

(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 7 月 3 日(03.07.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/103246 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/007420
- (22) 国際出願日: 2013 年 12 月 17 日(17.12.2013)
- (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 2012-284555 2012 年 12 月 27 日(27.12.2012) JP
- (71) 出願人: HOYA 株式会社(HOYA CORPORATION) [JP/JP]; 〒1618525 東京都新宿区中落合二丁目 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: 小谷 悦司, 外(KOTANI, Etsuji et al.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島 2 丁目 2 番 2 号大阪中之島ビル 2 階 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, IR, 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, SA, 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 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GLASS SUBSTRATE FOR HDD

(54) 発明の名称: HDD用ガラス基板の製造方法



FIG. 1:
AA Melting step
BB Molding step
CC First grinding step
DD Coring step
EE Second grinding step
FF Internal/external polishing step
GG First polishing step (lapping step)
HH Chemical toughening step
II Second polishing step (fine polishing step)
JU Preliminary immersion step (First preliminary immersion step)
KK Ultrasonic cleaning step
LL Immersion step
MM Scrub cleaning step
NN Preliminary immersion step (Second preliminary immersion step)
OO Final cleaning step
PP Inspection step

(57) Abstract: This method for producing a glass substrate for HDD is a method for producing a glass substrate for HDD having a recording density of 630 Gb/square inch or more, which comprises: a fine polishing step wherein a glass substrate is polished using a polishing liquid that contains colloidal silica and has a pH of 4 or less until the surface roughness (Ra) thereof falls to 2.0 Å or less; an ultrasonic cleaning step wherein the glass substrate is cleaned using a high-frequency wave; an immersion step wherein the glass substrate is immersed in a solution, which contains a dispersant and has a pH of 6.5-8.5, for 5 minutes or more; and a scrub cleaning step wherein the glass substrate is subjected to scrub cleaning.

(57) 要約: 本発明のHDD用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板を、コロイダルシリカを含むpH4以下の研磨液で、表面粗さRaが2.0Å以下になるまで研磨する精密研磨工程と、高周波を用いて洗浄する超音波洗浄工程と、分散剤を含むpH6.5~8.5の溶液に5分以上浸漬させる浸漬工程と、スクラブ洗浄するスクラブ洗浄工程とを含む、記録密度が630Gb/平方インチ以上であるHDD用ガラス基板の製造方法である。

WO 2014/103246 A1



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：HDD用ガラス基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、記録密度が630Gb／平方インチ以上であるHDD用ガラス基板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、情報記録媒体を搭載した情報記録装置（たとえばハードディスクドライブ HDD）の記憶容量の向上に伴い、使用される情報記録媒体（メディア）に求められる品質水準が高まっている。記憶容量を大きくするためには記録密度を向上させる必要があり、そのために、読み取りヘッドのフライングハイトを小さくする必要がある。そのため、情報記録媒体には、品質水準の一つとして高い平滑性が求められる。近年ではフライングハイトは数nmまで小さく設定されている。そのため、メディアの表面に研磨剤や異物がわずかに残存すると、読み取りヘッドが衝突するヘッドクラッシュが発生し、読み取りエラーの一因となる。したがって、メディアに使用されるHDD用ガラス基板（以下、単にガラス基板という場合がある）には、従来よりも厳密な清浄性が求められている。

[0003] 清浄性を向上させる方法として、たとえば、研磨工程後のガラス基板を液体と接触させて付着物を除去しやすくし、その後にガラス基板をスクラブ洗浄する等の方法が提案されている（特許文献1参照）。

[0004] しかし、次世代の面記録密度が630Gb／平方インチ対応の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、ガラス基板に磁性膜（磁気薄膜）を形成した後に、読取精度を低下させてしまうという問題が発生した。この問題を精査した結果、磁性層（磁気薄膜）を設けたガラス基板の電磁変換特性（シグナルノイズ比、SN比）にバラつきが発生し、このSN比のバラつきがリード／ライトエラーの発生要因となって、読取精度を低下させていることがわかった。さらに、このような磁気信号のSN比のバ

ラツキの要因について、精査し検討を進めた結果、以下のことが判明した。

[0005] すなわち、一般的に、ガラス基板は、製造後一旦密封梱包されて搬送され、その後、取りだされて表面に磁気薄膜（磁性膜、磁性層）が形成される。その際、わずかな異物（パーティクル）が付着することをより確実に防ぎ、表面を均一化するために、ガラス基板は、アルカリ溶液のような比較的洗浄性が高い洗剤を用いて洗浄される（特許文献2）。上記した磁気信号のS/N比のバラツキは、ガラス基板の製造後、梱包時や搬送時等にガラス基板の表面の微小な範囲で不均一に変化し、磁性膜形成前の洗浄において、ガラス表面の安定状態が損なわれる（表面粗さR_aが変化する）ことにより発生することがわかった。このことから、ガラス基板の製造後に検査しても要因が判明し得なかったことが明らかになった。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特許第4 6 2 3 2 1 0号公報

特許文献2：特開2 0 0 6 - 1 2 7 6 2 4号公報

発明の概要

[0007] 本発明は、このような従来の問題に鑑みてなされたものであり、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性と表面の清浄性を両立でき、表面粗さR_aの変化とS/N比の低下との両方を防ぐことができるHDD用ガラス基板の製造方法を提供することを目的とする。

[0008] 本発明者は、上記課題に鑑み、超音波洗浄工程とスクラブ洗浄工程との間において、分散剤を含み、所定のpHに調整された溶液に一定時間ガラス基板を浸漬させることにより、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性（S/N比の低下）と表面の清浄性を両立できる点に着目し、本発明を完成させた。

[0009] すなわち、本発明の一局面によるHDD用ガラス基板の製造方法は、コロイダルシリカを含むpH4以下の研磨液で、AFMで測定した表面粗さR_a（測定範囲：1 μm四方）が2.0 Å以下になるまでガラス基板を研磨する精密研磨工程と、前記精密研磨工程後のガラス基板を、高周波を用いて洗浄

する超音波洗浄工程と、前記超音波洗浄工程後のガラス基板を、分散剤を含むpH6.5～8.5の溶液に5分以上浸漬させる浸漬工程と、前記浸漬工程後のガラス基板をスクラブ洗浄するスクラブ洗浄工程とを含む、記録密度が630Gb/平方インチ以上であるHDD用ガラス基板の製造方法である。

[0010] 本発明の目的、特徴および利点は、以下の詳細な説明と添付図面とによって、より明白となる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]図1は、本発明の一実施形態のガラス基板の製造方法における各工程のフローチャートである。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本発明のガラス基板の製造方法の実施形態について詳細に説明する。図1は、本実施形態のガラス基板の製造方法における各工程のフローチャートである。本実施形態のガラス基板の製造方法は、第二研磨工程（精密研磨工程）、超音波洗浄工程、浸漬工程およびスクラブ洗浄工程を備え、これら以外の工程は特に限定されない。まず、これら第二研磨工程（精密研磨工程）、超音波洗浄工程、浸漬工程およびスクラブ洗浄工程を詳述する。

[0013] <第二研磨工程（精密研磨工程）>

精密研磨工程は、後述する第一研磨工程（粗研磨工程）や化学強化工程後のガラス基板に対して行う工程であり、研磨剤（コロイダルシリカ）を用いてガラス基板の両表面をさらに精密に研磨加工することにより、表面の微小な欠陥等を解消するとともに、反りを解消して所望の平坦度に仕上げる工程である。本実施形態では、ガラス基板は、コロイダルシリカを含むpH4以下の研磨液（研磨剤スラリー）で、AFM（原子間力顕微鏡）で測定した表面粗さRa（測定範囲：1μm四方）が2.0Å以下になるまで研磨される。

