

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5426307号  
(P5426307)

(45) 発行日 平成26年2月26日 (2014. 2. 26)

(24) 登録日 平成25年12月6日 (2013. 12. 6)

(51) Int. Cl.

F I

G 1 1 B 5/73 (2006. 01)

G 1 1 B 5/73

C O 3 C 19/00 (2006. 01)

C O 3 C 19/00 Z

C O 3 C 21/00 (2006. 01)

C O 3 C 21/00 1 O 1

請求項の数 5 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2009-228169 (P2009-228169)	(73) 特許権者	000113263
(22) 出願日	平成21年9月30日 (2009. 9. 30)		H O Y A 株式会社
(65) 公開番号	特開2010-108592 (P2010-108592A)		東京都新宿区中落合2丁目7番5号
(43) 公開日	平成22年5月13日 (2010. 5. 13)	(74) 代理人	100121083
審査請求日	平成24年8月29日 (2012. 8. 29)		弁理士 青木 宏義
(31) 優先権主張番号	特願2008-254065 (P2008-254065)	(74) 代理人	100138391
(32) 優先日	平成20年9月30日 (2008. 9. 30)		弁理士 天田 昌行
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100132067
(31) 優先権主張番号	特願2008-254787 (P2008-254787)		弁理士 岡田 喜雅
(32) 優先日	平成20年9月30日 (2008. 9. 30)	(74) 代理人	100137903
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 菅野 亨
早期審査対象出願		(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及び磁気ディスク

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

D F H ヘッドを備えるハードディスクドライブに搭載される磁気ディスクに用いられる磁気ディスク用ガラス基板であって、原子間力顕微鏡を用いて  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  角で  $256 \times 256$  ピクセルの解像度で測定したガラス基板の主表面における算術平均粗さ ( $R_a$ ) が  $0.12\ \text{nm}$  以下であり、波長  $632\ \text{nm}$  のヘリウムネオンレーザ光を前記ガラス基板の主表面に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれを用いて検出された、平面視で  $0.1\ \mu\text{m}$  以上  $0.6\ \mu\text{m}$  以下のサイズ、かつ、 $0.5\ \text{nm}$  以上  $2\ \text{nm}$  以下の深さとして検出された凹欠陥の個数が  $24\ \text{cm}^2$  当たり  $10$  個未満であり、前記ガラス基板が等方性基板であり、前記ガラス基板の主表面における最大谷深さ ( $R_v$ ) に対する算術平均粗さ ( $R_a$ ) の比 ( $R_a / R_v$ ) が  $0.15$  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。

【請求項 2】

前記ガラス基板は、中央に穴部を有する円盤形状であり、中心から最外周までの距離を  $100\%$  としたときの中心から  $80\%$  以上  $90\%$  以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ ( $R_{aO}$ ) と、 $10\%$  以上  $20\%$  以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ ( $R_{aI}$ ) との差 ( $R_{aO} - R_{aI}$ ) が  $0.01\ \text{nm}$  以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項 3】

前記ガラス基板は、主表面と端面とを有しており、

前記主表面と端面とには、圧縮応力層が存在しており、

前記主表面の圧縮応力層深さが端面の圧縮応力層深さよりも浅いことを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項 4】

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上に、少なくとも磁性層が形成されていることを特徴とする磁気ディスク。

【請求項 5】

前記磁気ディスクは、少なくとも隣接する記録トラックが磁氣的に分離されたパターンド媒体であることを特徴とする請求項 4 記載の磁気ディスク。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ハードディスクドライブ装置に搭載される磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクに関する。

【背景技術】

【0002】

ハードディスクドライブ装置（HDD 装置）に搭載される磁気記録媒体として磁気ディスクがある。磁気ディスクは、アルミニウム - マグネシウム合金などで構成された金属基板上に NiP 膜を被着したり、ガラス基板やセラミックス基板上に磁性層や保護層を積層したりして作製される。従来は、磁気ディスク用の基板としてアルミニウム合金基板が広く用いられていたが、近年の磁気ディスクの小型化、薄板化、高密度記録化に伴って、アルミニウム合金基板に比べて表面の平坦度や薄板での強度に優れたガラス基板が用いられるようになってきている。

【0003】

磁気ディスク用ガラス基板上に少なくとも磁性層を形成してなる磁気ディスクについては、高記録密度化が年々進んできており、グラニューラ粒子を含む磁性層を備えた磁気ディスクが主流になってきている。このような磁性層において、さらなる高記録密度化（例えば、250GB 以上 / 枚）を実現するためには、グラニューラ粒子の粒径をより小さくしたり、グラニューラ粒子の結晶配向性を高くする必要がある。このようにグラニューラ粒子の粒径を小さくしたり、グラニューラ粒子の結晶配向性を高めるためには、磁気ディスク用ガラス基板の特性、特に表面粗さを小さくし、表面に存在する欠陥を少なくする必要がある。表面粗さを小さくした磁気ディスク用ガラス基板としては、例えば、特許文献 1 に開示されているものがある。

【0004】

また、近年は、さらなる記録密度の高密度を図るために、隣接するトラックを磁氣的に分離したディスクリートトラック媒体等のパターンド媒体の開発が進められている。このパターンド媒体を製造する方法としては、例えば、ガラス基板上に磁性層を成膜した後、この磁性層を物理的に分断してトラック間を分離する方法がある。そして、磁性層を分断する際には、ナノインプリントの技術を用いて、磁性層上にパターンを形成することになる。

【0005】

このとき、ガラス基板上に欠陥（特に凸欠陥）が存在している場合には、この欠陥が存在している磁性層上には上記パターンが形成されないことになる。具体的には、磁性層を成膜する際にはガラス基板上の欠陥を引き継いでしまい、磁性層上にも欠陥が形成されてしまう。この状態でナノインプリントを行うと、この欠陥の周囲だけスタンプのパターンが形成されないことになる。また、場合によっては、スタンプが破損する恐れもある。このため、ナノインプリント技術を用いてパターンド媒体を製造する場合には、ガラス基板上に欠陥が極めて少ないことが求められている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

20

30

40

50

## 【 0 0 0 6 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 6 - 9 5 6 7 6 号公報

## 【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

## 【 0 0 0 7 】

表面粗さが非常に低いレベル、例えば算術平均粗さ (  $R_a$  ) が 0 . 1 n m 近傍においては、表面粗さを低くすることと、表面に存在する欠陥を少なくすることとは、トレードオフの関係になり易い。すなわち、表面粗さが低くなったからといって必ずしも表面に存在する欠陥数が少なくなるわけではない。これは、表面粗さが 0 . 1 n m 近傍レベルのガラス基板の場合には、従来は付着物等を除去する目的で行われていた洗浄がガラス基板表面を粗くする原因となる。つまり、0 . 1 n m 近傍レベルの非常に低い表面粗さを持つガラス基板においては、表面粗さを維持するために、表面に存在する欠陥を除去するための洗浄に比較的弱い薬液を使う必要があるからである。また、この傾向は、磁気ディスク用ガラス基板が、特にアルミノシリケートガラスのような多成分系ガラスで構成されている場合に顕著である。

