

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4005249号

(P4005249)

(45) 発行日 平成19年11月7日(2007. 11. 7)

(24) 登録日 平成19年8月31日(2007. 8. 31)

|                |              |                   |         |             |
|----------------|--------------|-------------------|---------|-------------|
| (51) Int. Cl.  |              | F I               |         |             |
| <b>C O 3 C</b> | <b>23/00</b> | <b>(2006. 01)</b> | C O 3 C | 23/00 A     |
| <b>C O 3 C</b> | <b>21/00</b> | <b>(2006. 01)</b> | C O 3 C | 21/00 1 O 1 |
| <b>C O 3 C</b> | <b>19/00</b> | <b>(2006. 01)</b> | C O 3 C | 19/00 Z     |
| <b>G 1 1 B</b> | <b>5/84</b>  | <b>(2006. 01)</b> | G 1 1 B | 5/84 A      |

請求項の数 7 (全 10 頁)

|           |                              |           |                     |
|-----------|------------------------------|-----------|---------------------|
| (21) 出願番号 | 特願平11-5296                   | (73) 特許権者 | 598116288           |
| (22) 出願日  | 平成11年1月12日(1999. 1. 12)      |           | 株式会社 ユニップ           |
| (65) 公開番号 | 特開2000-203889(P2000-203889A) |           | 東京都杉並区荻窪5-1-15      |
| (43) 公開日  | 平成12年7月25日(2000. 7. 25)      | (74) 代理人  | 100079201           |
| 審査請求日     | 平成13年3月19日(2001. 3. 19)      |           | 弁理士 石井 光正           |
|           |                              | (72) 発明者  | 平山 良夫               |
|           |                              |           | 静岡県駿東郡長泉町東野200-77   |
|           |                              | (72) 発明者  | 川口 正夫               |
|           |                              |           | 東京都杉並区荻窪5-1-15      |
|           |                              | (72) 発明者  | 森実 敏倫               |
|           |                              |           | 東京都練馬区羽沢2-26-12     |
|           |                              | (72) 発明者  | 徳島 忠夫               |
|           |                              |           | 神奈川県横浜市港北区太尾町2021-3 |
|           |                              |           | 番地                  |
|           |                              |           | 最終頁に続く              |

(54) 【発明の名称】 ガラス基板の表面処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程において、酸化還元電位が  $+300$  ないし  $+1200$  mV の機能水で所要時間処理することにより、ガラスの Si - O 結合からなる骨格を修復し、表面硬度を向上させて、耐食性能を改善することを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のガラス基板の表面処理方法において、機能水による処理時間を 1 ないし 10 分間としたことを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

【請求項 3】

研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程において、次の (イ) (ロ) (ハ) の処理を行うことを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

(イ) 酸化還元電位がマイナス又はプラスの機能水を用いてガラス基板を洗浄し、前記ガラス基板に付着する微粒子を除去する洗浄処理。

(ロ) 酸化還元電位が  $+300$  ないし  $+1200$  mV の機能水を 1 ないし 10 分間用いて、ガラス基板の表面からアルカリ成分を除去すると同時にガラスの Si - O 結合からなる骨格を修復する改質処理。

(ハ) 純水を用いて洗浄し、乾燥する仕上げ処理。

【請求項 4】

請求項 1、2 又は 3 に記載されたガラス基板の表面処理方法において、酸化還元電位が

10

20

プラスの機能水は、酸素ガスをオゾン溶解膜を通じて水中に溶解して作られたものであることを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

【請求項 5】

請求項 3 に記載のガラス基板の表面処理方法において、酸化還元電位がマイナスの機能水は、水素ガスを水素溶解膜を通じて水中に溶解して作られたものであることを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

【請求項 6】

請求項 3 に記載のガラス基板の表面処理方法において、酸化還元電位がマイナスの機能水の酸化還元電位は、 $-50$  ないし  $-300$  mV であることを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

