

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3665731号

(P3665731)

(45) 発行日 平成17年6月29日(2005.6.29)

(24) 登録日 平成17年4月8日(2005.4.8)

(51) Int. Cl.⁷

F I

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

Z

C O 3 C 19/00

C O 3 C 19/00

Z

C O 3 C 23/00

C O 3 C 23/00

A

請求項の数 10 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2000-296140 (P2000-296140)	(73) 特許権者	000113263 H O Y A 株式会社 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
(22) 出願日	平成12年9月28日(2000.9.28)	(74) 代理人	100091362 弁理士 阿仁屋 節雄
(65) 公開番号	特開2002-109727 (P2002-109727A)	(74) 代理人	100090136 弁理士 油井 透
(43) 公開日	平成14年4月12日(2002.4.12)	(74) 代理人	100105256 弁理士 清野 仁
審査請求日	平成15年2月27日(2003.2.27)	(72) 発明者	磯野 英樹 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー ヤ株式会社内
		(72) 発明者	江藤 伸行 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー ヤ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ガラス基板の主表面を研磨砥粒を用いて研磨した後、強酸処理を行う工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、
前記ガラス基板は、少なくとも記録層が形成されて磁気ディスクとされるガラス基板であり、

前記研磨砥粒として、前記強酸処理の際に用いる処理液成分と反応して、前記ガラス基板表面を浸蝕して凹部を形成する成分を生成する原因物質であって研磨砥粒に含まれる弗素又はリンの含有量が、前記磁気ディスクにおいてヘッドクラッシュまたは記録再生時のエラーの原因となる凹部の発生を防止できる量以下であるものを用いて、ガラス基板の研磨を行うことを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

10

【請求項2】

前記強酸処理を行う前に前記ガラス基板主表面に付着している研磨砥粒を除去する工程を有することを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項3】

前記研磨砥粒を除去する工程は、水研磨、テープ研磨、スクラブ洗浄の中から選択される少なくとも1つであることを特徴とする請求項2記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項4】

前記原因物質が弗素であり、その含有量が、5重量%以下であることを特徴とする請求項

20

1乃至3の何れかーに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項5】

前記研磨砥粒は、酸化セリウムであることを特徴とする請求項1乃至4の何れかーに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項6】

前記強酸は、酸解離指数 pK_a が3以下のものであることを特徴とする請求項1乃至5の何れかーに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項7】

前記強酸は、硫酸であることを特徴とする請求項1乃至6の何れかーに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

10

【請求項8】

前記硫酸の濃度は、30重量%以下(0重量%を除く)とすることを特徴とする請求項7に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項9】

前記ガラス基板の主表面を強酸で処理した後、このガラス基板を強化する化学強化工程を行うことを特徴とする請求項1乃至8の何れかーに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項10】

請求項1乃至9のいずれかに記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法で製造した磁気ディスク用ガラス基板上に少なくとも記録層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は情報処理機器の記録媒体に用いられる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法及び情報記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

情報処理機器の記録媒体としての情報記録媒体の一つとして磁気ディスクがある。磁気ディスクは、基板上に磁性層等の薄膜を形成して構成されたものであり、その基板としてはアルミやガラス基板が用いられてきた。しかし、最近では、高記録密度化の追求に呼応して、アルミと比べて磁気ヘッドと磁気ディスクとの間隔をより狭くすることが可能なガラス基板の占める比率が次第に高くなってきている。また、ガラス基板表面は磁気ヘッドの浮上高さを極力下げることができるよう、高精度に研磨して高記録密度化を実現している。

30

【0003】

上述したように高記録密度化にとって必要な低フライングハイト化のために磁気ディスク表面の高い平滑性は必要不可欠である。磁気ディスク表面の高い平滑性を得るためには、結局、高い平滑性の基板表面が求められるが、もはや、高精度に基板表面を研磨するだけでは、磁気ディスクの高記録密度化を実現できない段階まできている。つまり、いくら、高精度に研磨しても基板上に異物が付着しては高い平滑性は得られない。勿論、従来から異物の除去はなされていたが、従来では許容されていた基板上の異物が、今日の高密度化のレベルでは問題視される状況にある。

40

【0004】

一方、上述の高い平滑性を有するガラス基板は、酸化セリウムの研磨砥粒を使った精密研磨によって得ている。しかし、酸化セリウム砥粒による研磨工程の後、通常の洗浄では除去できない異物(研磨残り)が残ることで、表面粗さの低減ができないという問題があり、その解決策として、酸化セリウム研磨の後に、硫酸洗浄を行うことが提案されている(特願2000-93304号公報参照)。

【0005】

50

【発明が解決しようとする課題】

ところが、酸化セリウム研磨の後に、硫酸洗浄行う処理を実施した場合、研磨残りの除去には効果が認められたが、新たな問題が発生することがわかった。すなわち、上記処理をしたガラス基板には、凹欠陥がみられることがわかった。

