

(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2004-26570

(P2004-26570A)

(43) 公開日 平成16年1月29日(2004.1.29)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C03B 5/225	C O 3 B 5/225	4 G O 1 5
C03B 11/00	C O 3 B 11/00 M	4 G O 6 2
C03B 40/02	C O 3 B 40/02	5 D O O 6
C03C 3/095	C O 3 C 3/095	5 D 1 1 2
G11B 5/73	G 1 1 B 5/73	
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 19 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2002-185227 (P2002-185227)	(71) 出願人	000005234
(22) 出願日	平成14年6月25日 (2002. 6. 25)		富士電機ホールディングス株式会社
			神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
		(71) 出願人	000005821
			松下電器産業株式会社
			大阪府門真市大字門真1006番地
		(74) 代理人	100077481
			弁理士 谷 義一
		(74) 代理人	100088915
			弁理士 阿部 和夫
		(74) 代理人	100106998
			弁理士 橋本 博一
		(72) 発明者	津田 孝一
			神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号
			富士電機株式会社内
		最終頁に続く	

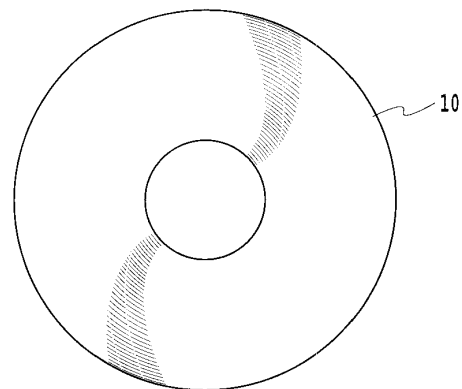
(54) 【発明の名称】 情報記録媒体用ガラス基板とその製造方法、および情報磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】従来の清澄剤に代り得る情報記録媒体用成形ガラス基板の製造に適切な清澄剤を見出し、そのような清澄剤を用いて、気泡がなく、かつ表面平滑性および平坦性に優れたガラス基板およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】情報記録媒体用ガラス基板の製造方法であって、ガラス基板を構成するガラス原料組成物を溶融する工程と、上記溶融したガラス原料組成物を金型でガラス基板に成形する工程と、上記成形されたガラス基板を金型から取り出す工程と、得られたガラス基板を徐冷する工程とを有し、上記溶融したガラス原料組成物に清澄剤としてCeO₂、Pr₆O₁₁、およびTb₄O₇からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を添加する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

情報記録媒体用ガラス基板の製造方法であって、
ガラス基板を構成するガラス原料組成物を溶融する工程と、
前記溶融したガラス原料組成物を金型でガラス基板に成形する工程と、
前記成形されたガラス基板を金型から取り出す工程と
得られたガラス基板を徐冷する工程
とを有し、
前記溶融したガラス原料組成物に清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 からなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を添加することを特徴とする製造方法。 10

【請求項 2】

前記清澄剤として添加される化合物の量が、0.02 モル%～2.0 モル%の範囲であることを特徴とする請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

前記清澄剤として添加される化合物の量が、0.05 モル%～1.0 モル%の範囲であることを特徴とする請求項 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

前記金型が、該金型の表面に貴金属からなる保護膜を有することを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の製造方法。 20

【請求項 5】

前記保護膜が、Pt、Ir、Re、Os、Pd、Rh、および Ru からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を含むことを特徴とする請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 6】

前記保護膜が、Ta、Hf、W、Au からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素をさらに含むことを特徴とする請求項 5 に記載の製造方法。

【請求項 7】

ガラス原料組成物を溶融し金型で成形することによって得られる情報記録媒体用ガラス基板であって、該ガラス基板が請求項 1 から 6 のいずれかに記載の製造方法によって作製されたものであることを特徴とするガラス基板。 30

【請求項 8】

基板の上に、少なくとも磁気的な記録を可能とする磁性層を有する情報磁気記録媒体であって、
前記基板が請求項 7 に記載の情報記録媒体用ガラス基板であることを特徴とする情報磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法、情報記録媒体用ガラス基板および該ガラス基板を備えた情報磁気記録媒体に関する。 40

【0002】

【従来の技術】

近年における磁気ディスクの高密度記録化に伴い、デジタル信号を記録する磁性層の性能向上のみならず、記録の読み出しを司る磁気ヘッドおよび基板といった様々な構成要素の性能向上についても要求が高まっている。このような要求に向けた基板の検討では、従来から使用されていたアルミニウム基板に代り、ガラス基板が注目されるようになってきている。

【0003】

その理由としては、▲1▼小型・高密度化に要求される基板の薄板化が容易である、▲2▼磁気ヘッドの低浮上量化に伴う基板表面の平滑度および平坦度の確保が容易である、▲ 50

3 ▼アルミニウム基板に比べてガラス基板は高い潜在能力を有している、ことが挙げられる。また、ガラスは、ガラスの軟化温度 (T_s) 近傍で圧力を加えることによって、容易に円板状に成形できる。そのため、ガラスを基板材料として用いることで円板状基板を低コストで作製できるという可能性を持つことも理由として挙げられる。

【0004】

このように、低コストでガラス基板を作製するためには、基板成形時に使用する加圧装置や金型の寿命ができるだけ長くなるように、成形温度をできるだけ低くすることが望ましい。一般に、ガラス基板の成形温度を低下させるために、ガラス原料には Li 、 Na 、 K などのアルカリ金属が添加される。また、金型の長寿命化のためには、基板の成形温度を低温化させるだけでなく、ガラス基板の原料成分と、該原料成分を所望の形状に成形するための金型との間に生じる反応についても十分に考慮しなければならない。それ故、金型材料およびガラス基板の原料成分は、互いの影響を十分に考えて設計する必要がある。

10

【0005】

情報記録媒体用の良好なガラス基板とするためには、ガラス基板内に気泡が存在しないことが必須である。ガラス基板内に気泡が存在すると、例えば、以下 (a) ~ (c) に示すような様々な欠陥の原因となり得る：

