

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5386037号
(P5386037)

(45) 発行日 平成26年1月15日(2014.1.15)

(24) 登録日 平成25年10月11日(2013.10.11)

(51) Int.Cl. F I
G 1 1 B 5/84 (2006.01) G 1 1 B 5/84 Z
C O 3 C 23/00 (2006.01) C O 3 C 23/00 A

請求項の数 8 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2012-509608 (P2012-509608)	(73) 特許権者	000113263
(86) (22) 出願日	平成23年3月31日 (2011.3.31)		H O Y A 株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2011/058328		東京都新宿区中落合2丁目7番5号
(87) 国際公開番号	W02011/125898	(74) 代理人	100121083
(87) 国際公開日	平成23年10月13日 (2011.10.13)		弁理士 青木 宏義
審査請求日	平成25年4月30日 (2013.4.30)	(74) 代理人	100138391
(31) 優先権主張番号	特願2010-82454 (P2010-82454)		弁理士 天田 昌行
(32) 優先日	平成22年3月31日 (2010.3.31)	(74) 代理人	100132067
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 岡田 喜雅
早期審査対象出願		(74) 代理人	100137903
			弁理士 菅野 亨
		(74) 代理人	100150304
			弁理士 溝口 勉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ガラス基板の洗浄工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、
 前記洗浄工程は、ペルオキシ二硫酸塩を含み pH 2 以上 4 以下の洗浄液にガラス基板を接触させる処理を有し、前記洗浄液の前記ペルオキシ二硫酸塩の濃度が、 0.005 mol/L 以上であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 2】

ガラス基板上の金属系汚染物質を除去する洗浄工程を含む磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、

前記洗浄工程は、ペルオキシ二硫酸イオンを含み pH 2 以上 4 以下である洗浄液を用いて酸性条件下で洗浄を行い、前記洗浄液のペルオキシ二硫酸塩の濃度が、 0.005 mol/L 以上であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 3】

ガラス基板の洗浄工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、
 前記洗浄工程は、ガラス基板上の金属系汚染物質を酸化して溶解すべく、ペルオキシ二硫酸イオンを含み pH 2 以上 4 以下である洗浄液を用いて行われ、前記洗浄液のペルオキシ二硫酸塩の濃度が、 0.005 mol/L 以上であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 4】

前記ペルオキシ二硫酸塩は、ペルオキシ二硫酸アンモニウムであることを特徴とする請

求項 1 から請求項 3 のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 5】

前記洗浄液の pH を 3 以上 4 以下とすることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 6】

前記洗浄液と前記ガラス基板を接触させることにより、前記ガラス基板上の金属系金属汚染物を除去することを特徴とする請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 7】

前記洗浄工程では、ガラス基板の表面粗さが損なわれないことを特徴とする請求項 1 から請求項 6 のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

10

【請求項 8】

請求項 1 から請求項 7 のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法により得られた磁気ディスク用ガラス基板上に少なくとも記録層を形成して磁気ディスクを得ることを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法に関する。

【背景技術】

20

【0002】

情報化技術の高度化に伴い、情報記録技術、特に磁気記録技術は著しく進歩している。磁気記録媒体の一つである HDD（ハードディスクドライブ）等に用いられる磁気ディスクにおいては、急速な小型化、薄板化、及び記録密度の増加とアクセス速度の高速化が続けられている。HDD では、円盤状の基板の上に磁性層を備えた磁気ディスクを高速回転し、この磁気ディスク上に磁気ヘッドを浮上飛行させながら記録と再生を行う。

【0003】

アクセス速度の高速化に伴って磁気ディスクの回転速度も速くなるため、磁気ディスクには、より高い基板強度が求められる。また記録密度の増加に伴い、磁気ヘッドも薄膜ヘッドから、磁気抵抗型ヘッド（MRヘッド）、大型磁気抵抗型ヘッド（GMRヘッド）へと推移しており、磁気ヘッドの磁気ディスクからの浮上量が 8 nm 程度にまで狭くなってきている。このため磁気ディスク面上に凹凸形状があると、磁気ヘッドが衝突するクラッシュ障害や、空気の断熱圧縮または接触により加熱して読み出しエラーを生じるサーマルアスペリティ障害を生じる場合がある。このような磁気ヘッドに生じる障害を抑制するには、磁気ディスクの主表面を極めて平滑な面として仕上げておくことが重要となる。

