# 明　細　書

## 発明の名称 ： 磁気ディスク用ガラス基板の製造方法

## 技術分野

[0001] 本発明は、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法に関する。

## 背景技術

[0002] 情報化技術の高度化に伴い、情報記録技術、特に磁気記録技術は著しく進歩している。磁気記録媒体の一つであるＨＤＤ（ハードディスクドライブ）等に用いられる磁気ディスクにおいては、急速な小型化、薄板化、及び記録密度の増加とアクセス速度の高速化が続けられている。ＨＤＤでは、円盤状の基板の上に磁性層を備えた磁気ディスクを高速回転し、この磁気ディスク上に磁気ヘッドを浮上飛行させながら記録と再生を行う。

[0003] アクセス速度の高速化に伴って磁気ディスクの回転速度も速くなるため、磁気ディスクには、より高い基板強度が求められる。また記録密度の増加に伴い、磁気ヘッドも薄膜ヘッドから、磁気抵抗型ヘッド（ＭＲヘッド）、大型磁気抵抗型ヘッド（ＧＭＲヘッド）へと推移しており、磁気ヘッドの磁気ディスクからの浮上量が８ｎｍ程度にまで狭くなってきている。このため磁気ディスク面上に凹凸形状があると、磁気ヘッドが衝突するクラッシュ障害や、空気の断熱圧縮または接触により加熱して読み出しエラーを生じるサーマルアスペリティ障害を生じる場合がある。このような磁気ヘッドに生じる障害を抑制するには、磁気ディスクの主表面を極めて平滑な面として仕上げておくことが重要となる。

[0004] そこで現在では、磁気ディスク用の基板として、従来のアルミニウム基板に代えて、ガラス基板が用いられるようになってきている。軟質材料である金属からなるアルミニウム基板に比べて、硬質材料であるガラスからなるガラス基板は、基板表面の平坦性、基板強度、および剛性に優れているためである。これらの磁気ディスクに用いられるガラス基板は、その主表面に研削加工や研磨加工等を施すことにより製造されている。ガラス基板の研削加工

や研磨加工としては、遊星歯車機構を有する両面研磨装置を用いて行う方法がある。遊星歯車機構においては、研磨パッド（研磨布）が貼付された上下定盤にガラス基板を挟み、砥粒（スラリー）を混濁させた研磨液を研磨パッドとガラス基板との間に供給すると共に、当該ガラス基板を上下定盤に対して相対的に移動することにより、ガラス基板の主表面が所定の平滑面に仕上げられる（例えば、特許文献１参照）。

[0005] また、研削加工や研磨加工等を用いて表面が平滑化された磁気ディスク用ガラス基板に、数ｎｍレベルの薄膜（磁性層）を形成して記録・再生トラックの形成等が行われる。そのため、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程においては、研削加工や研磨加工等による平滑化と同時に、ガラス基板表面の僅かな汚染も除去し当該基板表面を清浄に保つことが重要な課題となっている。

[0006] また、ガラス基板は、脆性材料であるという側面も有している。そこで、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程において、加熱した化学強化液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンを化学強化液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれイオン交換することにより、ガラス基板の表層に圧縮応力層を形成して強化すること（ガラス強化工程）が行われている。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0007] 特許文献1：特開２００９－２１４２１９号公報

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0008] ところで、磁気ディスク用ガラス基板の製造工程においては、特許文献１に示すように研削装置、研磨装置にステンレス製の部材が用いられる場合がある。また、化学強化工程においてもステンレス製の材料が用いられる場合がある。つまり、ステンレス製の装置を用いる工程を行う場合には、これら

の装置からステンレスに起因する金属系汚染物質（特に、鉄系汚染物質）が発生してガラス基板に付着するおそれがある。

[0009] ガラス基板に影響を及ぼす汚染の中でも特に金属系の微粒子が付着した汚染は、磁性層の成膜後の表面に凹凸が生じてしまい、製品の記録・再生等の電気的特性や歩留まりを低下させる原因となるため、磁気記録ディスク用ガラス基板の製造工程において除去する必要がある。特に、記録密度の向上に伴い益々磁気ヘッドの磁気ディスクからの浮上量が小さくなることを考慮すると、装置の材質に起因した汚染物についても考慮する必要が生じる。

