%))を添加

流量: 0.6mL/min

カラム温度: 40

検出器: RI

標準物質: 分子量既知の単分散ポリエチレングリコール

【0083】

3. 研磨方法

実施例1~15、及び比較例1~7の研磨液組成物を用いた研磨は、下記の標準研磨試験の条件で行った。

〔研磨条件〕

研磨試験機: スピードファム社製「両面9B研磨機」

研磨パッド: スウェードタイプ(厚さ0.9mm、平均開孔径30μm、材質: 発泡ウレタン)

研磨液組成物供給量: 100mL/分(被研磨基板1cm²あたりの供給速度: 約0.3

10

20

30

40

50

m L / 分)

下 定 盤 回 転 数 : 3 2 . 5 r p m

研 磨 荷 重 : 8 . 4 k P a

キ ャ リ ア : ア ラ ミ ド 製、厚 さ 0 . 4 5 m m

研 磨 時 間 : 2 0 分

被 研 磨 基 板 : ア ル ミ ノ 珪 酸 ガ ラ ス 基 板 (外 径 6 5 m m、内 径 2 0 m m、厚 さ 0 . 6 3 5 m m)

投 入 基 板 枚 数 : 1 0 枚

リ ン ス 条 件 : 荷 重 = 2 . 0 k P a、時 間 = 2 分、イ オ ン 交 換 水 供 給 量 = 約 2 L / 分

研 磨 後 の 基 板 を 下 記 洗 浄 条 件 で 洗 浄 し 評 価 を 実 施 し た。

10

【 0 0 8 4 】

4 . 洗 浄 方 法

研 磨 し た ア ル ミ ノ 珪 酸 ガ ラ ス 基 板 を、洗 浄 装 置 に て 以 下 の 条 件 で 洗 浄 し た。

(1) 洗 浄 - 1 : K O H 水 溶 液 か ら な る p H 1 2 . 0 の ア ル カ リ 性 洗 浄 剤 組 成 物 を 入 れ た 樹 脂 槽 (4 0) に 被 洗 浄 基 板 を 浸 漬 し、超 音 波 を 照 射 し な が ら 1 2 0 秒 間 洗 浄 す る。

(2) す す ぎ - 1 : 被 洗 浄 基 板 を、超 純 水 を 入 れ た 樹 脂 槽 (4 0) に 移 し、超 音 波 (1 2 0 k H z) を 照 射 し な が ら 1 2 0 秒 間 す す ぎ を 行 う。

(3) 再 度 (1) と (2) を 繰 り 返 す。

(4) 洗 浄 - 2 : 樹 脂 槽 内 か ら 被 洗 浄 基 板 を、洗 浄 ブ ラ シ が セ ッ ト さ れ た ス ク ラ ブ 洗 浄 ユ ニ ッ ト に 移 し、洗 浄 ブ ラ シ に 常 温 の 洗 浄 剤 組 成 物 を 射 出 し、該 洗 浄 剤 組 成 物 の 存 在 下 で 洗 浄 ブ ラ シ を 該 基 板 の 両 面 に 4 0 0 r p m で 回 転 さ せ な が ら 押 し 当 て る こ と に よ り、洗 浄 を 5 秒 間 行 う。洗 浄 剤 組 成 物 に は、「 (1) 洗 浄 - 1 」で 用 い た 洗 浄 剤 組 成 物 と 同 組 成 の も の を 用 い る。

20

(5) す す ぎ - 2 : 次 の ス ク ラ ブ 洗 浄 ユ ニ ッ ト に 被 洗 浄 基 板 を 移 し、常 温 の 超 純 水 を 射 出 し、洗 浄 ブ ラ シ を 該 基 板 の 両 面 に 4 0 0 r p m で 回 転 さ せ な が ら 押 し 当 て る こ と に よ り、す す ぎ を 5 秒 間 行 う。

(6) 再 度 (4) と (5) を 繰 り 返 す。

(7) す す ぎ - 3 : 超 純 水 を 入 れ た 樹 脂 槽 に 移 し、1 0 分 間 す す ぎ を 行 う。

(8) 乾 燥 : 温 純 水 (6 0) を 入 れ た 樹 脂 槽 に 移 し、6 0 秒 間 浸 漬 し た 後、2 5 0 m m / 分 の 速 度 で 被 洗 浄 基 板 を 引 き 上 げ、4 2 0 秒 間 放 置 し、完 全 に 基 板 表 面 を 乾 燥 さ せ る。