30

【0004】

そこで現在では、磁気ディスク用の基板として、従来のアルミニウム基板に代えて、ガラス基板が用いられるようになってきている。軟質材料である金属からなるアルミニウム基板に比べて、硬質材料であるガラスからなるガラス基板は、基板表面の平坦性、基板強度、および剛性に優れているためである。これらの磁気ディスクに用いられるガラス基板は、その主表面に研削加工や研磨加工等を施すことにより製造されている。ガラス基板の研削加工や研磨加工としては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置を用いて行う方法がある。遊星歯車機構においては、研磨パッド（研磨布）が貼付された上下定盤にガラス基板を挟み、砥粒（スラリー）を混濁させた研磨液を研磨パッドとガラス基板との間に供給すると共に、当該ガラス基板を上下定盤に対して相対的に移動することにより、ガラス基板の主表面が所定の平滑面に仕上げられる（例えば、特許文献 1 参照）。

40

【0005】

また、研削加工や研磨加工等を用いて表面が平滑化された磁気ディスク用ガラス基板に、数 nm レベルの薄膜（磁性層）を形成して記録・再生トラックの形成等が行われる。そのため、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程においては、研削加工や研磨加工等による

50

平滑化と同時に、ガラス基板表面の僅かな汚染も除去し当該基板表面を清浄に保つことが重要な課題となっている。

【0006】

また、ガラス基板は、脆性材料であるという側面も有している。そこで、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程において、加熱した化学強化液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンを化学強化液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれイオン交換することにより、ガラス基板の表層に圧縮応力層を形成して強化すること（化学強化工程）が行われている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0007】

【特許文献1】特開2009-214219号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

ところで、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程においては、特許文献1に示すように研削装置、研磨装置にステンレス製の部材が用いられる場合がある。また、化学強化工程においてもステンレス製の材料が用いられる場合がある。つまり、ステンレス製の装置を用いる工程を行う場合には、これらの装置からステンレスに起因する金属系汚染物質が発生してガラス基板に付着するおそれがある。

20

【0009】

ガラス基板に影響を及ぼす汚染の中でも特に金属系の微粒子が付着した汚染は、磁性層の成膜後の表面に凹凸が生じてしまい、製品の記録・再生等の電気的特性や歩留まりを低下させる原因となるため、磁気記録ディスク用ガラス基板の製造工程において除去する必要がある。特に、記録密度の向上に伴い益々磁気ヘッドの磁気ディスクからの浮上量が小さくなることを考慮すると、装置の材質に起因した汚染物についても考慮する必要性が生じる。

【0010】

しかしながら、ステンレス由来の金属系汚染物質は腐食され難く、洗浄工程で一般的に用いられる酸性水溶液やアルカリ性水溶液等の洗浄液では除去することが難しく、これらの金属系汚染物質を除去するには、強力な反応性を有する酸性溶液（例えば、王水）等を使用する必要がある。

30

【0011】

一方で、強力な反応性を有する酸性溶液を洗浄液として用いた場合には、ガラス基板の表面も影響を受け、表面粗さが大きくなるという問題がある。そのため、ガラス基板表面の平滑性や清浄度をより一層向上させるためには、ガラス基板に強固に付着した金属系汚染物質を効果的に除去でき且つガラス基板に影響を与えない洗浄液を用いた洗浄処理が求められる。

【0012】

また、近年、記録密度をより一層向上させるために、ヘッドにDFH(Dynamic Flying Height)技術を搭載するHDDが開発されている。この技術によってヘッド素子部を従来以上に媒体表面に近づけて磁気的スペーシングを低減することが可能となるが、他方、DFHヘッドを用いる場合には、磁気ディスクの主表面を従来以上に平滑かつ異物等の欠陥が少なく清浄とすることが必要であることがわかってきた。DFHヘッドでは、ヘッド本体の浮上量を下げ磁気ディスク表面に近づけるのではなく、ヘッド素子部周辺のみを突き出して媒体表面に近づけるため、僅かな表面凹凸の乱れや異物との接触でもヘッド素子部が影響を受けてしまうためと考えられる。例えば、2.5インチの磁気ディスク一枚あたり500GB以上の記録密度を達成するためには、突き出したヘッド素子部と磁気ディスクとの間隔を好ましくは1nm以下とすることが求められる。

40

【0013】

50

本発明は上記問題に鑑みてなされたものであり、磁気ディスク用ガラス基板において、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することを目的の一とする。