(a) 基板表面に直接現れている気泡 (開気泡) があると、その上に成膜された磁性膜にも凹欠陥が生じ、そのことによりビットエラーが生じる。

(b) 成膜後では基板表面に直接現れていない閉気泡でも、表面にダイレクトテクスチャーを形成するための極微量の研磨や、スクラブ洗浄などにより表面が除かれると気泡が現れる場合があり、その際には (a) と同様の欠陥が生じる。

20

(c) 基板表面から少し深い所に位置している閉気泡でも、磁性層成膜時の昇温 ($200 \sim 300^\circ C$) に伴って、気泡の有無により熱膨張差が生じ、その結果として磁性膜にエラーが発生する場合がある。また、磁性層成膜時の加熱は、赤外ランプによる加熱法が用いられているが、気泡の有無により赤外の吸収が異なるために部分的に温度のバラツキが生じ、その結果として磁性膜にエラーが発生する場合もある。

【0006】

一般に、ガラス基板の製造では、溶融したガラス中の気泡を除去する目的で、ガラス基板原料中に清澄剤が添加されている。従来、多くの場合、清澄剤として As_2O_3 (亜ヒ酸) が使用されてきた。しかし、 As_2O_3 は毒性物質であるため、それらをガラス基板原料へ添加することは健康上および環境上の問題から好ましくない。したがって、現在では、通常、 Sb_2O_3 、あるいは Na_2SO_4 で代表される硫酸塩が清澄剤として使用されている。

30

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

情報磁気記録媒体などの情報記録媒体に適用される基板は、基板内に気泡が存在しないだけでなく、その表面が光学レンズの表面と比べてはるかに平滑でなければならない。そのため、金型とガラス基板原料とが反応して金型表面に異物が生成し、その結果としてガラス基板の表面に凹凸が形成されることを避けなければならない。また、光学レンズは曲面であるのに対して、情報記録媒体用の基板は高度な平坦性が要求される。ガラス基板原料と金型表面とが、例え僅かであっても反応した場合は、ガラス基板と金型とが付着し、金型からガラス基板を離型することが困難になるという問題が発生する。したがって、ガラス基板の主原料は勿論のこと、気泡を除去するためにガラス基板原料中にごく僅かに添加される清澄剤などの添加剤についても、十分な配慮が必要である。

40

【0008】

一方、金型材料についても、できる限りガラス基板原料と反応し難い材料および構成を選択する必要がある。例えば、金型本体は、機械的強度を保つために WC (炭化タングステン) 系の材料が使用されている。また離型性を保つために、上述の金型本体の表面に、 $Ir-Pt$ のような貴金属系の材料が成膜される。なお、離型性を保つために金型本体の表面に成膜される貴金属系材料の膜を、本明細書では以後「保護膜」と称す。

50

【0009】

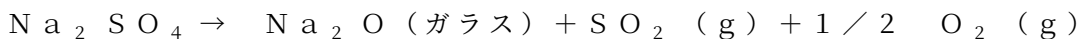
上述したように、現在、情報記録媒体用ガラス基板は、 Sb_2O_3 、あるいは Na_2SO_4 などの硫酸塩を清澄剤として使用し、そのような清澄剤を含むガラス基板原料を、貴金属系材料からなる保護膜を有する金型で成形することにより製造している。しかし、このようなガラス基板の製造においても、依然として、ガラス基板と金型とが付着し、金型からガラス基板を離型することが困難になり、ガラス基板の割れが生じるという解決すべき課題がある。近年、ガラス基板に向けた本発明者らの検討の中で、 Sb_2O_3 あるいは Na_2SO_4 などを使用した際に生じる問題がより明らかにされた。本発明者らの見解を以下に記載する。

【0010】

10

Na_2SO_4 のような硫酸塩を清澄剤として使用すると、ガラス基板原料の溶融中に Na_2SO_4 は下式のように分解する。

【0011】



Na_2SO_4 が分解するとき、大部分のSはガラス原料から飛散するが、一部は SO_3 の形でガラス中に残留する。この残留 SO_3 が、基板成形時に金型表面に設けられた保護膜の表面まで移動し、金型の保護膜とガラスとの付着を引き起こす。

【0012】

更に詳しく説明すると、ガラス中に残留した SO_3 は、金型の保護膜材料として使用される殆どの貴金属系材料と反応する。そして、 SO_3 と貴金属系保護膜材料との反応によって、保護膜の表面に SO_x 系の残留物を生じる。その結果、ガラス基板と金型の保護膜とが付着し、成形冷却過程でガラス基板の割れが発生する。理論によって拘束するものではないが、上述した付着および基板の割れといった問題は、残留 SO_x により、金型- SO_x -ガラス、又は金型-S-ガラスといった直接的な反応か、あるいは SO_x が触媒的に働き、金型-O-ガラスといった反応が進行することで発生すると推測される。

20

【0013】

同様に、 Sb_2O_3 を清澄剤として使用した場合においても、金型とガラス基板との付着が生じ、成形冷却過程で基板割れが発生し易くなるという問題が生じる。この原因としては、例えば、Ir-Pt系の金型保護膜では、ガラス中のSbが基板成形中にIrと反応することでIr-Sb合金を形成し、そのようなIr-Sb合金が基板の成形を繰り返す度に金型保護膜表面に蓄積されることが挙げられる。100ショット程度の成形を繰り返すと、金型保護膜表面には約5～50nmの高さの凹凸が生じることになる。また、Ir-Sb合金は融点が615℃であり、Ir-Pt合金の融点と比べて極端に低いために、酸化物を形成しやすいということが挙げられる。

30

【0014】

上述のように、現在、一般に使用されている Sb_2O_3 あるいは Na_2SO_4 といった清澄剤を使用し、そのような清澄剤を含有するガラス基板原料を金型で成形加工することによって、高度な表面平滑性が要求される情報記録媒体用ガラス基板を製造することは非常に困難である。そのため、情報記録媒体に適用されるガラス基板の製造時に、金型とガラス基板との付着といった問題を引き起こすことなく良好な清澄作用を示す、情報記録媒体用ガラス基板に適切な清澄剤が望まれている。