10

【請求項 7】

請求項 3 に記載のガラス基板の表面処理方法において、酸化還元電位がマイナス又はプラスの機能水は、水の電気分解を利用して作られたものであることを特徴とするガラス基板の表面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ガラス基板の表面処理方法に関する。さらに詳しくは、コンピュータの記録媒体として使用される HDD（ハードディスクドライバ）の磁気ディスク用ガラス基板又は液晶ディスプレイ等を使用される電子部品実装用ガラス基板、とくに、化学強化ガラス基板や結晶化ガラス基板の表面改質のための処理方法に関する。

20

【0002】

【従来の技術】

従来、磁気ディスク用基板として、表面を Ni - P メッキしたアルミ合金基板が広く用いられてきたが、最近の HDD の高密度化に対応して、磁気ヘッドの低浮上化、耐衝撃性の向上のため、ガラス基板に対する要求が増えてきている。

【0003】

磁気ディスク用ガラス基板は、ディスクドライバの回転による遠心力、磁気ヘッドとの衝突による衝撃力に耐えるなどの特性が要求されることに伴い、通常のガラスと異なる機械的強度、及び高密度記録再生において十分な SN 比を確保するための磁性膜の配向性が要求される。

30

【0004】

上記機械的強度を向上させるため、ガラス基板として所定の形状に加工した後、(a) ガラス成分の Na をイオン半径の大きな K に置換し、表面に大きな圧縮応力を与えて強度を増した化学強化ガラス、又は (b) ガラスマトリックス中に微細な結晶体を析出させ、その歪みにより強化させた結晶化ガラスが用いられている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、化学強化ガラスは、アルカリイオン交換により強度を得るので、ガラス表面にアルカリが多いため、研磨工程中に表面がゲル化し易く、表面硬度も劣化し、真空中でその表面に磁性膜をスパッタ中に水分の放出が多く、磁性膜の配向性が下がるため、媒体の SN 比が劣化する問題がある。また、ゲルが空気中の水分や炭酸ガスと反応して、腐食によりヘッドクラッシュ等の磁気記録に影響を与える突起が生じる。

40

これを防止するため、硫酸や磷酸で基板表面を洗浄し、アルカリを除去することも提案されている（特開平 9 - 22525 号公報）。この方法によれば、アルカリ成分は除去されるが、ガラスの Si - O 結合からなる骨格を修復する酸化力が足りないため、表面硬度の劣化が十分に回復せず、コロージョンが発生する。すなわち、研磨によりガラス表面の骨格である Si - O 結合が研磨液に含まれているアルカリ成分により破壊されるため、表面の硬度は向上しないし、腐食を生じるので、研磨後に表面に付着される磁性膜（付着膜）の結晶配向性も向上しない。

50

従来行われてきたガラス研磨後の脱アルカリ洗浄は、これだけでは腐食防止に不十分であった。このため、脱アルカリ洗浄の後に、ガラス表面にアルコキシド法によりシリコン酸化物をコートする方法も行われてきたが、十分に反応させるためには、600以上の加熱が必要であり、これは、強化処理温度400～480を大幅に越すため、シリコン酸化物のガラス化が不完全となる問題がある。

#### 【0006】

通常、ガラスの研磨加工は、アルカリ研磨液でガラスの骨格であるSi-O結合を切断しながら研磨するケミカル・メカニカル研磨加工法(CMP)により研磨されるため、研磨加工終了後の表面にはゲル層が残る。このゲル層は柔らかく、水分を含み、アルカリ金属が動き易いので、付着膜の配向性を乱すと同時に腐食突起を生じるなどして耐食性能及びヘッド衝撃強度を低下させるという問題がある。アルカリを含まない結晶化ガラスでも、強化ガラスの場合と同様である。

#### 【0007】

本発明は、上記化学強化ガラスや結晶化ガラスを磁気記録用基板又は電子部品実装用基板として用いるときに問題となるガラス基板の腐食の防止及び表面強度の向上を目的として、ガラス基板の表面を改質し、その表面に付着される磁性膜の配向性を向上させるためのガラス基板の表面処理方法を提供することを課題とする。

#### 【0008】

##### 【課題を解決するための手段】

従来、半導体の洗浄や液晶ガラスの洗浄には、イオン水、ガス導入機能水が用いられてきたが、その大部分は、酸化還元電位(以下、ORPという)がマイナスのアルカリ側で、付着粒子を除去することが目的であった。磁気記録用基板又は電子部品実装用基板として必要な耐腐食性、硬度、結晶配向性の改善の目的でテストが行われた報告はない。