【課題を解決するための手段】

【0014】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板の洗浄工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、前記洗浄工程は、ペルオキシ二硫酸塩を含みpH2以上4以下の洗浄液にガラス基板を接触させる処理を有し、前記洗浄液の前記ペルオキシ二硫酸塩の濃度が、 0.005 mol/L 以上であることを特徴とする。

【0016】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、ペルオキシ二硫酸塩は、ペルオキシ二硫酸アンモニウムであることが好ましい。

【0017】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、洗浄液のpHを3以上4以下とすることが好ましい。

【0018】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、洗浄液とガラス基板を接触させることにより、ガラス基板上の金属系金属汚染物を除去することが好ましい。

【発明の効果】

【0019】

本発明の一態様によれば、ペルオキシ二硫酸塩を含みpH2以上4以下の洗浄液にガラス基板を接触させる処理を有する洗浄工程を行うことにより、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することができる。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下に、本発明の実施の形態について説明する。なお、以下の説明は本発明を例示するものであり、本発明の範囲を制限するものではない。本発明の趣旨に合致する限り他の実施の形態も本発明の範疇に属し得ることは言うまでもない。

【0021】

ガラス基板のより一層の平滑化及び清浄度の向上を図るべく本発明者が研究を行ったところ、磁気ディスク用ガラス基板の製造装置の材質に起因して生じる金属系汚染物質がガラス基板に付着し、通常の洗浄処理では十分に除去できないという問題に直面した。そこで、ガラス基板の表面粗さを大きくすることなく、ステンレスに起因する金属系汚染物質を除去する方法について鋭意研究した結果、強酸性条件を作り出さずに、酸化力だけを増加させた洗浄液を用いることにより、ガラス基板の表面に影響を与えずに金属系汚染物質を効果的に除去できる方法を見出した。具体的には、酸性溶液にペルオキシ二硫酸塩を添加することにより、酸性雰囲気下でステンレス由来の金属汚染物に対して特異的に酸化力を発揮する洗浄液となることを発見した。以下に、本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法の具体例について説明する。

【0022】

本実施の形態で示す磁気ディスク用ガラス基板の製造方法の一は、ガラス基板上の金属系汚染物質を除去する洗浄工程を具備し、洗浄工程は、ガラス基板上の金属系汚染物質を酸化して溶解すべく、ペルオキシ二硫酸イオンを含む洗浄液を用いて行うことを特徴とする。具体的には、ペルオキシ二硫酸イオンを含む洗浄液を用いて酸性条件下で洗浄を行うことができる。

【0023】

ペルオキシ二硫酸イオンは酸性条件下で非常に強い酸化力を発揮するため、ステンレス等の腐食されにくい金属系汚染物質をも酸化してイオン化させて液中に溶解することができる。これにより、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することが

10

20

30

40

50

できる。

【0024】

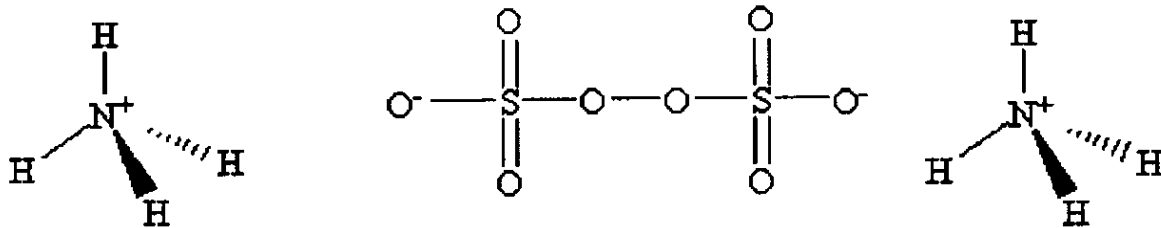
本実施の形態で示す磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、ペルオキシ二硫酸塩を含みpH2以上4以下の洗浄液にガラス基板を接触させる処理を有する洗浄工程を行うことを特徴とする。洗浄液は、酸性溶液にペルオキシ二硫酸塩を添加することにより作製することができる。

【0025】

ペルオキシ二硫酸塩としては、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸ナトリウム、ペルオキシ二硫酸カリウム等を用いることができる。ペルオキシ二硫酸アンモニウムは強酸化性物質であり、水に溶解しやすく（溶解度36.8%；20℃）以下のように解離する。