10

## 【 0 0 0 8 】

本発明はかかる点に鑑みてなされたものであり、算術平均粗さ (  $R_a$  ) が 0 . 1 n m 近傍のレベルにおいて表面に存在する欠陥数が非常に少なく、高記録密度磁気ディスク用の基板として適している磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 0 9 】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板の一態様は、D F H ヘッドを備えるハードディスクドライブに搭載される磁気ディスクに用いられる磁気ディスク用ガラス基板であって、原子間力顕微鏡を用いて  $2 \mu m \times 2 \mu m$  角で  $256 \times 256$  ピクセルの解像度で測定したガラス基板の主表面における算術平均粗さ (  $R_a$  ) が 0 . 12 n m 以下であり、波長 632 n m のヘリウムネオンレーザ光を前記ガラス基板の主表面に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれを用いて検出された、平面視で 0 . 1  $\mu m$  以上 0 . 6  $\mu m$  以下のサイズ、かつ、0 . 5 n m 以上 2 n m 以下の深さとして検出された凹欠陥の個数が  $24 cm^2$  当たり 10 個未満であり、前記ガラス基板が等方性基板であり、前記ガラス基板の主表面における最大谷深さ (  $R_v$  ) に対する算術平均粗さ (  $R_a$  ) の比 (  $R_a / R_v$  ) が 0 . 15 以上であることを特徴とする。

30

## 【 0 0 1 1 】

上述した構成を有する本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、算術平均粗さ (  $R_a$  ) が 0 . 1 n m 近傍のレベルにおいて表面に存在する特定の欠陥数が非常に少ないので、250 G B 以上の高記録密度磁気ディスク用の基板として適したものである。

## 【 0 0 1 2 】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板において、ガラス基板が中央に穴部を有する円盤形状であり、中心から最外周までの距離を 100 % としたときの中心から 80 % 以上 90 % 以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ (  $R_{a_o}$  ) と、10 % 以上 20 % 以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ (  $R_{a_i}$  ) との差 (  $R_{a_o} - R_{a_i}$  ) が 0 . 01 n m 以下であることが好ましい。

40

## 【 0 0 1 3 】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板において、ガラス基板が主表面と端面とを有しており、主表面と端面とには、圧縮応力層が形成されており、主表面の圧縮応力層深さが端面の圧縮応力層深さよりも浅いことが好ましい。

## 【 0 0 1 4 】

本発明の磁気ディスクは、前記磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層が形成されていることを特徴とする。この場合において、上記磁気ディスクは、少なくとも隣接する記録トラックが磁氣的に分離されたパターン媒体であることが好ましい。

50

## 【発明の効果】

## 【0015】

本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、D F Hヘッドを備えるハードディスクドライブに搭載される磁気ディスクに用いられる磁気ディスク用ガラス基板であって、原子間力顕微鏡を用いて $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ 角で $256 \times 256$ ピクセルの解像度で測定したガラス基板の主表面における算術平均粗さ(Ra)が $0.12\text{nm}$ 以下であり、波長 $632\text{nm}$ のヘリウムネオンレーザ光を前記ガラス基板の主表面に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれを用いて検出された、平面視で $0.1\mu\text{m}$ 以上 $0.6\mu\text{m}$ 以下のサイズ、かつ、 $0.5\text{nm}$ 以上 $2\text{nm}$ 以下の深さとして検出された凹欠陥の個数が $24\text{cm}^2$ 当たり10個未満であり、前記ガラス基板が等方性基板であり、前記ガラス基板の主表面における最大谷深さ(Rv)に対する算術平均粗さ(Ra)の比(Ra/Rv)が $0.15$ 以上であるので、算術平均粗さ(Ra)が $0.1\text{nm}$ 近傍におけるレベルにおいて表面に存在する欠陥数が非常に少ないものである。このため、磁性粒子のサイズがより一層小さい、例えば、 $250\text{GB/P}$ 以上の記録密度を有する磁気ディスクを製造するための基板として好適である。

10

## 【図面の簡単な説明】

## 【0016】

【図1】本発明の実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板を示す図であり、(a)は側面図であり、(b)は表面に存在する欠陥を説明するための図であり、(c)は表面の粗さを説明するための図である。

20

【図2】磁気ディスク用ガラス基板上の欠陥を検出する装置の概略構成を示す図である。

【図3】本発明の実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板の表面に存在する欠陥を説明するための図である。

【図4】磁気ディスクにおける磁性層のクラックを説明するための図である。

【図5】磁気ディスク用ガラス基板上の欠陥を検出する装置の概略構成を示す図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0017】

本発明者らは、今後ますます増加する記憶密度の向上に対する要求を満たす磁気ディスク用ガラス基板を開発していたところ、例えば、特定の欠陥検査装置で検査し、同じ粗さ、同じ欠陥個数のガラス基板であっても、磁気ディスクとした場合における信頼性試験等に違いがあることを見出した。そして、その理由について鋭意検討した結果、欠陥検査装置によって欠陥と判断されたものの中でも、ガラス基板に固着しているものとそうでないものとがあり、ガラス基板に固着しているものが信頼性試験等に影響があることを見出した。そして、この問題を解決すべく、さらに鋭意検討した結果、ガラス基板に固着している欠陥を著しく低減させる方法を見出すとともに、低粗さと固着している欠陥が少ないこととを両立できる磁気ディスク基板を提供できることを見出し、本発明を完成するに至った。

30

## 【0018】

また、本発明者らは、欠陥の中でも、特に特定のサイズ及び深さの凹欠陥がガラス基板上に存在すると、磁気ディスクの信頼性に悪影響を与えることを突き止めた。そして、この問題を解決すべく、さらに鋭意検討した結果、ガラス基板上における特定のサイズ及び深さの凹欠陥を著しく低減させる方法を見出すとともに、低粗さと凹欠陥が少ないこととを両立できる磁気ディスク用ガラス基板を提供できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

40

## 【0019】

以下、本発明の実施の形態について添付図面を参照して詳細に説明する。

## 【0020】

## (実施の形態1)

図1は、実施の形態1に係る磁気ディスク用ガラス基板を示す図であり、(a)は側面図であり、(b)は表面に存在する欠陥を説明するための図であり、(c)は表面の粗さ

50

を説明するための図である。

【 0 0 2 1 】

図 1 に示す磁気ディスク用ガラス基板 1 は、原子間力顕微鏡を用いて  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  角で  $256 \times 256$  ピクセルの解像度で測定したガラス基板の主表面における算術平均粗さ (Ra) が  $0.12\ \text{nm}$  以下であり、波長  $405\ \text{nm}$  の光を  $5\ \mu\text{m}$  のスポット径で照射した際の前記ガラス基板からの散乱光を検出した際に  $0.1\ \mu\text{m}$  以上  $0.3\ \mu\text{m}$  以下のサイズとして検出された欠陥のうち、前記ガラス基板に固着している欠陥の個数が  $24\ \text{cm}^2$  当たり 1 個以下である。