【0006】

本発明は、上述の背景のもとでなされたものであり、強酸処理で研磨のこりを完全に除去すると同時に、強酸処理による表面粗れの発生を防止して欠陥のない高い平滑性を有する情報記録媒体用ガラス基板を製造可能な情報記録媒体用ガラス基板の製造方法及び情報記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】**【課題を解決するための手段】**

上述の課題を解決するための手段として、第1の手段は、ガラス基板の主表面を研磨砥粒を用いて研磨した後、強酸処理を行う工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、前記ガラス基板は、少なくとも記録層が形成されて磁気ディスクとされるガラス基板であり、前記研磨砥粒として、前記強酸処理の際に用いる処理液成分と反応して、前記ガラス基板表面を浸蝕して凹部を形成する成分を生成する原因物質であって研磨砥粒に含まれる弗素又はリンの含有量が、前記磁気ディスクにおいてヘッドクラッシュまたは記録再生時のエラーの原因となる凹部の発生を防止できる量以下であるものを用いて、ガラス基板の研磨を行うことを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第2の手段は、前記強酸処理を行う前に前記ガラス基板主表面に付着している研磨砥粒を除去する工程を有することを特徴とする第1の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第3の手段は、前記研磨砥粒を除去する工程は、水研磨、テープ研磨、スクラブ洗浄の中から選択される少なくとも1つであることを特徴とする第2の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第4の手段は、前記原因物質が弗素であり、その含有量が、5重量%以下であることを特徴とする第1乃至第3の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第5の手段は、前記研磨砥粒は、酸化セリウムであることを特徴とする第1乃至第4の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第6の手段は、前記強酸は、酸解離指数 pK_a が3以下のものであることを特徴とする第1乃至第5の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第7の手段は、前記強酸は、硫酸であることを特徴とする第1乃至第6の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第8の手段は、前記硫酸の濃度は、30重量%以下(0重量%を除く)とすることを特徴とする第7の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第9の手段は、前記ガラス基板の主表面を強酸で処理した後、このガラス基板を強化する化学強化工程を行うことを特徴とする第1乃至第8の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。第10の手段は、第1乃至第9の何れか一の手段にかかる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法で製造した磁気ディスク用ガラス基板上に少なくとも記録層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法である。

【0008】

上述の手段は、本発明者らの研究の結果はじめて解明された以下の事実に基づいてなされたものである。すなわち、本発明者らは、研磨剤を用いて研磨の後に、硫酸洗浄行う処理を実施した場合、ガラス基板に、凹欠陥による表面の粗れが生ずる現象を徹底的に調査した。その結果、研磨剤の種類によって凹欠陥による表面粗さが大きく左右されることが判明した。すなわち、ある種の研磨剤では凹欠陥の発生が著しく、他のある種の研磨剤では凹欠陥がほとんどみられないことが分かった。

【0009】

そこで、研磨剤の成分組成を微量成分まで詳細に調べた。なお、従来は、研磨剤の成分が問題になることは考えられなかったので、研磨剤の詳細な成分はほとんど不明であった。その結果、凹欠陥を生じさせる研磨剤には、共通して、強酸と反応してガラスを浸蝕する成分を生じさせる原因物質が含まれているという事実が判明した。例えば、一般的な研磨

10

20

30

40

50

砥粒として知られている酸化セリウム研磨剤のある種のものには、弗素（弗化物）、リン（オキソ酸塩）などが含まれていることが判明した。

【0010】

このため、ガラス基板表面に研磨砥粒が付着した状態で硫酸洗浄を行うと、「弗化物 + 硫酸 フッ化水素 + 硫酸塩」又は「リンのオキソ酸塩 + 硫酸 リン酸 + 硫酸塩」という反応が起こり、研磨剤が付着した箇所にHF（フッ化水素）又はリン酸によるエッチング作用により、凹欠陥が形成され、表面が粗れるという事実が判明した。本発明は、この新規な解明事実に基づいてなされたものである。

【0011】

すなわち、第1の手段のように、使用する研磨砥粒として、強酸処理の際に用いる処理液成分と反応してガラス基板表面を浸蝕する成分を生成する原因物質の含有量が所定量以下であるものを使用することで、上記のエッチング作用による凹欠陥を阻止することができる。

10

【0012】

また、使用する研磨砥粒として、強酸処理の際に用いる処理液成分と反応してガラス基板表面を浸蝕する成分を生成する原因物質の含有量が所定量を超える場合には、強酸処理を行う前にガラス基板主表面に付着している研磨砥粒を除去する工程を設けることで、上記エッチング作用による凹欠陥を阻止することができる。