【0026】

【化1】



【0027】

ペルオキシ二硫酸塩は、酸性溶液中で強い酸化力を発揮して、ガラス基板に強固に付着した金属系汚染物質（酸化鉄）を溶解する。具体的には、ペルオキシ二硫酸は水中で加水分解し、酸性亜硫酸アンモニウムと過酸化水素を生成し、極めて強力な酸化力を発揮する。この酸化力を利用して、基板上に強固に付着した金属系汚染物質を水中に酸化溶解することができる。

【0028】

ペルオキシ二硫酸塩を添加する酸性溶液としては、硫酸、硝酸等を適用することができる。また、洗浄液のpHが2以上4以下、好ましくはpHが3以上4以下となるように調整する。pHが2未満であると、ガラス基板表面の粗さを大きくし、pHが4を超えると、ガラス基板表面の金属汚染物を十分に除去できない。

【0029】

また、洗浄液中のペルオキシ二硫酸塩の濃度は、0.005mol/L以上1mol/L以下とすることが好ましい。濃度が0.005mol/L未満であると、ガラス基板表面の金属汚染物を十分に除去できず、1mol/Lを超えてもそれ以上の効果が得られない。

【0030】

以下に、磁気ディスク用基板の製造工程の各工程について説明する。なお、各工程の順序は適宜入れ替えてもよい。

(1) 素材加工工程及び第1ラッピング工程

まず、素材加工工程においては、板状ガラスを用いることができる。この板状ガラスは、例えば、熔融ガラスを材料として、プレス法やフロート法、ダウンドロー法、リドロ法、フュージョン法など、公知の製造方法を用いて製造することができる。これらの方法のうち、プレス法を用いれば、板状ガラスを廉価に製造することができる。

【0031】

第1ラッピング工程においては、ディスク状のガラスの両主表面をラッピング加工し、主にガラス基板の平坦度、板厚を調整する。このラッピング加工は、遊星歯車機構を利用した両面ラッピング装置により、アルミナ系遊離砥粒を用いて行うことができる。具体的には、ディスク状ガラスの両面に上下からラップ定盤を押圧させ、遊離砥粒を含む研削液をディスク状ガラス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

10

20

30

40

50

行う。このラッピング加工により、平坦な主表面を有するガラス基板を得ることができる。

【 0 0 3 2 】

(2) 形状加工工程 (穴部を形成するコアリング工程、端部 (外周端部及び内周端部) に面取り面を形成するチャンファリング工程 (面取り面形成工程))

コアリング工程においては、例えば、円筒状のダイヤモンドドリルを用いて、このガラス基板の中心部に内孔を形成し、円環状のガラス基板とする。チャンファリング工程においては、内周端面及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施す。

【 0 0 3 3 】

(3) 第 2 ラッピング工程

第 2 ラッピング工程においては、得られたガラス基板の両主表面について、第 1 ラッピング工程と同様に、第 2 ラッピング加工を行う。この第 2 ラッピング工程を行うことにより、例えば前工程である形状加工工程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、後続の主表面に対する研磨工程を短時間で完了させることができるようになる。

【 0 0 3 4 】

(4) 端面研磨工程

端面研磨工程においては、ガラス基板の外周端面及び内周端面について、ブラシ研磨方法により、鏡面研磨を行う。このとき、研磨砥粒としては、例えば、酸化セリウム砥粒を含むスラリー (遊離砥粒) を用いることができる。この端面研磨工程により、ガラス基板の端面は、ナトリウムやカリウムの析出の発生を防止でき、また、サーマルアスペリティ等の発生原因となるパーティクルの発生およびその端面部分への付着を抑制しうる鏡面状態になる。

【 0 0 3 5 】

(5) 主表面研磨工程 (第 1 研磨工程)

主表面研磨工程として、まず第 1 研磨工程を施す。第 1 研磨工程は、前述のラッピング工程で両主表面に残留したキズや歪みの除去を主たる目的とする工程である。この第 1 研磨工程においては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、硬質樹脂ポリッシャを用いて、両主表面の研磨を行う。研磨剤としては、酸化セリウム砥粒を用いることができる。第 1 研磨工程を終えたガラス基板は、中性洗剤、純水、IPA 等で洗浄する。

