

(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
2012 年 7 月 12 日(12.07.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/093516 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01) *C03C 3/091* (2006.01)
C03C 3/087 (2006.01) *C03C 19/00* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/074727
- (22) 国際出願日: 2011 年 10 月 26 日(26.10.2011)
- (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 2011-002138 2011 年 1 月 7 日(07.01.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 旭硝子株式会社(ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED)
[JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 中島 哲也
(NAKASHIMA, Tetsuya) [JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 旭硝子株式会社内 Tokyo (JP). 宮谷 克明(MIYATANI, Katsuaki)
[JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 旭硝子株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 泉名 謙治, 外(SENMYO, Kenji et al.); 〒1010035 東京都千代田区神田紺屋町 1 7 番地 S I A 神田スクエア 4 階 Tokyo (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, 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, IS, JP, KE, KG, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, 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, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告(条約第 21 条(3))

(54) Title: GLASS SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING MEDIUM, MANUFACTURING METHOD FOR SAME AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 情報記録媒体用ガラス基板、その製造方法および磁気記録媒体

(57) Abstract: In this method for manufacturing a glass substrate for an information recording medium from a glass circular plate comprising low-alkali aluminosilicate glass via a polishing step using slurry containing cerium oxide abrasive grains, residual cerium oxide abrasive grains are suppressed, and furthermore, surface roughness of the main surface is reduced. This manufacturing method of a glass substrate for an information recording medium includes a lapping step for lapping a glass circular plate comprising low-alkali aluminosilicate glass which either does not contain alkali metal oxide or contains less than 4 mol % in total of alkali metal oxide, and a cerium oxide polishing step for performing polishing using slurry containing cerium oxide abrasive grains afterwards; and is characterized in including a washing step for washing the glass circular plate following the cerium oxide polishing step at a liquid temperature that is at least 50°C and at most 100°C using a wash liquid which has a sulfuric acid concentration that is at least 20% by mass and at most 80% by mass and a hydrogen peroxide concentration that is at least 0.5% by mass and at most 10% by mass, and a final polishing step for polishing the main surface of the glass circular plate after the washing step using a slurry containing colloidal silica abrasive grains.

(57) 要約: 低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板から酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いる研磨工程を経て情報記録媒体用ガラス基板を製造する方法において、酸化セリウム砥粒の残留を抑制し、更に主表面の面荒れを少なくする。アルカリ金属酸化物を含有しないか、またはアルカリ金属酸化物を合計で 4 モル%未満含有する低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板をラッピングするラッピング工程と、その後、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨する酸化セリウム研磨工程とを含み、酸化セリウム研磨工程に引き続いてガラス円板を、硫酸濃度 20 質量%以上 80 質量%以下、過酸化水素濃度 0.5 質量%以上 10 質量%以下である洗浄液を用いて 50°C 以上 100°C 以下の液温にて洗浄する洗浄工程と、前記洗浄工程の後にガラス円板の主表面を、コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨する仕上げ研磨工程と、を含むことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

WO 2012/093516 A1

明 細 書

発明の名称：

情報記録媒体用ガラス基板、その製造方法および磁気記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は情報記録媒体用ガラス基板およびその製造方法、並びに磁気記録媒体に関し、より詳細にはガラス基板研磨後の洗浄工程の改良に関する。

背景技術

[0002] 近年、ハードディスクの高容量化に向けたガラス基板に対する二つの大きな技術課題が存在する。すなわち、基板の耐熱性および基板に残留する異物除去である。

ハードディスクドライブの記録容量の増大に伴い、高記録密度化がハイペースで進行している。しかし、高記録密度化に伴い、磁性粒子の微細化が熱安定性を損ない、クロストークや再生信号のS/N比低下が問題となっている。そこで、光と磁気の融合技術として熱アシスト磁気記録技術が注目されている。これは、磁気記録層にレーザ光や近接場光を照射して局所的に加熱した部分の保磁力を低下させた状態で外部磁界を印加して記録し、GMR素子等で記録磁化を読み出す技術であり、高保持力媒体に記録できるため、熱安定性を保ちながら磁性粒子を微細化することが可能となる。しかし、高保持力媒体を多層膜にして成膜するには、基板を十分に加熱する必要があるため、高耐熱基板が求められる。

また、垂直磁気記録方式においても高記録密度化の要求に応えるべく従来のものとは異なる磁気記録層が提案されているが、そのような磁気記録層の形成は基板を高温に行う必要があることが多い。

[0003] 基板の耐熱性を高めるには、 $\text{SiO}_2\text{--Al}_2\text{O}_3\text{--B}_2\text{O}_3\text{--RO}$ 系、あるいは $\text{SiO}_2\text{--Al}_2\text{O}_3\text{--RO}$ 系（ROはアルカリ土類金属酸化物を表す。）の低アルカリアルミノシリケートガラスが好適であること、および、特に Al_2O_3 は耐熱性改善に有効な成分であることが知られている。

一方、ガラス基板に残留する異物としては、研磨レートが高いことなどの理由からガラス研磨に好適に用いられている酸化セリウム砥粒が異物として残ることが知られている。ガラス基板の製造工程では、ガラス板から切り出したガラス円板の主表面および端面を、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨した後、主表面を更に平坦化するためにコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーによる最終研磨を行うことがある。このとき、主表面に酸化セリウム砥粒が残留していても最終研磨により除去されるが、端面に付着している酸化セリウム砥粒は除去されずに残留し、最終研磨後の洗浄工程において主表面に再付着するものと考えられている。

このような背景から、酸化セリウム砥粒を完全に除去することが望まれており、無機酸とアスコルビン酸を含有する洗浄液が提案されている（例えば、特許文献1および特許文献2参照）。この洗浄液では、無機酸とアスコルビン酸の作用によって、酸化セリウム砥粒を溶かして除去している。

また、加熱した硫酸を主成分とする洗浄液を最終工程の洗浄にて使用することも提案されている（例えば、特許文献3参照）。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2006-99847号公報（特許請求の範囲）

特許文献2：特開2004-59419号公報（特許請求の範囲）

特許文献3：特開2008-90898号公報（特許請求の範囲）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、本発明者が上記の洗浄技術について検証したところ、アスコルビン酸と無機酸とを含む洗浄液による洗浄では、ガラス円板の端部に残留する酸化セリウム砥粒を少なくすることは可能であるものの、完全には除去できない場合があることを確認した。

また、この洗浄液はpHが1～2と低いため、低アルカリアルミノシリケ

ートガラスからなるガラス円板に適用すると大きな面荒れを引き起こす場合があることも確認した。これに関連して、低アルカリアルミノシリケートガラスである後記するガラスAからなるガラス板Aとアルカリ金属酸化物を9.2モル%含有するガラスa（モル%表示組成が SiO_2 : 66.4%、 Al_2O_3 : 4.8%、 Na_2O : 4.6%、 K_2O : 4.6%、 MgO : 3.4%、 CaO : 6.2%、 SrO : 4.7%、 BaO : 3.6%、 ZrO_2 : 1.7%）からなるガラス板aを用意し、pHが5～6の条件とpHが2の条件でリーチング試験を行った。その結果、pHが5～6の条件でのリーチング量はガラス板A、aともに0.2～0.3nmであったが、pHが2の条件でのリーチング量はガラス板aが0.2nmであるのに対しガラス板Aは1.1nmという大きい値となった。つまり、低アルカリアルミノシリケートガラスは低pHの洗浄液によってエッチングされやすく、そのために先に述べたような大きな面荒れが起こりやすくなっていると考えられる。なお、リーチング量はリーチング試験に使用した水溶液中に溶け込んだガラス成分についてICPによる定量分析を行って測定し、前記リーチング試験は室温で10時間水溶液に浸漬して行った。