40

【0015】

したがって、本発明の課題は、従来の清澄剤に代り得る情報記録媒体用成形ガラス基板の製造に適切な清澄剤を見出し、そのような清澄剤を用いて、気泡がなくかつ平滑性および平坦性に優れたガラス基板と、簡便かつ安価にそのようなガラス基板を供給する製造方法を提供することである。

【0016】

【課題を解決するための手段】

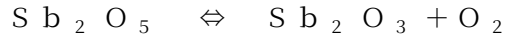
上述の課題を解決するために、本発明者らは、従来のガラス基板と金型の保護膜表面との反応について種々の検討を重ねた結果、成形ガラス基板の製造において CeO_2 （酸化セ

50

リウム)、 Pr_6O_{11} (酸化プラセオジウム)、および Tb_4O_7 (酸化テルビウム)が従来の清澄剤に代わる良好な清澄剤となり得ることを見出した。以下に検討の詳細を説明する。

【0017】

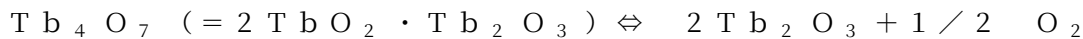
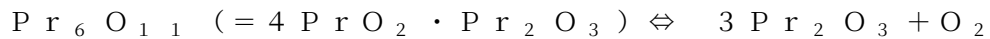
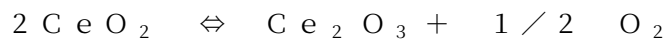
一般に、ある物質が清澄作用を示すためには、それらが高温で O_2 を放出することが不可欠である。例えば、代表的な清澄剤である As_2O_5 および As_2O_3 は、それらが高温下におかれると下式で示すように O_2 を放出する。



そこで、金型の保護膜材料として用いられるIrなどの貴金属と反応せず、また高温においても酸化剤として働く可能性のある物質として、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、 Tb_4O_7 に着目した。これらの物質は、後述するように高温で酸化作用を有する。したがって、良好な清澄剤として機能する可能性がある。

【0018】

更に詳しく説明すると、一般的にはランタン系希土類酸化物は室温においても3価の状態安定であるため、高温で酸素を放出することは期待できない。しかし、ランタン系希土類酸化物の中でも、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} および Tb_4O_7 だけは、室温において4価、または3価と4価との混合状態で安定している。これらは、高温において全て3価の状態安定となり、安定化の際に O_2 を放出することが考えられる。つまり、下式のように反応する。



上述の反応は、いずれも可逆的であるため、ガラスの再溶融を行った場合にも清澄作用が維持される。

【0019】

CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、または Tb_4O_7 をガラス基板の原料組成物に添加すると、 Ce^{4+} 、 Pr^{3+} 、 Tb^{3+} により着色したガラスとなる。しかし、情報記録媒体用のガラス基板は、最終的にはその上に磁性膜などが成膜されるため、必ずしも透明である必要はなく、着色されていてもよい。

【0020】

ところで、特開平9-295831号公報では、天然石の代りに建築物の内装材や外装材として使用される結晶化ガラスに向けて、 Fe_2O_3 によるガラスの着色を抑制するために CeO_2 を使用することを開示している。すなわち、 CeO_2 は「化学消色剤」としてガラス基板原料中に添加されており、清澄剤としては Na_2SO_4 が添加されている。このように、特開平9-295831号公報では、 CeO_2 と Na_2SO_4 などの硫酸塩との特定の組み合わせによって透明なガラス基板を得ており、清澄剤として CeO_2 を使用すること、また CeO_2 が単独で清澄作用を示すことについて何ら教示も示唆もしていない。

【0021】

以上の見地から CeO_2 、 Pr_6O_{11} および Tb_4O_7 について種々の検証を行った結果、それらはガラス溶融中に生じる気泡を消失させ、良好な清澄作用を示すことが確認できた。また、清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、または Tb_4O_7 を用い、かつ貴金属系材料からなる保護膜を有する金型を用いる、ガラス基板の製造では、ガラスと貴金属系金型保護膜との反応が全く起こらず、1,000ショット以上の連続成形が可能であることも分かった。

【0022】

以上説明したように、本発明者らは、成形ガラス基板の製造において、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 が有効な清澄剤となり得ることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明にもとづく情報記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス基

10

20

30

40

50

板を構成するガラス原料組成物を溶融する工程と、上記溶融したガラス原料組成物を金型でガラス基板に成形する工程と、上記成形されたガラス基板を金型から取り出す工程と、得られたガラス基板を徐冷する工程とを有し、上記溶融したガラス原料組成物に清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を添加することを特徴とする。

【0023】

ここで、上記清澄剤として添加される化合物の量が、0.02モル%～2.0モル%の範囲であることが好ましく、0.05モル%～1.0モル%の範囲であることがさらに好ましい。

【0024】

また、上記金型が、該金型の表面に貴金属からなる保護膜を有することが好ましい。

【0025】

上記保護膜が、Pt、Ir、Re、Os、Pd、Rh、およびRuからなる群から選択される少なくとも1種の元素を含むことが好ましい。

【0026】

上記保護膜が、Ta、Hf、W、Auからなる群から選択される少なくとも1種の元素をさらに含むことが好ましい。

【0027】

本発明にもとづく情報記録媒体用ガラス基板は、ガラス原料組成物を溶融し金型で成形することによって得られるものであって、該ガラス基板が上述の製造方法によって作製されたものであることを特徴とする。 20

【0028】

本発明にもとづく情報磁気記録媒体は、基板の上に、少なくとも磁気的な記録を可能とする磁性層を有するものであって、上記基板が上述の情報記録媒体用ガラス基板であることを特徴とする。