本発明者らは、テストの結果、ORPの極性の違いと表面改質の効果との間には、従来知られていた付着物除去作用以外に、表1のような関係があることを見出した。

#### 【表1】

| 表面改質の内容  | 有効なORPの極性            |
|----------|----------------------|
| ごみ付着物の除去 | 有機物にはマイナス、金属にはプラスが有効 |
| 腐食防止     | プラス                  |
| 硬度の向上    | プラス                  |
| 結晶配向性の向上 | プラス                  |

#### 【0009】

本発明は、上記事実に着目して、標準作業工程としてORPマイナスで除去できるごみ等を除去した後、ORPプラスの作用を利用することにより、磁気記録用基板又は電子部品実装用基板として優れた特性を有するガラス基板を得ることができることを確認した。

#### 【0010】

上記課題を解決するため、本発明方法は、研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程において、ORPが+300ないし+1200mVの機能水で所要時間処理することにより、研磨液(等)により劣化されたガラスのSi-O結合からなる骨格を修復し、表面硬度を向上させて、耐食性能を改善することの特徴としている。

研磨加工において研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程において、ORPが+300ないし+1200mVの機能水で所要時間処理すると、ガラス基板の表面よりアルカリ成分、とくにNaが除去され、これと同時に、機能水の酸化力によりゲル化したSi-O結合が修復され、基板表面の硬度が向上する。

## 【 0 0 1 1 】

ORPが+300ないし+1200mVの機能水による処理時間は1ないし10分間であることが望ましい。

この処理により、ガラス基板の表面の硬度が向上して耐腐蝕性が向上し、付着膜の配向性が向上する。このORP及び処理時間の範囲で特に表面改質が増進される。

## 【 0 0 1 2 】

請求項3の発明によるガラス基板の表面処理方法は、研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程において、(イ)ORPがマイナス又はプラスの機能水を用いてガラス基板を洗浄し、前記ガラス基板に付着する微粒子を除去する洗浄処理と、(ロ)ORPが+300ないし+1200mVの機能水を1ないし10分間用いて、ガラス基板の表面からアルカリ成分を除去すると同時にガラスのSi-O結合からなる骨格を修復する改質処理と、(ハ)純水を用いて洗浄し、乾燥する仕上げ処理とを行うことを特徴としている。

10

この方法は、研磨工程の後に、微粒子除去を必要とする場合に有効である。洗浄処理において、有機物又は金属系の微粒子が除去されるので、ガラス表面が平滑になり、改質処理における硬化、付着膜の配向性が一層向上する。

## 【 0 0 1 3 】

ORPがプラスの機能水は、酸素ガスをオゾン溶解膜を通じて水中に溶解して作られたものを、ORPがマイナスの機能水は、水素ガスを水素溶解膜を通じて水中に溶解して作られたものを用いることができる。酸素ガス又は水素ガスを導入した機能水は、電解イオン水と同じ作用を行うが、電解イオン水よりも製造コストが安く、経済的、工業的である。

20

## 【 0 0 1 4 】

機能水は、水の電気分解を利用して作られたものを用いることもできる。

コストは酸素ガス又は水素ガス導入機能水よりも高いが、ORP、pHが同じなら、作用はほぼ同じであるので、代用することができる。

## 【 0 0 1 5 】

## 【発明の実施の形態】

本発明によるガラス基板の表面処理方法は、研磨加工工程を経た後の最終洗浄工程において、次の洗浄処理と、改質処理と、仕上げ処理の3つの処理を含む。

すなわち、まず、洗浄処理においては、ORPがマイナス又はプラスの機能水を用いてガラス基板を洗浄し、基板に付着するごみ(微粒子)を除去する。ORPがマイナスの機能水による洗浄により、ガラス表面に付着している有機物の微粒子が除去される。ORPがプラスの機能水による洗浄により、主として金属系の微粒子が除去される。通常、この洗浄の後、純水を用いて機能水を洗い流す。ただし、研磨工程において微粒子の付着が見られない場合は、この洗浄処理は不要である。すなわち、ガラスは通常、水中では負に帯電して微粒子を電氣的に吸着しているが、ごみと基板を同電位にすれば、電氣的に反発してごみが剥がれ落ちる。