[0014] 精密研磨工程では、後述する粗研磨工程と同様に、両面研磨装置（たとえば浜井産業（株）製、16Bタイプ）が使用される。両面研磨装置の定盤に

取り付けられる研磨パッドは、粗研磨工程で使用する研磨パッドよりも低硬度の軟質パッドを使用することができ、たとえば発泡ウレタンやスウェードを使用することができる。

[0015] 研磨剤を含む研磨剤スラリーとしては、ガラス基板の表面をより滑らかにするために、砥粒の粒径がより細かくバラツキが少ない研磨剤スラリーを用いることができる。具体的には、たとえば、平均粒径が20～80 nmのコロイダルシリカを溶媒に分散させてスラリー状にしたものを用いることができる。溶媒としては特に限定されず、水を使用することができる。また、これら溶媒には、界面活性材や分散剤を添加することができる。溶媒とコロイダルシリカとの混合比率は、1：9～3：7程度とすることができる。

[0016] 研磨時にガラス基板に加える荷重としては特に限定されず、たとえば4～12 kPaとすることができる。

[0017] 精密研磨工程におけるガラス基板の研磨量は2～5 μm 程度とすることが好ましい。研磨量をこのような範囲とすることにより、得られるガラス基板は、ガラス基板の表面に発生した微小な荒れやうねり、あるいはこれまでの工程で発生した微小な加工痕といった微小欠陥が良好に除去される。

[0018] 精密研磨工程の研磨条件を適宜調整することにより、ガラス基板の表面の表面粗さ R_a を2.0 Å以下にまで小さくすることができる。なお、表面粗さ R_a は、たとえばAFM（Veeco Instruments社製のDimension V）を用いて測定することができる。具体的には、表面粗さ R_a は、AFMによりガラス基板の中心から半径方向に21 mmの位置における1 μm 四方（1 $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ）の平均表面粗さを測定することにより算出することができる。

[0019] 精密研磨工程後のガラス基板に対しては、超音波洗浄工程が行われる。

[0020] <超音波洗浄工程>

超音波洗浄工程は、高周波を用いてガラス基板を洗浄する工程である。ガラス基板は、高周波洗浄により表面に付着したコロイダルシリカ等の異物が除去される。

[0021] ガラス基板は、たとえばホルダに保持された状態で、高周波発生器を備えた洗浄槽に入れられ、高周波が照射される。高周波の周波数は、たとえば430～2000kHzとすることができる。高周波の照射時間としては特に限定されず、たとえば、1～7分とすることができる。高周波洗浄に際して、同時に溶媒による洗浄を行うことが好ましい。溶媒としては、水素水、水、オゾン水と希フッ酸水溶液、硫酸や有機酸、アルカリ性水溶液、中性水溶液、界面活性剤、キレート剤、蒸留水（純水）、イソプロピルアルコール（IPA）等を使用することができる。

[0022] 超音波洗浄工程後のガラス基板に対しては、浸漬工程が行われる。

[0023] <浸漬工程>

超音波洗浄工程直後のガラス基板は、表面が軽くエッチングされて新しい面ができており、活性化されている。浸漬工程は、このようなガラス基板の表面を、分散剤を含むpH6.5～8.5の溶液に5分以上浸漬させることにより安定化させる工程である。表面が安定化されたガラス基板は、後述するスクラブ洗浄工程が行われることにより、磁性膜形成前に行われるアルカリ洗浄に対する耐性が付与される。

[0024] ここで、一般に、浸漬させる溶液のpHが6.5～8.5である場合、コロイダルシリカが凝集する可能性がある。本実施形態の浸漬工程で使用する溶液には、分散剤が含まれているため、pHが6.5～8.5であっても、コロイダルシリカの凝集が抑制され、ガラス基板の表面への付着を防ぐことができる。なお、このようなコロイダルシリカは、後述するスクラブ洗浄工程や最終洗浄工程において良好に除去される。

[0025] 分散剤の種類は特に限定されず、たとえば、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、（メタ）アクリル酸（共）重合体、ポリ（メタ）アクリルアミド（共）重合体、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどの水溶性高分子、プライサーフ（第一工業製薬（株）製）などのリン酸系（たとえばリン酸エステル系）界面活性剤、ネオゲン（第一工業製薬（株）製）やネオスパール

(住化エンビロサイエンス(株)製)などのスルホン酸系界面活性剤、サンスパール(三洋化成(株)製)などのカルボン酸系界面活性剤および、ピッツコール(第一工業製薬(株)製)、ディスコール(第一工業製薬(株)製)などの非イオン界面活性剤からなる群から選択される1または複数の化合物が挙げられる。これらの分散剤によれば、いずれかを用いてもコロイダルシリカの凝集が抑制され、ガラス基板の表面への付着を防ぐことができる。

[0026] 分散剤の濃度は、使用する分散剤の種類に応じて適宜調整することができる。たとえば、分散剤としてサンスパール、プライサーフ、ピッツコール、ネオゲン等を使用する場合には、分散剤の濃度は、0.1～10重量%に調整することができる。

[0027] 溶液のpHは、7.0～8.0であることが好ましい。溶液のpHがこの範囲である場合、コロイダルシリカの凝集がより抑制され、かつ、ガラス基板の表面がより安定化される。

[0028] また、溶液のpHは、ガラス基板の浸漬中において6.5～8.5に管理されることが好ましい。溶液のpHを6.5～8.5に管理する方法としては特に限定されず、たとえば、溶液のpHが6.5を下回る場合に調整剤を添加することによりpHを6.5～8.5に調整することができる。調整剤を添加してpHを6.5～8.5に調整することにより、ガラス基板の表面状態が安定化されやすい。

[0029] 調整剤としては特に限定されず、たとえば水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ性の調整剤が挙げられる。

[0030] 浸漬時間は5分以上であればよく、好ましくは5～120分である。溶液への浸漬時間を120分以下とすることにより、120分を超えてガラス基板を浸漬する場合よりも短時間で、得られるガラス基板をアルカリ洗浄した後に作製した情報記録媒体のSN比の低下を防ぐことができる。

[0031] 浸漬工程後のガラス基板に対しては、スクラブ洗浄工程が行われる。

[0032] <スクラブ洗浄工程>

スクラブ洗浄工程は、スクラブ洗浄装置を用いてガラス基板を洗浄する工

程である。

[0033] スクラブ洗浄工程において実施されるスクラブ洗浄としては、たとえばロールスクラブ洗浄やカップスクラブ洗浄が挙げられる。これらスクラブ洗浄工程を行うことにより、ガラス基板に付着している欠陥が除去される。また、浸漬工程により表面が安定化されたガラス基板に、磁性膜形成前に行われるアルカリ洗浄に対する耐性が付与される。

[0034] ロールスクラブ洗浄は、ロールスクラブ洗浄装置を用いて行われる。ロールスクラブ洗浄装置は、相互に平行に配置されたローラを備え、それぞれのローラにはスポンジブラシが巻き付けられている。ガラス基板は、それぞれのローラの間に挟みこまれ、たとえば上方から洗剤が供給されつつローラが回転されることにより表面が洗浄される。

[0035] カップスクラブ洗浄は、カップスクラブ洗浄装置を用いて行われる。カップスクラブ洗浄装置は、回転軸を備え、該回転軸から放射状に配置された柱状の複数のスポンジブラシを有する。ガラス基板は、軸方向に隣接するスポンジブラシの間に挟みこまれ、たとえば上方から洗剤が供給されつつスポンジブラシが回転されることにより表面が洗浄される。

[0036] スクラブ洗浄工程後のガラス基板に対しては、最終洗浄工程が行われる。

[0037] 次に、本実施形態のガラス基板の製造方法において好ましく実施される工程について説明する。

[0038] <予備浸漬工程（第一の予備浸漬工程）>

第一の予備浸漬工程は、精密研磨工程後のガラス基板に対して好ましく実施される工程である。

[0039] 上記した精密研磨工程において、ガラス基板は、コロイダルシリカを含む pH 4 以下の研磨剤スラリーにより表面が研磨されるため、ガラス基板の表面からアルカリ成分が溶出する。また、精密研磨工程直後のガラス基板は、表面が活性化されており、ガラス基板を構成する材料間の結合（ガラス骨格）が伸びて切れやすい状態となっている。第一の予備浸漬工程は、このようなガラス基板を、分散剤を含む pH 6.5 ~ 8.5 の溶液に 5 分以上浸漬さ