【0029】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

【0030】

本発明の第1の態様は、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に関する。本発明の製造方法は、情報記録媒体用ガラス基板に向けたものであって、ガラス基板を構成するガラス原料組成物を溶融する工程と、溶融したガラス原料組成物を金型でガラス基板に成形する工程と、成形されたガラス基板を金型から取り出す工程と、得られたガラス基板を徐冷する工程とを有し、上記ガラス原料組成物の溶融工程において清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を添加することを特徴とする。 30

【0031】

以下、情報磁気記録媒体用として一般的な円形状ガラス基板の製造を例に挙げて、本発明の製造方法についてさらに詳しく説明する。なお、作製する円形状ガラス基板は、厚さ0.635mm、直径65mm、および基板中心部に内径20mmの同心的に形成された円形の穴を有するものを想定した。円形状ガラス基板の概略を図1に示す。 40

【0032】

先ず最初に、ガラス基板の原料組成物を構成する SiO_2 、 B_2O_3 、 Al_2O_3 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O などの粉末をそれぞれ秤量し所望の組成比とした後にそれらを混合する。なお、本明細書において「ガラス基板の原料組成物」とは、基本的にはSi、Al、B、Li、Na、K、Mg、Ca、Ba、Sr、Zn、Zr、Ti、Y、希土類元素などの酸化物、あるいはこれらの複合酸化物を意味する。勿論、これらの組成に、ガラス特性を改善するために他の添加物をさらに添加したものも含まれる。また、さらに、ガラス作製過程で分解し、前述した酸化物と同様な特性を示すような化合物、例えば、 Li_2CO_3 などの炭酸塩、 LiNO_3 などの硝酸塩、ホウ酸(H_3BO_3)、NaClなどの 50

塩化物、を用いることも含まれる。また、当然、成形可能なガラスを構成する範囲においては、その組成は特に限定されるものではない。

【0033】

次に、混合したガラス原料組成物の粉末をルツボに入れ、それらを1200～1500℃の温度で溶融する。この時、本発明の製造方法では、清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 の粉末の少なくとも一類をガラス原料組成物に添加することを特徴とする。このように、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 からなる群から選択される少なくとも1種の化合物を清澄剤としてガラス組成物中に添加することによって、最終的に得られるガラス基板中の気泡を著しく減少させることが可能である。清澄剤として添加される化合物の量は、好ましくは、0.02モル%～2.0モル%、より好ましくは0.05モル%～1.0モル%の範囲である。清澄剤としてガラス組成物中に添加される上記化合物の量が0.02モル%を下回ると、清澄作用が不十分となり、基板中に気泡が残留してしまう。一方、清澄剤としてガラス組成物中に添加される量が2.0モル%を超えると、Tsが10℃以上上昇し、これに伴って成形温度も上昇するため金型表面の保護膜の劣化が起こり易くなる。

【0034】

次に、金型による成形に先立ち、上述のように溶融させたガラス組成物を、例えばカーボン製の受け皿に流し込んだ後、冷却してガラスの塊（以後、「ゴブ」と称す）を得る。このような成形用ゴブの形状は、特に限定されるものではないが、例えば、重さ約6g、厚さ約8mm、直径約23mmの形状とする。なお、成形用ゴブは、所望の組成の添加物を含有するガラス粉末を溶融し冷やすことで直接所望の形状とするだけでなく、いったん任意の形状に作製したゴブを、再度ルツボで溶融し冷やすことで所望の形状とすることも可能である。

【0035】

次に、上述の成形用ゴブを成形用の金型に導入し、金型をTs近傍の温度に保持しながら加圧することで、直径65mm、厚さ0.635mmの円板状のガラス板を得る。加圧は、例えば0.2～0.6t/cm²で、3分間にわたって実施する。なお、成形時に使用する金型は、WC（炭化タングステン）をベースとし、その表面に離型性を高めるために貴金属系材料からなる厚さ数μmの保護膜を有することが好ましい。より具体的には、保護膜は、Pt、Ir、Re、Os、Pd、Rh、およびRuからなる群から選択される少なくとも1種の元素を含むことが好ましい。また、保護膜は、Ta、Hf、W、Auからなる群から選択される少なくとも1種の元素をさらにも含むこともよい。

【0036】

次いで、円板状ガラス基板の中心部に内径20mmの穴を開け、さらに基板の機械的強度を増すために一般的な化学強化を実施する。化学強化は、例えば、 NaNO_3 と KNO_3 とを0.4対0.6の比率で含む混合物を加熱し融解させることによって得られ、350～400℃に維持した液体に、上述のような成形加工によって得られたガラス基板を1～5時間にわたって浸漬させることにより実施する。

【0037】

最後に、上述の液体からガラス基板を引き上げ、純水中で洗浄する。さらに、必要に応じて、スクラブ洗浄、純水洗浄、イソプロピルアルコール（IPA）洗浄を順次実施する。

【0038】

上述のように、本発明の製造方法では、現在、清澄剤として一般的に使用されている Sb_2O_3 、あるいは Na_2SO_4 などの硫酸塩に代えて、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 を使用する。そのことにより、金型とガラスとの付着を改善し、ガラス基板の離型を良好に実施することができる。また、付着の問題が改善されることで金型の表面は良好に維持されたため、ガラス基板を連続加工することが可能となる。さらに、本発明の製造方法によれば、気泡がなく表面平滑性および平坦性に優れたガラス基板が簡便かつ安価に安定して得られる。

【0039】

本発明の第2の態様は、情報記録媒体用ガラス基板に関する。本発明の情報記録媒体用ガラス基板は、ガラス原料組成物を溶融し金型で成形することによって得られるガラス基板であって、上述の第1の態様によって作製されることを特徴とする。すなわち、本発明の情報記録媒体用ガラス基板は、その製造工程において、ガラス原料組成物中に清澄剤として、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 からなる群から選ばれる少なくとも1種の化合物が添加されていることを最大の特徴とする。ガラス組成物中に添加された CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 が清澄剤として十分な清澄作用を示すために、成形されたガラス基板中には気泡が存在しない。また、清澄剤として添加される CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 が金型表面に悪影響を与えないため、成形されたガラス基板は優れた平滑性および平坦性を有する。