30

有機物微粒子除去に用いられる機能水のORPは、-300mV以上が有効範囲である。これ未満であると、アルカリ度が強く、ガラス骨格の破壊が過大になるからである。好適な範囲は、ガラス基板の研磨条件、すなわち、研磨剤の種類や研磨時間(浸漬時間)等により異なる。図8は、研磨条件と表面粗さの違いを示す。同図は、pH6~4で浸漬時間1~3分間の範囲が好適であること、pH3になると、表面が勢い粗くなることを示す。

40

次の改質処理においては、ORPプラスの機能水を用いて基板を処理して、ガラス表面よりアルカリ成分、とくにNaを除去する。これと同時に、機能水の酸化力によりガラス表面のゲル化したSi-O結合を回復させる。

通常、この後、純水を用いて洗浄し、乾燥する仕上げ処理を行う。

これにより、研磨工程において劣化した基板の表面硬度が修復される。換言すると、研磨工程による基板表面のゲル層による劣化が治癒される。

このガラス表面の改質処理において用いられる機能水のORPは、+300ないし+1

50

200 mV が有効範囲である。好適な範囲は +300 ないし +600 mV である。1200 mV を越えると、酸性が強く、ガラス表面が荒れてくるからである。好適な範囲は、ガラス基板の研磨条件、すなわち、研磨剤の種類や研磨時間等により異なる。図 9 は、研磨条件と表面から 100 nm における硬さの違いを示す。同図は、SiO<sub>2</sub> で研磨する場合は、機能水が pH 5、1 分間浸漬が、また、Ce を用いる場合は、pH 6、3 分間浸漬が好適であることを示す。

機能水には、必要に応じて、塩化アンモニウムなどの電解質を加えて pH 調整、H<sup>+</sup> イオン量の調整をして、Na 量の除去効率を増し、その作用効果を向上させることができることは、自明のことである。

#### 【0016】

10

次に、本発明の実施例を説明する。

#### [ 実施例 1 ]

#### (1) ガラス基板

本実施例で用いたガラス基板は、表 2 に示した成分を有するイオン強化型強化ガラスである。

#### 【表 2】

用いたガラス基板：イオン強化型強化ガラス

|           |                                |      |      |
|-----------|--------------------------------|------|------|
| ガラス基板の成分： | SiO <sub>2</sub>               | 62.0 | wt % |
|           | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 3.0  |      |
|           | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 1.0  |      |
|           | Na <sub>2</sub> O              | 9.0  |      |
|           | K <sub>2</sub> O               | 9.0  |      |
|           | MgO                            | 3.0  |      |
|           | ZnO                            | 12.0 |      |
|           | TiO <sub>2</sub>               | 0.6  |      |
|           | As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0.2  |      |
|           | Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0.2  |      |

20

#### (2) 強化処理

上記イオン強化型強化ガラスを、次の条件の元で強化処理した。

加熱温度： 450

30

加熱時間： 6.5 時間

強化深さ： 50 μm

#### (3) 最終研磨工程

強化処理を経た上記ガラス基板を、pH 10 のコロイダルシリカを研磨材として用いて、最終研磨工程を行った。

#### (4) 機能水を用いた処理及び効果

##### (i) 機能水処理による表面粗度の改良

最終研磨工程を経たガラス基板に対して、下記の表 3 に示す各種条件の元で、機能水を用いた洗浄処理により付着微粒子を除去し、純水で機能水を洗い流して、表面粗度の改良を行った。機能水製造装置の電極室に加えた添加剤は、ORP + 側には HCl、ORP - 側には NH<sub>4</sub>OH を用いた。但し、pH 6、ORP - 400 mV の場合は、何も加えない。空気中の CO<sub>2</sub> ガス等により pH 6 になる。

40

#### 【表 3】

| ORP (mV) | pH | 処理時間 |
|----------|----|------|
| - 370    | 9  | 1分   |
| + 400    | 6  | "    |
| + 560    | 5  | "    |
| + 680    | 4  | "    |
| + 830    | 3  | "    |
| + 1140   | 2  | "    |