せることにより、活性化されたガラス基板の表面を安定化する工程である。

[0040] 第一の予備浸漬工程において使用される溶液には、分散剤が含まれている。分散剤は、精密研磨工程で使用したコロイダルシリカがpH 6.5～8.5において凝集し、ガラス基板の表面に付着することを防ぐ目的で添加される。

[0041] 分散剤の種類や濃度は特に限定されず、たとえば上記した浸漬工程で例示する分散剤を、例示の濃度で使用する事ができる。

[0042] 溶液のpHは、7.0～8.0であることが好ましい。溶液のpHがこの範囲である場合、精密研磨工程で使用されたコロイダルシリカの凝集がより抑制され、かつ、ガラス基板の表面がより安定化される。

[0043] 浸漬時間は5分以上であればよく、好ましくは5分以上120分以下である。

[0044] 第一の予備浸漬工程後のガラス基板に対しては、上記した超音波洗浄工程が行われる。

[0045] <予備浸漬工程（第二の予備浸漬工程）>

第二の予備浸漬工程は、スクラブ洗浄工程後のガラス基板に対して好ましく実施される工程である。

[0046] 上記した精密研磨工程において、ガラス基板はスポンジブラシを用いてpH 4以下の酸性洗剤中で洗浄されるため、ガラス基板の表面から加速的にアルカリ成分が溶出する。第二の予備浸漬工程は、このようなガラス基板を、分散剤を含むpH 6.5～8.5の溶液に5分以上浸漬させることにより、活性化されたガラス基板の表面を安定化する工程である。

[0047] 第二の予備浸漬工程において使用される溶液には、分散剤が含まれている。分散剤は、コロイダルシリカがpH 6.5～8.5において凝集し、ガラス基板の表面に付着することを防ぐ目的で添加される。

[0048] 分散剤の種類や濃度は特に限定されず、たとえば上記した浸漬工程で例示する分散剤を、例示の濃度で使用する事ができる。

[0049] 溶液のpHは、7.0～8.0であることが好ましい。溶液のpHがこの

範囲である場合、コロイダルシリカの凝集がより抑制され、かつ、ガラス基板の表面がより安定化される。

[0050] 浸漬時間は5分以上であればよく、好ましくは5分以上120分以下である。

[0051] 第二の予備浸漬工程後のガラス基板に対しては、上記した最終洗浄工程が行われる。

[0052] 次に、本実施形態が採用し得るその他の工程について説明する。なお、本実施形態のガラス基板の製造方法は、上記した工程（ただし予備浸漬工程（第一の予備浸漬工程および第二の予備浸漬工程）は好ましく実施される工程である）を有していればよく、その他の工程については特に限定されない。そのため、以下に説明するその他の工程は、例示であり、適宜設計変更を行うことができる。

[0053] <溶融工程>

溶融工程は、ガラス素材を溶融する工程である。

[0054] ガラス素材としては特に限定されず、たとえば、ソーダライムガラス、アルミノシリケートガラス、ボロシリケートガラス、 $\text{Li}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ 系ガラス、 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス、 $\text{R}'\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラス（ $\text{R}' = \text{Mg}$ 、 Ca 、 Sr 、 Ba ）等を使用することができる。

[0055] 溶融工程においてガラスを溶融する方法としては特に限定されず、通常はガラス素材を公知の温度、時間にて高温で溶融する方法を行うことができる。

[0056] <成形工程>

成形工程は、溶融したガラス素材からガラス基板（ブランク）を得る工程である。

[0057] 成形工程においてブランクを得る方法としては特に限定されず、たとえば溶融したガラス素材を下型に流し込み、上型によってプレス成型して円板状のガラス基板（ブランク）を得る方法や、たとえばダウンドロー法やフロート法等で形成したシートガラスを研削砥石で切り出す方法を行うことが

できる。この成形工程において、ブランクスの表面近傍には、異物や気泡が混入し、あるいはキズがついて、欠陥が発生することとなる。

[0058] ブランクスの大きさとしては特に限定されず、たとえば、外径が2.5インチ、1.8インチ、1インチ、0.8インチ等の種々の大きさのブランクスを作製することができる。ガラス基板の厚みについては特に限定されず、たとえば、2mm、1mm、0.8mm、0.63mm等の種々の厚みのブランクスを作製することができる。

[0059] 作製されたブランクスは、耐熱部材のセッターと交互に積層し、高温の電気炉を通過させることにより、反りの低減やガラスの結晶化を促進させることができる。

[0060] <第一研削工程>

第一研削工程は、ブランクスの主表面を研削加工してガラス基板の平行度、平坦度および厚みを予備調整する工程である。第一研削工程におけるラッピング加工は、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、ラッピング加工は、ブランクスの両主表面に上下からラップ定盤を押圧し、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ることにより行うことができる。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が得られる。

[0061] <コアリング工程>

コアリング工程は、ガラス基板の中心部に円形の孔（中心孔）を開ける工程である。中心孔は、たとえば円筒状のダイヤモンドドリルを用いて開けられる。コアリング工程により、円環状のガラス基板が得られる。

[0062] <第二研削工程>

第二研削工程は、ガラス基板の主表面を研削し、大きな傷を除去するとともに、平坦度を向上させる工程である。第二研削工程では、ガラス基板の主表面をラッピング機（浜井産業（株）製）でラッピング加工することができる。ラッピング条件としては特に限定されないが、たとえば、＃1500メ

ツシュのダイヤモンドペレットを用い、荷重 70 g/cm^2 とし、上定盤の回転数 30 rpm 、下定盤の回転数 10 rpm とすることができる。第二研削工程後のガラス基板は、大きなうねり、欠け、ひび等の欠陥がほぼ除去される。

[0063] なお、第二研削工程後のガラス基板の表面には研削液やガラス粉が残存している可能性がある。そのため、洗浄工程を設けることが好ましい。洗浄工程においては、種々の洗浄方法を行うことができる。たとえば、ガラス基板に対して、アルカリ洗浄のみを行ってもよく、また、酸洗浄を行った後にアルカリ洗浄を行ってもよく、また、酸洗浄のみを行ってもよい。

[0064] <内外研磨工程>

内外研磨工程は、ガラス基板の内周端面および外周端面を研削加工し、その後、研磨する工程である。研削加工は、ダイヤモンド等を用いた鼓状の研削砥石を用いて行うことができる。また、ガラス基板の内周面は、内周端面研磨機により研磨することができ、ガラス基板の外周面は、外周端面研磨機により外周端面を研磨することができる。

[0065] <第一研磨工程（粗研磨工程）>

粗研磨工程は、上記した精密研磨工程において最終的に必要とされる面粗さが効率よく得られるように、ガラス基板の両主表面を研磨加工する工程である。粗研磨工程では、両面研磨装置が用いられる。

[0066] 使用する研磨パッドは、研磨パッドの硬度が研磨による発熱により低下すると研磨面の形状変化が大きくなるため、硬質パッドであることが好ましく、たとえば発泡ウレタンが好ましい。

[0067] 研磨液は、たとえば、平均一次粒子径が $0.6 \sim 2.5 \mu\text{m}$ の酸化セリウムを使用し、酸化セリウムを溶媒に分散させてスラリー状にしたもの（研磨剤スラリー）を使用することができる。溶媒としては特に限定されず、水を使用することができる。また、溶媒には、界面活性剤や分散剤を添加することができる。溶媒と酸化セリウムとの混合比率は、 $1 : 9 \sim 3 : 7$ 程度である。

[0068] 研磨剤スラリーの添加量としては特に限定されず、たとえば、1000～9000 mL／分である。

[0069] 粗研磨工程におけるガラス基板の研磨量は、たとえば25～40 μm 程度とすることができる。ガラス基板の研磨量が25 μm 未満の場合には、キズや欠陥が十分に除去されない傾向がある。一方、ガラス基板の研磨量が40 μm を超える場合には、ガラス基板は、必要以上に研磨されることになり、製造効率が低下する傾向がある。