【 0 0 2 2 】

磁気ディスク用ガラス基板 1 の表面 1 a 上に存在する欠陥は、図 1 ( b ) に示すように、洗浄で容易に除去できる種類の付着物 1 b と、洗浄では容易に除去できない、表面に固着した凸欠陥 1 c や凹欠陥 1 d とがある。本実施の形態において対象としている欠陥は、表面に固着した凸欠陥 1 c やガラス基板加工中に発生したキズや基板流動 / 移載において発生するダメージなどの凹欠陥 1 d である。すなわち、本実施の形態において対象としている欠陥は、pH 4 に調整した希硫酸溶液に 200 秒浸漬させた条件で洗浄した前後で磁気ディスク用ガラス基板 1 の表面 1 a 上に動くことなく残存している凸欠陥や凹欠陥 ( 固着している欠陥 ) である。なお、前記 pH 4 に調整した希硫酸溶液に 200 秒浸漬させた洗浄条件は、洗浄後の磁気ディスク用ガラス基板 1 の表面 1 a の表面粗さ ( 算術平均粗さ ( Ra ) ) が  $0.12\ \text{nm}$  以下のレベルを維持できる上で固着していない付着物 1 b が除去できるために十分な条件である。

【 0 0 2 3 】

つまり、本実施の形態において、固着している欠陥とは、ガラス基板を pH 4 に調整した希硫酸溶液に 200 秒浸漬させた前後で、ガラス基板上の位置が変動していない欠陥 ( 動いていないと判断される欠陥 ) を表している。具体的には、ガラス基板を、光学式欠陥検査装置を用いて欠陥の位置を特定した後、上記ガラス基板を pH 4 に調整した希硫酸溶液に 200 秒浸漬し、水及び IPA で洗浄した後にガラス基板を上記装置を用いて再度欠陥の位置を特定し、洗浄前後の欠陥の位置を比較することで、固着している欠陥を特定することができる。

【 0 0 2 4 】

また、算術平均粗さ ( Ra ) が  $0.12\ \text{nm}$  以下のレベルでは、従来欠陥として認識されないような欠陥が新たに欠陥として磁気ディスク用ガラス基板の特性として影響すると考えられることから、約  $1\ \mu\text{m}$  以下のサイズの欠陥を検出できる装置により検出された欠陥の数を制御する必要がある。本実施の形態における欠陥数は、このような約  $1\ \mu\text{m}$  以下のサイズの欠陥を検出できる装置で検出された欠陥の数である。ここで、本明細書において欠陥のサイズとは、基板の主表面方向 ( 深さ方向ではなく ) における欠陥の幅であり、欠陥が円形状でない場合にはその長径を欠陥のサイズとする。例えば、図 3 において欠陥 2 1 d のサイズは W となる。

【 0 0 2 5 】

磁気ディスク用ガラス基板 1 の表面の欠陥を検査する装置としては、例えば、図 2 に示す構成の装置がある。図 2 に示す装置は、光学式欠陥検査装置 ( Optical Surface Analyzer ) であり、2 つのレーザ 1 1 , 1 2 と、レーザ光の反射光を検出する検出器 1 3 とを備えている。レーザ 1 1 は、半径方向から測定対象物であるガラス基板 1 に指向性を持つ光を照射し、レーザ 1 2 は、円周方向から測定対象物であるガラス基板 1 に指向性を持つ光を照射する。このような装置においては、半径方向に長さを持った欠陥と、円周方向に長さを持った欠陥とを検出することが可能である。また、それぞれのレーザはレーザ光を分光可能であり、すなわちガラス基板 1 に対して垂直方向のレーザ光と、ガラス基板 1 に対して水平方向のレーザ光とに分けることが可能である。欠陥については、その種類により適したレーザ光の方向性があるので、前述のようにレーザ光を分光することにより、種々の欠陥の検出を正確に行うことが可能となる。さらに、図 2 に示す装置においては、レーザ径が例えば  $4\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$  程度で小さく、レーザ波長が短く

パワーが大きいので欠陥検出感度が高い。

【0026】

本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板1は、図2に示すような装置を用いて、波長405nmの光を5μmのスポット径で照射した際の基板からの散乱光を検出した際に0.1μm以上0.3μm以下のサイズとして検出された欠陥の個数が24cm<sup>2</sup>当たり1個以下である。このような算術平均粗さ(Ra)が0.1nm近傍のレベルにおいて、表面に存在する欠陥数が非常に少ない磁気ディスク用ガラス基板は、高記録密度の磁気ディスク用の基板として好適である。

【0027】

なお、図2に示す装置は一例であり、ガラス基板に対して、その円周方向及び半径方向から指向性を持つ光を照射し、ガラス基板からの反射光により欠陥を検出するタイプの装置であれば、本実施の形態において同様に使用することができる。

【0028】

磁気ディスクを搭載したハードディスクドライブ(HDD)装置においては、その小型化が進むにつれて、磁気ディスクと磁気ヘッドとの間の距離が小さくなってきている。そのため、磁気ディスク用ガラス基板1の表面における洗浄では容易に除去できない欠陥のうち、凸欠陥については、磁気ディスク用ガラス基板1に磁性層などを設けて磁気ディスクとした場合、磁気ヘッドの衝突に影響を及ぼす可能性がある。したがって、特に凸欠陥については、できるだけ小さいことが好ましい。

【0029】

具体的には、磁気ディスク用ガラス基板の表面における最大山高さ(Rp)に対する算術平均粗さ(Ra)の比(Ra/Rp)が0.15以上であることが好ましい。ここで、最大山高さ(Rp)とは、図1(c)に示すように、平均基準線(図1(c)における破線)と、最大山部との間の距離(高さ)をいう。

【0030】

主表面における最大山高さ(Rp)に対する算術平均粗さ(Ra)の比(Ra/Rp)を0.15以上とすることにより、このガラス基板を用いて磁気ディスクを製造した、ハードディスクドライブとしたときに、磁気ヘッド(特にDFHヘッド)の浮上安定性をより一層安定にすることができるので、高記録密度化されたハードディスクドライブであっても、上記磁気ディスク用ガラス基板を好適に適用することができる。

【0031】

また、磁気ディスクと磁気ヘッドとの間の距離が小さくなってきていることを考慮すると、磁気ディスク用ガラス基板の広い領域において、算術平均粗さ(Ra)が均一であることが好ましい。具体的には、図1(a)に示すように、磁気ディスク用ガラス基板1が中央に穴部2を有する円盤形状であり、中心から最外周までの距離を100%としたときの中心から80%以上90%以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ(Ra<sub>0</sub>)と、10%以上20%以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ(Ra<sub>I</sub>)との差(Ra<sub>0</sub>-Ra<sub>I</sub>)が0.01nm以下であることが好ましい。

【0032】

このような構成とすることで、ガラス基板面内での表面粗さのばらつきを少なくすることができるので、磁気ヘッド(特にDFHヘッド)の浮上安定性をより一層安定にすることができる。

【0033】

なお、この磁気ディスク用ガラス基板を製造する方法の一例としては、最終研磨(ここでは第2研磨工程)をガラス基板表面に対して均等に力をかけて研磨する方法で研磨すればよい。具体的には、例えば、遊星歯車方式の研磨装置を用いて、複数のガラス基板を上下定盤で挟み研磨することで実現できる。

【0034】

また、本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板1は、等方性基板である。つまり、ガラス基板の円周方向の表面粗さ(算術平均粗さ(Ra))と半径方向の表面粗さとは

10

20

30

40

50

同じである。

【0035】

磁気ディスク用ガラス基板1の材料としては、アルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ソーダライムガラスなどの多成分系ガラスや、結晶化ガラス等が挙げられる。特に、加工の容易さと、化学強化処理等を施し剛性を高めることができるという観点からアルミノシリケートガラスが好ましい。