【0013】

ここでいう強酸とは、 pK_a （酸解離指数）が3以下のものをいい、例えば、塩酸（HCl）、硝酸（ HNO_3 ）、過塩素酸（ $HClO_4$ ）、硫酸（ H_2SO_4 ）、亜塩素酸、塩素酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸、ヨウ素酸、チオシアン酸、アミド硫酸、クロム酸、ホスフィン酸、ホスホン酸、リン酸、二リン酸、トリポリリン酸、亜硫酸、二硫酸、セレン酸、亜セレン酸、ヒ酸、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸、ピクリン酸、マロン酸、シュウ酸などを指す。強酸処理とは、例えば、ガラス基板の洗浄、表面処理などを行う行為を言う。

20

【0014】

また、ここでいう所定量以下とは、研磨砥粒に含まれている原因物質が硫酸と反応してガラス基板が局所的にエッチングされないか、又はエッチングされてもグライドテストにおいて磁気ヘッドのクラッシュやヒットがなく、記録再生試験において、再生時の信号が読み取れないというエラーが発生しない範囲をいう。

30

【0015】

第2第3の手段のように、強酸処理前に、ガラス基板に付着している研磨砥粒を除去するので、研磨砥粒に含まれている弗素（弗化物）、リン（オキソ酸塩）等の原因物質と強酸（例えば、硫酸）とが反応して局所的にガラス基板がエッチングされることを確実に防止することができる。原因物質としては、弗素（F）、リン（P）等がある。

【0017】

研磨砥粒を使用した後のガラス基板に対する研磨砥粒は、強固に付着しているので、通常の洗浄方法（中性洗剤、水、IPA等による超音波洗浄）では取り除くことが難しく、例えば、第4の手段にあるように、水研磨（研磨砥粒の濃度が0）、テープ研磨、スクラブ洗浄など機械的な作用によって研磨砥粒を除去する。これにより、強酸と研磨砥粒とが出会うことがなくなるので、凹欠陥の発生を確実に阻止することができる。

40

【0018】

ガラス基板に対してエッチング作用を有するものとしては、フッ化水素、リン酸、アルカリなどが挙げられる。フッ化水素、アルカリは、ガラス成分のSi-O、Al-O、B-O、P-Oのガラス網目形成酸化物を切る働きがあり、リン酸はリンの酸化物を含むガラスにおいてはガラス成分のP-Oのガラス網目形成酸化物を切る働きがある。

【0019】

酸化セリウム等研磨砥粒には、通常、5重量%を超える弗素が0.1重量%を超えるリンが含有されている。研磨工程の後、強酸処理を行う場合は、研磨砥粒に含まれるこのごく

50

少量の弗素やリンでも強酸と反応することで、ガラス基板に対してつよいエッチングする作用を持つフッ化水素（HF）やリン酸が生成することになるので、局所的に研磨剤が残留した箇所ではガラス基板がエッチングされる。

【0020】

上述のような理由から、研磨砥粒に含まれる弗素の含有量は、5重量%以下であることが望ましい。凹欠陥を防止するには、好ましくは、3重量%未満、さらに好ましくは弗素が含まれていない研磨砥粒を使用することが望ましい。但し、その場合、製造コスト等を考えると実用上、研磨砥粒に含まれる弗素の含有量は、1～3重量%程度が好ましい。また、ガラス成分に、リンの酸化物が含まれる場合においては、上述の理由から、研磨砥粒に含まれるリンの含有量は0.1重量%以下であることが望ましい。

10

【0021】

ガラス基板の研磨工程で使用する研磨砥粒としては、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム、酸化マンガン、コロイダルシリカ等が挙げられる。中でも、研磨砥粒として酸化セリウムを使用する場合は、本発明の効果が顕著に表れる。

【0022】

また、第7の手段にあるように、強酸の中でも硫酸の場合、ガラス基板が腐食することがなく、研磨剤や異物の洗浄には適しているのが好ましい。また、第8の手段にあるように、硫酸洗浄に使用する硫酸の濃度は、30重量%以下が好ましい。30重量%を超えると、弗素やリンと硫酸とが反応する確率が高くなり、凹欠陥の発生率が高くなるので好ましくない。硫酸の温度条件は、40以上沸点以下、好ましくは60以上120以下である。硫酸の温度が高くなるに従い洗浄効果が向上する。さらに好ましくは、15重量%以下が好ましい。

20

【0023】

強酸処理（特に、硫酸洗浄）する工程は、情報記録媒体用ガラス基板の製造工程中、特に、表面粗さRaを1.0nm以下に粗さを低減させることを目的とする主表面の精密研磨工程後に行うことが好ましい。これは、後述するように、精密研磨工程で使用する酸化セリウム等が研磨残り等の原因となりやすいからである。なお、硫酸洗浄する工程は、精密研磨工程以外の研磨工程の後に行っても研磨残り等の除去に効果がある。