[0070] 粗研磨工程を終えたガラス基板は、中性洗剤、純水、IPA等で洗浄することが好ましい。

[0071] <化学強化工程>

化学強化工程は、ガラス基板を強化処理液に浸漬し、ガラス基板の耐衝撃性、耐振動性および耐熱性等を向上させる工程である。

[0072] 化学強化に用いる強化処理液としては、たとえば、硝酸カリウム（60％）と硝酸ナトリウム（40％）との混合溶液などを挙げることができる。化学強化においては、強化処理液を300℃～400℃に加熱し、ガラス基板を200～300℃に予熱し、強化処理液中に3～4時間浸漬することによって行うことができる。この浸漬の際に、ガラス基板の両主表面全体が化学強化されるように、複数のガラス基板の端面を保持するホルダにガラス基板を収納した状態で行うことが好ましい。

[0073] なお、化学強化工程後に、ガラス基板を大気中に待機させる待機工程や、水浸漬工程を行い、ガラス基板の表面に付着した強化処理液を除去するとともに、ガラス基板の表面を均質化することが好ましい。このような工程を行うことにより、ガラス基板は、化学強化層が均質に形成され圧縮歪が均質となり変形が生じ難く平坦度が良好で、機械的強度も良好となる。待機時間や水浸漬工程の水温は特に限定されず、たとえば大気中に1～60秒待機させ、35～100℃程度の水に浸漬させるとよく、製造効率を考慮して適宜決めればよい。

[0074] <第二研磨工程（精密研磨工程）、予備浸漬工程（第一の予備浸漬工程）、

超音波洗浄工程、浸漬工程、スクラブ洗浄工程および予備浸漬工程（第二の予備浸漬工程）＞

第二研磨工程（精密研磨工程）、予備浸漬工程（第一の予備浸漬工程）、超音波洗浄工程、浸漬工程、スクラブ洗浄工程および予備浸漬工程（第二の予備浸漬工程）は、上記したとおりである。

[0075] 本実施形態のガラス基板の製造方法は、浸漬工程を備える。そのため、超音波洗浄工程により活性化されたガラス基板の表面は、浸漬工程において pH 6.5～8.5 の溶液に浸漬されることにより安定化される。その結果、ガラス基板には、磁性膜形成前に行われるアルカリ洗浄に対する耐性が付与される。また、浸漬工程で使用する溶液には分散剤が含まれているため、精密研磨工程で使用されたコロイダルシリカが凝集してガラス基板の表面に付着することを防ぐことができる。その結果、本実施形態のガラス基板の製造方法によれば、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性と表面の清浄性とを両立でき、表面粗さ R_a の変化と SN 比の低下との両方を防ぐことができる。

[0076] また、本実施形態のガラス基板の製造方法は、精密研磨工程後の第一の予備浸漬工程や、スクラブ洗浄工程後の第二の予備浸漬工程をさらに備えることにより、活性化されたガラス基板の表面を安定化して、得られるガラス基板をアルカリ洗浄した後に作製した情報記録媒体の SN 比の低下をよりいっそう防ぐことができる。

[0077] ＜最終洗浄工程＞

最終洗浄工程は、ガラス基板を洗浄し、清浄にする工程である。洗浄方法としては特に限定されず、ガラス基板の表面を清浄にすることができる洗浄方法であればよい。

[0078] 洗浄されたガラス基板は、必要に応じて超音波による洗浄および乾燥工程を行う。乾燥工程は、ガラス基板の表面に残る洗浄液をイソプロピルアルコール（IPA）等により除去した後、ガラス基板の表面を乾燥させる工程である。たとえば、最終洗浄工程は、スクラブ洗浄後のガラス基板に水リンス洗浄工程を 2 分間行ない、洗浄液の残渣を除去する工程、IPA 洗浄工程を

2分間行い、ガラス基板の表面に残る水をIPAにより除去する工程および、IPA蒸気乾燥工程を2分間行い、ガラス基板の表面に付着している液状のIPAをIPA蒸気により除去しつつ乾燥させる工程を行うことができる。ガラス基板の乾燥工程としては特に限定されず、たとえばスピン乾燥、エアナイフ乾燥などの、ガラス基板の乾燥方法として公知の乾燥方法を採用することができる。

[0079] <検査工程>

検査工程は、最終洗浄工程後のガラス基板の、キズ、割れ、異物の付着等の有無を、目視や光学表面アナライザ（たとえば、KLA-TENCOL社製のOSA6100）を用いて検査する工程である。検査工程後のガラス基板は、異物等が表面に付着しないように、清浄な環境中で専用収納カセットに収納され、真空パック後に出荷される。

[0080] なお、検査工程後に出荷されたガラス基板には、磁気薄膜（磁性膜）が形成され、情報記録媒体とされる。ガラス基板は、磁性膜を形成する磁性膜形成工程の前に、梱包時、搬送時、取り出し時の条件の違いによりガラス基板の表面状態が不均一化されたり、わずかな異物（パーティクル）が付着することを防いで、表面状態を均一化するために、アルカリ溶液のような比較的洗浄性が高く、場合によっては表面を若干溶解させるような洗剤を用いて洗浄される。アルカリ溶液としては、たとえばpH11のNaOH溶液等が挙げられる。

[0081] 本実施形態のガラス基板の製造方法により製造されたガラス基板は、上記のとおり、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性が付与されているため、このような洗剤を用いて洗浄された場合であっても、ガラス基板の表面の安定状態が損なわれにくい。その結果、磁性膜を形成して情報記録媒体とし、HDDに使用した際に、表面粗さRaの変化とSN比の低下との両方を防ぐことができる。

[0082] なお、磁性膜形成工程としては、たとえば以下の工程が挙げられる。

[0083] <磁性膜形成工程>

磁性膜形成工程は、蒸着装置を用いてガラス基板に磁性膜を形成する工程である。磁性膜の形成方法としては特に限定されず、従来公知の方法を採用することができる。たとえば、磁性粒子を分散させた熱硬化性樹脂を基板上にスピコートして形成する方法や、スパッタリング、無電解めっきにより形成する方法を採用することができる。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 程度である。これらの形成方法により磁性膜を成膜する場合、磁性膜の種類によっては、ガラス基板は、100～500℃程度に保持される。

[0084] 磁性膜に用いる磁性材料としては特に限定されず、従来公知の磁性材料を用いることができる。たとえば、高い保磁力を得るために、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やCrを加えたCo系合金などが用いられる。

[0085] また、記録用のメディアを作製する場合には、Co-Pt合金のように、遷移金属元素と貴金属元素とからなる合金であって、遷移金属元素（Co）と貴金属元素（Pt）との原子含有量がほぼ等しい合金や、遷移金属元素（Co）と貴金属元素（Pt）との原子含有量がほぼ等しく、かつ、Niの原子含有量が0.1%以上50%以下であるCo-Ni-Pt合金や、遷移金属元素（Co及びNi）と貴金属元素（Pt）との原子含有量がほぼ等しいCo-Ni-Pt合金や、Co-Cr-Pt合金や、Fe-Pt合金とCu酸化物とを含有した薄膜を形成することが好ましい。この場合、薄膜の下部には、ソフト磁性層（保磁力の小さな材料、Co系アモルファスなど）を積層することが好ましい。

[0086] また、磁気ヘッドの滑りをよくするために、磁性膜の表面に潤滑剤をコーティングしてもよい。

[0087] さらに必要に応じて、磁性膜には、下地層や保護層を設けてもよい。下地層および保護層は、磁性膜の種類に応じて選択される。

[0088] 以上、本実施形態のガラス基板の製造方法によれば、磁性膜形成前のアル

カリ洗浄耐性と表面の清浄性とを両立でき、表面粗さ R_a の変化と SN 比の低下との両方を防ぐことができる HDD 用ガラス基板の製造方法を提供することができる。

[0089] なお、本実施形態のガラス基板の製造方法は、必要に応じて、粗研磨工程を省略したり、化学強化工程を精密研磨工程の後に行ったりなどの設計変更が可能である。

[0090] さらに、本実施形態では、落下強度対策として、ガラス基板の主表面以外の外周端面や内周端面に化学強化処理を行う工程を行ってもよいし、ガラス基板に生じた傷のエッジ緩和処理として、ガラス基板をフッ化水素浸漬処理に供する工程を行ってもよい。