[0010] しかしながら、ステンレス由来の金属系汚染物質は腐食され難く、洗浄工程で一般的に用いられる酸性水溶液やアルカリ性水溶液等の洗浄液では除去することが難しく、これらの金属系汚染物質を除去するには、強力な反応性を有する酸性溶液（例えば、王水）等を使用する必要がある。

[0011] 一方で、強力な反応性を有する酸性溶液を洗浄液として用いた場合には、ガラス基板の表面も影響を受け、表面粗さが大きくなるという問題がある。そのため、ガラス基板表面の平滑性や清浄度をより一層向上させるためには、ガラス基板に強固に付着した金属系汚染物質を効果的に除去でき且つガラス基板に影響を与えない洗浄液を用いた洗浄処理が求められる。

[0012] また、近年、記録密度をより一層向上させるために、ヘッドにＤＦＨ(Dynamic Flying Height)技術を搭載するＨＤＤが開発されている。この技術によってヘッド素子部を従来以上に媒体表面に近づけて磁気的スペーシングを低減することが可能となるが、他方、ＤＦＨヘッドを用いる場合には、磁気ディスクの主表面を従来以上に平滑かつ異物等の欠陥が少なく清浄とすることが必要であることがわかってきた。ＤＦＨヘッドでは、ヘッド本体の浮上量を下げて磁気ディスク表面に近づけるのではなく、ヘッド素子部周辺のみを突き出して媒体表面に近づけるため、僅かな表面凹凸の乱れや異物との接触でもヘッド素子部が影響を受けてしまうためと考えられる。例えば、２．５インチの磁気ディスク一枚あたり５００ＧＢ以上の記録密度を達成するためには、突き出したヘッド素子部と磁気ディスクとの間隔を１ｎｍ以下とす

ることが求められる。

[0013] 本発明は上記問題に鑑みてなされたものであり、磁気ディスク用ガラス基板において、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することを目的の一とする。

## 課題を解決するための手段

[0014] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板の洗浄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、洗浄工程は、濃度が０．０５重量%以上２重量%以下のグルコン酸塩が添加されたｐＨ９以上１１以下のアルカリ水溶液にガラス基板を接触させる処理を有することを特徴とする。

[0015] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、グルコン酸塩は、グルコン酸ナトリウム又はグルコン酸カリウムであることが好ましい。

[0016] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、アルカリ水溶液は、水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムであることが好ましい。

[0017] 本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、アルカリ水溶液とガラス基板を接触させることにより、ガラス基板上の鉄系金属汚染物を除去する。

## 発明の効果

[0018] 本発明の一態様によれば、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することができる。

## 図面の簡単な説明

[0019] [図1]グルコン酸イオンが鉄系金属に対して錯体を形成する場合の模式図を示す図である。

## 発明を実施するための形態

[0020] 以下に、本発明の実施の形態を図、実施例等を使用して説明する。なお、これらの図、実施例等および説明は本発明を例示するものであり、本発明の

範囲を制限するものではない。本発明の趣旨に合致する限り他の実施の形態も本発明の範疇に属し得ることは言うまでもない。

[0021] ガラス基板のより一層の平滑化及び清浄度の向上を図るべく本発明者が研究を行ったところ、磁気ディスク用ガラス基板の製造装置の材質に起因して生じる金属系汚染物質（例えば、鉄系汚染物質）がガラス基板に付着し、通常の洗浄処理では十分に除去できないという問題に直面した。そこで、ガラス基板の表面粗さを大きくすることなく、ステンレスに起因する金属系汚染物質を除去する方法について鋭意研究した結果、より低アルカリ性の条件下で優れた錯体形成能力をもつ添加剤をアルカリ溶液に添加することにより、ガラス基板の表面に影響を与えずに金属系汚染物質を効果的に除去できる方法を見出した。具体的には、アルカリ性溶液にグルコン酸塩を添加することにより、金属系汚染物質を効果的に溶解させると共に、安定な錯体を生成することにより溶解した金属系汚染物質のガラス基板への再付着を抑制できることを発見した。以下に、本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法の具体例について説明する。