【0024】

化学強化工程を伴う場合にあっては、強酸処理（特に、硫酸洗浄）する工程は、主表面の精密研磨工程後であって化学強化工程の前に行うことが好ましい。これは、硫酸洗浄によって精密研磨工程における研磨残り（突起）を溶解して除去することができるからである。研磨残りがガラス基板上に付着した状態で化学強化を行うと、化学強化処理液に化学強化に不必要な異物が混入されることになり、化学強化の際にガラス基板に異物が付着することにより膜下欠陥となる。化学強化工程後に精密研磨を行う場合にあっては、この化学強化工程後の精密研磨の後においても硫酸洗浄することが好ましい。

30

【0025】

上述の手段においては、硫酸洗浄を行う前に、アルカリによる前洗浄を行うことが好ましい。アルカリによる前洗浄を行うことにより、研磨工程で使用しガラス基板に付着した研磨剤を分散させ、緩やかなエッチング効果により研磨剤を効率的に除去することができる。アルカリ洗浄に使用する洗浄液としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア等のアルカリ性を示す水溶液であれば使用可能である。

40

【0026】

上述の手段において、ガラス基板の種類、サイズ、厚さ等は特に制限されない。ガラス基板の材質としては、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ソーダアルミノ珪酸ガラス、アルミノポロシリケートガラス、ポロシリケートガラス、石英ガラス、チェーンシリケートガラス、又は、結晶化ガラス等のガラスセラミックなどが挙げられる。

【0027】

50

中でも硫酸に対して比較的耐性の強く、化学強化のしやすさなどから、アルミノシリケートガラスが良い。その中でも、アルミノシリケートガラスとしては、 SiO_2 : 58 ~ 75 重量%、 Al_2O_3 : 5 ~ 23 重量%、 Li_2O : 3 ~ 10 重量%、 Na_2O : 4 ~ 13 重量%を主成分として含有する化学強化用ガラスや、 TiO_2 : 5 ~ 30 モル%、 CaO : 1 ~ 45 モル%、 $\text{MgO} + \text{CaO}$: 10 ~ 45 モル%、 $\text{Na}_2\text{O} + \text{Li}_2\text{O}$: 3 ~ 30 モル%、 Al_2O_3 : 0 ~ 15 モル%、 SiO_2 : 35 ~ 60 モル%を含有する化学強化用ガラス等が好ましい。

【0028】

このような組成のアルミノシリケートガラス等は、珪フッ酸を用いた洗浄（エッチング作用あり）により異物の除去が可能であるが、この洗浄（エッチング作用）によりガラスの表面粗さが粗くなるので、このようなガラスに対して本発明の硫酸洗浄は適している。また、上記のような組成のアルミノシリケートガラス等は、化学強化することによって、抗折強度が増加し、圧縮応力層の深さも深く、ヌーブ硬度にも優れる。

10

【0029】

上述の手段において、耐衝撃性や耐振動性等の向上を目的として、ガラス基板の表面に低温イオン交換法による化学強化処理を施すことがある。ここで、化学強化方法としては、従来より公知の化学強化法であれば特に制限されないが、例えば、ガラス転移点の観点から転移温度を超えない領域でイオン交換を行う低温型化学強化などが好ましい。化学強化に用いるアルカリ溶融塩としては、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、あるいは、それらを混合した硝酸塩などが挙げられる。化学強化する際のガラス基板の保持手段としては、種々の形態が考えられるが、要は、ガラス基板に化学強化処理液が所定の状態で接触することが可能であり、液ダレを起こさないものが好ましい。

20

【0030】

上述の手段にかかる情報記録媒体用ガラス基板は、磁気記録媒体用のガラス基板、光磁気ディスク用のガラス基板、光ディスクなどの電子光学用ディスク基板として利用できる。特に、磁気抵抗型ヘッド（巨大磁気抵抗型ヘッドも含む）で記録再生する磁気抵抗型ヘッド用の磁気ディスク基板として好適に利用できる。

【0031】

また、上述の手段にかかる情報記録媒体の製造方法においては、特に、磁気記録媒体の場合、ヘッドクラッシュや記録再生時のエラーの原因となる凹部の発生を防止できるので、ガラス基板上に磁性層等を形成した磁気記録媒体を高歩留まりで製造することができる。

30

【0032】

磁気記録媒体は、通常、所定の平坦度、表面粗さを有し、必要に応じ表面の化学強化処理を施した磁気ディスク用ガラス基板上に、下地層、磁性層、保護層、潤滑層を順次積層して製造する。

【0033】

磁気記録媒体における下地層は、磁性層に応じて選択される。下地層としては、例えば、 Cr 、 Mo 、 Ta 、 Ti 、 W 、 V 、 B 、 Al などの非磁性金属から選ばれる少なくとも一種以上の材料からなる下地層等が挙げられる。 Co を主成分とする磁性層の場合には、磁気特性向上等の観点から Cr 単体や Cr 合金であることが好ましい。また、下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数層構造とすることもできる。例えば、 Cr/Cr 、 Cr/CrMo 、 Cr/CrV 、 CrV/CrV 、 NiAl/Cr 、 NiAl/CrMo 、 NiAl/CrV 等の多層下地層等が挙げられる。