[0006] 一方、加熱した硫酸を主成分とする洗浄液を最終研磨工程後の洗浄に使用する場合においては、ガラス基板の端部に残留する酸化セリウム砥粒をほぼ完全に除去できるが、大きな面荒れが起こる場合があることが確認された。

本発明は上記問題に鑑みてなされたものであり、低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板について、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いる研磨工程を経て情報記録媒体用ガラス基板を製造する方法において、酸化セリウム砥粒の残留を抑制し、更に主表面の面荒れの少ない情報記録媒体用ガラス基板を提供できるようにすることを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明は、下記に示す情報記録媒体用ガラス基板およびその製造方法、磁気記録媒体を提供する。

(1) アルカリ金属酸化物を含有しないか、または Li_2O 、 Na_2O およ

び K_2O のいずれか1成分以上を合計で4モル%未満含有する低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板をラッピングするラッピング工程と、その後に、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨する酸化セリウム研磨工程とを含む情報記録媒体用ガラス基板の製造方法であって、

酸化セリウム研磨工程に引き続いてガラス円板を、硫酸を濃度20質量%以上80質量%以下、過酸化水素を濃度0.5質量%以上10質量%以下含有する洗浄液を用いて50℃以上100℃以下の液温にて洗浄する洗浄工程と、

前記洗浄工程の後にガラス円板の主表面を、コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨する仕上げ研磨工程と、を含むことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

(2) 前記低アルカリアルミノシリケートガラスが、モル百分率表示で SiO_2 を62~74%、 Al_2O_3 を7~18%、 B_2O_3 を2~15%、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO のいずれか1成分以上を合計で8~21%含有し、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有する、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない上記(1)に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

[0008] (3) 前記低アルカリアルミノシリケートガラスが、モル百分率表示で SiO_2 を67~72%、 Al_2O_3 を11~14%、 B_2O_3 を0~2%未満、 MgO を4~9%、 CaO を4~6%、 SrO を1~6%、 BaO を0~5%含有し、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO の含有量合計が14~18%、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有する、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない上記(1)に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。なお、たとえば「 B_2O_3 を0~2%未満含有する」とは、 B_2O_3 は必須ではないが2%未満の範囲で含有してもよい、の意味である。

(4) 前記洗浄液の過酸化水素濃度が1質量%以上10質量%以下である

上記（１）、（２）または（３）に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（５）前記コロイダルシリカ砥粒の平均粒径が１０ｎｍ以上５０ｎｍ以下である上記（１）～（４）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（６）前記コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーのｐＨが１以上６以下である上記（５）に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

[0009] （７）仕上げ研磨工程を前記洗浄工程に引き続いて行う上記（１）～（６）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（８）前記洗浄工程と仕上げ研磨工程との間に、酸化セリウム砥粒を含むスラリーとショアＡ硬度が６０°以下である発泡樹脂層を有する研磨パッドを用いてガラス円板の主表面を研磨する再研磨工程を含む上記（１）～（６）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（９）前記洗浄工程と仕上げ研磨工程との間に、平均粒径が５０ｎｍ超１００ｎｍ以下であるコロイダルシリカ砥粒を含みｐＨが８以上１２以下であるスラリーを用いてガラス円板の主表面を研磨する工程を含む上記（５）または（６）に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（１０）前記洗浄工程において、ガラス円板を、５０℃以上６０℃未満の洗浄液に２５分以上３０分以下、または６０℃以上７０℃未満の洗浄液に１５分以上３０分以下、または７０℃以上１００℃以下の洗浄液に５分以上３０分以下浸漬する上記（１）～（９）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

[0010] （１１）仕上げ研磨工程において、ガラス円板の主表面の二乗平均粗さ（Ｒｍｓ）を０．１５ｎｍ以下にする上記（１）～（１０）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

（１２）仕上げ研磨工程の後にｐＨが１０以上のアルカリ性洗浄剤を用いて行う洗浄工程を含む上記（１）～（１１）のいずれか１項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

(13) 前記低アルカリアルミノシリケートガラスがアルカリ金属酸化物を含有しない、またはアルカリ金属酸化物を合計で4モル%未満含有するものである上記(1)～(12)のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

(14) 上記(1)～(13)のいずれか1項に記載の方法により製造された情報記録媒体用ガラス基板。

(15) 上記(14)に記載の情報記録媒体用ガラス基板の主表面に磁気記録層が設けられた磁気記録媒体。

[0011] 本発明者らは、加熱した硫酸を主成分とする洗浄液をガラス円板最終研磨工程後の洗浄に使用したときに大きな面荒れが起こる現象を調べたところ、そのようなガラス円板のガラスは耐硫酸性などの耐酸性に劣ること、また、そのような面荒れがリーチングムラに起因していることを見出した。これを抑制するには、高濃度の硫酸を用いるのが有効であることを見出し、本発明に至った。

また、このような面荒れを修復するにはコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨する仕上げ研磨工程を設けることが有効であることを見出し、本発明に至った。

また、耐硫酸性などの耐酸性がより低いガラスにおいてはコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨する前に酸化セリウム砥粒を含むスラリーとスエードパッドを用いて研磨すれば表面粗さが良好な基板が得られることを見出し、本発明に至った。

発明の効果

[0012] 本発明によれば、加熱した硫酸に過酸化水素を添加したものを洗浄工程に使用しているので、前記低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板を、酸化セリウム砥粒を含むスラリーによる研磨工程を有していても、砥粒残留がほぼ無くなるようにすることができる。また、リーチングムラによる主表面の面荒れが修復されて平坦性も良好となり、今後求められる高記録容量化にも十分に対応可能な磁気記録媒体用ガラス基板が提供される。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、本発明に関して磁気ディスク用ガラス基板（ハードディスク用ガラス基板）の製造を例にして詳細に説明する。なお、本発明はこの例に限定されない。

先ず、下記に示すガラス1あるいはガラス2の低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス板からガラス円板を切り出す。

（ガラス1）

モル百分率表示で、 SiO_2 を62～74%、 Al_2O_3 を7～18%、 B_2O_3 を2～15%、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO のいずれか1成分以上を合計で8～21%含有し、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有するか、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない低アルカリアルミノシリケートガラス。

（ガラス2）

モル百分率表示で SiO_2 を67～72%、 Al_2O_3 を11～14%、 B_2O_3 を0～2%未満、 MgO を4～9%、 CaO を4～6%、 SrO を1～6%、 BaO を0～5%含有し、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO の含有量合計が14～18%、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有するか、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない低アルカリアルミノシリケートガラス。