[0091] 上記 HDD 用ガラス基板の製造方法の技術的特徴を下記にまとめる。

[0092] 本発明の一局面による HDD 用ガラス基板の製造方法は、コロイダルシリカを含む $pH 4$ 以下の研磨液で、AFM で測定した表面粗さ R_a （測定範囲： $1 \mu m$ 四方）が $2.0 \text{ \AA}$ 以下になるまでガラス基板を研磨する精密研磨工程と、前記精密研磨工程後のガラス基板を、高周波を用いて洗浄する超音波洗浄工程と、前記超音波洗浄工程後のガラス基板を、分散剤を含む $pH 6.5 \sim 8.5$ の溶液に 5 分以上浸漬させる浸漬工程と、前記浸漬工程後のガラス基板をスクラブ洗浄するスクラブ洗浄工程とを含む、記録密度が 630 Gb/平方インチ 以上である HDD 用ガラス基板の製造方法である。

[0093] 本発明のガラス基板の製造方法では、ガラス基板は、超音波洗浄工程により活性化された表面が、浸漬工程により所定の pH の溶液に浸漬されることにより安定化されるため、磁性膜形成前に行われるアルカリ洗浄に対する耐性が付与される。また、浸漬工程で使用する溶液には分散剤が含まれているため、精密研磨工程で使用されたコロイダルシリカ（研磨剤）が凝集してガラス基板の表面に付着することを防ぐことができる。その結果、本発明のガラス基板の製造方法によれば、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性と表面の清浄性を両立でき、表面粗さ R_a の変化と SN 比の低下との両方を防ぐことができる。

- [0094] 本発明は、前記精密研磨工程後に、分散剤を含むpH 6.5～8.5の溶液にガラス基板を5分以上浸漬させる予備浸漬工程をさらに含み、前記予備浸漬工程後に前記超音波洗浄工程を行うことが好ましい。
- [0095] 精密研磨工程後に予備浸漬工程を行うことにより、ガラス基板の表面は、よりいっそう安定化される。そのため、ガラス基板をアルカリ洗浄した後に作製した情報記録媒体は、S/N比がより低下しにくい。
- [0096] 本発明は、前記スクラブ洗浄工程後に、分散剤を含むpH 6.5～8.5の溶液にガラス基板を5分以上浸漬させる予備浸漬工程をさらに含むことが好ましい。
- [0097] スクラブ洗浄工程後に予備浸漬工程を行うことにより、ガラス基板の表面は、よりいっそう安定化される。そのため、ガラス基板をアルカリ洗浄した後に作製した情報記録媒体は、S/N比がより低下しにくい。
- [0098] 上記構成において、前記溶液のpHが7～8.5であり、前記分散剤は、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、(メタ)アクリル酸(共)重合体、ポリ(メタ)アクリルアミド(共)重合体、エチレングリコール、リン酸系界面活性剤、スルホン酸系界面活性剤、カルボン酸系界面活性剤および非イオン界面活性剤からなる群から選択される1または複数の化合物を含むことが好ましい。
- [0099] これらの分散剤を用いて、溶液のpHを上記範囲内とすることにより、精密研磨工程で使用されたコロイダルシリカの凝集がよりいっそう抑制され、かつ、ガラス基板の表面が安定化される。
- [0100] 本発明は、前記浸漬工程において、溶液のpHが6.5を下回る場合、調整剤を添加することによりpHを6.5～8.5に調整することが好ましい。調整剤を添加することにより、溶液のpHを6.5～8.5に保つことができる。
- [0101] 上記構成において、前記浸漬工程における溶液のpHが7.0～8.0であることが好ましい。溶液のpHが上記範囲内の場合、磁性膜形成前のアルカリ洗浄耐性と表面の清浄性が、よりよく両立され、表面粗さR_aの変化と

S/N比の低下との両方をさらに防ぐことができる。

- [0102] 上記構成において、前記浸漬工程における溶液への浸漬時間が120分以下であることが好ましい。溶液への浸漬時間を120分以下とすることにより、120分を超えてガラス基板を浸漬する場合よりも短時間で、得られるガラス基板をアルカリ洗浄した後に作製した情報記録媒体のS/N比の低下を防ぐことができる。

実施例

- [0103] 以下、本発明のガラス基板の製造方法を実施例により詳述する。なお、本発明のガラス基板の製造方法は、以下に示す実施例になんら限定されるものではない。

- [0104] <実施例1>

以下の方法によりガラス基板を作製した。

- [0105] <熔融工程>

ガラス素材として、60～65モル%の SiO_2 、8～12モル%の Al_2O_3 、5～12モル%の Na_2O 、0～3モル%の K_2O 、6～10モル%の MgO 、0～5モル%の CaO を含むガラス材料を用い、このガラス材料を熔融させた。

- [0106] <成形工程>

熔融したガラス素材をプレス成形して、外径が67mmの円板状のブランクを作製した。ブランクの厚みは1.0mmとした。

- [0107] <第一研削工程>

ブランクの両表面を、両面研削機（浜井産業（株）製、16Bタイプ）を用いて研削加工した。研削条件として、粒度#600のアルミナ粉末を使用し、荷重は50g/cm²、上定盤回転数を30rpm、下定盤回転数を20rpmとした。

- [0108] <コアリング工程>

次いで、円筒状のダイヤモンド砥石を備えたコアドリルを用いてブランクの中心部に直径が約19.6mmの円形の中心孔を開けた。

[0109] <第二研削工程>

ブランクスの両表面を、両面研削機（浜井産業（株）製、16Bタイプ）を用いて再び研削加工した。研削条件として、ダイヤモンドペレットは#1700メッシュのものをを用い、加重は 70 g/cm^2 とし、上定盤の回転数は 20 rpm とし、下定盤の回転数は 30 rpm とした。

[0110] <内外研磨工程>

鼓状のダイヤモンド砥石を用いて、ブランクスの外周端面および内周端面を、外径 65 mm 、内径 20 mm に内・外径加工した。次に、ブランクスを100枚重ね、この状態で、ブランクスの外周端面および内周端面を、端面研磨機（（株）館野機械製作所製、TKV-1）を用いて研磨加工した。研磨機のブラシ毛として、直径が 0.2 mm のナイロン繊維を用いた。研磨液は、平均一次粒子径が $3\text{ }\mu\text{ m}$ の酸化セリウムを砥粒（研磨液成分）として含有するスラリーを用いた。

[0111] <第一研磨工程（粗研磨工程）>

ガラス基板の両表面を、両面研磨機（浜井産業（株）製、16Bタイプ）を用いて粗研磨加工した。研磨パッドには発泡ウレタンパッドを、砥粒には平均一次粒子径 $1\text{ }\mu\text{ m}$ の酸化セリウム砥粒を用い、水と酸化セリウムとの混合比率は、 $80:20$ とした。さらに硫酸を含有する調整液で pH を調整した。また、加重は 100 g/cm^2 とした。研磨剤スラリーの添加量は、 8000 mL/分 とした。

[0112] <化学強化工程>

硝酸ナトリウムと硝酸カリウムとを $3:7$ の比率で混合した強化塩を 300°C にて溶融し、ガラス基板を30分間浸漬させた。これにより、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を、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せ、ガラス基板を強化した。

[0113] <第二研磨工程（精密研磨工程）>

ガラス基板の両表面を、両面研磨機（浜井産業（株）製、16Bタイプ）

を用いてさらに精密に研磨加工した。研磨剤スラリーは、平均一次粒子径が 20 nm のコロイダルシリカを砥粒として水に分散させてスラリー状にしたものを用い、水とコロイダルシリカとの混合比率は、 $80 : 20$ とした。さらに硫酸を含有する調整液で pH を 3 に調整した。また、加重は 120 g/cm^2 とした。研磨剤スラリーの添加量は、 500 mL/分 とした。本工程では、ガラス基板を 1 バッチ (100 枚) 加工した。AFM (原子間力顕微鏡、型番 Dimension V、Veeco Instruments 社製) で、研磨後のガラス基板の表面粗さ R_a を測定したところ、表面粗さ R_a は 1.85 Å 程度であった。測定範囲は $1\text{ }\mu\text{m}$ 四方とした。