10

この表面粗度の改良のための機能水処理の結果は、図1に示すとおりである。表面粗度測定には、測定器「T a r i s t e p」(商標)を用いた。

上記ORPの範囲のいずれにおいても、処理なしの場合に比し、最大平均粗度が5～7オングストロームと、極めて優良な値を示している。

#### (ii)機能水処理によるアルカリ成分の除去

20

上記機能水処理による表面粗度の改良に続き、ORP 600 mV、pH 4.5の機能水を用いて、1分間浸漬処理し、純水で洗浄した後、乾燥した。アルカリ成分の測定には、表面分析器「E S C A」(アルバックファイ社製)を用いた。図2にその測定結果を示す。図2には、比較のため、機能水処理をしないガラス基板の測定値も併せて示してある。図2から明らかなように、処理後のNa, Kの表面濃度が下がっている。

#### (iii)機能水処理による表面硬度の改善

上記機能水処理によるアルカリ成分除去と同時に、上記機能水を用い、同時間浸漬処理して、表面硬度の改善を行った。図3は、機能水処理の有無と基板の表面からの深さと硬度比との関係を示す。硬度比は、押込み法により測定した。図3は、ガラス基板(ジंकシリケート)に機能水処理を行った場合の硬度を、同ガラス基板に機能水処理を行わない場合の硬度及びNi-Pアルミ合金基板の硬度と対比的に示している。図3から分かるように、機能水処理により、研磨工程において生じた硬度の劣化が修復されている。表面から1 μm以上内部では、ほぼバルク硬度となっており、本実験の場合は、研磨工程によりガラスのゲル層が1 μm程度であることを示している。

30

HDDにおけるトラック幅、浮上量の減少に伴い、媒体の表面強度が一層重要になってきている。GMRヘッドに要求される衝撃強度に耐えるには、最表面強度が重要である。この観点からも、機能水処理が有効であることが判る。

#### (iv)機能水処理による磁性膜の配向性の向上

上記(ii)及び(iii)の処理を経たガラス基板に対して、ORP 500 mV、pH 5の機能水を用いて、1分間浸漬処理した。この処理により、強化処理及び研磨によりゲル化したガラスの骨格Si-Oの結合状態が、水の酸化力により回復し、安定なSiO<sub>2</sub>に近付くため、付着膜の配向性を示すΔθ50が小さくなり、結晶が揃う。すなわち、ガラスの骨格は、SiO<sub>2</sub>がゲル化すると、結合エネルギーが大きくなり、SiO<sub>2</sub>が結晶化すると、結合エネルギーが小さくなって、安定なSiO<sub>2</sub>となる。

40

図4は、機能水処理によるガラス(ジंकシリケートガラス)の結合エネルギーの変化とΔθ50との関係を示すグラフである。図4(a)(b)(c)のそれぞれの縦軸は光電子カウント数、横軸は結合エネルギーである。同図(a)は強化処理なし、機能水処理なしの基板の例を示し、K-Naイオン交換処理がないため、結合エネルギーの波が乱れない。(b)は強化処理あり、機能水処理なしの例、(c)は強化処理ありで機能水処理をした場合の例である。(b)は(a)よりも高エネルギー側に、(c)は(b)よりも

50

低エネルギー側にシフトしていることが、認められる。すなわち、強化処理により乱された  $\text{Si}-\text{O}$  骨格が機能水処理により修復され、磁性膜の配向性  $\Delta\theta 50$  が小さくなり、結晶配向が明らかに向上される。

#### (v)耐腐食性

通常酸処理による基板(比較例1)と本発明の処理方法によるガラス基板との放置腐食テストの結果を、図5及び図6の図面代用AFM(原子間力顕微鏡)写真で示す。図5から、通常処理では、製造後1ヶ月で腐食が見られたが、本発明方法によるものは、図6に示すように、6ヶ月後も腐食は見られなかった。なお、図5, 6のスケールXは測定領域、Z軸は高さである。図6では拡大しても腐食が見当たらないことを意味している。