[0014] 以下にそれぞれのガラス組成について説明する。なお、以下では「モル%」を単に「%」と表示する。

（ガラス1）

SiO_2 は必須成分である。 SiO_2 が62%未満ではガラスが傷つきやすくなり、好ましくは65%以上であり、74%を超えると溶解性が低下してガラス製造が困難になり、好ましくは69%以下である。

Al_2O_3 は必須成分である。 Al_2O_3 が7%未満では耐熱性が不足し、ガ

ラスが分相しやすくなって基板を加工・洗浄した後に平滑な表面を維持できなくなり、またはガラスが傷つきやすくなるおそれがあり、好ましくは9%以上であり、18%を超えると溶解性が低下しガラス製造が困難になり、または耐硫酸性などの耐酸性が低下し、好ましくは12%以下である。

なお、ガラスをよりキズつけにくくするには、 SiO_2 および Al_2O_3 の含有量の合計が70%以上であることが好ましく、より好ましくは72%以上である。

B_2O_3 はガラスの溶解性を改善する効果があり、必須である。 B_2O_3 が2%未満ではガラスの溶解性が低下し、好ましくは7%以上であり、15%を超えるとガラスが分相しやすくなって基板を加工・洗浄した後に平滑な表面を維持できなくなり、または耐硫酸性などの耐酸性が低下し、好ましくは12%以下である。

[0015] MgO 、 CaO 、 SrO および BaO はガラスの溶解性を改善する成分であり、いずれか1成分以上を含有しなければならない。これら成分の含有量の合計ROが8%未満ではガラスの溶解性が低下してガラス製造が困難になり、好ましくは10%以上である。一方、ROが21%を超えるとガラスが傷つきやすくなり、好ましくは16%以下である。

これら4成分の内 MgO および CaO の少なくともいずれか一方を含有することが好ましい。 MgO および CaO の含有量の合計 $\text{MgO} + \text{CaO}$ が3%未満ではガラスの溶解が困難になるおそれがある、またはガラスが傷つきやすくなるおそれがある。 $\text{MgO} + \text{CaO}$ が18%超では失透温度が高くなり成形が困難になるおそれがある。

また、これら4成分の内 SrO または BaO を含有する場合、それらの含有量の合計 $\text{SrO} + \text{BaO}$ は6%以下であることが好ましい。 $\text{SrO} + \text{BaO}$ が6%超では硫酸を含む洗浄液を用いたときに SrO または BaO と硫酸とが反応して難溶性の硫酸塩が生成され面荒れが助長されるおそれがある。

ガラス1は本質的に上記7成分からなるが、本発明の目的を損なわない範囲でその他の成分を合計で5%以下であれば含有してもよい。上記7成分以

外の成分の含有量の合計が5%超ではガラスが傷つきやすくなる。以下では上記7成分以外の成分について例示的に説明する。

[0016] ZnO は MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO と同様の効果を奏する成分であり、5%以下の範囲で含有してもよい。その場合、 ZnO の含有量と RO の合計は8~21%であることが好ましく、より好ましくは10~16%である。

Li_2O 、 Na_2O および K_2O は耐熱性を低下させるので、これら3成分の含有量の合計 R_2O は0%であるか4%未満とされる。この観点からは R_2O は0%であることが好ましいが、 R_2O が0%でない場合であっても1%未満であることが好ましい。

VなどのTiよりも原子番号が大きな原子の酸化物はガラスを傷つきやすくするおそれがあるので、これら酸化物を含有する場合にはそれらの含有量の合計は3%以下とすることが好ましく、より好ましくは2%以下、特に好ましくは1%以下、最も好ましくは0.3%以下である。

SO_3 、F、Cl、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 、 SnO_2 等は清澄剤として代表的な成分であり、合計でも1%未満が典型的である。

[0017] (ガラス2)

SiO_2 は必須成分である。 SiO_2 が67%未満ではガラスが傷つきやすくなり、72%を超えると溶解性が低下してガラス製造が困難になる。

Al_2O_3 は必須成分である。 Al_2O_3 が11%未満ではガラスが分相しやすくなって基板を加工・洗浄した後に平滑な表面を維持できなくなり、またはガラスが傷つきやすくなるおそれがあり、14%を超えると耐硫酸性などの耐酸性が低下し、または溶解性が低下してガラス製造が困難になる。

B_2O_3 は必須成分ではないが、ガラスの溶解性を改善する効果があり、2%未満の範囲で含有してもよい。 B_2O_3 が2%以上では耐硫酸性などの耐酸性または耐熱性が低下するおそれがある。

MgO 、 CaO および SrO はガラスの溶解性を改善する成分であり、必須である。 MgO 、 CaO 、 SrO の各含有量がそれぞれ4%未満、4%未

満、1%未満では溶解性が低下する。 MgO 、 CaO 、 SrO の各含有量がそれぞれ9%超、6%超、6%超ではガラスが傷つきやすくなる。

[0018] BaO は必須成分ではないが、ガラスの溶解性を改善する効果があり、5%以下の範囲で含有してもよい。 BaO が5%超ではガラスが傷つきやすくなる。

RO が14%未満ではガラスの溶解性が低下してガラス製造が困難になる。一方、 RO が18%を超えるとガラスが傷つきやすくなる。

また、 BaO を含有する場合、 $SrO + BaO$ は6%以下であることが好ましい。 $SrO + BaO$ が6%超では硫酸を含む洗浄液を用いたときに SrO および BaO と硫酸とが反応して難溶性の硫酸塩が生成され面荒れが助長されるおそれがある。

ガラス2は本質的に上記7成分からなるが、本発明の目的を損なわない範囲でその他の成分を合計で5%以下であれば含有してもよい。上記7成分以外の成分の含有量の合計が5%超ではガラスが傷つきやすくなる。以下では上記7成分以外の成分について例示的に説明する。

ZnO は MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO と同様の効果を奏する成分であり、5%以下の範囲で含有してもよい。その場合、 ZnO の含有量と RO の合計は8~21%であることが好ましく、より好ましくは10~16%である。

[0019] Li_2O 、 Na_2O および K_2O は徐冷点を低下させるので、これら3成分の含有量の合計 R_2O は0%であるか4%未満とされる。この観点からは R_2O は0%であることが好ましいが、 R_2O が0%でない場合であっても1%未満であることが好ましい。

V などの Ti よりも原子番号が大きな原子の酸化物はガラスを傷つきやすくするおそれがあるので、これら酸化物を含有する場合にはそれらの含有量の合計は3%以下とすることが好ましく、より好ましくは2%以下、特に好ましくは1%以下、最も好ましくは0.3%以下である。

SO_3 、 F 、 Cl 、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 、 SnO_2 等は清澄剤として代表的

な成分であり、合計でも 1 %未満が典型的である。

[0020] 本発明のガラス基板を構成するガラス（以下、基板ガラスということがある。）の徐冷点 T_A は 650°C 以上であることが好ましい。 T_A が 650°C 未満では磁気記録層形成時にガラスが反り、正常に読み書きできなくなるおそれがあり、より好ましくは 680°C 以上、特に好ましくは 700°C 以上であり、典型的には 750°C 以下である。