【 0 0 3 6 】

(6) 化学強化工程

化学強化工程においては、前述のラッピング工程及び研磨工程を終えたガラス基板に化学強化を施す。化学強化に用いる化学強化液としては、例えば、硝酸カリウム (6 0 %) と硝酸ナトリウム (4 0 %) の混合溶液などを用いることができる。化学強化においては、化学強化液を 3 0 0 ~ 4 0 0 に加熱し、洗浄済みのガラス基板を 2 0 0 ~ 3 0 0 に予熱し、化学強化溶液中に 3 時間 ~ 4 時間浸漬することによって行う。この浸漬の際には、ガラス基板の両表面全体が化学強化されるようにするため、複数のガラス基板が端面で保持されるように、ホルダに収納した状態で行うことが好ましい。

【 0 0 3 7 】

このように、化学強化溶液に浸漬処理することによって、ガラス基板の表層のリチウムイオン及びナトリウムイオンが、化学強化溶液中の相対的にイオン半径の大きなナトリウムイオン及びカリウムイオンにそれぞれ置換され、ガラス基板が強化される。化学強化されたガラス基板は、硫酸で洗浄した後に、純水、IPA 等で洗浄する。

【 0 0 3 8 】

(7) 主表面研磨工程 (最終研磨工程)

次に、最終研磨工程として、第 2 研磨工程を施す。第 2 研磨工程は、両主表面を鏡面状に仕上げをすることを目的とする工程である。第 2 研磨工程においては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、軟質発泡樹脂ポリッシャを用いて、両主表面の鏡面研磨を行う。

10

20

30

40

50

スラリーとしては、第1研磨工程で用いた酸化セリウム砥粒よりも微細な酸化セリウム砥粒やコロイダルシリカなどを用いることができる。

【0039】

(8) 洗浄工程

最終研磨工程後にガラス基板に洗浄工程を施す。洗浄工程は、化学強化工程及び最終研磨工程によりガラス基板の表面に付着したパーティクルを除去することを目的とする工程である。

【0040】

洗浄工程としては、少なくともペルオキソ二硫酸塩を含みpH2以上4以下の洗浄液にガラス基板を接触させる洗浄処理を行う。具体的には、硫酸にペルオキソ二硫酸アンモニウム(0.005mol/L以上1mol/L以下)を添加した洗浄液にガラス基板を浸漬させる。洗浄液のpHは2以上4以下に調整することが好ましい。この洗浄処理により、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した装置の材質(ステンレス)に起因する金属系汚染物質を効果的に除去することができる。また、化学強化工程により、金属系汚染物質がガラス基板に強固に付着している場合であっても、上記洗浄処理を行うことにより、効果的に金属系汚染物質を除去することができる。特に、化学強化工程に用いる装置がステンレス製の材質を含んでいる場合には、上記洗浄処理が有効となる。

10

【0041】

なお、洗浄工程としては、上記の洗浄処理の他に他の洗浄処理を組み合わせて行ってもよい。例えば、アルカリ洗浄を組み合わせることにより、酸およびアルカリのいずれかでは溶解し切れない金属系汚染物質を、より確実に除去できるという効果を奏する。

20

【0042】

また、ここでは、ペルオキソ二硫酸塩を含む洗浄液を用いる洗浄工程を化学強化工程後に行う構成を示したが、化学強化工程前や化学強化工程前と後の双方に行ってもよい。例えば、第1ラッピング工程及び/又は第2ラッピング工程の後に、ペルオキソ二硫酸塩を含む洗浄液を用いた洗浄処理を行うことができる。

【0043】

<磁気ディスク製造工程(記録層等形成工程)>

上述した工程を経て得られたガラス基板の主表面に、例えば、付着層、軟磁性層、非磁性下地層、垂直磁気記録層、保護層、及び潤滑層を順次成膜することにより、垂直磁気記録ディスクを製造することができる。付着層を構成する材料としては、Cr合金などを挙げることができる。軟磁性層を構成する材料としては、CoTaZr基合金などを挙げることができる。非磁性下地層としては、グラニューラ非磁性層などを挙げることができる。垂直磁気記録層としては、グラニューラ磁性層などを挙げることができる。保護層を構成する材料としては、水素化カーボンなどを挙げることができる。潤滑層を構成する材料としては、フッ素樹脂などを挙げることができる。例えば、これらの記録層等は、より具体的には、インライン型スパッタリング装置を用いて、ガラス基板の上に、CrTiの付着層、CoTaZr/Ru/CoTaZrの軟磁性層、CoCrSiO₂の非磁性グラニューラ下地層、CoCrPt-SiO₂・TiO₂のグラニューラ磁性層、水素化カーボン保護膜を順次成膜し、さらに、ディップ法によりパーフルオロポリエーテル潤滑層を成膜することができる。