10

【0040】

このように、本発明の情報記録媒体用ガラス基板は、平滑性および平坦性に優れ、かつ基板中に気泡が存在しないために、高密度で高い信頼性が要求される磁気記録媒体用基板として優れている。なお、ガラス基板の形状は、特に限定されるものではないが、図1に示すような、基板の中央部に同心的に形成された円形の穴を有するものが一般的である。

【0041】

本発明の第3の態様は、情報磁気記録媒体に関する。本発明の情報磁気記録媒体は、基板の上に、少なくとも磁氣的な記録を可能とする磁性層を有し、上記基板が上述の第2の態様で示した情報記録媒体用ガラス基板であることを特徴とする。すなわち、本発明の情報磁気記録媒体に適用されるガラス基板は、平滑性および平坦性に優れ、かつ基板中に気泡が存在しない信頼性の高い基板である。そのため、上述の第2の態様で示したガラス基板を使用して情報磁気記録媒体を構成することによって、高性能でかつ信頼性の高い媒体を供給することが可能となる。上述のように構成された媒体は、基板表面の凹凸が非常に少ないためにヘッド浮上量を5nm以下に低減させることが可能となり、その結果として基板は約100Gbits/in²の記録密度の潜在能力を有するようになる。また、基板表面の凹凸が少ないために基板とヘッドのクラッシュが起こりにくいなどの様々な有益性を有する。

20

【0042】

上述のように、本発明の情報磁気記録媒体は、基板として本発明の情報記録媒体用ガラス基板を使用すること以外は、当業界で周知の材料および方法を用いて構成される。例えば、本発明の情報磁気記録媒体は、必要に応じて、下地層、保護層、潤滑層などをさらに有してもよく、そのような層を基板の両面に設けてもよい。高性能な情報磁気記録媒体を達成するためには、ガラス基板の上に下地層またはテクスチャー層を設けて磁性層の配向を制御することが好ましい。

30

【0043】

図2は、本発明の情報磁気記録媒体の一例を示す模式的断面図である。図2に示すように、磁気記録媒体は、ガラス基板10の上に、中間層20と、非磁性下地層22と、磁性層24と、保護層26と、潤滑層28とを順次積層することにより構成される。このように構成される磁気記録媒体に、上述の製造方法によって作製されたガラス基板を適用することにより、高性能で信頼性の高い情報磁気記録媒体を提供することが可能となる。

40

【0044】

なお、中間層、非磁性下地層、磁性層、保護層、潤滑層には、当業界で周知の材料を使用することができる。特に限定するものではないが、例えば、中間層にはCo-Cr合金、Co-Cr-Ta合金など、非磁性下地層にはCr、Cr-Mo合金、Cr-V合金などを使用できる。磁性層にはCo-Cr-Pt、Co-Cr-Pt-BなどのCo系合金、保護層にはアモルファスカーボン(a-C)膜、を使用できる。潤滑層にはパーフルオロポリエーテル系潤滑剤などのフッ素系潤滑剤を使用できる。

【0045】

以上、本発明の情報磁気記録媒体の一例について、図2に沿って説明したが、それらは上述の媒体の構造および形状に限定されるものではなく、種々変更可能であることは当業者

50

によって容易に理解されるであろう。

【0046】

【実施例】

以下、実施例によって本発明をより具体的に説明するが、これらは本発明を限定するものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々変更可能であることは言うまでもない。

【0047】

（実施例1）

本実施例では、ガラス基板の製造過程において、清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 を用いることによる効果について検討した。

【0048】

＜ガラス基板の作製＞

以下の手順にしたがって、各種ガラス基板を作製した。

まず、ガラス基板の原料組成物として、 SiO_2 65.0mol. %、 Al_2O_3 4.0mol. %、 B_2O_3 9.0mol. %、 Li_2O 12.0mol. %、 Na_2O 6.0mol. %、 K_2O 1.0mol. %の割合で秤量したベース粉末に、さらに微量の ZnO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 MgO 、 BaO 、 SrO などの副成分を添加し混合した。原料組成物の粉末を十分に混合した後、ルツボに入れ1200～1500℃で溶解した。このとき、溶解中のガラスから気泡を除去するために、各種清澄剤を添加した。

【0049】

次に、溶解したガラスをルツボからカーボン製の受け皿に流し込み、重さ約6g、厚さ約8mm、直径約23mmの成形ゴブを作製した。次いで、このゴブを、成形用の金型に導入し、金型をTs近傍の温度に保持しながら、 $0.2 \sim 0.6 \text{ t/cm}^2$ で、3分間にわたって加圧した。この操作により、直径65mm、厚さ0.635mmの円板状のガラス基板を得た。成形に使用した金型は、WC（炭化タングステン）をベースとし、その表面に、離型性を高めるために厚さ数 μm のIr-Pt系、Ir-Au系、Ir-Rh系保護膜が設けられているものとした。なお、添加された清澄剤、およびガラス基板の成形時に使用された金型表面の保護膜材料について表1にまとめた。

【0050】

次に、上述のようにして得られたガラス基板の中心部にコアドリルを用いた穴あけ加工機により直径20mmの穴を設けた。さらに、この円板の抵抗強度を確保するために、化学強化を施した。具体的な処理条件は、重量比で $\text{NaNO}_3 : \text{KNO}_3 = 2 : 3$ の比率で混ぜた硝酸塩を、370℃で溶解させ、この融液に穴開け加工を施したガラス基板を2時間にわたって浸漬させた。最後に、化学強化を終えたガラス板を洗浄し、乾燥させた。