基板ガラスのクラック発生率 p （単位：％）は 50 %以下であることが好ましい。 p が 50 %超ではガラスにキズがつきやすくなり、すなわち、応力集中が起こりやすくなり、その結果、弱い応力で脆性的破壊が起こりやすくなる。 p は、より好ましくは 30 %以下、特に好ましくは 10 %以下である。

p は次のようにして測定される。

ガラスを平均粒径 2 mm の酸化セリウム砥粒で研磨後、平均粒径 20 nm のコロイダルシリカ砥粒で研磨し、厚さが 1 ～ 2 mm、大きさが 4 cm × 4 cm、後述する R_a が 15 nm 以下であるガラス板を作製し、これを T_A もしくはガラス転移点で 30 分保持後、 $1^{\circ}\text{C}/\text{分}$ またはそれ以下の速度で室温まで冷却した。このガラス板の表面に、 23°C 、相対湿度 70 %に制御した室内において荷重 1000 g でビッカース圧子を打ち込み、その 4 つの頂点から発生したクラック本数を測定する。この測定を 10 回繰り返し、「 $100 \times (\text{前記クラック本数の合計}) \div 40$ 」を p とする。

[0021] 基板ガラスの耐塩酸性は $0.1 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 以下であることが好ましい。耐塩酸性が $0.1 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 超では酸を用いる研磨や洗浄の工程で面荒れが起こるおそれがある。

耐塩酸性は次のようにして測定される。

ガラスを 90°C 、 0.1 N 塩酸に 20 時間浸漬した時の重量減少量を測定し、これを試料表面積で除して求める。

また、基板ガラスの耐硫酸性は $5 \text{ nm}/\text{h}$ 以下であることが好ましい。耐硫酸性が $5 \text{ nm}/\text{h}$ 超では硫酸を含む洗浄液を用いたときに面荒れが助長さ

れるおそれがあり、また酸を用いる研磨や洗浄の工程で面荒れが起こるおそれがある。

耐硫酸性は次のようにして測定される。

ガラスを60℃、濃度が16質量%である硫酸に5時間浸漬した時の水溶液中に溶け込んだガラス成分についてICPによる定量分析を行い、ガラスのエッチングレートを算出する。

[0022] なお、ガラス板の製造方法は特に限定されず、各種方法を適用できる。たとえば、通常使用される各成分の原料を目標組成となるように調合し、これをガラス溶融窯で加熱溶融する。バブリング、攪拌、清澄剤の添加等によりガラスを均質化し、周知のフロート法、プレス法、フュージョン法またダウンドロー法などの方法により所定の厚さの板ガラスに成形し、徐冷後必要に応じて研削、研磨などの加工を行った後、所定の寸法・形状のガラス基板とされる。成形法としては、特に、大量生産に適したフロート法が好適である。また、フロート法以外の連続成形法、すなわち、フュージョン法、ダウンドロー法にも好適である。

[0023] 次いで、ガラス円板の中央に円孔を開け、面取り、主表面ラッピング、端面鏡面研磨を順次行う。なお、主表面ラッピング工程を粗ラッピング工程と精ラッピング工程とに分け、それらの間に形状加工工程（円形ガラス板中央の孔開け、面取り、端面研磨）を設けてもよい。また、端面鏡面研磨は、ガラス円板を積層して内周端面を酸化セリウム砥粒を用いたブラシ研磨を行い、エッチング処理をしてもよいし、内周端面のブラシ研磨の代わりにそのエッチング処理された内周端面に、例えばポリシラザン化合物含有液をスプレー法等によって塗布し、焼成して内周端面に被膜（保護被膜）形成を行ってもよい。主表面ラッピングは通常、平均粒径が6～8μmである酸化アルミニウム砥粒または酸化アルミニウム質の砥粒を用いて行う。ラッピングされた主表面は通常、30～40μm研磨される。

これらの加工において、中央に円孔を有さないガラス基板を製造する場合には当然、ガラス円板中央の孔開けおよび内周端面の鏡面研磨は不要である

。

[0024] その後、ガラス円板の主表面を、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨する。この主表面研磨工程は、ウレタン製研磨パッドを用いて行い、例えば、三次元表面構造解析装置（例えば、ADE社Opti-flat）を用いて波長（ λ ）の領域が $\lambda \leq 5 \text{ mm}$ の条件で測定されたうねり（Wa）が 1 nm 以下となるように研磨する。また、研磨による板厚の減少量（研磨量）は、典型的には $5 \sim 15 \mu\text{m}$ である。主表面研磨工程は、1回の研磨で行ってもよいし、サイズの異なる酸化セリウム砥粒を用いて2回以上実施してもよい。なお、酸化セリウム砥粒は公知のものであり、酸化セリウム以外に、通常はランタン等の希土類やフッ素等を含む。また、本発明の酸化セリウム研磨工程はラッピング工程で発生したキズ除去を目的とする酸化セリウム主表面研磨工程を含むが、それに限らず、ラッピング工程後に端面鏡面研磨が行われればそれも含む。

[0025] 次に、ガラス円板の洗浄を行う。この洗浄工程では、純水による浸漬工程を行い、次に、硫酸と過酸化水素水とを混合して加熱した洗浄液に浸漬する工程を行い、好ましくは最後に純水でリンスする工程を実施する。なお、この洗浄工程の前に、酸性洗浄剤やアルカリ洗浄剤を用いた前洗浄工程を実施しても良い。また、純水による浸漬工程やリンス工程においては、超音波洗浄を併用したり、流水やシャワー水による洗浄を行っても良い。

洗浄液における硫酸濃度は20質量%以上80質量%以下、過酸化水素濃度は1質量%以上10質量%以下であり、好ましくは硫酸濃度は50質量%以上80質量%以下、過酸化水素濃度は3質量%以上10質量%以下である。硫酸および過酸化水素の濃度がこれより低い場合には、酸化セリウム砥粒が溶解されずに残留する。硫酸および過酸化水素の濃度がこれより高い場合は、上記低アルカリアルミノシリケートガラスのリーチングによる面荒れが顕著になり、後述する仕上げ研磨を行っても目的とする平坦性を得にくくなるとともに、汎用的に使用される樹脂製のガラス治具が酸化・分解してしまうことから好ましくない。また、同様な理由から、洗浄液の液温は好ましくは

50℃以上100℃以下で、浸漬時間は好ましくは5分以上30分以下である。詳細には、50℃以上60℃未満の洗浄液に25分以上30分以下、60℃以上70℃未満の洗浄液に15分以上30分以下、70℃以上100℃以下の洗浄液に5分以上30分以下の条件で浸漬することが好ましい。

[0026] 上記洗浄工程では硫酸を使用するためリーチングムラの発生が起こることがあり、ガラス円板の主表面を再度研磨して平坦性を改善する（仕上げ研磨工程）。また、ガラス円板の端面に残存している酸化セリウム砥粒が主表面に再付着している場合もあるが、この再付着砥粒も除去される。

仕上げ研磨工程では、コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて最終研磨を行う。仕上げ研磨工程では、平均粒径が好ましくは10nm以上50nm以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨するだけでもよく、平均粒径50nm超100nm以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて前研磨した後、平均粒径10nm以上50nm以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて仕上げ研磨してもよい。