30

なお、CoCrSiO₂の非磁性グラニューラ下地層の代わりにRuの下地層を用いてもよい。また、軟磁性層と下地層の間にNiWのシード層を追加してもよい。また、グラニューラ磁性層と保護層の間にCoCrPtBの磁性層を追加してもよい。

40

【0044】

次に、本発明の効果を明確にするために行った実施例について説明する。

【0045】

(実施例、比較例)

(1) 素材加工工程

50

溶融させたアルミノシリケートガラスを上型、下型、胴型を用いたダイレクトプレスによりディスク形状に成型し、アモルファスの板状ガラスを得た。なお、アルミノシリケートガラスとしては、 SiO_2 : 58重量% ~ 75重量%、 Al_2O_3 : 5重量% ~ 23重量%、 Li_2O : 3重量% ~ 10重量%、 Na_2O : 4重量% ~ 13重量%を主成分として含有するガラスを使用した。なお、 Li_2O は0重量%より大きく7重量%以下であってもよい。

【0046】

(2) 第1研削(ラッピング)工程

次に、ディスク状のガラス基板の両主表面をラッピング加工した。このラッピング加工は、遊星歯車機構を利用した両面ラッピング装置により、アルミナ系遊離砥粒を用いて行った。具体的には、ガラス基板の両面に上下から定盤を押圧させ、遊離砥粒を含む研削液を板状ガラス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った。このラッピング加工により、平坦な主表面を有するガラス基板を得た。

10

【0047】

(3) 形状加工工程(コアリング、チャンファリング)

次に、円筒状のダイヤモンドドリルを用いて、このガラス基板の中心部に内孔を形成し、円環状のガラス基板とした(コアリング)。そして内周端面及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施した(チャンファリング)。

【0048】

(4) 第2ラッピング工程

次に、得られたガラス基板の両主表面について、第1ラッピング工程と同様に、第2ラッピング加工を行った。この第2ラッピング工程を行うことにより、前工程である切り出し工程や端面研磨工程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、後続の主表面に対する研磨工程を短時間で完了させることができるようになる。

20

【0049】

(5) 端面研磨工程

次に、ガラス基板の外周端面及び内周端面について、ブラシ研磨方法により、鏡面研磨を行った。このとき、研磨砥粒としては、酸化セリウム砥粒を含むスラリー(遊離砥粒)を用いた。そして、端面研磨工程を終えたガラス基板を水洗浄した。この端面研磨工程により、ガラス基板の端面は、ナトリウムやカリウムの析出の発生を防止できる鏡面状態に加工された。

30

【0050】

(6) 主表面研磨工程(第1研磨工程)

主表面研磨工程として、まず第1研磨工程を施した。この第1研磨工程は、前述のラッピング工程において主表面に残留したキズや歪みの除去を主たる目的とするものである。この第1研磨工程においては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、硬質樹脂ポリッシャを用いて、主表面の研磨を行った。研磨剤としては、酸化セリウム砥粒を用いた。

【0051】

この第1研磨工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、純水、IPA(イソプロピルアルコール)、の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。

40

【0052】

(7) 化学強化工程

次に、主表面研磨工程を終えたガラス基板に、化学強化処理(イオン交換処理)を施した。化学強化は、硝酸カリウム(60%)と硝酸ナトリウム(40%)を混合した化学強化溶液を用意し、この化学強化溶液を400℃に加熱しておくとともに、洗浄済みのガラス基板を300℃に予熱し、化学強化溶液中に約3時間浸漬することにより行った。この浸漬の際には、ガラス基板の表面全体が化学強化されるようにするため、複数のガラス基板が端面で保持されるように、基板ホルダに収納した状態で行った。

【0053】

50

このように、化学強化溶液に浸漬処理することによって、ガラス基板の表層のリチウムイオン及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及びカリウムイオンにそれぞれ置換され、ガラス基板が強化された。