【0036】

また、本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板1は、主表面と端面とを有しており、前記主表面と端面とには、圧縮応力層が形成されており、前記主表面の圧縮応力層深さが端面の圧縮応力層深さよりも浅い構成であってもよい。上記構成の磁気ディスク用ガラス基板を製造するためには、例えば、ガラス基板に対してイオン交換である化学強化処理を行った後で、基板の両主表面に対して研磨工程を行うことで実現できる。

10

【0037】

上記構成を有する磁気ディスク用ガラス基板1上に、少なくとも磁性層を形成することにより磁気ディスクが構成されている。すなわち、磁気ディスクは、通常、磁気ディスク用ガラス基板上に、下地層、磁性層、保護層、潤滑層を順次積層することにより製造される。なお、磁気ディスクにおける下地層は、磁性層に応じて、適宜選択される。

【0038】

また、本発明の磁気ディスクは、特定の欠陥が存在しないことから、特に、少なくとも隣接する記録トラックが磁氣的に分離されたパターンド媒体として好適に用いることができる。ここで、パターンド媒体とは、非磁性体層中に記録ビット単位となる複数の磁性体領域をそれぞれ独立に形成した磁気記録媒体である。

20

【0039】

(実施の形態2)

図3は、実施の形態2に係る磁気ディスク用ガラス基板の表面に存在する欠陥を説明するための図である。

【0040】

図3に示す磁気ディスク用ガラス基板21は、原子間力顕微鏡を用いて $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ 角で $256 \times 256$ ピクセルの解像度で測定したガラス基板の主表面における算術平均粗さ(Ra)が $0.12\text{nm}$ 以下であり、波長 $632\text{nm}$ のヘリウムネオンレーザ光を前記ガラス基板の主表面に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれを用いて検出された、平面視で $0.1\mu\text{m}$ 以上 $0.6\mu\text{m}$ 以下のサイズ、かつ、 $0.5\text{nm}$ 以上 $2\text{nm}$ 以下の深さとして検出された欠陥の個数が $24\text{cm}^2$ 当たり10個未満であることを特徴とする。

30

【0041】

磁気ディスク用ガラス基板21の表面21a上に存在する欠陥は、図3に示すように、洗浄で容易に除去できる種類の付着物21bと、洗浄では容易に除去できない凸欠陥21cや凹欠陥21dとがある。従来の磁気ディスク用ガラス基板において、凹欠陥としてマイクロピットがある。このマイクロピットは数 $\mu\text{m}$ のサイズであるので、マイクロピットが存在した状態の磁気ディスク用ガラス基板上に磁性層を形成すると、そのマイクロピットに磁性層が追従して凹部となり、これがミッシングビットを構成することになる。このように、マイクロピットは、従来ミッシングビットを構成して信号的な問題を生じるために、磁気ディスク用ガラス基板にないことが望まれていた。

40

【0042】

高記録密度化が進んで $250\text{GB}$ 以上/枚の記録密度になると、 $0.1\text{nm}$ 近傍レベルの非常に低い表面粗さ(Ra)が必要であると共に、 $1\mu\text{m}$ 以下のサイズの凹部欠陥、いわゆるナノピットもできるだけ少ないことが望ましいことが分った。これは、図4に示すように、ナノピット22が存在した状態の磁気ディスク用ガラス基板21上に磁性層23を形成すると、そのナノピット上の磁性層部分を起点としてクラック24が発生してしまうからである。そして、このように磁性層23にクラック24が発生すると、クラック部

50

分から磁性層 23 の腐食が進行してしまう。このため、250GB 以上 / 枚の記録密度の磁気ディスク用の基板においては、ナノピットフリーであることが磁性層の信頼性の観点から重要である。したがって、本実施の形態において対象としている欠陥は、平面視で  $0.1\mu\text{m}$  以上  $0.6\mu\text{m}$  以下のサイズで  $0.5\text{nm}$  以上  $2\text{nm}$  以下の深さの凹欠陥（いわゆるナノピット）であり、本実施の形態の技術的思想は、磁気ディスク用ガラス基板において、このナノピットの数进行を少なくするように制御することである。本実施の形態における欠陥数は、このような平面視で  $0.1\mu\text{m}$  以上  $0.6\mu\text{m}$  以下のサイズで  $0.5\text{nm}$  以上  $2\text{nm}$  以下の深さの欠陥を検出できる装置で検出された欠陥の数である。

#### 【0043】

磁気ディスク用ガラス基板の表面の欠陥を検査する装置としては、例えば、図 5 に示す構成の装置がある。図 5 に示す装置は、光学式の欠陥検査装置であり、レーザドップラー法を用いた装置である。この装置においては、レーザ 31 と、レーザ光の反射光を検出する検出器 32 とを備えている。レーザ 31 は、測定対象物である磁気ディスク用ガラス基板 21 にレーザ光を照射すると共に掃引する。そして、検出器 32 は、レーザ光を磁気ディスク用ガラス基板 21 に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれからナノピットを検出する。

#### 【0044】

本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板は、図 5 に示すような装置を用いて、波長  $632\text{nm}$  のヘリウムネオンレーザを磁気ディスク用ガラス基板に照射しながら掃引した際の入射光と反射光との間の波長のずれを用いて検出された、平面視で  $0.1\mu\text{m}$  以上  $0.6\mu\text{m}$  以下のサイズで  $0.5\text{nm}$  以上  $2\text{nm}$  以下の深さの欠陥が  $24\text{cm}^2$  当たり 10 個未満である。このような算術平均粗さ ( $R_a$ ) が  $0.1\text{nm}$  近傍のレベルにおいて、表面に存在する欠陥数が非常に少ないガラス基板は、高記録密度の磁気ディスク用の基板として好適である。

#### 【0045】

また、本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板 21 は、主表面における最大谷深さ ( $R_v$ ) に対する算術平均粗さ ( $R_a$ ) の比 ( $R_a/R_v$ ) が  $0.15$  以上であることがより好ましい。上記構成とすることにより、このガラス基板を用いて磁気ディスクを製造した、ハードディスクドライブとしたときに、磁気ヘッド（特に DFH ヘッド）の浮上安定性をより一層安定にすることができるので、高記録密度化されたハードディスクドライブであっても、上記磁気ディスク用ガラス基板を好適に適用することができる。

#### 【0046】

また、本実施の形態にかかる磁気ディスク用ガラス基板 21 は、中央に穴部を有する円盤形状であり、中心から最外周までの距離を  $100\%$  としたときの中心から  $80\%$  以上  $90\%$  以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ ( $R_{a_o}$ ) と、 $10\%$  以上  $20\%$  以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ ( $R_{a_i}$ ) との差 ( $R_{a_o} - R_{a_i}$ ) が  $0.01\text{nm}$  以下である構成とすることがより好ましい。このような構成とすることで、ガラス基板面内での表面粗さのばらつきを少なくすることができるので、磁気ヘッド（特に、DFH ヘッド）の浮上安定性をより一層安定にすることができる。

#### 【0047】

なお、この磁気ディスク用ガラス基板を製造する方法の一例としては、最終研磨（ここでは第 2 研磨工程）を基板表面に対して均等に力をかけて研磨する方法で研磨すればよい。具体的には、例えば、遊星歯車方式の研磨装置を用いて、複数のガラス基板を上下定盤で挟み研磨することで実現できる。