[0027] 耐硫酸性などの耐酸性が劣るガラスの場合は仕上げ研磨工程の前に酸化セリウム砥粒を含むスラリーとスエードパッドを用いて研磨を行うことが好ましい（再研磨工程）。このスエードパッドはショアA硬度が60°以下である発泡樹脂層をポリエチレンテレフタレート（PET）や不織布に貼り付けたものとすることが好ましい。ショアA硬度が60°超では空孔率を小さくする必要が出てくる場合があり、親水性を保ちにくくなるおそれがある。また、当該ショアA硬度は20°以上であることが好ましい。ショアA硬度が20°未満では、研磨レートが遅くなる可能性が高くなる。また、この発泡樹脂層は単層でもよいし、異なる発泡形態の発泡層を2層以上重ね合わせたものでもよい。後者の場合、ガラスと接触する第一の発泡樹脂層のショアA硬度が20°以上50°以下、下層の第二の発泡樹脂層が40°以上60°以下であり、第一の発泡層が第二の発泡層よりも硬度が低いことが好ましい。また、このような発泡樹脂層はポリウレタンであることが典型的である。特に、スエードパッドとしては、ショアA硬度が30～60、圧縮率が0.

5～10%かつ密度が0.2～0.9 g/cm³である発泡ウレタン樹脂からなるものが典型的である。

[0028] 酸化セリウム砥粒を含むスラリーは、pH 8以上のアルカリ性の水性スラリーが好ましい。pH調整により酸化セリウム砥粒の分散性が向上し、ガラス円板の外周端部への砥粒残渣を高度に抑制することができる。

また、砥粒サイズとしては、BET比表面積から得られる換算径で0.1 μm以上であることが好ましい。換算径が0.1 μm以下であれば、スエードパッドの発泡樹脂層に砥粒が詰まりやすく、研磨レートが低下する恐れがある。スラリーには酸化セリウム砥粒の凝集を抑制するためにポリカルボン酸塩や有機酸塩を含むことも可能である。通常は、ポリアクリル酸塩、ポリスルホン酸塩、ポリマレイン酸塩、またはこれらの共重合体が用いられる場合が多く、分子量としては2000以上100000以下ものを砥粒量に対して0.1～5質量%添加される。

[0029] ショアA硬度は、それぞれJIS K7215に規定されているプラスチックのデュロメータA硬さを測定する方法によって測定される。また、圧縮率（単位：%）は次のようにして測定される。すなわち、研磨パッドから適切な大きさに切り出した測定試料について、ショッパー型厚さ測定器を用いて無荷重状態から10 kPaの応力の負荷を30秒間加圧した時の材料厚さ t_0 を求め、次に厚さが t_0 の状態から直ちに110 kPaの応力の負荷を5分間加圧した時の材料厚さ t_1 を求め、 t_0 および t_1 の値から $(t_0 - t_1) \times 100 / t_0$ を算出し、これを圧縮率とする。

[0030] コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーによる研磨では、水ガラスを原料とするコロイダルシリカでは、一般的に中性領域においてゲル化が進行しやすいため、pHが1以上6以下もしくは2以上6以下、あるいはpHが8以上12以下で行うことが好ましい。pH 1以上6以下の酸性領域とする場合のpH調整剤としては、酸としては無機酸または有機酸が用いられる。無機酸としては、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸、ポリリン酸、アミド硫酸等が挙げられる。また、有機酸としては、カルボン酸、有機リン酸、アミノ酸等が挙げられ、

例えば、カルボン酸は、酢酸、グリコール酸、アスコルビン酸等の一価カルボン酸、乳酸、酒石酸等の二価カルボン酸、クエン酸等の三価カルボン酸が挙げられる。特に pH 1 以上 3 以下とすることが好ましく、その場合は無機酸が好適に用いられる。また、pH 3 超においては、カルボン酸を用いるとコロイダルシリカ砥粒のゲル化を抑制できるため好ましい。更には、スラリーにアニオンもしくはノニオン界面活性剤を添加してもよい。一方、pH を 8 以上 12 以下とする場合の pH 調整剤としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウムなどの無機アルカリや、アンモニア、アミンなどの有機アルカリを 1 つ以上含むことが可能である。また、各種界面活性剤を添加することも可能である。なお、研磨具はスエードパッドであることが好ましい。このスエードパッドは前記再研磨工程で使用するものが好ましいとしたスエードパッドであることが典型的であり、発泡樹脂層のショア A 硬度が 20° 以上 60° 以下であり、密度が 0.2 g/cm³ 以上 0.8 g/cm³ 以下が好ましい。

[0031] また、仕上げ研磨工程は、酸化セリウム砥粒を含むスラリーによる研磨（再研磨工程）を経ずに、行うこともできる。

硫酸および過酸化水素を用いる洗浄工程の後において、上記した何れの研磨方法を行うかは、洗浄後のガラス円板の主表面の状態に応じて選択する。ガラスが耐硫酸性などの耐酸性に劣るために主表面の面荒れが顕著な場合には、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨した後にコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーによる最終研磨を行うことが好ましい。主表面の面荒れが中程度である場合には、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨することなく、平均粒径 50 nm 超 100 nm 以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨した後、10 nm 以上 50 nm 以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨すればよい、また、主表面の面荒れが少ない場合は、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨することなく、10 nm 以上 50 nm 以下のコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨すればよい。

[0032] 上記の仕上げ研磨工程によりガラス円板は、主表面の二乗平均粗さ（ $R_m s$ ）が 0.15 nm 以下、好ましくは 0.13 nm 以下の平坦性を有するように研磨されることが好ましい。この研磨における板厚の減少量（研磨量）は、典型的には $0.5\sim 2\text{ }\mu\text{m}$ である。また、その主表面の算術平均粗さ R_a は 0.14 nm 以下であることが好ましく、より好ましくは 0.12 nm 以下である。なお、 $R_m s$ および R_a の測定面積は通常 $10\text{ }\mu\text{m}\times 10\text{ }\mu\text{m}$ である。

仕上げ研磨工程の後、コロダルシリカ砥粒を除去するために洗浄を行う。この洗浄工程では、少なくとも1回は $pH\ 10$ 以上のアルカリ性洗浄剤による洗浄を行うことが好ましい。洗浄方法は、ガラス円板を浸漬して超音波振動を加えてもよいし、スクラブ洗浄を用いてもよい。また、両方を組み合わせてもよい。更に、洗浄の前後に、純水による浸漬工程やリンス工程を行うことが好ましい。

最終のリンス工程後にガラス円板を乾燥するが、乾燥方法としてはイソプロピルアルコール蒸気を用いる乾燥方法やスピン乾燥、真空乾燥などが用いられる。

上記一連の工程により本発明のガラス基板が得られるが、その主表面には残留酸化セリウム砥粒が無く高度に平坦化されている。そのため、主表面に磁気記録媒体を塗工した本発明の磁気記録媒体は、高密度記録が可能になる。