#### (vi)水分放出量の測定

本発明方法により、ORPが+450mVの機能水を用いて1分間処理したガラス基板と、従来の通常酸処理によるガラス基板(比較例2)とについて、真空中加熱(真空度10-8 Torr内、温度上昇10 / 1分の割合で赤外線加熱)による水分放出量を測定した。測定結果を、図7に示す。

なお、比較例2では、59.6より59.9までの発生水量で、 $\text{H}_2\text{O}$ 分子量が $1.86 \times 10^{16}$ 個/cm<sup>2</sup>であったのに対し、本発明方法によるものは、58.9より601.2までの発生水量で、 $\text{H}_2\text{O}$ 分子量が $1.21 \times 10^{16}$ 個/cm<sup>2</sup>であった。このように、本発明方法によるものの方が水分放出量が少なかった。その理由は、脱アルカリ処理の結果は、いずれの基板も同じであると思われるが、本発明方法によるものは、ゲル化を修正する酸化力により、ガラス骨格が補修されて、水分吸着力が低いからであると思われる。

【0017】

#### 【発明の効果】

上述のように、請求項1の本発明方法によれば、研磨工程を経たガラス基板を、最終洗浄工程においてORPが+300ないし+1200mVの機能水で所要時間処理するので、研磨工程で劣化されたガラスの $\text{Si}-\text{O}$ 結合からなる骨格が修復されるとともに、ガラス基板の表面の硬度が向上し、その表面に付着される膜の配向性が向上し、耐食性能が改善される。従って、磁気記録用基板又は電子部品実装用基板として必要なガラス基板の腐食の防止及び耐衝撃強度の向上という最終的目的が達成され、磁気記録媒体や電子部品の品質向上が可能である。

【0018】

請求項3の発明によれば、酸化還元電位がマイナス又はプラスの機能水による洗浄処理により、ガラス基板表面の微粒子が除去されてガラス基板の表面の平滑性が向上するので、その後の酸化還元電位が+300ないし+1200mVの機能水による改質処理により硬化がさらに進行し、耐腐食性、耐衝撃強度及び付着膜の配向性が一層向上する。

【0019】

請求項7の発明によれば、電解イオン水よりも安価で工業性に優れた媒質を用いて、ガラス基板表面の改質を行うことができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 ガラス基板を機能水で処理した場合の表面粗度の変化を示すグラフ。