#### 【0048】

また、本実施の形態にかかる磁気ディスク用ガラス基板 21 は、主表面と端面とを有しており、前記主表面と端面とには、圧縮応力層が形成されており、前記主表面の圧縮応力層深さが端面の圧縮応力層深さよりも浅い構成であってもよい。上記構成の磁気ディスク

10

20

30

40

50



用ガラス基板を製造するためには、例えば、ガラス基板に対してイオン交換である化学強化処理を行った後で、ガラス基板の両主表面に対して研磨工程を行うことで実現できる。

【0049】

磁気ディスク用ガラス基板21の材料としては、アルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ソーダライムガラスなどの多成分系ガラスや、結晶化ガラス等が挙げられる。特に、加工の容易さと、化学強化処理等を施し剛性を高めることができるという観点からアルミノシリケートガラスが好ましい。

【0050】

上記構成を有する磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することにより磁気ディスクが構成されている。すなわち、磁気ディスクは、通常、磁気ディスク用ガラス基板上に、下地層、磁性層、保護層、潤滑層を順次積層することにより製造される。なお、磁気ディスクにおける下地層は、磁性層に応じて、適宜選択される。

【0051】

また、本発明の磁気ディスクは、特定の欠陥が存在しないことから、特に、少なくとも隣接する記録トラックが磁氣的に分離されたパターン媒体として好適に用いることができる。

【0052】

(実施の形態3)

本実施の形態では、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法について説明する。

【0053】

本実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板の製造方法においては、一对の主表面を有するガラス基板に対して少なくとも形状加工及びラッピング加工を行う工程と、前記主表面に研磨を行う研磨工程と、前記研磨後に前記ガラス基板を洗浄する洗浄工程と、を具備し、前記研磨工程において使用する研磨液に含まれる添加剤を前記洗浄工程において使用する洗浄液に含める。

【0054】

より具体的には、磁気ディスク用ガラス基板の製造においては、(1)形状加工工程及び第1ラッピング工程、(2)端部形状工程(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))、(3)端面研磨工程(外周端部及び内周端部)、(4)第2ラッピング工程、(5)主表面研磨工程(第1及び第2研磨工程)及び洗浄工程を備えている。また、化学強化工程を行うことが好ましい。なお、各工程は適宜順序を入れ替えることも可能であるが、本発明の磁気ディスク用ガラス基板を作製するためには、第1研磨工程後に化学強化工程を行い、第2研磨工程を行うことが好ましい。

【0055】

本実施の形態においては、上記工程のうち(5)主表面研磨工程の研磨工程及び洗浄工程に着目している。この研磨工程及び洗浄工程において、使用する研磨液に含まれる添加剤を洗浄液に含めることにより、研磨剤の二次凝集の形態を保ったまま、ガラス基板表面との相互作用を維持した状態でガラス基板表面から異物を除去することができる。さらに、上記構成とすることにより、化学的親和性を高めることによって、異物を容易に除去することができる。これにより、算術平均粗さ(Ra)が0.1nm近傍のレベルにおいて表面に存在する欠陥数が非常に少ない、高記録密度磁気ディスク用の基板に好適な磁気ディスク用ガラス基板を実現することができる。

【0056】

研磨工程で使用される研磨液や洗浄工程で使用される洗浄液に含める添加剤としては、酢酸、リンゴ酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グリコール酸、クエン酸、酒石酸等のカルボン酸類や、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン等の多価アミン類、グリシン、アラニン、セリン、アスパラギン酸等のアミノ酸類や、エチレンジアミンテトラ酢酸、ニトリロトリ酢酸等のアミノポリカルボン酸類や、ヒドロキシエチレレンジホスホン酸、メチレンホスホン酸、ヒドロキシエタンホスホン酸(HEDP)等のホスホン酸類や、ホ

10

20

30

40

50

スフィン酸類や、ピロリン酸、トリポリリン酸等のリン酸類や、ピロリン酸類や、トリポリリン酸類や、アミノトリメチレンホスホン酸類等が挙げられる。また、上記例示の塩を用いてもよい。このうち、リン酸ナトリウム、リン酸 2 水素 1 ナトリウム、リン酸 1 水素 2 ナトリウム、シュウ酸カリウム等の多価酸の塩であることがより好ましい。

#### 【0057】

このうち、キレート作用を生じさせるもの（キレート剤）としては、例えば、シュウ酸・マロン酸・グリコール酸・クエン酸・酒石酸等のカルボン酸類や、エチレンジアミン・ジエチレントリアミン等の多価アミン、グリシン・アラニン・セリン・アスパラギン酸等のアミノ酸、エチレンジアミンテトラ酢酸・ニトリロトリ酢酸等のアミノポリカルボン酸類、ヒドロキシエチレレンジホスホン酸・メチレンホスホン酸等のホスホン酸類、ピロリン酸・トリポリリン酸等のリン酸類等が挙げられる。また、分散作用を生じさせるもの（分散剤）としては、例えば、スルホ脂肪酸エステル、アルキルベンゼンスルホン酸、アルキル硫酸塩、アルキル硫酸トリエタノールアミン、アルキルエーテル硫酸エステル等の陰イオン性界面活性剤、脂肪酸ジエタノールアミド、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル等の非イオン性界面活性剤、アミン等を挙げることができる。

10

#### 【0058】

また、添加剤は、ガラス基板の表面粗さの抑制及び異物の除去能力や研磨剤の過剰凝集や凝集不足、及び洗浄液排水処理時の環境への影響などを考慮して、研磨液中に 0.01 重量%以上、10.0 重量%以下の範囲内、より好ましくは 0.1 重量%以上、5.0 重量%以下の範囲内で含有されていることが好ましく、洗浄液中に 0.01 重量%以上、5.0 重量%以下、より好ましくは 0.1 重量%以上、3.0 重量%以下の範囲内で含有されていることが好ましい。

20

#### 【0059】

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。

#### 【0060】

（実施の形態 1 に係る実施例 1）

以下に、本発明を適用した磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクの製造方法について実施例を説明する。この磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクは、3.5 インチ型ディスク（89 mm）、2.5 インチ型ディスク（65 mm）などの所定の形状を有する磁気ディスクとして製造される。

30

#### 【0061】

（1）第 1 ラッピング工程

本実施例に係る磁気ディスク用ガラス基板の製造方法においては、まず、板状ガラスの表面をラッピング（研削）加工してガラス母材とし、このガラス母材を切断してガラスディスクを切り出す。板状ガラスとしては、様々な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、リドロー法、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。板状ガラスの材質としては、アモルファスガラスやガラスセラミクス（結晶化ガラス）を利用できる。板状ガラスの材料としては、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ボロシリケートガラス等を用いることができる。特にアモルファスガラスとしては、化学強化を施すことができ、また主表面の平坦性及び基板強度において優れた磁気ディスク用ガラス基板を供給することができるという点で、アルミノシリケートガラスを好ましく用いることができる。

40

#### 【0062】

本実施例においては、熔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、 $\text{SiO}_2$ ：58 重量%～75 重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：5 重量%～23 重量%、 $\text{Li}_2\text{O}$ ：3 重量%～10 重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ ：4 重量%～1