[0022] 本実施の形態で示す磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板表面の表面粗さを大きくすることのない範囲内でアルカリ性とされ且つグルコン酸塩が添加された水溶液に、ガラス基板を接触させる処理を有する洗浄処理工程を行うことを特徴の一とする。これにより、ガラス基板に付着した金属系汚染物質に含まれる金属とグルコン酸イオンとの錯体を生成させて、金属系汚染物質を除去することができる。なお、表面粗さは原子間力顕微鏡で測定することができる。

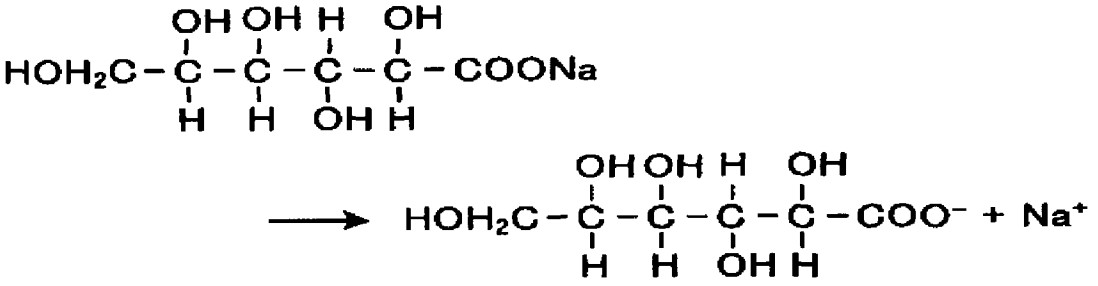
[0023] より具体的には、本実施の形態で示す磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、濃度が０．０５重量%以上２重量%以下のグルコン酸塩が添加されたｐＨ９以上１１以下のアルカリ水溶液にガラス基板を接触させる処理を有する洗浄工程を行うことを特徴とする。

[0024] グルコン酸塩としては、グルコン酸ナトリウム、グルコン酸カリウム等を用いることができる。アルカリ性洗剤又はアルカリ性溶液にグルコン酸ナト

リウムを添加することで、洗剤又は溶液の洗浄能力を向上させることができる。特に、ガラス基板表面に付着した金属汚染物に対しては、金属汚染物を溶解した後に、除去した金属の錯体化により金属汚染物がガラス基板へ再付着することを抑制することができる。

[0025] グルコン酸ナトリウムは、水中で以下のように解離し、グルコン酸基（グルコン酸イオン）を水中に多量に安定して供給することができる。そのため、ガラス基板上の微小な汚染に対しては、微量のグルコン酸ナトリウムの添加でも十分な洗浄能力が期待できる。さらに、グルコン酸ナトリムの添加量が微量であれば、ガラス基板の表面の粗さが大きくなることも抑制することができる。

[0026] [化1]



[0027] なお、グルコン酸ナトリウムを添加するアルカリ性溶液（アルカリ性洗剤）としては、水酸化カリウム（ＫＯＨ）や水酸化ナトリウム（ＮａＯＨ）を適用することができる。また、洗浄液となるアルカリ水溶液のｐＨが９以上１１以下となるように調整する。ｐＨが９未満であると、ガラス基板表面の金属汚染物を充分に除去できず、ｐＨが１１を超えると、ガラス基板表面の粗さを大きくする。

[0028] また、洗浄液中のグルコン酸ナトリウムの濃度は、０．０５重量%以上２重量%以下とすることが好ましい。濃度が０．０５重量%未満であると、ガラス基板表面の金属汚染物を充分に除去できず、２重量%を超えてもそれ以上の効果が得られない。

[0029] 以下に、ガラス基板に付着した鉄系汚染物質を除去するメカニズムについて説明する。

[0030] 上述した化１によって生成したグルコン酸イオンが鉄系金属に対して錯体を形成する。本発明のようなアルカリ溶液中では、グルコン酸ナトリウムは金属との間に優れた錯体形成能力を持つため、一旦溶液中に溶解した鉄系金属を安定なグルコン酸錯体として捕捉することができる。また、他の要因で水中に既に存在している鉄系金属イオンに対しても安定な錯体を形成する。これによって、ガラス基板への再付着を抑制し、汚染を防止することが可能になる（図１参照）。