[0114] <超音波洗浄工程>

高周波発生器を備えた洗浄槽にガラス基板を収容し、高周波を 3 分照射して洗浄した。高周波の周波数は 950 kHz とした。

[0115] <浸漬工程>

分散剤として濃度 0.1 重量%のカルボン酸系分散剤 (サンスパール 三洋化成 (株) 製) を含む溶液 ($\text{pH } 6.5$) にガラス基板を 10 分間浸漬させた。

[0116] <スクラブ洗浄工程>

カップスクラブ洗浄装置を用いて、ガラス基板をスクラブ洗浄した。洗浄液として、 KOH と NaOH とを質量比で $1 : 1$ に混合したものを超純水 (DI 水) で希釈し、洗浄能力を高めるために非イオン界面活性剤を添加して得られた液体を用いた。洗浄液の供給は、スプレー噴霧によって行った。

[0117] <最終洗浄工程>

スクラブ洗浄後、ガラス基板の表面に残る洗浄液を除去するために、水リンス洗浄工程を超音波槽で 2 分間行い、 IPA 洗浄工程を超音波槽で 2 分間行い、最後に、 IPA 蒸気によりガラス基板の表面を乾燥させた。

[0118] <検査工程>

光学表面アナライザ (KLA-TENCOL 社製の OSA7100) を用いてガラス基板の表面を検査した。

[0119] なお、本実施例では、ガラス基板を 1 バッチ 100 枚単位で製造し、同一バッチ内で評価を行うことにより、バラツキの影響を排除した。

[0120] <実施例 2>

浸漬工程において、溶液の pH を 7.0 にした以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0121] <実施例 3>

浸漬工程において、溶液の pH を 8.5 にした以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0122] <比較例 1>

浸漬工程において、溶液の pH を 9.0 にした以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0123] <比較例 2>

浸漬工程において、溶液の pH を 6.0 にした以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0124] <比較例 3>

浸漬工程において、溶液の pH を 10.5 にした以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0125] <比較例 4>

浸漬工程において、分散剤を含まない溶液に浸漬した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0126] <比較例 5>

浸漬工程において、分散剤を含まない溶液に浸漬した以外は、実施例 2 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0127] <比較例 6>

浸漬工程において、分散剤を含まない溶液に浸漬した以外は、実施例 3 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0128] <実施例 4>

精密研磨工程後に、濃度 0.1 重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパー

ル 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 7）に10分間浸漬させる第一の予備浸漬工程を行い、その後超音波洗浄工程を行った。また、超音波洗浄工程の後に、濃度0.1重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 6.5）に10分間浸漬させる浸漬工程を行った。これら以外は、実施例1と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0129] <実施例5>

浸漬工程において、溶液のpHを7にした以外は、実施例4と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0130] <実施例6>

浸漬工程において、溶液のpHを8.5にした以外は、実施例4と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0131] <実施例7>

超音波洗浄工程後に、濃度0.1重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 6.5）に10分間浸漬させる浸漬工程を行い、その後超音波洗浄工程を行った。その後スクラブ洗浄工程を行い、更にスクラブ洗浄工程の後に、濃度0.1重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 7）に10分間浸漬させる第二の予備浸漬工程を行った。これら以外は、実施例1と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0132] <実施例8>

浸漬工程において、溶液のpHを7.0にした以外は、実施例7と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0133] <実施例9>

浸漬工程において、溶液のpHを8.5にした以外は、実施例7と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0134] <実施例10>

精密研磨工程後に、濃度0.1重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 7）に30分間浸漬させる第一の

予備浸漬工程を行い、その後超音波洗浄工程を行った。また、超音波洗浄工程の後に、濃度 0.1 重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 7）に 30 分間浸漬させる浸漬工程を行い、その後スクラブ洗浄工程を行った。さらに、スクラブ洗浄工程の後に、濃度 0.1 重量%のカルボン酸系分散剤（サンスパール 三洋化成（株）製）を含む溶液（pH 7）に 30 分間浸漬させる第二の予備浸漬工程を行った。これら以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0135] <実施例 1 1>

浸漬工程において、溶液へのガラス基板の浸漬時間を 5 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0136] <実施例 1 2>

浸漬工程において、溶液へのガラス基板の浸漬時間を 60 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0137] <実施例 1 3>

浸漬工程において、溶液へのガラス基板の浸漬時間を 120 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0138] <実施例 1 4>

浸漬工程において、溶液へのガラス基板の浸漬時間を 150 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0139] <比較例 7>

浸漬工程において、溶液へのガラス基板の浸漬時間を 3 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0140] <実施例 1 5>

浸漬工程において、分散剤を濃度 0.2 重量%のリン酸系界面活性剤（プライサーフ 第一工業製薬（株）製）を含む溶液（pH 6.5）に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0141] <実施例 1 6>

浸漬工程において、溶液の pH を 7.0 にした以外は、実施例 1 5 と同様

の方法によりガラス基板を作製した。

[0142] <実施例 1 7>

浸漬工程において、溶液の pH を 8.5 にした以外は、実施例 1 5 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0143] <比較例 8>

浸漬工程において、溶液の pH を 9.0 にした以外は、実施例 1 5 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0144] <比較例 9>

浸漬工程において、溶液の pH を 6.0 にした以外は、実施例 1 5 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0145] <比較例 1 0>

浸漬工程において、溶液の pH を 10.5 にした以外は、実施例 1 5 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0146] <実施例 1 8>

浸漬工程において、分散剤を濃度 0.2 重量%の非イオン界面活性剤（ピッツコール 第一工業製薬（株）製）を含む溶液（pH 6.5）に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0147] <実施例 1 9>

浸漬工程において、溶液の pH を 7.0 にした以外は、実施例 1 8 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0148] <実施例 2 0>

浸漬工程において、溶液の pH を 8.5 にした以外は、実施例 1 8 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0149] <比較例 1 1>

浸漬工程において、溶液の pH を 9.0 にした以外は、実施例 1 8 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0150] <比較例 1 2>

浸漬工程において、溶液の pH を 6.0 にした以外は、実施例 1 8 と同様の

の方法によりガラス基板を作製した。

[0151] <比較例 1 3>

浸漬工程において、溶液の pH を 10.5 にした以外は、実施例 18 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0152] <実施例 2 1>

浸漬工程において、分散剤を濃度 0.2 重量%のスルホン酸系界面活性剤（ネオゲン 第一工業製薬（株）製）を含む溶液（pH 6.5）に変更した以外は、実施例 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0153] <実施例 2 2>

浸漬工程において、溶液の pH を 7.0 にした以外は、実施例 2 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0154] <実施例 2 3>

浸漬工程において、溶液の pH を 8.5 にした以外は、実施例 2 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0155] <比較例 1 4>

浸漬工程において、溶液の pH を 9.0 にした以外は、実施例 2 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0156] <比較例 1 5>

浸漬工程において、溶液の pH を 6.0 にした以外は、実施例 2 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0157] <比較例 1 6>

浸漬工程において、溶液の pH を 10.5 にした以外は、実施例 2 1 と同様の方法によりガラス基板を作製した。

[0158] 実施例 1～23、比較例 1～16 において作製したガラス基板について、コロイダルシリカの数（実施例 1～3 および比較例 4～6 のみ）、表面粗さ R_a の変化量を測定した。また、これらガラス基板を用いて作製した情報記録媒体について、SN 比の差を測定した。結果を表 1～9 に示す。

[0159] （コロイダルシリカの数）

検査工程後のガラス基板に付着するコロイダルシリカを計数した。具体的には、OSA7100（KLA-TENCOL社製）でガラス基板の表面全体の欠陥数を評価し、欠陥の内容をSEM/EDX（走査型電子顕微鏡（型番：S-4800、日立ハイテクノロジーズ（株）製）、エネルギー分散型蛍光X線分析装置（型番：X-MAX80、（株）堀場製作所製））で確認して、ガラス基板の表面に付着したコロイダルシリカを計数した。評価基準を以下に示す。