40

【0034】

磁気記録媒体における磁性層の材料は特に制限されない。磁性層としては、例えば、 Co を主成分とする CoPt 、 CoCr 、 CoNi 、 CoNiCr 、 CoCrTa 、 CoPtCr 、 CoNiPt や、 CoNiCrPt 、 CoNiCrTa 、 CoCrPtTa 、 CoCrPtB 、 CoCrPtSiO などの磁性薄膜が挙げられる。磁性層は、磁性膜を非磁性膜（例えば、 Cr 、 CrMo 、 CrV など）で分割してノイズの低減を図った多層構成（例えば、 $\text{CoPtCr}/\text{CrMo}/\text{CoPtCr}$ 、 $\text{CoCrPtTa}/\text{CrMo}/\text{Co}$

50

CrPtTaなど)としても良い。

【0035】

磁気抵抗型ヘッド(MRヘッド)又は巨大磁気抵抗型ヘッド(GMRヘッド)対応の磁性層としては、Co系合金に、Y、Si、希土類元素、Hf、Ge、Sn、Znから選択される不純物元素、又はこれらの不純物元素の酸化物を含有させたものなども含まれる。

【0036】

また、磁性層としては、上記の他、フェライト系、鉄-希土類系や、SiO₂、BNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、FeCo、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニューラーなどであっても良い。また、磁性層は、面内型、垂直型のいずれの記録形式であっても良い。

10

【0037】

磁気記録媒体における保護層は特に制限されない。保護層としては、例えば、Cr膜、Cr合金膜、カーボン膜、ジルコニア膜、シリカ膜等が挙げられる。これらの保護膜は、下地層、磁性層等とともにインライン型スパッタ装置で連続して形成できる。また、これらの保護膜は、単層としても良く、あるいは、同一又は異種の膜からなる多層構成としても良い。

【0038】

上述の手段では、上記保護層上に、あるいは上記保護層に替えて、他の保護層を形成しても良い。例えば、上記保護層に替えて、Cr膜の上にテトラアルコキシシランをアルコール系の溶媒で希釈した中に、コロイダルシリカ微粒子を分散して塗布し、さらに焼成して酸化ケイ素(SiO₂)膜を形成しても良い。

20

【0039】

磁気記録媒体における潤滑層は特に制限されない。潤滑層は、例えば、液体潤滑剤であるパーフロロポリエーテルをフレオン系などの溶媒で希釈し、媒体表面にディップ法、スピンコート法、スプレー法によって塗布し、必要に応じ加熱処理を行って形成する。

【0040】

【発明の実施の形態】

以下、実施例にかかる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法及び情報記録媒体用ガラス基板並びに情報記録媒体の製造方法及び情報記録媒体を詳細に説明する。

(実施例1)

30

この実施例1にかかる情報記録媒体の製造方法は、(1)荒ざり工程、(2)端面鏡面研磨加工工程、(3)砂掛け(ラッピング)工程、(4)第一研磨工程、(5)第二研磨工程、(6)水研磨工程、(7)化学強化工程、(8)磁気ディスク製造工程、を有する。以下、これらの工程を詳細に説明する。

【0041】

(1)荒ざり工程

まず、ダウンドロー法で形成したシートガラスから、研削砥石で直径約100mm、厚さ3mmの円盤状に切り出したアルミノシリケートガラスからなるガラス基板を、比較的粗いダイヤモンド砥石で研削加工して、直径約100mm、厚さ1.5mmに成形した。この場合、ダウンドロー法の代わりに、熔融ガラスを、上型、下型、胴型を用いてダイレクトプレスして、円盤状のガラス体を得ても良い。また、フロート法で形成しても良い。

40

【0042】

なお、アルミノシリケートガラスとしては、SiO₂:58~75重量%、Al₂O₃:5~23重量%、Li₂O:3~10重量%、Na₂O:4~13重量%を主成分として含有する化学強化用ガラス(ただし、P₂O₅のようなリンの酸化物を含まないアルミノシリケートガラス)を使用した。

【0043】

次いで、上記砥石よりも粒度の細かいダイヤモンド砥石で上記ガラス基板の両面を片面ずつ研削加工した。このときの荷重は100kg程度とした。これにより、ガラス基板両面

50

の表面粗さを R_{max} (J I S B 0 6 0 1 で測定) で $10 \mu m$ 程度に仕上げた。

【 0 0 4 4 】

次に、円筒状の砥石を用いてガラス基板の中央部分に直径 $25 mm$ の孔を開けるとともに、外周端面も研削して直径を $95 mm$ とした後、外周端面及び内周面に所定の面取り加工を施した。このときのガラス基板端面の表面粗さは、 R_{max} で $4 \mu m$ 程度であった。