[0031] 以下に、磁気ディスク用基板の製造工程の各工程について説明する。なお、各工程の順序は適宜入れ替えてもよい。

（１）素材加工工程及び第１ラッピング工程

まず、素材加工工程においては、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。これらの方法うち、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。

[0032] 第１ラッピング工程においては、ディスク状のガラスの両主表面をラッピング加工し、主にガラス基板の平坦度、板厚を調整する。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うことができる。具体的には、ディスク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ディスク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う。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を得ることができる。

[0033] （２）形状加工工程（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））

コアリング工程においては、例えば、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する。

チャンファリング工程においては、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す。

[0034] （３）第２ラッピング工程

第２ラッピング工程においては、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う。この第２ラッピング工程を行うことにより、例えば前工程である形状加工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。

[0035] （４）端面研磨工程

端面研磨工程においては、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、鏡面研磨を行う。このとき、研磨砥粒としては、例えば、酸化セリウム砥粒を含むスラリー（遊離砥粒）を用いることができる。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、また、サーマルアスペリティ等の発生原因となるパーティクルの発生およびその端面部分への付着を抑制しうる鏡面状態になる。

[0036] （５）主表面研磨工程（第１研磨工程）

主表面研磨工程として、まず第１研磨工程を施す。第１研磨工程は、前述のラッピング工程で両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工程である。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、両主表面の研磨を行う。研磨剤としては、酸化セリウム砥粒を用いることができる。第１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。

[0037] （６）化学強化工程

化学強化工程においては、前述のラッピング工程及び研磨工程を終えたガラス基板に化学強化を施す。化学強化に用いる化学強化液としては、例えば、硝酸カリウム（６０％）と硝酸ナトリウム（４０％）の混合溶液などを用いることができる。化学強化においては、化学強化液を３００℃～４００℃

に加熱し、洗浄済みのガラス基板を２００℃～３００℃に予熱し、化学強化溶液中に３時間～４時間浸漬することによって行う。この浸漬の際には、ガラス基板の両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うことが好ましい。

[0038] 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、化学強化溶液中の相対的にイオン半径の大きな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。化学強化されたガラス基板は、硫酸で洗浄した後に、純水、ＩＰＡ等で洗浄する。

[0039] （７）主表面研磨工程（最終研磨工程）

次に、最終研磨工程として、第２研磨工程を施す。第２研磨工程は、両主表面を鏡面状に仕上げることを目的とする工程である。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、両主表面の鏡面研磨を行う。スラリーとしては、第１研磨工程で用いた酸化セリウム砥粒よりも微細な酸化セリウム砥粒やコロイダルシリカなどを用いることがきる。

[0040] （８）洗浄工程

最終研磨工程後にガラス基板に洗浄工程を施す。洗浄工程は、化学強化工程及び最終研磨工程によりにガラス基板の表面に付着したパーティクルを除去することを目的とする工程である。

[0041] 洗浄工程としては、少なくとも濃度が０．０５重量%以上２重量%以下のグルコン酸塩が添加されたｐＨ９以上１１以下のアルカリ水溶液にガラス基板を接触させる洗浄処理を行う。具体的には、洗浄液として、水酸化ナトリウムにグルコン酸ナトリウムを添加したアルカリ水溶液にガラス基板を浸漬させる。アルカリ水溶液のｐＨは９以上１１以下となるように調整する。この洗浄処理により、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基板表面に付着した装置の材質（ステンレス）に起因する鉄系汚染物質を効果的に除去することができる。また、化学強化工程により、鉄系汚染物質がガ

ラス基板に強固に付着している場合であっても、上記洗浄処理を行うことにより、効果的に鉄系汚染物質を除去することができる。特に、化学強化工程に用いる装置がステンレス製の材質を含んでいる場合には、上記洗浄処理が有効となる。