○：コロイダルシリカの付着数が5以下であった。

×：コロイダルシリカの付着数が6以上であった。

[0160]（表面粗さRaの変化量）

作製したガラス基板100枚のうち、10枚を抜き出してAFMにより表面粗さRaを測定した。その後、この10枚のガラス基板を、pH11のNaOH溶液（40℃）に30分浸漬させ（アルカリ処理）、再度AFMで表面粗さRaを測定し、アルカリ処理前後の表面粗さRaの変化量を算出した。

[0161]（SN比の差）

作製したガラス基板100枚のうち、表面粗さRaの変化量を測定する際に使用した10枚を除く残り90枚から20枚を抜き出して、Cotの磁性膜を形成し情報記録媒体を作製した。基準基板（あらかじめSN比が公知であるガラス基板）に対するSN比の差を算出した。算出に際して、スピンドルスタンドを用いて磁気ヘッドによる記録再生特性を調べた。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った。なお、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。評価基準を以下に示す。

◎：SN比の差が-0.1db以上であった。

○：SN比の差が-0.20~-0.11dbであった。

△：SN比の差が-0.30~-0.21dbであった。

×：SN比の差が－0.31以下であった。

[0162] [表1]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例1	6.5	0.21	-0.17	○
実施例2	7	0.15	-0.11	○
実施例3	8.5	0.18	-0.14	○
比較例1	9	0.48	-0.33	×
比較例2	6	0.81	-0.37	×
比較例3	10.5	0.65	-0.41	×

[0163] [表2]

	溶液のpH	欠陥数	コロイダルシリカ の数	判定
実施例1	6.5	12	4	○
実施例2	7	9	2	○
実施例3	8.5	8	3	○
比較例4	6.5	10	9	×
比較例5	7	11	10	×
比較例6	8.5	10	11	×

[0164] [表3]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例4	6.5	0.2	-0.02	◎
実施例5	7	0.1	0.03	◎
実施例6	8.5	0.14	0.01	◎

[0165]

[表4]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例7	6.5	0.2	0.01	◎
実施例8	7	0.1	0.04	◎
実施例9	8.5	0.14	0.02	◎

[0166] [表5]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例10	7	0.05	0.06	◎

[0167] [表6]

	浸漬時間(分)	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例11	5	0.19	-0.18	○
実施例12	60	0.13	-0.11	○
実施例13	120	0.14	-0.12	○
実施例14	150	0.24	-0.21	△
比較例7	3	0.36	-0.31	×

[0168] [表7]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例15	6.5	0.19	-0.19	○
実施例16	7	0.16	-0.13	○
実施例17	8.5	0.21	-0.18	○
比較例8	9	0.53	-0.32	×
比較例9	6	0.77	-0.38	×
比較例10	10.5	0.69	-0.39	×

[0169]

[表8]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例18	6.5	0.18	-0.18	○
実施例19	7	0.15	-0.12	○
実施例20	8.5	0.22	-0.17	○
比較例11	9	0.55	-0.38	×
比較例12	6	0.81	-0.39	×
比較例13	10.5	0.73	-0.41	×

[0170] [表9]

	溶液のpH	表面粗さRaの 変化量(Å)	SN比の差 (db)	判定
実施例21	6.5	0.21	-0.17	○
実施例22	7	0.17	-0.13	○
実施例23	8.5	0.24	-0.16	○
比較例14	9	0.6	-0.4	×
比較例15	6	0.74	-0.37	×
比較例16	10.5	0.77	-0.35	×

[0171] 表1に示されるように、浸漬工程においてpH6.5～8.5の溶液に浸漬させた実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板は、pHがこの範囲を外れる比較例1～3の製造方法により作製したガラス基板と比べて、表面粗さRaの変化量が小さくなった。また、実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、SN比の差が-0.17～-0.11dbの範囲であり、良好であった。

[0172] 表2に示されるように、浸漬工程において分散剤を含む溶液を用いた実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板は、分散剤を含まない溶液を用いた比較例4～6の製造方法により作製したガラス基板と比べて、欠陥数は同程度であったが、凝集したコロイダルシリカの数が少なく、良好であった。中でも、溶液のpHを7.0～8.0とした実施例2(pH7.0)の

製造方法により作製したガラス基板は、凝集したコロイダルシリカの数がなく、特に良好であった。

[0173] 表3に示されるように、第一の予備浸漬工程をさらに含む実施例4～6の製造方法により作製したガラス基板は、第一の予備浸漬工程を含まない実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板（表1参照）と比べて、同一pHの溶液に浸漬させた際の表面粗さRaの変化量がさらに小さくなった。また、実施例4～6の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体と比べて、SN比の差が-0.02～0.03dbであり、さらに良好であった。

[0174] 表4に示されるように、第二の予備浸漬工程をさらに含む実施例7～9の製造方法により作製したガラス基板は、第二の予備浸漬工程を含まない実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板（表1参照）と、同一pHの溶液に浸漬させた際の表面粗さRaの変化量がさらに小さくなった。また、実施例7～9の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、実施例1～3の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体と比べて、同一pHの溶液に浸漬させた際のSN比の差が0.01～0.04dbであり、さらに良好であった。

[0175] 表5に示されるように、第一の予備浸漬工程および第二の予備浸漬工程をさらに含み、浸漬時間を30分とした実施例10の製造方法により作製したガラス基板は、第一の予備浸漬工程および第二の予備浸漬工程の少なくともいずれか一方を含んでいない実施例2、実施例5、実施例8の製造方法により作製したガラス基板（それぞれ表1、表2、表3参照）と比較して、表面粗さRaの変化量がさらに小さくなった。また、実施例10の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、実施例2、5、8の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体と比べて、SN比の差が0.06dbであり、さらに良好であった。

[0176] 表6に示されるように、浸漬工程における溶液への浸漬時間が5分以上で

ある実施例 11～14 の製造方法により作製したガラス基板は、浸漬時間が 5 分未満（3 分）である比較例 7 の製造方法により作製したガラス基板と比べて、表面粗さ R_a の変化量が小さくなった。また、実施例 11～14 の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、 SN 比の差が $-0.21 \sim -0.11$ db の範囲であり、良好であった。中でも、浸漬時間が 5～120 分である実施例 11～13 の製造方法により作製したガラス基板は、 SN 比の差が $-0.18 \sim -0.11$ db の範囲であり、特に良好であった。

[0177] 表 7 に示されるように、浸漬工程においてリン酸系界面活性剤を含む pH 6.5～8.5 の溶液に浸漬させた実施例 15～17 の製造方法により作製したガラス基板は、 pH がこの範囲を外れる比較例 8～10 の製造方法により作製したガラス基板と比べて、表面粗さ R_a の変化量が小さくなった。また、実施例 15～17 の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、 SN 比の差が $-0.19 \sim -0.13$ db の範囲であり、良好であった。

[0178] 表 8 に示されるように、浸漬工程において非イオン界面活性剤を含む pH 6.5～8.5 の溶液に浸漬させた実施例 18～20 の製造方法により作製したガラス基板は、 pH がこの範囲を外れる比較例 11～13 の製造方法により作製したガラス基板と比べて、表面粗さ R_a の変化量が小さくなった。また、実施例 18～20 の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、 SN 比の差が $-0.18 \sim -0.12$ db の範囲であり、良好であった。

[0179] 表 9 に示されるように、浸漬工程においてスルホン酸系界面活性剤を含む pH 6.5～8.5 の溶液に浸漬させた実施例 21～23 の製造方法により作製したガラス基板は、 pH がこの範囲を外れる比較例 14～16 の製造方法により作製したガラス基板と比べて、表面粗さ R_a の変化量が小さくなった。また、実施例 21～23 の製造方法により作製したガラス基板を用いて作製した磁気記録媒体は、 SN 比の差が $-0.17 \sim -0.13$ db の範囲