50

3重量%を主成分として含有するガラスを使用した。

【0063】

次に、この板状ガラスの両主表面をラッピング加工し、ディスク状のガラス母材とした。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、板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母材を得た。

【0064】

(2) 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)。

【0065】

(3) 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。

【0066】

(4) 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。

【0067】

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。

【0068】

(5) 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。

【0069】

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。

【0070】

(6) 化学強化工程

次に、前述の端面研磨工程及び第1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って行った。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、ホルダに収納した状態で行った。

【0071】

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

10

20

30

40

50

にそれぞれ置換され、ガラス基板が強化される。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約  $100\ \mu\text{m}$  ~  $200\ \mu\text{m}$  であった。

【0072】

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を、約 40 に加熱した濃硫酸に浸漬して洗浄を行った。さらに、硫酸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。

【0073】

(7) 第2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、主表面を鏡面状に仕上げることを目的とする。この第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、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  $5\ \text{nm}$  ~  $80\ \text{nm}$ ）を用いたスラリーを使用した。

【0074】

そして、上記スラリーの pH を 2 に設定して研磨を行った。このとき、上記スラリーに酢酸及び酢酸塩を含む添加剤を加えて研磨を行っている。これは、研磨工程中にスラリーの pH を一定にコントロールするためである。上記スラリー（研磨液）としては、超純水に上記コロイド状シリカ粒子を加えた混合液を用い、添加剤としてクエン酸を 0.5 重量 % 添加したものをを用いた。

【0075】

(8) 洗浄工程

この第2研磨工程を終えたガラス基板を、酸洗浄、アルカリ洗浄純水、IPA の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。なお、各洗浄槽には、超音波を印加した。

【0076】

そして、上記酸洗浄の際に、上記第2研磨工程で添加した添加剤と同じものを酸洗浄における添加剤として加えた。具体的にはクエン酸を 0.15 重量 % に調整した酸溶液で酸洗浄を行った。これは、スラリー中に含まれる成分と同じものを洗浄液に入れることで基板上に固着したスラリーを効率的に除去するためである。これにより、ガラス基板に固着するパーティクルを低減させることができる。

【0077】

上記の如く、第1ラッピング工程、切り出し工程、第2ラッピング工程、端面研磨工程、第1研磨工程、化学強化工程及び第2研磨工程を施すことにより、平坦、かつ、平滑な、高剛性の磁気ディスク用ガラス基板を得た。

【0078】

(実施の形態1に係る比較例1)

研磨工程において使用する研磨液に含まれる添加剤を洗浄工程において使用する洗浄液に含めなかったこと以外は、実施例1と同様にしてガラス基板を作製した。

【0079】

(実施の形態1に係る比較例2)

洗浄工程において使用する洗浄液中のクエン酸の含有量を 0.005 重量 % に調整したこと以外は、実施例1と同様にしてガラス基板を作製した。

【0080】

(欠陥検査1)

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、図2に示す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、レーザパワー  $25\ \text{mW}$  のレーザ波長  $405\ \text{nm}$ 、レーザスポット径  $5\ \mu\text{m}$  とし、ガラス基板の中心から  $15\ \text{mm}$  ~  $31.5\ \text{mm}$  の間の領域を測定した。0.1  $\mu\text{m}$  以上 0.3  $\mu\text{m}$  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（ $24\ \text{cm}^2$  当たり）を表1に示す。

## 【 0 0 8 1 】

( 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  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  角で  $256 \times 256$  ピクセルの解像度で測定して表面粗さ ( 算術平均粗さ (  $R_a$  ) ) を求めた。結果を表 1 に示す。

## 【 0 0 8 2 】

また、ガラス基板の中心から最外周までの距離を 100% としたときの中心から 80% 以上 90% 以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ (  $R_{a0}$  ) と 10% 以上 20% 以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ (  $R_{a1}$  ) を測定し、両者の差 (  $R_{a0} - R_{a1}$  ) を求めた。結果を表 1 に示す。

10

## 【 0 0 8 3 】

ガラス基板の表面における最大山高さ (  $R_p$  ) 及び算術平均粗さ (  $R_a$  ) を測定し、最大山高さ (  $R_p$  ) に対する算術平均粗さ (  $R_a$  ) の比 (  $R_a / R_p$  ) を求めた。結果を表 1 に示す。

## 【 0 0 8 4 】

次に、実施例及び比較例で得られたそれぞれのガラス基板上に、付着層、軟磁性層、前下地層、下地層、非磁性グラニューラ層、第 1 磁気記録層、第 2 磁気記録層、補助記録層、保護層及び潤滑層を順次積層して磁気ディスクを作製した。

## 【 0 0 8 5 】

具体的には、ディスク基体上に、真空引きを行った成膜装置を用いて、DC マグネトロンスパッタリング法にて Ar 雰囲気中で、付着層から補助記録層まで順次成膜を行った。付着層は、CrTi とした。軟磁性層は、FeCoTaZr からなる第 1 軟磁性層及び第 2 軟磁性層の間に Ru スペース層が介在しているものとした。前下地層の組成は fcc 構造の NiW 合金とした。下地層は、低圧 Ar 下でされた第 1 下地層 ( Ru ) 上に、高圧 Ar 下で成膜した第 2 下地層 ( Ru ) とした。非磁性グラニューラ層の組成は非磁性の CoCr-SiO<sub>2</sub> とした。第 1 磁気記録層の組成は、CoCrPt-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> とし、第 2 磁気記録層の組成は、CoCrPt-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> とした。補助記録層の組成は CoCrPtB とした。媒体保護層は CVD 法により C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> を用いて成膜し、同一チャンバ内で、表面に窒素を導入する窒化処理を行うことにより形成した。潤滑層はディップコート法により PFPE を用いて形成した。

20

30

## 【 0 0 8 6 】

このとき、ガラス基板の主表面上の欠陥量 ( コンタミ量 ) が非常に低いレベルであったので、スパッタリングによる磁性粒子の配向が揃い、高密度記憶が可能な磁性層の形成が可能であった。この得られた磁気ディスクについて、耐久性試験を行った。

## 【 0 0 8 7 】

( 耐久性試験 )

耐久性試験は、磁気ディスクを LUL ( ロード・アンロード ) 方式の HDD 装置に搭載して行った。具体的には、磁気記録装置に、上記磁気ディスクと、巨大磁気抵抗効果型再生素子 ( GMR 素子 ) を備えた DFH ヘッドとを装着し、ヘッド浮上量を 6 nm でロード・アンロード試験を規定回数 ( 200 万回 ) 実施することにより耐久性試験を行った。結果を表 1 に示す。

40

## 【 0 0 8 8 】

【表 1】

	欠陥個数	AFM-Ra/nm	Ra/Rp	Ra <sub>0</sub> -Ra <sub>1</sub> /nm	耐久試験結果
実施例1	1以下	0.11	0.14	0.004	200万回L/UL OK
比較例1	6	0.12	0.17	0.006	40万回L/UL NG
比較例2	3	0.12	0.15	0.005	80万回L/UL NG

50

## 【 0 0 8 9 】

( 実施の形態 2 に係る実施例 1 )

以下に、本発明を適用した磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクの製造方法について実施例を説明する。この磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクは、3.5 インチ型ディスク ( 89 mm )、2.5 インチ型ディスク ( 65 mm ) などの所定の形状を有する磁気ディスクとして製造される。