[0042] なお、洗浄工程としては、上記の処理の他に他の洗浄処理を組み合わせて行ってもよい。例えば、酸洗浄を組み合わせることにより、酸およびアルカリのいずれかでは溶解し切れない金属系汚染物質を、より確実に除去できるという効果を奏する。

[0043] また、ここでは、アルカリ水溶液にグルコン酸塩が添加された洗浄液を用いる洗浄工程を最終研磨工程後に行う構成を示したが、最終研磨工程前や最終研磨工程前と後の双方に行ってもよい。例えば、第１ラッピング工程及び／又は第２ラッピング工程の後に、アルカリ水溶液にグルコン酸塩が添加された洗浄液を用いた洗浄処理を行うことができる。

[0044] ＜磁気ディスク製造工程（記録層等形成工程）＞

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主表面に、例えば、付着層、軟磁性層、非磁性下地層、垂直磁気記録層、保護層、及び潤滑層を順次成膜することにより、垂直磁気記録ディスクを製造することができる。付着層を構成する材料としては、Ｃｒ合金などを挙げることができる。軟磁性層を構成する材料としては、ＣｏＴａＺｒ基合金などを挙げることができる。非磁性下地層としては、グラニュラー非磁性層などを挙げることができる。垂直磁気記録層としては、グラニュラー磁性層などを挙げることができる。保護層を構成する材料としては、水素化カーボンなどを挙げることができる。潤滑層を構成する材料としては、フッ素樹脂などを挙げることができる。例えば、これらの記録層等は、より具体的には、インライン型スパッタリング装置を用いて、ガラス基板の上に、ＣｒＴｉの付着層、ＣｏＴａＺｒ／Ｒｕ／ＣｏＴａＺｒの軟磁性層、ＣｏＣｒＳｉＯ２の非磁性グラニュラー下地層、ＣｏＣｒＰｔ－ＳｉＯ２・ＴｉＯ２のグラニュラー磁性層、水素化カーボン保護膜を順次成膜し、さらに、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することができる。なお、ＣｏＣｒＳｉＯ２の非磁性グラニュラー下地層の替わりにRuの下地層を用いてもよい。また、軟磁性層と下地層の間にＮｉＷのシード層を追加してもよい。また、グラニュラー磁性層と保護層の間にＣｏＣｒＰｔＢの磁性層を追加してもよい。

[0045] 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。

[0046] （実施例、比較例）

（１）素材加工工程

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、ＳｉＯ２：５８重量%～７５重量%、Ａｌ２Ｏ３：５重量%～２３重量%、Ｌｉ２Ｏ：３重量%～１０重量%、Ｎａ２Ｏ：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。なお、Ｌｉ２Ｏは０重量%より大きく７重量%以下であってもよい。

[0047] （２）第１研削（ラッピング）工程

次に、ディスク状のガラス基板の両主表面をラッピング加工した。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、ガラス基板の両面に上下から定盤を押圧させ、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基板を得た。

[0048] （３）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）。

[0049] （４）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。

[0050] （５）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。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。

[0051] （６）主表面研磨工程（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。

[0052] 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。

[0053] （７）化学強化工程

次に、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り行った。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。

[0054] 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た。

[0055] （８）主表面研磨工程（最終研磨工程）

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、ガラス基板に形成された圧縮応力層に対して所定の膜厚だけ減じるように研磨加工を行い、当該ガラス基板の両主表面を鏡面状に仕上げることを目的とする。本実施例では、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５ｎｍ～８０ｎｍ）を使用した。

[0056] （９）洗浄工程

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に上記最終研磨工程を行った後に、複数の金属（Ｆｅ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｚｎ）の酸化物を分散、一部溶解した水溶液に浸漬し擬似汚染基板を作製した。この擬似汚染基板を表１に示す各条件のアルカリ水溶液にグルコン酸塩が添加された洗浄液に浸漬させて洗浄処理を行った。擬似汚染基板の異物の初期カウントは平均して約１０，０００となった。洗浄を終えたガラス基板を、さらに純水、ＩＰＡの各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。