であり、良好であった。

産業上の利用可能性

[0180] 本発明は、記録密度が630Gb／平方インチ以上であるHDD用ガラス基板の製造方法等の技術分野において広く利用することができる。

請求の範囲

- [請求項1] コロイダルシリカを含むpH4以下の研磨液で、AFMで測定した表面粗さ R_a （測定範囲：1 μm 四方）が2.0Å以下になるまでガラス基板を研磨する精密研磨工程と、
- 前記精密研磨工程後のガラス基板を、高周波を用いて洗浄する超音波洗浄工程と、
- 前記超音波洗浄工程後のガラス基板を、分散剤を含むpH6.5～8.5の溶液に5分以上浸漬させる浸漬工程と、
- 前記浸漬工程後のガラス基板をスクラブ洗浄するスクラブ洗浄工程とを含む、
- 記録密度が630Gb／平方インチ以上であるHDD用ガラス基板の製造方法。
- [請求項2] 前記精密研磨工程後に、分散剤を含むpH6.5～8.5の溶液にガラス基板を5分以上浸漬させる予備浸漬工程をさらに含み、
- 前記予備浸漬工程後に前記超音波洗浄工程を行う、請求項1記載のHDD用ガラス基板の製造方法。
- [請求項3] 前記スクラブ洗浄工程後に、分散剤を含むpH6.5～8.5の溶液にガラス基板を5分以上浸漬させる予備浸漬工程をさらに含む、請求項1または2記載のHDD用ガラス基板の製造方法。
- [請求項4] 前記溶液のpHが7～8.5であり、
- 前記分散剤は、ポリビニルアルコール、変性ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、（メタ）アクリル酸（共）重合体、ポリ（メタ）アクリルアミド（共）重合体、エチレングリコール、リン酸系界面活性剤、スルホン酸系界面活性剤、カルボン酸系界面活性剤および非イオン界面活性剤からなる群から選択される1または複数の化合物を含む、請求項1～3のいずれか1項に記載のHDD用ガラス基板の製造方法。
- [請求項5] 前記浸漬工程において、溶液のpHが6.5を下回る場合、調整剤

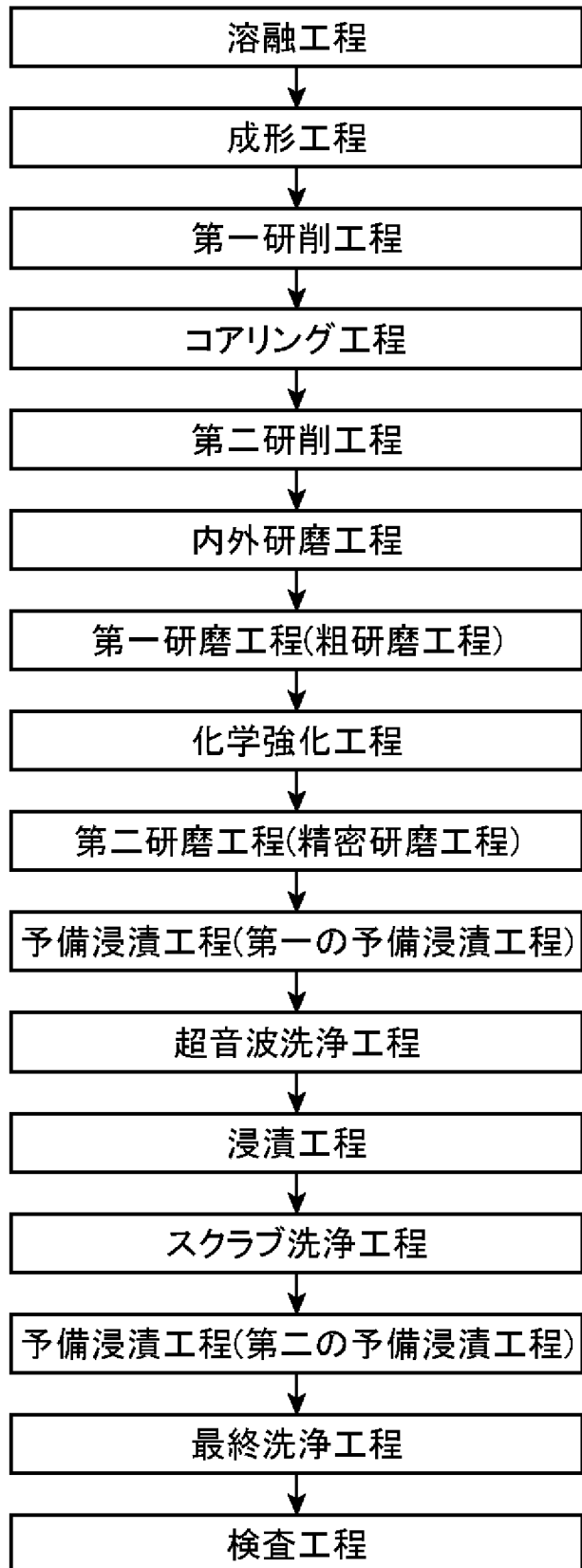
を添加することにより pH を 6.5 ～ 8.5 に調整する、請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の HDD 用ガラス基板の製造方法。

[請求項6] 前記浸漬工程における溶液の pH が 7.0 ～ 8.0 である、請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の HDD 用ガラス基板の製造方法。

[請求項7] 前記浸漬工程において、溶液への浸漬時間が 120 分以下である、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の HDD 用ガラス基板の製造方法

。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/007420

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(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

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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 A	WO 2012/093516 A1 (Asahi Glass Co., Ltd.), 12 July 2012 (12.07.2012), paragraphs [0030], [0035] to [0037] & JP 5029792 B & US 2012/0244388 A1 & SG 183091 A & CN 102754152 A	1, 2, 4-7 3
Y A	JP 2011-060416 A (Konica Minolta Opto, Inc.), 24 March 2011 (24.03.2011), paragraphs [0025] to [0028], [0042] & JP 4623210 B & US 2008/0011017 A1 & WO 2008/004470 A1	1, 2, 4-7 3
Y A	JP 2003-266283 A (Nippon Sheet Glass Co., Ltd.), 24 September 2003 (24.09.2003), paragraphs [0047] to [0049] (Family: none)	1, 2, 4-7 3

☒ 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
10 February, 2014 (10.02.14)

Date of mailing of the international search report
18 February, 2014 (18.02.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/007420

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-018398 A (Asahi Glass Co., Ltd.), 27 January 2011 (27.01.2011), entire text & US 2011/0008649 A1 & CN 101950565 A & SG 168484 A	1-7
A	JP 2006-351081 A (Fuji Electric Holdings Co., Ltd.), 28 December 2006 (28.12.2006), entire text (Family: none)	1-7
A	JP 2001-206737 A (Nippon Sheet Glass Co., Ltd.), 31 July 2001 (31.07.2001), entire text & US 6568995 B1	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G11B5/84(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G11B5/84

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

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 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 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 請求項の番号
Y A	WO 2012/093516 A1（旭硝子株式会社）2012.07.12 段落【0030】，【0035】－【0037】 & JP 5029792 B & US 2012/0244388 A1 & SG 183091 A & CN 102754152 A	1, 2, 4-7 3
Y A	JP 2011-060416 A（コニカミノルタオプト株式会社）2011.03.24 段落【0025】－【0028】，【0042】 & JP 4623210 B & US 2008/0011017 A1 & WO 2008/004470 A1	1, 2, 4-7 3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ 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

「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

「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

「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）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「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

「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

「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

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 0 . 0 2 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

1 8 . 0 2 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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）

原田 貴志

5 D

4 6 9 0

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 5 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の 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 請求項の番号
Y A	JP 2003-266283 A (日本板硝子株式会社) 2003. 09. 24 段落【0047】 - 【0049】 (ファミリーなし)	1, 2, 4-7 3
A	JP 2011-018398 A (旭硝子株式会社) 2011. 01. 27, 全文 & US 2011/0008649 A1 & CN 101950565 A & SG 168484 A	1-7
A	JP 2006-351081 A (富士電機ホールディングス株式会社) 2006. 12. 28, 全文 (ファミリーなし)	1-7
A	JP 2001-206737 A (日本板硝子株式会社) 2001. 07. 31, 全文 & US 6568995 B1	1-7