実施例

[0033] 以下に本発明の実施例について具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されない。

（試験1）

フロート法で成形された、以下の組成および物性を有するガラスAからなるガラス板を用意する。

モル％表示組成： SiO_2 66.2％、 Al_2O_3 11.3％、 B_2O_3 7.6％、 MgO 5.3％、 CaO 4.7％、 SrO 4.9％

- ・比重：2.50
- ・耐塩酸性：0.1 mg/cm²
- ・耐硫酸性：2.0 nm/h
- ・徐冷点：725℃
- ・クラック発生率 p：0%。

[0034] このガラス板から、外径65 mm、内径20 mm、板厚0.635 mmのドーナツ状ガラス円板（中央に円孔を有するガラス円板）を切り出す。

このガラス円板の内周面および外周面をダイヤモンド砥石を用いて研削加工し、また、その上下主表面を酸化アルミニウム砥粒を用いてラッピングする。

次に、内外周の端面を、面取り幅0.15 mm、面取り角度45° となるように面取り加工を行う。

面取り加工後、端面を、研磨材として酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用い、研磨具としてブラシを用いて、ブラシ研磨により鏡面加工を行う。鏡面加工における研磨量すなわち半径方向の除去量は30 μmである。

鏡面加工後、研磨材として酸化セリウム砥粒（平均粒径：約2 μm）を含むスラリーを用い、研磨具としてウレタンパッドを用いて、両面研磨装置により上下主表面の研磨加工を行う。研磨量は、上下主表面の厚さ方向で計35 μmである。その後、アルカリ洗剤による超音波洗浄、および純水によるリンスを行う。

[0035] 次に研磨材として酸化セリウム砥粒（平均粒径：約0.5 μm）を含むスラリーを用いて、研磨具としてポリエチレンテレフタレート（PET）層上にショアA硬度が60° の発泡ウレタン層が積層されているスエードパッドを用いて両面研磨装置により上下の主表面の研磨加工を行う。研磨量は厚さ方向で5 μmである。その後アルカリ洗剤による超音波洗浄、および純水によるリンスを行う。

次に、研磨材としてコロイダルシリカ砥粒（平均粒径：30 nm）を含み、クエン酸を用いてpH4.8に調整したスラリーを用い、研磨具としてポ

リエチレンテレフタレート層上にショアA硬度が55°の発泡ウレタン層、その上層にショアA硬度が34°の発泡ウレタン層が積層されているスエードパッド（ショアA硬度は約42°）を用いて、両面研磨装置により上下主表面を仕上げ研磨する。研磨量は、上下主表面の厚さ方向で計1μmである。

[0036] 次に、コロイダルシリカを除去する為の洗浄工程として、アルカリ性洗浄剤での浸漬洗浄、スクラブ洗浄、超音波洗浄、純水でのリンス、イソプロピルアルコール蒸気を用いた乾燥を順次行う。

AFMにて主表面のRmsを測定すると、Rmsは0.10～0.13nmである。

次に、表1の試行1～3に示す濃度（単位：質量％）の硫酸と過酸化水素を含む80℃の洗浄液（溶媒は水）に15分間浸漬して洗浄する。洗浄後、AFMにて主表面のRmsを測定すると表1に示すようになる（単位：nm）。

試行1～3はいずれも比較例であるが、表1に示すように硫酸濃度にかかわらず面荒れが起こりRmsは0.2nm以上という大きな値を示す。

[0037] [表1]

試行	硫酸	過酸化水素水	Rms
1	5	7.7	0.20
2	40	7.7	0.25
3	71.4	7.7	0.25

[0038] （試験2）

試験1と同様の加工条件にて、ガラスAからなるガラス板からガラス円板を切り出し、内周面および外周面の研削加工、上下面のラッピング、内外周の面取り加工および鏡面加工、酸化セリウム砥粒を含むスラリーによる上下主表面の研磨加工を行う。

主表面研磨後、ガラス円板を、予備洗浄として純水での浸漬洗浄、アルカリ洗浄剤での超音波洗浄、純水でのリンスを実施した後、表2の試行4～14に示す濃度（単位：質量％）の硫酸と過酸化水素を含む80℃の洗浄液（

溶媒は水)に15分間浸漬して洗浄する。なお、試行8の洗浄液は過酸化水素を含まず、試行14の洗浄液は硫酸を含まない。

洗浄後、試験1と同様の条件にてコロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨を行い、その後洗浄および乾燥を行う。その後、AFMにて主表面のRmsを測定すると、いずれも0.10~0.13nmである。

[0039] その後、ガラス円板の外周端面をSEM-EDX（装置名：日立製作所社製S4700）を用いて観察し、酸化セリウム砥粒の残存状況を調べる。すなわち、SEMを用いて外周端部の任意の8点を5000倍に拡大表示し、粒子状付着物の数を計測し、粒子状付着物についてはEDXによる元素分析を実施して酸化セリウムであるか確認すると、酸化セリウム砥粒残存状況は表2の「砥粒残存」の欄に示すようになる。なお、8箇所全てにおいて付着物がない場合を「◎」、1~4箇所において付着物が見られる場合を「○」、5箇所以上に付着物が見られる場合を「×」とする。

試行4~7、9~13は実施例であり付着物は存在する場合であっても4箇所以下であるが、比較例である試行8、14においては5箇所以上に付着物が見られる。

[0040] [表2]

試行	硫酸	過酸化水素	砥粒残存
4	71.4	7.7	◎
5	71.4	3.0	◎
6	71.4	1.1	◎
7	71.4	0.5	○
8	71.4	0	×
9	71.4	7.7	◎
10	60	7.7	○
11	50	7.7	○
12	40	7.7	○
13	20	7.7	○
14	0	7.7	×

[0041] (試験3)

フロート法で成形された、ガラスAからなるガラス板と以下の組成を有するガラスBからなるガラス板とを用意した。

モル％表示組成： SiO_2 64.8％、 Al_2O_3 11.9％、 ZrO_2 1.8％、 Li_2O 12.6％、 Na_2O 5.4％、 K_2O 3.4％。

これらガラス板から外径65mm、内径20mm、板厚0.635mmのドーナツ状ガラス円板（中央に円孔を有するガラス円板）を切り出し、その内周面および外周面をダイヤモンド砥石を用いて研削加工し、上下主表面を酸化アルミニウム砥粒を用いてラッピングした。

次に、内外周の端面を、面取り幅0.15mm、面取り角度45°となるように面取り加工を行った。

面取り加工後、端面を、研磨材として酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用い、研磨具としてブラシを用いて、ブラシ研磨により鏡面加工を行った。鏡面加工における研磨量すなわち半径方向の除去量は30 μm であった。

鏡面加工後、研磨材として酸化セリウム砥粒（平均粒径：約2 μm ）を含むスラリーを用い、研磨具としてウレタンパッドを用いて、両面研磨装置により上下主表面の研磨加工を行った。研磨量は、上下主表面の厚さ方向で計35 μm であった。その後、アルカリ洗剤による超音波洗浄、および純水によるリンスを行った。

[0042] 次に研磨材として酸化セリウム砥粒（平均粒径：約0.5 μm ）を含むスラリーを用いて、研磨具としてポリエチレンテレフタレート（PET）層上にショアA硬度が60°の発泡ウレタン層が積層されているスエードパッドを用いて両面研磨装置により上下の主表面の研磨加工を行った。研磨量は厚さ方向で5 μm であった。その後アルカリ洗剤による超音波洗浄、および純水によるリンスを行った。