【図2】 機能水処理の有無と表面硬度と表面からの深さの関係を示すグラフ。

【図3】 各種基板の最表面の硬度比を示すグラフ。

【図4】 機能水処理の有無とガラスの結合エネルギー変化と $\Delta\theta 50$ との関係を示すグラフ。

【図5】 機能水処理をしないガラス基板(比較例1)の腐食テストの結果を示すグラフ。

【図6】 本願発明方法を適用された基板の腐食テストの結果を示すグラフ。

【図7】 完成基板からの水分放出量テストの結果を示すグラフ。

【図8】 研磨条件の違いと表面処理による表面粗さの違いを示すグラフ。

【図9】 研磨条件の違いと表面から100nmにおける硬さの違いを示すグラフ。

10

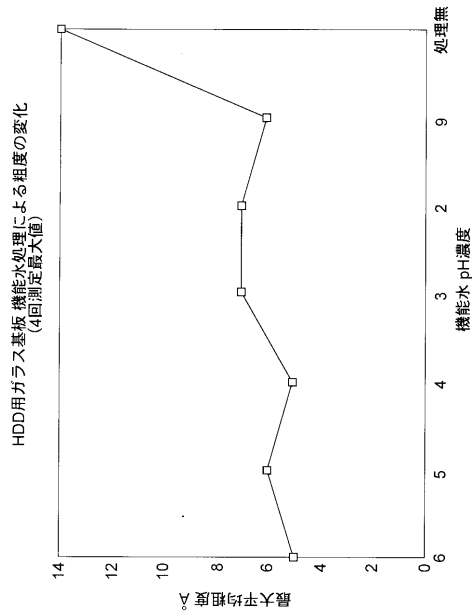
20

30

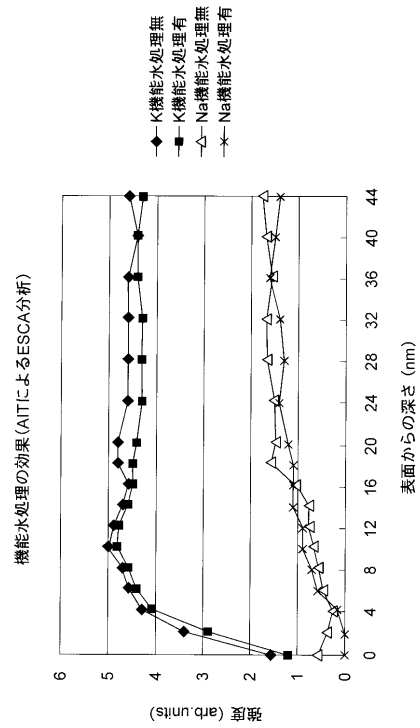
40

50

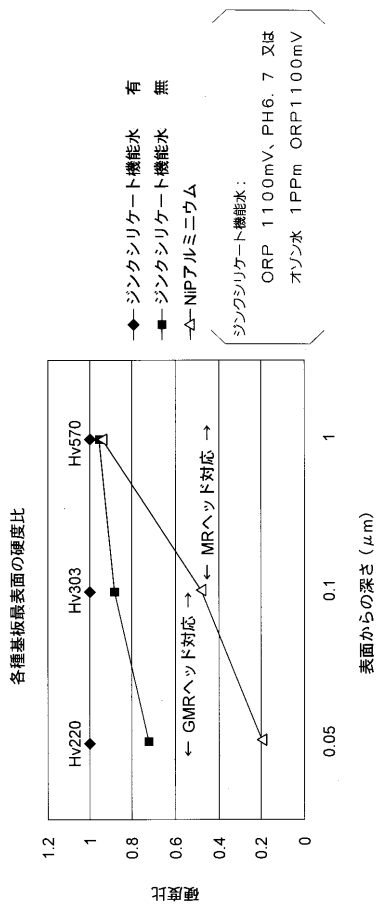
【図 1】



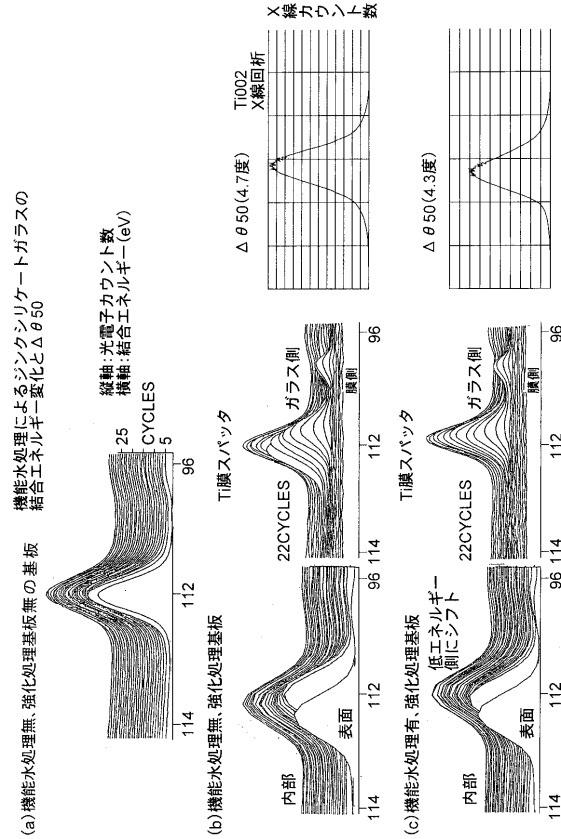
【図 2】



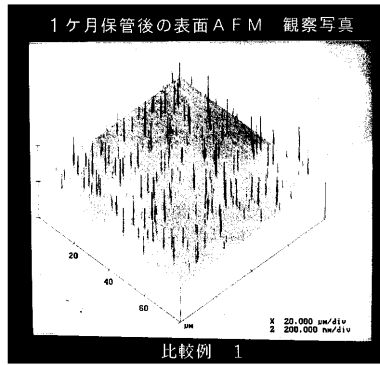