【0051】

＜評価＞

上述のガラス基板の作製に伴って、ガラス基板中の残留気泡数の評価、金型保護膜とガラスとの反応生成物の評価、成形時の金型保護膜とガラス基板との付着の評価を実施した。なお、それぞれの評価は、以下の方法を採用した。

【0052】

（1）成形ガラス基板の気泡数：光学顕微鏡にて直径65mmのガラス基板全体にわたって、気泡の数を数えた。少なくとも、直径1 μm 以上の気泡は計測可能である。

【0053】

（2）金型とガラスとの反応生成物：金型とガラスを成形後、金型表面をX線光電子分光法（XPS）で分析し、金型表面に残っている物質を調べた。

【0054】

（3）金型とガラスの付着：上記成形用ゴブと金型を用いて、何ショット（何枚）まで付着が発生せずに連続成形が可能であることを確認した。なお、付着の有無は、基本的には、光学的表面検査装置、走査型電子顕微鏡（SEM）、原子間力顕微鏡（AFM）を用いて検査し、それらの検査で付着が見られない場合には、さらにXPSを用いて表面変化の確

10

20

30

40

50

認を行った。

【0055】

上述の方法による評価結果を表1にまとめた。なお、比較のために従来の代表的な清澄剤である Na_2SO_4 および Sb_2O_3 を用いて、上述と同様に実施されるガラス基板の製造に関する評価結果も示した。

【0056】

【表1】

No.	清澄剤	清澄剤 添加量 (mol.%)	金型表面 保護膜材料	金型表面 残留物	基板 気泡数 (個/枚)	連続成形 可能枚数 (枚)
1	CeO_2	0.3	Ir-Pt	なし	なし	>1000
2	"	0.3	Ir-Au	"	"	>1000
3	"	0.3	Ir-Rh	"	"	>1000
4	Pr_6O_{11}	0.3	Ir-Pt	なし	なし	>1000
5	"	0.3	Ir-Au	"	"	>1000
6	"	0.3	Ir-Rh	"	"	>1000
7	Tb_4O_7	0.3	Ir-Pt	"	"	>1000
8	"	0.3	Ir-Au	"	"	>1000
9	"	0.3	Ir-Rh	"	"	>1000
10	CeO_2 Pr_6O_{11}	0.15 0.15	Ir-Pt	"	"	>1000
11	CeO_2 Tb_4O_7	0.15 0.15	Ir-Pt	"	"	>1000
12	Pr_6O_{11} Tb_4O_7	0.15 0.15	Ir-Pt	"	"	>1000
13	CeO_2 Pr_6O_{11} Tb_4O_7	0.1 0.1 0.1	Ir-Pt	"	"	>1000
14	Na_2SO_4	0.3	Ir-Pt	SO_x	"	<10
15	"	0.3	Ir-Au	"	"	<10
16	"	0.3	Ir-Rh	"	"	<10
17	Sb_2O_3	0.1	Ir-Pt	Ir-Sb	"	140
18	"	0.1	Ir-Au	"	"	100
19	"	0.1	Ir-Rh	"	"	100
20	なし	0.0	Ir-Pt	なし	33	-

【0057】

表1から分かるように、本発明の範囲である CeO_2 清澄剤 (No. 1~No. 3)、 Pr_6O_{11} 清澄剤 (No. 4~No. 6)、 Tb_4O_7 清澄剤 (No. 7~9) では、金型表面に残留物がなく、また基板の気泡もなく、更に連続成形可能枚数も1,000枚以上であることが明らかである。また、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、 Tb_4O_7 清澄剤を組み合わせる場合にも、同様な効果が得られることが表1のNo. 1~No. 13か

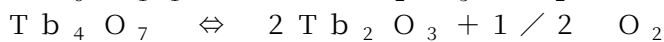
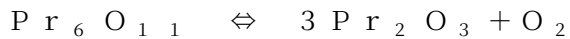
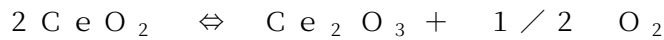
ら明らかである。

【0058】

一方、従来技術である Na_2SO_4 清澄剤 (No. 14 ~ No. 16) では、金型表面に残留物として SO_x が認められ、連続成形可能枚数も 10 枚以内である。また、もう一つの従来技術である Sb_2O_3 清澄剤 (No. 17 ~ No. 19) では、金型表面に Ir-Sb 合金が残留物として検出される。また、参考のために、表 1 には清澄剤を添加しない場合についても示してあるが (No. 20)、この場合には基板の気泡は 1 枚当たり 30 個以上も存在する。

【0059】

なお、実施例としては具体的には示していないが、 CeO_2 清澄剤、 Pr_6O_{11} 清澄剤 10、 Tb_4O_7 清澄剤は Sb_2O_3 清澄剤と同様、ガラスを再溶融して成形ゴブを作製した場合にも、その清澄作用は維持されることを確認した。これは以下の反応式：



によって示されるように、それぞれの化合物が高温と低温との間で可逆的な酸化還元反応を生じるためと推測できる。

【0060】

(実施例 2)

本実施例は、 CeO_2 清澄剤の添加量を検討するものであり、 CeO_2 清澄剤の添加量を 20
0.01 ~ 3.0 mol. % の範囲で変化させた以外は実施例 1 と同様に実施した。評価結果を表 2 に示す。