次に、研磨材としてコロイダルシリカ砥粒（平均粒径：30nm）を含み、クエン酸を用いてpH4.1に調整したスラリーを用い、研磨具としてポリエチレンテレフタレート層上にショアA硬度が55°の発泡ウレタン層、その上層にショアA硬度が34°の発泡ウレタン層が積層されているスエードパッド（ショアA硬度は約42°）を用いて、両面研磨装置により上下主表面を仕上げ研磨した。研磨量は、上下主表面の厚さ方向で計1 μm であつ

た。

[0043] このようにして得られたガラス A、B からなるガラス円板 A、B について、71.4 質量%の硫酸と 7.7 質量%の過酸化水素を含む 80℃の洗浄液（溶媒は水）に 2 分間、5 分間および 10 分間浸漬する洗浄を行った後、水で洗浄し、各ガラス円板の主表面の算術平均粗さ R_a を、セイコーインスツルメンツ社製 AFM（型式：SPM400）を用いて測定した。 R_a の測定結果（単位：nm）を表 3 に示す。なお、浸漬時間（単位：分）が 0 の欄には前記洗浄液に浸漬する前のガラス円板の R_a を示す。

この結果から次のようなことがわかった。すなわち、ガラス円板 A については 2 分以上浸漬するとその主表面に後述するアスペリティなどの突起が発生し R_a が大きくなることがわかった。ガラス円板 B に関しては 5 分以上浸漬すると突起が発生し、 R_a が大きくなることがわかった。この突起は洗浄液で用いた硫酸とガラス中のアルカリ土類金属との化合物であると推測される。

なお、ガラス円板 B については浸漬時間が 5 分以下であれば小さな突起の発生は認められるが R_a はそれほど大きくはならない。このことからアルカリ金属酸化物を含有しないガラス A はガラス B に比べて上記洗浄液に対する耐久性が劣り大きな面荒れが起こることがわかる。なお、ガラス A の前記耐久性がガラス B に比べて劣るのはガラス A が SrO および BaO を含有するからであると考えられる。

[0044] [表3]

浸漬時間	0	2	5	10
ガラス円板 A	0.164	0.234	0.285	0.364
ガラス円板 B	0.136	0.152	0.141	0.288

[0045] また、上記 AFM による測定時に得られた 1000 nm × 1000 nm の正方形の領域の AFM 画像からアスペリティ（asperity）の数を数えた。結果を表 4 に示す。なお、アスペリティとは突起のうち、高さ h が 1 nm 以上であって突起の高さが $h/2$ のところの突起の幅すなわち半値幅 w

と高さの比（ h/w ）が2以上のものである。

この結果から、ガラス円板Aでは前記洗浄液への浸漬時間が2分間でアスペリティが大量に発生するのに対し、ガラス円板Bでは浸漬時間が5分間であってもアスペリティが大量に発生することはないことがわかる。すなわち、ガラスAはガラスBに比べてアスペリティが発生しやすく、この点からもガラスAの上記洗浄液に対する耐久性が劣ることがわかる。

[0046] [表4]

浸漬時間	0	2	5	10
ガラス円板A	0	7	11	18
ガラス円板B	0	0	2	8

[0047] (試験4)

試験3の洗浄液に10分間浸漬した後水で洗浄したガラス円板A、Bについて、ポリビニルアルコール製スポンジを用いてアルカリ洗浄剤でスクラブ洗浄を行った。その後、水で洗浄して試験3と同様にして主表面の R_a を測定したところ、それぞれ0.180nm、0.140nmであり、またアスペリティはいずれのガラス円板についても認められず、アスペリティはアルカリ洗浄によって除去されることがわかった。また、ガラス円板Aについてはアルカリ洗浄によって R_a は減少するが前記洗浄液による洗浄前の R_a の値0.164nmにまでは戻らないのに対し、ガラス円板Bについてはアルカリ洗浄によって R_a は前記洗浄液による洗浄前の R_a の値0.136nmにほぼ戻ることがわかった。

この結果から次のようなことがわかる。すなわち、アルカリ洗浄によりアスペリティは除去されるが、アスペリティ発生をともなう表面反応によりガラス円板Aについてはその主表面が荒れる。

[0048] (試験5)

試験3において洗浄液に浸漬するガラス円板A、Bを作製したのと同様にしてガラス円板A、Bを作製した。

このようにして得られたガラス円板Aを、7.7質量%の過酸化水素と3

0 質量%、45 質量%、71.4 質量%の硫酸を含む3種の80℃の洗浄液（溶媒は水）に10分間浸漬する洗浄を行った後、水で洗浄した。このように洗浄された3種のガラス円板Aについて、平均粒径が30 nmのコロイダルシリカの粒子濃度が10 質量%であり、pHが4.1になるように調製された研磨スラリーを用いて研磨量 Δ が、それぞれ、0.25 μm 、0.5 μm 、1 μm となるように研磨し、ポリビニルアルコール製スポンジを用いてアルカリ洗浄剤でスクラブ洗浄を行い、その後水で洗浄して試験3と同様にして主表面のRaを測定した。

[0049] また、ガラス円板Bについても7.7 質量%の過酸化水素と30 質量%の硫酸を含む3種の80℃の洗浄液（溶媒は水）に10分間浸漬する洗浄を行った後、水で洗浄した。このように洗浄されたガラス円板Bについて前記研磨スラリーを用いて研磨量 Δ が、それぞれ0.25 μm 、0.5 μm 、1 μm となるように研磨し、前記スクラブ洗浄を行い、その後水で洗浄して試験3と同様にしてRaを測定した。

Ra（単位：nm）の測定結果を表5に示す。硫酸濃度の欄の数値は前記洗浄液の硫酸濃度（単位：質量%）であり、たとえば $\Delta=0.25$ は前記研磨における研磨量 Δ が0.25 μm であることを示し、 $\Delta=0$ の欄の数値は前記研磨スラリーにより研磨する前のガラス円板のRaである。

この結果から次のようなことがわかる。すなわち、ガラス円板A、Bのいずれにおいても前記研磨によりRaは小さくなるが、ガラス円板Aにおいてその効果は顕著であり、Raが研磨前の0.17～0.19 nmから研磨後にはRaとして好ましい範囲に該当する0.08～0.11 nmにまで減少する。

[0050] [表5]

ガラス円板	硫酸濃度	$\Delta=0$	$\Delta=0.25$	$\Delta=0.5$	$\Delta=1.0$
A	30	0.165	0.106	0.100	0.101
A	45	0.193	0.092	0.096	0.097
A	71.4	0.189	0.090	0.082	0.084
B	30	0.127	0.092	0.092	0.092

産業上の利用可能性

[0051] 本発明の情報記録媒体用ガラス基板製造方法によれば、低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板を、酸化セリウム砥粒を含むスラリーによる研磨工程を有していても、砥粒残留がほぼ無くなるようにすることができ、また、リーチングムラによる主表面の面荒れが修復されて平坦性も良好となり、今後求められる高記録容量化にも十分に対応可能な磁気記録媒体用ガラス基板の製造において有用である。