【 0 0 4 5 】

(2) 端面鏡面加工工程

次いで、ブラシ研磨により、ガラス基板を回転させながらガラス基板の端面の表面粗さを、 R_{max} で $1 \mu m$ 、 R_a で $0.3 \mu m$ 程度に研磨した。上記端面鏡面加工を終えたガラス基板の表面を水洗浄した。

10

【 0 0 4 6 】

(3) 砂掛け (ラッピング) 工程

次に、ガラス基板に砂掛け加工を施した。この砂掛け工程は、寸法精度及び形状精度の向上を目的としている。砂掛け加工は、ラッピング装置を用いて行い、砥粒の粒度を # 400、# 1000 と替えて2回行った。詳しくは、はじめに、粒度 # 400 のアルミナ砥粒を用い、荷重 L を $100 kg$ 程度に設定して、内転ギアと外転ギアを回転させることによって、キャリア内に収納したガラス基板の両面を面精度 $0 \sim 1 \mu m$ 、表面粗さ (R_{max}) $6 \mu m$ 程度にラッピングした。

【 0 0 4 7 】

20

次いで、アルミナ砥粒の粒度を # 1000 に替えてラッピングを行い、表面粗さ (R_{max}) $2 \mu m$ 程度とした。上記砂掛け加工を終えたガラス基板を、中性洗剤、水の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。

【 0 0 4 8 】

(4) 第一研磨工程

次に、第一研磨工程を施した。この第一研磨工程は、上述した砂掛け工程で残留した傷や歪みの除去を目的とするもので、研磨装置を用いて行った。詳しくは、ポリシャ (研磨粉) として硬質ポリシャ (セリウムパッド M H C 1 5 : ローデルニッタ社製) を用い、以下の研磨条件で第一研磨工程を実施した。

【 0 0 4 9 】

30

研磨液 : 酸化セリウム (粒径 $1.3 \mu m$) (遊離砥粒) + 水

荷重 : $300 g / cm^2$ ($L = 238 kg$)

研磨時間 : 15 分

除去量 : $30 \mu m$

下定盤回転数 : $40 rpm$

上定盤回転数 : $35 rpm$

内ギア回転数 : $14 rpm$

外ギア回転数 : $29 rpm$

【 0 0 5 0 】

上記第一研磨工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、純水、純水、IPA (イソプロピルアルコール)、IPA (蒸気乾燥) の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。

40

【 0 0 5 1 】

(5) 第二研磨工程

次に、第一研磨工程で使用した研磨装置を用い、ポリシャを硬質ポリシャから軟質ポリシャ (ポリテックス : スピードファム社製) に替えて、第二研磨工程を実施した。この第二研磨工程は、上述した第一研磨工程で得られた平坦な表面を維持しつつ、例えば表面粗さ R_a が $1.0 \sim 0.3 nm$ 程度以下の粗さの低減を目的とするものである。研磨条件は、研磨液を酸化セリウム (粒径 $1.0 \mu m$ 、弗素含有量 : 6.3 重量 %、リン含有量 : 0.2 重量 %) + 水とし、荷重を $100 g / cm^2$ 、研磨時間を 5 分、除去量を $5 \mu m$ としたこと以外は、第一研磨工程と同様とした。

50

【 0 0 5 2 】

(6) 水研磨工程

次に、研磨液の供給から水に切り替えて2分間水研磨を行った。尚、使用する研磨パッドは、第二研磨工程と同じパッドを使用し、荷重は 30 g/cm^2 とした。

【 0 0 5 3 】

(7) 硫酸洗浄

次に、このガラス基板を温度 70°C の硫酸(20重量%)で洗浄した。硫酸洗浄の方法は、洗浄槽に収容された硫酸に複数枚保持されたガラス基板を浸漬して(約3分)行った。このように、次工程の化学強化の前に研磨残りを確実に除去することにより、膜下欠陥を防止できる。特にこの硫酸洗浄を化学強化前に行うことは重要である。つまり、酸化セリウム研磨による研磨残りがガラス基板上に付着した状態で化学強化を行うと、化学強化処理液に化学強化に不必要な異物が混入されることになり、化学強化の際にガラス基板に異物が付着することにより膜下欠陥となる。このような膜下欠陥の発生を上述の硫酸洗浄で防止できる。

10

【 0 0 5 4 】

上記硫酸による洗浄を終えたガラス基板を洗浄する。この洗浄工程は精密洗浄を意味し、ガラス基板に付着した有機成分からなる汚れや、パーティクルなどを除去することを目的とするものである。この洗浄工程からケースへの梱包に至るプロセスは、クリーンブースによって供給された清浄な空気的环境下で実施した。まず、最初の洗浄はガラス基板を、中性洗剤、中性洗剤、純水、純水、IPA(イソプロピルアルコール)、IPA(蒸気乾燥)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。