【0061】

【表 2】

No.	清澄剤	清澄剤 添加量 (mol.%)	金型表面 保護膜材料	金型表面 残留物	基板気泡数 (個/枚)	連続成形 可能枚数 (枚)	Ts 上昇 温度(°C)
21	CeO ₂	0.01	Ir-Pt	なし	12	>1000	0
22	〃	〃	Ir-Au	〃	13	〃	0
23	〃	〃	Ir-Rh	〃	12	〃	0
24	〃	0.02	Ir-Pt	〃	3	〃	0
25	〃	〃	Ir-Au	〃	3	〃	0
26	〃	〃	Ir-Rh	〃	3	〃	0
27	〃	0.03	Ir-Pt	〃	2	〃	0
28	〃	〃	Ir-Au	〃	1	〃	0
29	〃	〃	Ir-Rh	〃	1	〃	0
30	〃	0.05	Ir-Pt	〃	なし	〃	0
31	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	0
32	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	0
33	〃	0.1	Ir-Pt	〃	〃	〃	1
34	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	1
35	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	1
36	〃	0.2	Ir-Pt	〃	〃	〃	2
37	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	2
38	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	2
39	〃	0.5	Ir-Pt	〃	〃	〃	3
40	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	3
41	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	3
42	〃	1.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	5
43	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	5
44	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	5
45	〃	2.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	10
46	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	10
47	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	10
48	〃	2.5	Ir-Pt	〃	〃	930	15
49	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	920	15
50	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	950	15
51	〃	3.0	Ir-Pt	〃	〃	560	20
52	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	550	20
53	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	530	20

10

20

30

40

50

【 0 0 6 2 】

表 2 から明らかなように、添加量が 0.01 mol. % と少ないと、基板中に存在する残留気泡数は 10 数個存在し、添加量が適切でないことが分かる。また、3 mol. % 以上添加すると、Ts が 20 °C 上昇した。Ts の上昇に伴って成形温度も約 20 °C 上昇するので、金型保護膜に何らかの劣化が生じ、連続成形可能枚数が 500 枚程度に低下する。

【0063】

したがって、 CeO_2 の添加量としては、 $0.02\text{mol}\%$ ～ $2.0\text{mol}\%$ の範囲（No. 24～47）が好ましい。更に、好ましくはTsがそれほど上昇せず、また気泡数がゼロの $0.05\text{mol}\%$ ～ $1.0\text{mol}\%$ の範囲（No. 30～44）である。

【0064】

（実施例3）

本実施例は、 Pr_6O_{11} 清澄剤の添加量を検討するものであり、 Pr_6O_{11} 清澄剤の添加量を $0.01\sim 3.0\text{mol}\%$ の範囲で変化させた以外は実施例1と同様に実施した。評価結果を表3に示す。

【0065】

【表3】

No.	清澄剤	清澄剤 添加量 (mol.%)	金型表面 保護膜材料	金型表面 残留物	基板気泡数 (個/枚)	連続成形 可能枚数 (枚)	Ts 上昇 温度(°C)
54	Pr ₆ O ₁₁	0.01	Ir-Pt	なし	12	>1000	0
55	〃	〃	Ir-Au	〃	13	〃	0
56	〃	〃	Ir-Rh	〃	12	〃	0
57	〃	0.02	Ir-Pt	〃	3	〃	0
58	〃	〃	Ir-Au	〃	3	〃	0
59	〃	〃	Ir-Rh	〃	3	〃	0
60	〃	0.03	Ir-Pt	〃	1	〃	0
61	〃	〃	Ir-Au	〃	2	〃	0
62	〃	〃	Ir-Rh	〃	1	〃	0
63	〃	0.05	Ir-Pt	〃	なし	〃	0
64	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	0
65	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	0
66	〃	0.1	Ir-Pt	〃	〃	〃	1
67	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	1
68	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	1
69	〃	0.2	Ir-Pt	〃	〃	〃	2
70	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	2
71	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	2
72	〃	0.5	Ir-Pt	〃	〃	〃	3
73	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	3
74	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	3
75	〃	1.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	5
76	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	5
77	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	5
78	〃	2.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	10
79	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	10
80	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	10
81	〃	2.5	Ir-Pt	〃	〃	930	15
82	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	920	15
83	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	950	15
84	〃	3.0	Ir-Pt	〃	〃	560	20
85	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	550	20
86	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	530	20

10

20

30

40

50

【 0 0 6 6 】

表 3 から明らかなように、添加量が 0.01 mol. % と少ないと、基板中に存在する残留気泡数は 10 数個存在し、添加量が適切でないことが分かる。また、3 mol. % 以上添加すると、Ts が 20 °C 上昇した。Ts の上昇に伴って成形温度も約 20 °C 上昇するので、金型保護膜に何らかの劣化が生じ、連続成形可能枚数が 500 枚程度に低下する。

【0067】

したがって、 Pr_6O_{11} の添加量としては、 $0.02\text{mol}\%$ ～ $2.0\text{mol}\%$ の範囲（No. 57～80）が好ましい。更に、好ましくはTsがそれほど上昇せず、また気泡数がゼロの $0.05\text{mol}\%$ ～ $1.0\text{mol}\%$ の範囲（No. 63～77）である。

【0068】

（実施例4）

本実施例は、 Tb_4O_7 清澄剤の添加量を検討するものであり、 Tb_4O_7 清澄剤の添加量を $0.01\sim3.0\text{mol}\%$ の範囲で変化させた以外は実施例1と同様に実施した。評価結果を表4に示す。

【0069】

【表4】

No.	清澄剤	清澄剤 添加量 (mol.%)	金型表面 保護膜材料	金型表面 残留物	基板気泡数 (個/枚)	連続成形 可能枚数 (枚)	Ts 上昇 温度(°C)
87	Tb ₄ O ₇	0.01	Ir-Pt	なし	14	>1000	0
88	〃	〃	Ir-Au	〃	15	〃	0
89	〃	〃	Ir-Rh	〃	13	〃	0
90	〃	0.02	Ir-Pt	〃	4	〃	0
91	〃	〃	Ir-Au	〃	4	〃	0
92	〃	〃	Ir-Rh	〃	4	〃	0
93	〃	0.03	Ir-Pt	〃	2	〃	0
94	〃	〃	Ir-Au	〃	3	〃	0
95	〃	〃	Ir-Rh	〃	2	〃	0
96	〃	0.05	Ir-Pt	〃	なし	〃	0
97	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	0
98	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	0
99	〃	0.1	Ir-Pt	〃	〃	〃	1
100	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	1
101	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	1
102	〃	0.2	Ir-Pt	〃	〃	〃	2
103	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	2
104	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	2
105	〃	0.5	Ir-Pt	〃	〃	〃	3
106	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	3
107	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	3
108	〃	1.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	5
109	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	5
110	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	5
111	〃	2.0	Ir-Pt	〃	〃	〃	10
112	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	〃	10
113	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	〃	10
114	〃	2.5	Ir-Pt	〃	〃	930	15
115	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	910	15
116	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	940	15
117	〃	3.0	Ir-Pt	〃	〃	550	20
118	〃	〃	Ir-Au	〃	〃	540	20
119	〃	〃	Ir-Rh	〃	〃	520	20