30

【 0 0 8 5 】

5 . 評 価 方 法

研 磨 速 度、及 び 表 面 粗 さ の 評 価 は、以 下 の よ う に 行 っ た。

【 0 0 8 6 】

〔 研 磨 速 度 の 測 定 方 法 〕

研 磨 前 後 の 基 板 の 質 量 差 (g) を 該 基 板 の 密 度 (2 . 4 6 g / c m ³)、基 板 の 表 面 積 (3 0 . 0 4 c m ²)、及 び 研 磨 時 間 (分) で 除 し た 単 位 時 間 当 た り の 研 磨 量 を 計 算 し、研 磨 速 度 (μ m / 分) を 算 出 し た。そ の 結 果 を 下 記 表 1 に 比 較 例 4 を 1 0 0 と し た 相 対 値 と し て 示 す。

40

【 0 0 8 7 】

〔 表 面 粗 さ の 測 定 方 法 〕

前 述 の 研 磨 方 法 に よ り 得 ら れ た 同 じ 研 磨 処 理 を 施 し た 基 板 1 0 枚 の う ち、無 作 為 に 3 枚 選 択 し、洗 浄 剤 組 成 物 を 用 い た 洗 浄 を 行 い、そ れ ぞ れ の 表 面 粗 さ を 測 定 し た。表 面 粗 さ は、各 々 の 基 板 の 両 面 を、以 下 に 示 す 条 件 に て、A F M (D i g i t a l I n s t r u m e n t N a n o S c o p e I I I a M u l t i M o d e A F M) を 用 い て 測 定 し、平 均 値 を 算 出 し た。表 面 粗 さ (A F M - R a) の 結 果 を 下 記 表 1 に 比 較 例 4 を 1 0 0 と し た 相 対 値 と し て 示 す。

(A F M の 測 定 条 件)

M o d e : T a p p i n g m o d e

A r e a : 1 × 1 μ m

50

Scan rate : 1.0 Hz
 Cantilever : NCH - 10 V
 Line : 512 x 512
 【0088】

〔清浄性の測定方法〕

10000 rpmで回転している洗浄された基板に、光学式微細欠陥検査装置（Candela 6100、KLATencor社製）のMODE Q - Scatterでレーザーを照射して、欠陥数（基板上的異物数）の測定を実施した。実施例1～15及び比較例1～7の洗浄剤組成物それぞれにつき10枚ずつの基板について前記測定を行い、平均値を得た。欠陥数が少ないほど洗浄性が高いことを示す。洗浄性の結果を、比較例1を100とした相対値で表1に示す。

【0089】

【表1】

表1	No	助剤		酸	pH	研磨速度 (相対値)	表面粗さ (相対値)	清浄性 (相対値)
		種類	添加量 (ppm)					
比較例	7	—	—	クエン酸/硫酸	2.0	233	75	140
比較例	1	—	—	クエン酸	4.0	100	100	100
実施例	1	8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	4.0	105	77	45
	2	8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	3.0	200	80	82
	3	8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	2.0	260	74	276
	4	8-ヒドロキシキノリン	50	クエン酸	4.0	106	98	165
	5	8-ヒドロキシキノリン	25	クエン酸	4.0	103	105	171
	6	キナルジン酸	100	クエン酸	4.0	107	75	230
	7	2-メチル-8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	4.0	93	80	108
	8	8-キノリンカルボン酸	100	クエン酸	4.0	100	81	87
	9	8-ヒドロキシキノリン-7-カルボン酸	100	クエン酸	4.0	123	94	51
	10	キサントレン酸	100	クエン酸	5.0	119	90	94
	11	5-ブromo-8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	4.0	129	88	58
	12	2,8-ジヒドロキシキノリン	100	クエン酸	4.0	129	88	134
	13	7-プロピル-8-ヒドロキシキノリン	100	クエン酸	4.0	129	88	160
	14	8-ヒドロキシキノリン + ヒドロキシエチルピペラジン	100+ 300	クエン酸	4.0	95	74	30
	15	8-ヒドロキシキノリン + AA/AMPS	100+ 300	クエン酸	4.0	71	67	32
比較例	2	ベンゾトリアゾール	300	クエン酸/硫酸	2.0	220	97	227
	3	キノリン	100	クエン酸	4.0	98	100	192
	4	8-ヒドロキシキノリン N-オキッド	100	クエン酸	4.0	100	100	370
	5	8-アミノキシキノリン N-オキッド	100	クエン酸	4.0	73	104	140
	6	8-メルカプトキノリン	100	クエン酸	4.0	68	95	110

【0090】

上記表1に示すとおり、実施例1の研磨液組成物は、比較例1と比べて研磨速度が維持され、かつ、洗浄後の基板表面の表面粗さの悪化が抑制された。また、8ヒドロキシキノリン（実施例1と2参照）等は更に清浄性が高いことがわかる。