【0054】**(8) 主表面研磨工程(最終研磨工程)**

次に、主表面研磨工程として、第2研磨工程を施した。この第2研磨工程は、ガラス基板に形成された圧縮応力層に対して所定の膜厚だけ減じるように研磨加工を行い、当該ガラス基板の両主表面を鏡面状に仕上げることが目的とする。本実施例では、遊星歯車機構を有する両面研磨装置により、軟質発泡樹脂ポリッシャを用いて、主表面の鏡面研磨を行った。研磨剤としては、第1研磨工程で用いた酸化セリウム砥粒よりも微細なコロイダルシリカ砥粒(平均粒子径5nm~80nm)を使用した。

10

【0055】**(9) 洗浄工程**

化学強化処理を終えたガラス基板を、20℃の水槽に浸漬して急冷し、約10分間維持した。そして、急冷を終えたガラス基板に最終研磨工程を実施した後、複数の金属(Fe、Ni、Cr、Cu、Zn)の酸化物を分散、一部溶解した水溶液に浸漬し擬似汚染基板を作製した。この擬似汚染基板を表1に示す各条件のペルオキシ二硫酸塩を含む洗浄液に浸漬させて洗浄処理を行った。なお、擬似汚染基板の異物の初期カウントは平均して約10,000となった。さらに、硫酸+ペルオキシ二硫酸アンモニウム洗浄を終えたガラス基板を純水、IPAの各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。

20

【0056】**(欠陥評価)**

実施例、比較例で得られたそれぞれのガラス基板について、光学式欠陥検査装置(KLA-Tencor社製、商品名:OSA6100)で欠陥を検査した。このとき、測定条件としては、レーザーパワー25mWのレーザー波長405nm、レーザースポット径5μmとし、ガラス基板の中心から15mm~31.5mmの間の領域を測定した。1.0μm以下のサイズとして検出された欠陥のうち、固着している欠陥の個数(24cm²当たり)を表1に示す。なお、欠陥の個数は、洗浄工程前にガラス基板の表面における欠陥を基準として、洗浄工程後に同じ位置に残存している欠陥の個数をカウントすることにより測定した。なお、本実施例における欠陥とは、ガラス基板表面に付着している金属系汚染物質(より具体的には、微粒子)をいう。

30

【0057】**(ガラス基板の表面測定)**

実施例、比較例で得られたそれぞれのガラス基板について、原子間力顕微鏡を用いて2μm×2μm角で256×256ピクセルの解像度で測定して表面粗さ(算術平均粗さ(Ra))を求めた。結果を表1に示す。

【0058】

【表 1】

	酸性溶液	ペルオキシ二硫酸アンモニウムの濃度 (mol/L)	pH	欠陥個数(個)	表面粗さRa (nm)
実施例1	硫酸	0.006	2.1	143	0.24
実施例2	硫酸	0.5	2.1	132	0.24
実施例3	硫酸	0.95	2.1	120	0.24
比較例1	硫酸	0	2.1	299	0.24
実施例4	硫酸	1.1	2.1	123	0.25
実施例5	硫酸	0.006	3.8	196	0.21
実施例6	硫酸	0.5	3.8	188	0.22
実施例7	硫酸	0.95	3.8	172	0.22
参考例	硫酸	0.004	3.8	233	0.21
実施例8	硫酸	1.1	3.8	176	0.22
比較例2	硫酸	0.006	1.7	122	0.28
比較例3	硫酸	0.5	1.7	112	0.28
比較例4	硫酸	0.95	1.7	102	0.28
比較例5	硫酸	0.004	1.7	139	0.28
比較例6	硫酸	1.1	1.7	105	0.29
比較例7	硫酸	0.006	4.2	292	0.21
比較例8	硫酸	0.5	4.2	251	0.20
比較例9	硫酸	0.95	4.2	229	0.21
比較例10	硫酸	0.004	4.2	311	0.20
比較例11	硫酸	1.1	4.2	235	0.21

【0059】

磁気ディスクとして合格品となる基準は、この評価による結果が欠陥個数が200個未満、表面粗さが0.25nm以下の基板である。なお、欠陥個数が229個未満、表面粗さが0.28nm未満であってもよい。

【0060】

表1より、pHが2未満の洗浄液を用いた場合(比較例2~6)では、ガラス基板の表面粗さが大きくなることが確認された。また、pHが4を超えた洗浄液を用いた場合(比較例7~11)では、ガラス基板の粗さは大きくならなかったが、ガラス基板の欠陥個数が多く、ガラス基板に付着した異物を十分に除去できなかった。ペルオキシ二硫酸塩を適量添加させたpHが2~4の洗浄液を用いることにより、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することができた。