10

20

30

40

【 0 0 7 0 】

表 4 から明らかなように、添加量が 0.01 mol. % と少ないと、基板中に存在する残留気泡数は 10 数個存在し、添加量が適切でないことが分かる。また、3 mol. % 以上添加すると、Ts が 20 °C 上昇した。Ts の上昇に伴って成形温度も約 20 °C 上昇するので、金型保護膜に何らかの劣化が生じ、連続成形可能枚数が 500 枚程度に低下する。

50

【0071】

したがって、 Tb_4O_7 の添加量としては、0.02mol.%～2.0mol.%の範囲（No. 90～113）が好ましい。更に、好ましくはTsがそれほど上昇せず、また気泡数がゼロの0.05mol.%～1.0mol.%の範囲（No. 96～110）である。

【0072】

（実施例5）

本実施例は、本発明の情報記録媒体用基板を用いて構成される情報磁気記録媒体に関する。

【0073】

実施例1で作製された3種の情報記録媒体用ガラス基板（表1のNo. 1、No. 4、No. 7の構成で作成されたガラス基板）の両面にそれぞれ中間層、Cr下地層、Co-Pt-Cr磁性層、カーボン保護膜を順次積層することにより情報磁気記録媒体を作製した。中間層は、基板温度200℃でCo-Cr合金ターゲットをスパッタすることで成膜し、膜厚2nmとした。Cr下地層は、基板温度200℃でターゲットをスパッタすることで成膜し、膜厚5nmとした。Co-Pt-Cr磁性層は、基板温度250℃でCo-Pt-Cr合金ターゲットをスパッタすることで成膜し、膜厚10nmとした。カーボン保護膜は、CVD法により成膜し、膜厚5nmとした。なお、連続成形による影響（ショット数による基板の変化）についても検討する目的で、上記3種の各基板について、それぞれ100ショット目、500ショット目、1000ショット目の3枚の基板を使用して合計9種類の情報磁気記録媒体を作製した。

【0074】

上述のようにして得られたそれぞれの情報磁気記録媒体について、書き込み／読み込み試験を実施したが、ショット数の異なる基板によるそれら媒体の特性の変化は認められなかった。また、添加された清澄剤の違いによる影響も確認できなかった。

【0075】

なお、実施例1～5では、1種類のガラス組成についてのみ説明したが、本発明の効果は、成形可能なガラスであれば、その組成にかかわらず有効であることは確認済みである。

【0076】

【発明の効果】

以上説明したとおり、本発明によれば、溶融したガラスを成形することによって情報記録媒体用ガラス基板を作製する際、ガラスの清澄剤として CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、および Tb_4O_7 の少なくとも1種類を添加することによって、従来のガラス基板の製造における金型とガラスとの付着の問題を著しく改善することが可能となる。また、本発明によれば、基板中に存在する残留気泡数が極めて少なく、かつ表面平滑性および平坦性に優れた信頼性の高いガラス基板を提供することが可能となる。また、金型保護膜表面に生成反応物が生じないことで、1000ショット以上の連続成形が可能となり、信頼性の高いガラス基板を安定して供給することが可能となる。さらに、そのようなガラス基板を用いて情報記録媒体を構成することによって、高性能で信頼性の高い情報記録媒体を実現することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明にもとづく情報記録媒体用ガラス基板の一例を示す模式図である。

【図2】本発明にもとづく情報磁気記録媒体の一例を示す模式的断面図である。

【符号の説明】

- 10 ガラス基板
- 20 中間層
- 22 非磁性下地層
- 24 磁性層
- 26 保護層
- 28 潤滑層

10

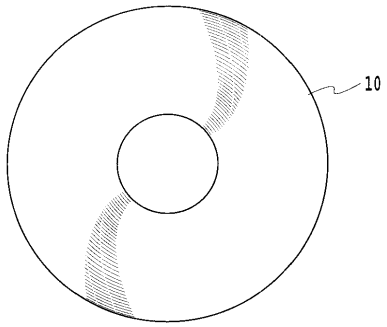
20

30

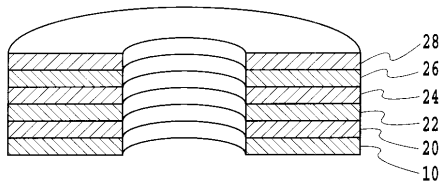
40

50

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷ F I テーマコード (参考)
G 1 1 B 5/84 G 1 1 B 5/84 Z

(72)発明者 小林 良治
神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

(72)発明者 小野田 稔
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内

F ターム(参考) 4G015 HA01

4G062 AA01 BB01 BB05 CC04 CC10 DA06 DB03 DC03 DD01 DE01
DE02 DE03 DF01 EA04 EB03 EC03 ED01 ED02 ED03 EE01
EF01 EF02 EF03 EG01 EG02 EG03 FA01 FB01 FB02 FB03
FC01 FC02 FC03 FD01 FE01 FF01 FG01 FH01 FJ01 FK01
FL01 FL02 GA01 GB01 GC01 GD01 GE01 HH01 HH03 HH05
HH07 HH09 HH11 HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01 JJ03 JJ05
JJ07 JJ10 KK01 KK02 KK03 KK04 KK05 KK07 KK10 MM27
NN32 NN40
5D006 CB04 CB05 DA03 FA00
5D112 AA02 AA24 BA03 BA08 BA10