[0057] （欠陥評価）

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、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２５ｍＷのレーザ波長４０５ｎｍ、レーザスポット径５μｍとし、ガラス基板の中心から１５ｍｍ～３１．５ｍｍの間の領域を測定した。１．０μｍ未満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（２４ｃｍ２当たり）を表１に示す。なお、欠陥の個数は、洗浄工程前にガラス基板の表面における欠陥を基準として、洗浄工程後に同じ位置に残存している欠陥の個数をカウントすることにより測定した。なお、本実施例における欠陥とは、ガラス基板表面に

付着している金属系汚染物質（より具体的には、微粒子）をいう。

[0058] （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１に示す。

[0059] [表1]

| | アルカリ水溶液 | グルコン酸塩の濃度（重量%） | pH | 欠陥個数（個） | 表面粗さRa（nm） |
|---|---|---|---|---|---|
| 実施例1 | NaOH | グルコン酸ナトリウム0.06 | 9.2 | 155 | 0.21 |
| 実施例2 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 9.2 | 143 | 0.20 |
| 実施例3 | KOH | グルコン酸ナトリウム1.9 | 9.2 | 167 | 0.20 |
| 比較例1 | KOH | 0 | 9.2 | 285 | 0.21 |
| 参考例1 | NaOH | グルコン酸ナトリウム2.2 | 9.2 | 170 | 0.20 |
| 実施例4 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 9.9 | 110 | 0.21 |
| 実施例5 | KOH | グルコン酸カリウム0.06 | 10.1 | 131 | 0.22 |
| 実施例6 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 10.1 | 108 | 0.22 |
| 実施例7 | KOH | グルコン酸カリウム1.9 | 10.1 | 130 | 0.22 |
| 比較例2 | NaOH | 0 | 10.1 | 225 | 0.22 |
| 参考例2 | NaOH | グルコン酸ナトリウム3.5 | 10.1 | 134 | 0.22 |
| 実施例8 | KOH | グルコン酸ナトリウム0.06 | 10.8 | 122 | 0.24 |
| 実施例9 | KOH | グルコン酸カリウム1.1 | 10.8 | 107 | 0.24 |
| 実施例10 | NaOH | グルコン酸カリウム1.9 | 10.8 | 110 | 0.24 |
| 比較例3 | NaOH | 0 | 10.8 | 204 | 0.25 |
| 参考例3 | KOH | グルコン酸カリウム2.6 | 10.8 | 125 | 0.24 |
| 比較例4 | KOH | グルコン酸ナトリウム0.06 | 8.8 | 330 | 0.20 |
| 比較例5 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 8.8 | 273 | 0.19 |
| 比較例6 | KOH | グルコン酸カリウム1.9 | 8.8 | 298 | 0.19 |
| 比較例7 | NaOH | 0 | 8.8 | 342 | 0.20 |
| 比較例8 | NaOH | グルコン酸ナトリウム2.2 | 8.8 | 306 | 0.19 |
| 比較例9 | NaOH | グルコン酸カリウム0.06 | 11.3 | 113 | 0.27 |
| 比較例10 | KOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 11.3 | 102 | 0.26 |
| 比較例11 | KOH | グルコン酸カリウム1.9 | 11.3 | 105 | 0.26 |
| 比較例12 | KOH | 0 | 11.3 | 186 | 0.27 |
| 比較例13 | NaOH | グルコン酸ナトリウム2.2 | 11.3 | 103 | 0.26 |

[0060] 表１より、ｐＨが１１を超える洗浄液を用いた場合（比較例９～１３）では、ガラス基板の欠陥個数を低減できたが、ガラス基板の表面粗さが大きくなることが確認された。また、ｐＨが９未満の洗浄液を用いた場合（比較例４～８）では、ガラス基板の粗さは大きくならなかったが、ガラス基板の欠陥個数が多く、ガラス基板に付着した異物を十分に除去できなかった。また、グルコン酸塩を適量添加させたｐＨ９～１１の洗浄液（実施例、参考例）を用いた場合には、ガラス基板表面の粗さを大きくすることなく、ガラス基