【0061】

(DFHタッチダウン試験)

次に、上記表1に示した実施例2、6、比較例3、8の条件で、新たに疑似汚染を行わずに洗浄工程を行ったガラス基板を用いて磁気ディスクを作製し、クボタコンプス社製HDFテスター(Head/Disk Flyability Tester)を用いて、DFHヘッド素子部のタッチダウン試験を行った。この試験は、DFH機構によって素子部を徐々に突き出していき、AEセンサーによって磁気ディスク表面との接触を検知することによって、ヘッド素子部が磁気ディスク表面と接触するときの距離を評価するものである。ヘッドは320GB/P磁気ディスク(2.5インチサイズ)向けのDFHヘッドを用いた。素子部の突き出しがない時の浮上量は10nmである。また、その他の条件は以下の通り設定した。

【0062】

磁気ディスク：2.5インチ(内径20mm、外径65mm、板厚0.8mm)のガラス基板を製造し、当該ガラス基板に記録層等を成膜。

評価半径：22mm

磁気ディスクの回転数：5400RPM

温度：25

湿度：60%

【0063】

また、ガラス基板に対する記録層の成膜は以下の通り行った。まず、真空引きを行った成膜装置を用い、DCマグネトロンスパッタリング法にてAr雰囲気中で、基板の上に付着層/軟磁性層/前下地層/下地層/主記録層/補助記録層/保護層/潤滑層を順次成膜した。なお、断らない限り成膜時のArガス圧は0.6Paで行った。付着層としては、Cr-50Tiを10nm成膜した。軟磁性層としては、0.7nmのRu層を挟んで、92Co-3Ta-5Zrをそれぞれ20nm成膜した。前下地層としては、Ni-5Wを8nm成膜した。下地層としては、0.6PaでRuを10nm成膜した上に5PaでRuを10nm成膜した。主記録層としては、3Paで90(72Co-10Cr-18Pt)-5(SiO₂)-5(TiO₂)を15nm成膜した。補助記録層としては、62Co-18Cr-15Pt-5Bを6nm成膜した。保護層としては、CVD法によりC₂H₄を用いて4nm成膜し、表層を窒化処理した。潤滑層としては、ディップコート法によりPFPEを用いて1nm形成した。

10

【0064】

DFHタッチダウン試験の結果を表2に示す。なお、表2において、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離(xとする)に応じて以下の通り評価した。

: x 1.0nm

: 1.0nm < x

20

【0065】

【表2】

	酸性溶液	ペルオキシ二硫酸アンモニウムの濃度 (mol/L)	pH	DFH突き出し試験
実施例2	硫酸	0.5	2.1	○
実施例6	硫酸	0.5	3.8	○
比較例3	硫酸	0.5	1.7	△
比較例8	硫酸	0.5	4.2	△

30

【0066】

表2より、実施例2、6の洗浄条件を用いたガラス基板(疑似汚染なし)を用いた場合には、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離を1.0nm以下と小さくできた。一方で、比較例3、8の洗浄条件を用いたガラス基板(疑似汚染なし)を用いた場合は、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離が1.0nmより大きくなった。これは、ガラス基板の表面粗さや欠陥個数が影響したものと考えられる。この結果より、ペルオキシ二硫酸塩を適量添加させたpHが2~4の洗浄液を用いて洗浄を行ったガラス基板を用いて磁気ディスクを形成することにより、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離を小さくすることができる。

【0067】

40

なお、本発明は上記実施の形態に限定されず、適宜変更して実施することができる。例えば、上記実施の形態における材料、サイズ、処理手順、検査方法などは一例であり、本発明の効果を発揮する範囲内において種々変更して実施することが可能である。その他、本発明の目的の範囲を逸脱しない限りにおいて適宜変更して実施することが可能である。

【0068】

本出願は、2010年3月31日出願の特願2010-082454に基づく。この内容は、全てここに含めておく。

フロントページの続き

- (72)発明者 平川 拓洋
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内
- (72)発明者 平野 康成
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内
- (72)発明者 田本 宏一
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内
- (72)発明者 山口 智行
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内

審査官 原田 貴志

- (56)参考文献 特開2010-155902(JP,A)
特開2008-198742(JP,A)
特開2007-180497(JP,A)
特開2001-148117(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G11B 5/62 - 5/858