## 【 0 0 9 0 】

( 1 ) 第 1 ラッピング工程

本実施例に係る磁気ディスク用ガラス基板の製造方法においては、まず、板状ガラスの表面をラッピング ( 研削 ) 加工してガラス母材とし、このガラス母材を切断してガラスディスクを切り出す。板状ガラスとしては、様々な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、溶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。板状ガラスの材質としては、アモルファスガラスやガラスセラミクス ( 結晶化ガラス ) を利用できる。板状ガラスの材料としては、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ボロシリケートガラス等を用いることができる。特にアモルファスガラスとしては、化学強化を施すことができ、また主表面の平坦性及び基板強度において優れた磁気ディスク用ガラス基板を供給することができるという点で、アルミノシリケートガラスを好ましく用いることができる。

## 【 0 0 9 1 】

本実施例においては、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、 $\text{SiO}_2$  : 58 重量 % ~ 75 重量 %、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 5 重量 % ~ 23 重量 %、 $\text{Li}_2\text{O}$  : 3 重量 % ~ 10 重量 %、 $\text{Na}_2\text{O}$  : 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。

## 【 0 0 9 2 】

次に、この板状ガラスの両主表面をラッピング加工し、ディスク状のガラス母材とした。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、板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母材を得た。

## 【 0 0 9 3 】

( 2 ) 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 )。

## 【 0 0 9 4 】

( 3 ) 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。

## 【 0 0 9 5 】

( 4 ) 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。

## 【 0 0 9 6 】

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。

## 【 0 0 9 7 】

## ( 5 ) 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。

10

## 【 0 0 9 8 】

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。

## 【 0 0 9 9 】

## ( 6 ) 化学強化工程

次に、前述の端面研磨工程及び第 1 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 ( 6 0 % ) と硝酸ナトリウム ( 4 0 % ) を混合した化学強化溶液を用意し、この化学強化溶液を 4 0 0 に加熱しておくとともに、洗浄済みのガラス基板を 3 0 0 に予熱し、化学強化溶液中に約 3 時間浸漬することによって行った。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

20

## 【 0 1 0 0 】

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る。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約 1 0 0  $\mu\text{m}$  ~ 2 0 0  $\mu\text{m}$  であった。

## 【 0 1 0 1 】

化学強化処理を終えたガラス基板を、2 0 の水槽に浸漬して急冷し、約 1 0 分間維持した。そして、急冷を終えたガラス基板を、約 4 0 に加熱した濃硫酸に浸漬して洗浄を行った。さらに、硫酸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。

30

## 【 0 1 0 2 】

## ( 7 ) 第 2 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、主表面を鏡面状に仕上げることを目的とする。この第 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、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 5 n m ~ 8 0 n m ) を用いたスラリーを使用した。

## 【 0 1 0 3 】

そして、上記スラリーの pH を 2 に設定して研磨を行った。このとき、上記スラリーに酢酸及び酢酸塩を含む添加剤を加えて研磨を行っている。これは、研磨工程中にスラリーの pH を一定にコントロールするためである。上記スラリー ( 研磨液 ) としては、超純水に上記コロイド状シリカ粒子を加えた混合液を用い、添加剤としてクエン酸を 0 . 5 重量 % 添加したものをを用いた。

40

## 【 0 1 0 4 】

## ( 8 ) 洗浄工程

この第 2 研磨工程を終えたガラス基板を、酸洗浄、アルカリ洗浄純水、IPA の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。なお、各洗浄槽には、超音波を印加した。

## 【 0 1 0 5 】

50

そして、上記酸洗浄の際に、上記第2研磨工程で添加した添加剤と同じものを酸洗浄における添加剤として加えた。具体的にはクエン酸を0.15重量%に調整した酸溶液で酸洗浄を行った。これは、スラリー中に含まれる成分と同じものを洗浄液に入れることで基板上に固着したスラリーを効率的に除去するためである。これにより、ガラス基板に固着するパーティクルを低減させることができる。

#### 【0106】

上記の如く、第1ラッピング工程、切り出し工程、第2ラッピング工程、端面研磨工程、第1研磨工程、化学強化工程及び第2研磨工程を施すことにより、平坦、かつ、平滑な、高剛性の磁気ディスク用ガラス基板を得た。

#### 【0107】

(実施の形態2に係る比較例1)

研磨工程において使用する研磨液に含まれる添加剤を洗浄工程において使用する洗浄液に含めない点と、化学強化処理工程前に第2研磨工程を行った以外は、実施例1と同様にしてガラス基板を作製した。

#### 【0108】

(実施の形態2に係る実施例2～3、比較例2～6)

研磨条件、洗浄条件を種々変更してそれぞれの磁気ディスク用ガラス基板を作製した。

#### 【0109】

(欠陥検査2)

ガラス基板について、図5に示す装置でレーザドップラー法により欠陥を検査した。このとき、検査装置としては、ThoT Model 42000(ThoT社製)を用いた。平面視で0.1μm以上0.6μm以下のサイズで0.5nm以上2nm以下の深さの欠陥の個数を求めた。結果を表2に示す。

#### 【0110】

(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2に示す。

#### 【0111】

また、ガラス基板の中心から最外周までの距離を100%としたときの中心から80%以上90%以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ(Ra<sub>0</sub>)と10%以上20%以下の範囲内の主表面における算術平均粗さ(Ra<sub>I</sub>)を測定し、両者の差(Ra<sub>0</sub>-Ra<sub>I</sub>)を求めた。結果を表2に示す。

#### 【0112】

ガラス基板の表面における最大谷深さ(Rv)及び算術平均粗さ(Ra)を測定し、最大谷深さ(Rv)に対する算術平均粗さ(Ra)の比(Ra/Rv)を求めた。結果を表2に示す。

#### 【0113】

次に、実施例及び比較例で得られたそれぞれのガラス基板上に、付着層、軟磁性層、前下地層、下地層、非磁性グラニューラ層、第1磁気記録層、第2磁気記録層、補助記録層、保護層及び潤滑層を順次積層して磁気ディスクを作製した。

#### 【0114】

具体的には、ディスク基体上に、真空引きを行った成膜装置を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法にてAr雰囲気中で、付着層から補助記録層まで順次成膜を行った。付着層は、CrTiとした。軟磁性層は、FeCoTaZrからなる第1軟磁性層及び第2軟磁性層の間にRuスペーサ層が介在しているものとした。前下地層の組成はfcc構造のNiW合金とした。下地層は、低圧Ar下でされた第1下地層(Ru)上に、高圧Ar下で成膜した第2下地層(Ru)とした。非磁性グラニューラ層の組成は非磁性のCoCr-SiO<sub>2</sub>とした。第1磁気記録層の組成は、CoCrPt-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とし、第2磁気記録層の組成は、CoCrPt-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>とした。補助記録層の組成はCo

10

20

30

40

50



CrPtBとした。媒体保護層はCVD法により $C_2H_4$ を用いて成膜し、同一チャンバ内で、表面に窒素を導入する窒化処理を行うことにより形成した。潤滑層はディップコート法によりPFPEを用いて形成した。

# 【0115】

(LUL(ロード・アンロード)試験)