なお、2011年1月7日出願された日本特許出願2011-2138号の明細書、特許請求の範囲及び要約書の全内容をここに引用し、本発明の開示として取り入れるものである。

請求の範囲

[請求項1] アルカリ金属酸化物を含有しないか、またはアルカリ金属酸化物を合計で4モル%未満含有する低アルカリアルミノシリケートガラスからなるガラス円板をラッピングするラッピング工程と、その後に、酸化セリウム砥粒を含むスラリーを用いて研磨する酸化セリウム研磨工程とを含む情報記録媒体用ガラス基板の製造方法であって、

酸化セリウム研磨工程に引き続いてガラス円板を、硫酸を濃度20質量%以上80質量%以下、過酸化水素を濃度0.5質量%以上10質量%以下含有する洗浄液を用いて50℃以上100℃以下の液温にて洗浄する洗浄工程と、

前記洗浄工程の後にガラス円板の主表面を、コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーを用いて研磨する仕上げ研磨工程と、を含むことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板製造方法。

[請求項2] 低アルカリアルミノシリケートガラスが、モル百分率表示で SiO_2 を62～74%、 Al_2O_3 を7～18%、 B_2O_3 を2～15%、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO のいずれか1成分以上を合計で8～21%含有し、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有するか、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない請求項1に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。

[請求項3] 低アルカリアルミノシリケートガラスが、モル百分率表示で SiO_2 を67～72%、 Al_2O_3 を11～14%、 B_2O_3 を0～2%未満、 MgO を4～9%、 CaO を4～6%、 SrO を1～6%、 BaO を0～5%含有し、 MgO 、 CaO 、 SrO および BaO の含有量合計が14～18%、上記7成分の含有量合計が95%以上であり、 Li_2O 、 Na_2O および K_2O のいずれか1成分以上を合計で4%未満含有する、もしくはこれら3成分のいずれも含有しない請求項1に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。

- [請求項4] 洗浄液の過酸化水素濃度が1質量%以上10質量%以下である請求項1、2または3に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項5] コロイダルシリカ砥粒の平均粒径が10nm以上50nm以下である請求項1～4のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項6] コロイダルシリカ砥粒を含むスラリーのpHが1以上6以下である請求項5に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項7] 仕上げ研磨工程を洗浄工程に引き続いて行う請求項1～6のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項8] 洗浄工程と仕上げ研磨工程との間に、酸化セリウム砥粒を含むスラリーとショアA硬度が60°以下である発泡樹脂層を有する研磨パッドを用いてガラス円板の主表面を研磨する再研磨工程を含む請求項1～6のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項9] 洗浄工程と仕上げ研磨工程との間に、平均粒径が50nm超100nm以下であるコロイダルシリカ砥粒を含みpHが8以上12以下であるスラリーを用いてガラス円板の主表面を研磨する工程を含む請求項5または6に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項10] 洗浄工程において、ガラス円板を、50℃以上60℃未満の前記洗浄液に25分以上30分以下、または60℃以上70℃未満の前記洗浄液に15分以上30分以下、または70℃以上100℃以下の前記洗浄液に5分以上30分以下浸漬する請求項1～9のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項11] 仕上げ研磨工程において、ガラス円板の主表面の二乗平均粗さ(Rms)を0.15nm以下にする請求項1～10のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。
- [請求項12] 仕上げ研磨工程の後にpH10以上のアルカリ性洗浄剤を用いて行う洗浄工程を含む請求項1～11のいずれか1項に記載の情報記録媒体用ガラス基板製造方法。

- [請求項13] 請求項1～12のいずれか1項に記載の方法により製造された情報記録媒体用ガラス基板。
- [請求項14] 請求項13に記載の情報記録媒体用ガラス基板の主表面に磁気記録層が設けられた磁気記録媒体。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/074727

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01)i, C03C3/087(2006.01)i, C03C3/091(2006.01)i, C03C19/00(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, C03C3/087, C03C3/091, C03C19/00

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	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

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.
X A	JP 2008-90898 A (Hoya Corp.), 17 April 2008 (17.04.2008), paragraphs [0017], [0035] to [0058] (Family: none)	13, 14 1-4, 7, 12
A	JP 2001-206737 A (Nippon Sheet Glass Co., Ltd.), 31 July 2001 (31.07.2001), paragraph [0020] & US 6568995 B1	1
A	JP 2010-257560 A (Hoya Corp., Hoya Glass Disk (Thailand) Ltd.), 11 November 2010 (11.11.2010), paragraphs [0044] to [0051], [0078]; fig. 1 & WO 2010/029878 A1	1, 12



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
19 January, 2012 (19.01.12)Date of mailing of the international search report
31 January, 2012 (31.01.12)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/074727

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 2009-140584 A (Fuji Electric Device Technology Co., Ltd.), 25 June 2009 (25.06.2009), paragraphs [0064] to [0068] & US 2009/0148725 A1 & CN 101452708 A & SG 152971 A	1
A	JP 2006-35413 A (Asahi Glass Co., Ltd.), 09 February 2006 (09.02.2006), paragraphs [0029] to [0040] & US 2007/0066066 A1 & EP 1758962 A & WO 2005/123857 A1	1, 5, 6, 11
A	JP 9-227170 A (Fujitsu Ltd.), 02 September 1997 (02.09.1997), entire text; fig. 1 (Family: none)	1

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, C03C3/087(2006.01)i, C03C3/091(2006.01)i, C03C19/00(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, C03C3/087, C03C3/091, C03C19/00

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 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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
X A	J P 2 0 0 8 - 9 0 8 9 8 A (HOYA株式会社), 2 0 0 8 . 0 4 . 1 7 , 段落【0 0 1 7】、【0 0 3 5】 - 【0 0 5 8】(ファミ リーなし)	1 3 , 1 4 1-4, 7, 12
A	J P 2 0 0 1 - 2 0 6 7 3 7 A (日本板硝子株式会社), 2 0 0 1 . 0 7 . 3 1 , 段落【0 0 2 0】 & U S 6 5 6 8 9 9 5 B 1	1
A	J P 2 0 1 0 - 2 5 7 5 6 0 A (HOYA株式会社、ホーヤ ガ	1 , 1 2

☒ 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 9 . 0 1 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

3 1 . 0 1 . 2 0 1 2

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)

斎藤 眞

5 D

3 7 9 3

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
A	ラスディスク タイランド リミテッド), 2010. 11. 11, 段落【0044】－【0051】、【0078】、図1 & WO 2010/029878 A1 J P 2009-140584 A (富士電機デバイステクノロジー株式会社), 2009. 06. 25, 段落【0064】－【0068】 & US 2009/0148725 A1 & CN 101452708 A & SG 152971 A	1
A	J P 2006-35413 A (旭硝子株式会社), 2006. 02. 09, 段落【0029】－【0040】 & US 2007/0066066 A1 & EP 1758962 A & WO 2005/123857 A1	1, 5, 6, 11
A	J P 9-227170 A (富士通株式会社), 1997. 09. 02, 全文、図1 (ファミリーなし)	1