【図 3】



【図 4】



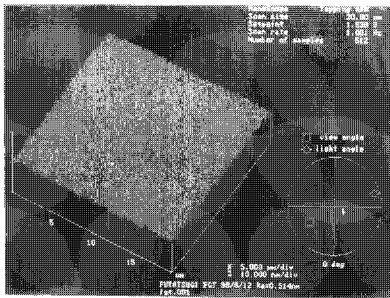
【図 5】



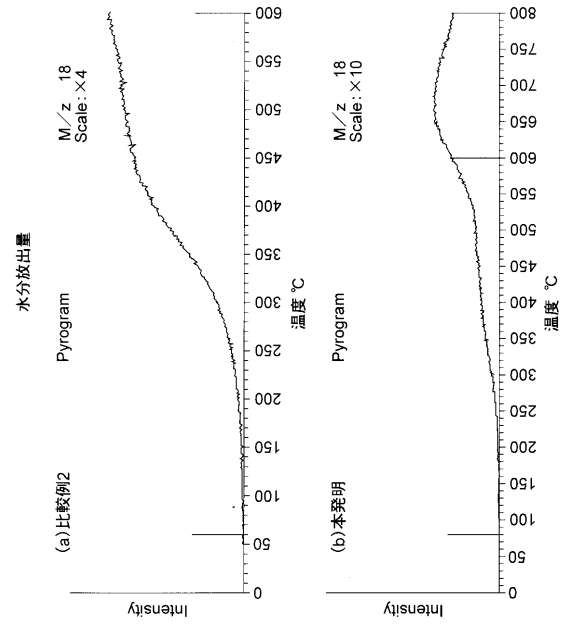
【図 6】

図面代用写真（カラー）

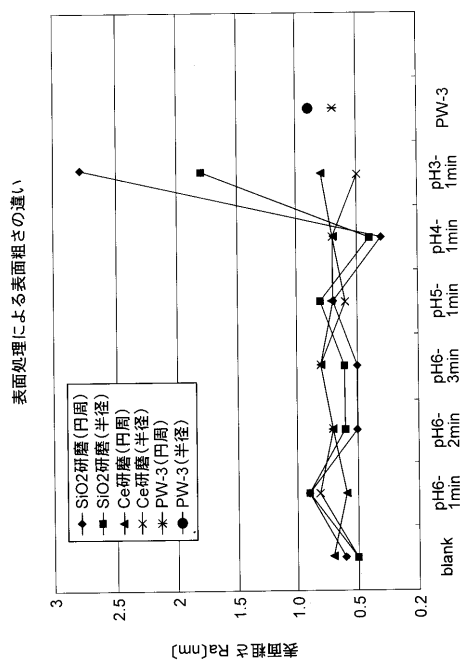
ジシラケート：機能水処理6ヶ月後の表面（AFM観察）



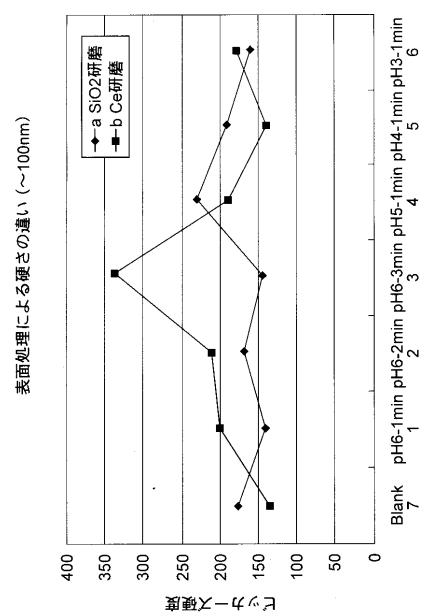
【図 7】



【図 8】



【図 9】



---

フロントページの続き

審査官 山崎 直也

- (56)参考文献 特開平09-022525(JP,A)  
特開平10-228643(JP,A)  
特許第3164212(JP,B2)  
特開平09-024350(JP,A)  
特開平10-261612(JP,A)  
特開平11-114510(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C03C 15/00-23/00  
G11B 5/84  
B08B 3/08