20

【 0 0 5 5 】

(7) 化学強化工程

次に、洗浄工程を終えたガラス基板に化学強化を施した。化学強化は、化学強化処理液を化学強化処理槽に入れ、保持部材で保持したガラス基板を化学強化処理液に浸漬して行う。なお、ガラス基板の保持部材は、ガラス基板の配列方向に等間隔でV溝を複数個形成した3本の支柱を、その両端面で連結部材で連結して形成されている。複数のガラス基板は、各ガラス基板が3本の支柱の同一平面内にあるV溝によって3点支持されて保持され、支柱の延在する方向に複数枚配列されている。

【 0 0 5 6 】

本実施例の保持部材の各支柱と連結部材は化学強化の際必要となる高温域での耐食性に優れたオーステナイト系ステンレス合金であるSUS316で構成している。また、化学強化処理槽は、オーステナイト系ステンレス合金のSUS304で構成している。化学強化処理槽と保持手段の材料は、同種でも異種でも良い。他のステンレス合金としては、例えば、SUS316Lなどが好適である。また、本実施例の化学強化処理液は、フィルターを通して循環しているので、化学強化処理液が清浄に保たれている。

30

【 0 0 5 7 】

化学強化の具体的方法は、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°C に加熱し、 300°C に予熱された洗浄済みのガラス基板を約3時間浸漬して行った。この浸漬の際に、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保持部材で保持して行った。

40

【 0 0 5 8 】

このように、化学強化溶液に浸漬処理することによって、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンは、化学強化溶液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれ置換されガラス基板は強化される。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約 $100\sim 200\mu\text{m}$ であった。

【 0 0 5 9 】

上記化学強化を終えたガラス基板を、 20°C の水槽に浸漬して急冷し約10分間維持した。これにより、微小クラックが入った不良品を除去できる。さらに化学強化を終えたガラ

50

ス基板を、硫酸洗浄、中性洗剤、純水、IPA、IPA（蒸気乾燥）の洗浄・乾燥工程を行った。尚、これらの洗浄工程は、超音波を印加した超音波洗浄である。

【0060】

上記の工程を経て得られたガラス基板の主表面の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）で測定したところ、 R_{max} で6.5～9.3nm、 R_a で0.6～0.9nmであった。さらに、ガラス表面を精密検査したところ凹部の欠陥は観察されなかった（100枚観察して凹部欠陥が観察されたものが0枚）。

【0061】

（8）磁気ディスク製造工程

上述した工程を経て得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、インライン型スパッタリング装置を用いて、NiAlのシード層、CrMo下地層、CoCrPtTa磁性層、水素化カーボン保護層を順次成膜し、ディップ法によりパーフルオロポリエーテル潤滑層を成膜して磁気ディスクを得た。

【0062】

得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒット（ヘッドが磁気ディスク表面の突起にかさること）やクラッシュ（ヘッドが磁気ディスク表面の突起に衝突すること）は認められなかった。（100枚中100枚OK）また、記録再生試験において、再生時の信号が読み取れなくなるというエラーも生じなかった（100枚中100枚OK）。

【0063】

（実施例2～3）

また、上述の実施例における水研磨の代わりにスクラブ洗浄（条件：界面活性剤を用い、ローラー使用の枚葉式洗浄機にて洗浄）（実施例2）、テープ式テクスチャー装置を用いてテープ研磨（条件：ナイロン系テープを使用し、ダイヤモンド砥粒を供給しながら、回転した基板基板にテープを押し付ける枚葉式テープ式テクスチャー装置にて研磨（実施例3））を実施した他は、実施例と同様にして、ガラス基板を作製した。

【0064】

得られたガラス基板の主表面の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）で測定したところ、上記実施例2では、 R_{max} で6.6～8.9nm、 R_a で0.6～0.9nmであり、実施例3では、 R_{max} で6.4～9.2nm、 R_a で0.6～0.8nmであった。また、ガラス基板表面を精密検査したところ、凹部の欠陥は観察されなかった（100枚観察して凹部欠陥が観察されたものが0枚）。

【0065】

得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒット（ヘッドが磁気ディスク表面の突起にかさること）やクラッシュ（ヘッドが磁気ディスク表面の突起に衝突すること）は認められなかった。（100枚中100枚OK）また、記録再生試験において、再生時の信号が読み取れなくなるというエラーも生じなかった（100枚中100枚OK）。