磁気記録装置に、上記磁気ディスクと、巨大磁気抵抗効果型再生素子(GMR素子)を備えたDFHヘッドとを装着し、磁気ヘッド浮上時の浮上量を10nmとし、磁気記録装置内の環境を70、80%RHの高温高湿環境下で、ヘッドのロード・アンロード動作を繰り返し行った。

# 【0116】

(腐食検査)

得られた磁気ディスクを70、80%RHの高温高湿環境下に120時間放置後、その磁気ディスクを取り出し、高輝度ハロゲンランプ下での目視検査と、50倍の倍率を有する光学顕微鏡検査とで、磁気ディスク表面の腐食発生の有無を検査した。

なお、評価基準は以下のようにした。

(1平方センチあたりの輝点数)

= 0個

= 1個～2個

= 3個～5個

× = 6個～10個

×× = 11個以上

# 【0117】

【表2】

	欠陥個数	AFM-Ra/nm	Ra/Rv	Ra <sub>0</sub> -Ra <sub>1</sub> /nm	耐久試験結果	腐食試験
実施例1	5	0.11	0.15	0.004	200万回L/UL OK	◎
実施例2	9	0.12	0.18	0.005	200万回L/UL OK	◎
実施例3	9	0.12	0.14	0.005	180万回L/UL NG	○
比較例1	53	0.17	0.13	0.006	20万回L/UL NG	××
比較例2	40	0.15	0.14	0.005	20万回L/UL NG	××
比較例3	25	0.19	0.12	0.006	30万回L/UL NG	×
比較例4	11	0.21	0.11	0.005	30万回L/UL NG	△
比較例5	8	0.17	0.15	0.005	50万回L/UL NG	○
比較例6	14	0.12	0.15	0.005	80万回L/UL NG	○
参考例	9	0.12	0.14	0.012	150万回L/UL NG	○

# 【0118】

このように、本発明によれば、算術平均粗さ(Ra)が0.1nm近傍のレベルにおいて表面に存在する欠陥数が非常に少ない磁気ディスク用ガラス基板を得ることができ、250GB以上の高記録密度磁気ディスク用の基板として適した磁気ディスク用ガラス基板を実現することが可能である。

# 【0119】

また、本発明の磁気ディスク用基板の製造方法は、主面を有するディスク用基材に対して少なくとも形状加工及びラッピング加工を行う工程と、前記主面に研磨を行う研磨工程と、前記研磨後に前記ディスク用基材を洗浄する洗浄工程と、を具備し、前記研磨工程において使用する研磨液に含まれる添加剤を前記洗浄工程において使用する洗浄液に含める構成とすることが好ましい。この方法によれば、研磨工程において使用する研磨液に含

れる添加剤を洗浄工程において使用する洗浄液に含めることにより、算術平均粗さ（ $R_a$ ）が0.1nm近傍のレベルにおいて表面に存在する欠陥数が非常に少ない磁気ディスク用ガラス基板を得ることができ、250GB以上の高記録密度磁気ディスク用の基板として適した磁気ディスク用ガラス基板を実現することが可能である。

【0120】

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部材の個数、サイズ、処理手順などは一例であり、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。

【符号の説明】

10

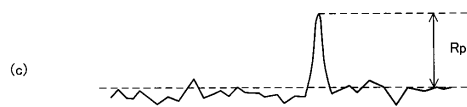
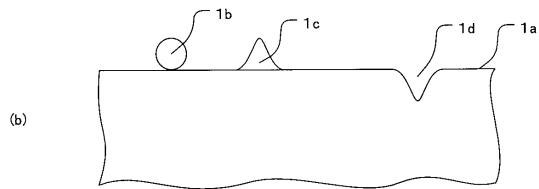
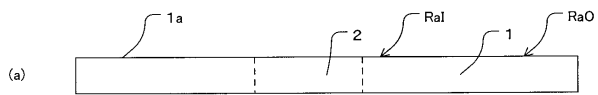
【0121】

- 1 磁気ディスク用ガラス基板
  - 1 a 表面
  - 1 b 付着物
  - 1 c 凸欠陥
  - 1 d 凹欠陥
- 2 穴部
  - 11, 12 レーザ
  - 13 検出器
- 21 磁気ディスク用ガラス基板
  - 21 a 表面
  - 21 b 付着物
  - 21 c 凸欠陥
  - 21 d 凹欠陥
- 22 ナノピット
- 23 磁性層
- 24 クラック
- 31 レーザ
- 32 検出器

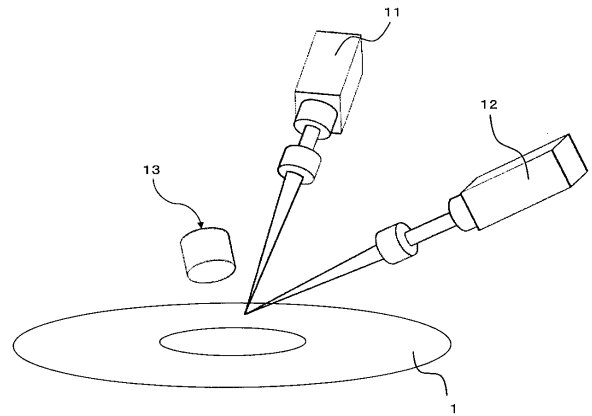
20

30

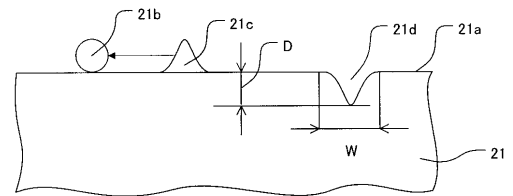
【図 1】



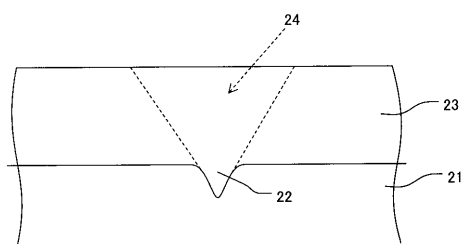
【図 2】



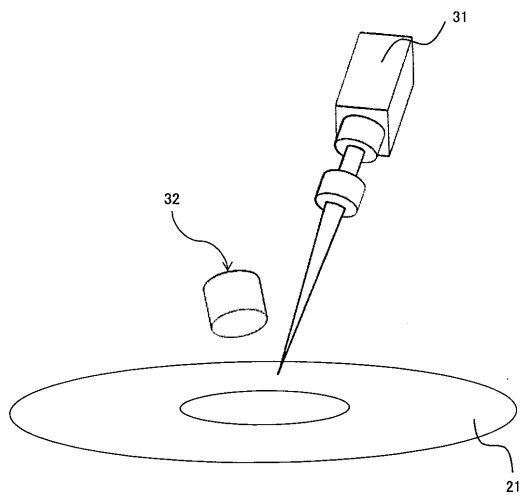
【図 3】



【図 4】



【図 5】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 江田 伸二  
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 磯野 英樹  
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 前田 高志  
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 土屋 弘  
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 丸茂 吉典  
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 斎藤 眞

- (56)参考文献 特開2008-165842(JP,A)  
特開2006-048863(JP,A)  
特開2008-204499(JP,A)  
特開平11-258179(JP,A)  
特開2006-007385(JP,A)  
国際公開第2004/042709(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G11B 5/62-5/858  
C03C 15/00-23/00  
G01N 11/00-13/04