【0066】

（実施例4、5）

さらに、上記実施例の第二研磨工程で使用した酸化セリウム研磨砥粒を、高純度酸化セリウム（弗素含有量＝0重量％）に変えたほかは、実施例2（スクラブ洗浄）と同様にして、ガラス基板を作製した（実施例4）。また、第二研磨工程で使用する研磨砥粒を高純度酸化セリウム（弗素含有量：0重量％）とし、強酸（硫酸）洗浄前にスクラブ洗浄を行わなかったこと以外は同様にしてガラス基板を作製した（実施例5）。

【0067】

得られたガラス基板の主表面の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）で測定したところ、研磨速度が若干低下したものの実施例4、5ともに、 R_{max} で5.3～7.5nm、 R_a で0.5～0.8nmであり、実施例2で得られたガラス基板の表面粗さよりも小さい結果となった。また、ガラス基板表面を精密検査したところ、凹部の欠陥は観察されな

10

20

30

40

50

った(100枚観察して凹部欠陥が観察されたものが0枚)。なお、実施例5に比べ、実施例4のように、強酸処理前にガラス基板の研磨剤の付着を強制的に除去する工程を入れた場合のほうが、洗浄性(洗浄時間や洗浄能力)が向上し、研磨剤残りも確実に防止することができる。

【0068】

得られた磁気ディスクについてガイドテストを実施したところ、ヒット(ヘッドが磁気ディスク表面の突起にかさること)やクラッシュ(ヘッドが磁気ディスク表面の突起に衝突すること)は認められなかった(100枚中100枚OK)。また、記録再生試験において、再生時の信号が読み取れなくなるというエラーも生じなかった(100枚中100枚OK)。

10

【0069】

(比較例1)

次に比較のために、硫酸洗浄前に水研磨を行わなかったこと、硫酸の洗浄条件を95、96重量%の濃硫酸を使用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。得られたガラス基板の主表面の表面粗さを原子間力顕微鏡(AFM)で測定したところ、Rmaxで8.1~11.3nm、Raで0.6~0.9nmであった。また、ガラス基板表面を精密検査したところ、大きさが、数μm~数mm程度で、深さ6~10nm程度の凹部の欠陥が観察された(100枚中37枚)。

【0070】

次に、実施例1と同様の膜構成を有する磁気ディスクを作製し、ガイドテスト及び記録再生試験を実施したところ、ヘッドの浮上不安定と思われるクラッシュが100枚中17枚、再生時の信号が読み取れなくなるというエラーが、100枚中19枚確認された。

20

【0071】

(実施例6)

実施例1で使用したアルミノシリケートガラスの代わりに、結晶化ガラスを用いたこと以外は実施例1と同様にして、ガラス基板及び磁気ディスクを作製した。なお、本実施例で使用した結晶化ガラスは、SiO₂:65~83重量%、Li₂O:8~13重量%、Al₂O₃:0~7重量%、K₂O:0~7重量%、MgO:0.5~3.5重量%、ZnO:0~5重量%、P₂O₅:1~4重量%、PbO:0~5重量%の組成範囲のものを使用した。その結果、ガラス基板において実施例1と同様の表面粗さが得られ、ヘッドクラッシュを引き起こす、又は記録再生エラーを引き起こす凹部は観察されなかった。また、磁気ディスクについてのガイドテスト及び磁気抵抗型ヘッドによる再生試験においても、ヘッドクラッシュや、再生時のエラーは認められなかった。

30

【0072】

(比較例2)

次に、比較のために実施例6で用いた結晶化ガラスを用い、硫酸洗浄前に水研磨を行わなかったことと、硫酸の洗浄条件を95、96重量%の濃硫酸を使用したこと以外は実施例6と同様にしてガラス基板及び磁気ディスクを作製した。その結果、研磨剤に含まれる弗素やリンと硫酸との反応による凹部の欠陥が観察され、ガイドテスト、記録再生試験でもクラッシュや再生時のエラーが確認された。

40

【0073】

【発明の効果】

以上説明したように本発明は、ガラス基板の主表面を研磨砥粒を用いて研磨した後、強酸処理を行う工程を有する磁気ディスク用ガラス基板の製造方法であって、前記研磨砥粒として、前記強酸処理の際に用いる処理液成分と反応して、前記ガラス基板表面を浸蝕する成分を生成する原因物質の含有量が所定量以下であるものを用いることを特徴とするもので、これにより、強酸処理で研磨のこりを完全に除去すると同時に、強酸処理による表面粗れの発生を防止して欠陥のない高い平滑性を有する磁気ディスク用ガラス基板を製造可能な磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法を提供することを可能にしているものである。

50

フロントページの続き

審査官 橋 均憲

- (56)参考文献 特開2000-140778(JP,A)
特開平10-228643(JP,A)
特開平11-209745(JP,A)
特開平11-339260(JP,A)
特開2000-053450(JP,A)
特開平05-081670(JP,A)
特開昭50-036400(JP,A)
特開平06-330025(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

G11B 5/84
C03C 19/00
C03C 23/00