板表面に付着した金属系汚染物質を効果的に除去することができた。

[0061] （ＤＦＨタッチダウン試験）

次に、上記表１に示した実施例２、４、６、９、比較例５、１０の条件で、新たに疑似汚染を行わずに洗浄工程を行ったガラス基板を用いて磁気ディスクを作製し、クボタコンプス社製ＨＤＦテスター(Head/Disk Flyability Tester)を用いて、ＤＦＨヘッド素子部のタッチダウン試験を行った。この試験は、ＤＦＨ機構によって素子部を徐々に突き出していき、ＡＥセンサーによって磁気ディスク表面との接触を検知することによって、ヘッド素子部が磁気ディスク表面と接触するときの距離を評価するものである。ヘッドは３２０ＧＢ／Ｐ磁気ディスク（２．５インチサイズ）向けのＤＦＨヘッドを用いた。素子部の突き出しがない時の浮上量は１０ｎｍである。また、その他の条件は以下の通り設定した。

[0062] 磁気ディスク：２．５インチ（内径２０ｍｍ、外径６５ｍｍ、板厚０．８ｍｍ）のガラス基板を製造し、当該ガラス基板に記録層等を成膜。

評価半径：２２ｍｍ

磁気ディスクの回転数：５４００ＲＰＭ

温度：２５℃

湿度：６０％

[0063] また、ガラス基板に対する記録層の成膜は以下の通り行った。まず、真空引きを行った成膜装置を用い、ＤＣマグネトロンスパッタリング法にてＡｒ雰囲気中で、基板上に付着層／軟磁性層／前下地層／下地層／主記録層／補助記録層／保護層／潤滑層を順次成膜した。なお、断らない限り成膜時のＡｒガス圧は０．６Ｐａで行った。付着層としては、Ｃｒ－５０Ｔｉを１０ｎｍ成膜した。軟磁性層としては、０．７ｎｍのＲｕ層を挟んで、９２Ｃｏ－３Ｔａ－５Ｚｒをそれぞれ２０ｎｍ成膜した。前下地層としては、Ｎｉ－５Ｗを８ｎｍ成膜した。下地層としては、０．６ＰａでＲｕを１０ｎｍ成膜した上に５ＰａでＲｕを１０ｎｍ成膜した。主記録層としては、３Ｐａで９０（７２Ｃｏ－１０Ｃｒ－１８Ｐｔ）－５（ＳｉＯ２）－５（ＴｉＯ２）を１

５ｎｍ成膜した。補助記録層としては、６２Ｃｏ－１８Ｃｒ－１５Ｐｔ－５Ｂを６ｎｍ成膜した。保護層としては、ＣＶＤ法によりＣ２Ｈ４を用いて４ｎｍ成膜し、表層を窒化処理した。潤滑層としては、ディップコート法によりＰＦＰＥを用いて１ｎｍ形成した。

[0064] ＤＦＨタッチダウン試験の結果を表２に示す。なお、表２において、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離（ｘとする）に応じて以下の通り評価した。

◎：ｘ≦０．９ｎｍ

○：０．９ｎｍ＜ｘ≦１．０ｎｍ

△：１．０ｎｍ＜ｘ

[0065] [表2]

| | アルカリ水溶液 | グルコン酸塩の濃度（重量%） | pH | DFH突き出し試験 |
|---|---|---|---|---|
| 実施例11 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 9.2 | ◎ |
| 実施例12 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 9.9 | ◎ |
| 実施例13 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 10.1 | ○ |
| 実施例14 | KOH | グルコン酸カリウム1.1 | 10.8 | ○ |
| 比較例14 | NaOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 8.8 | △ |
| 比較例15 | KOH | グルコン酸ナトリウム1.1 | 11.3 | △ |

[0066] 表２より、実施例１１～１４では、ヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離を１．０ｎｍ以下と小さくできた。特に、実施例１１、１２ではヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離をさらに小さくできた。このため、洗浄液のｐＨを９以上１０未満とすることがより好ましいといえる。一方で、比較例１４、１５ではヘッド素子部と磁気ディスクが接触した距離が１．０ｎｍより大きく、１ｎｍ以下とすることができなった。

[0067] また、上記表１及び表２より、ガラス基板の表面粗さは０．２６ｎｍ未満とすることが好ましく、０．２４ｎｍとすることはさらに好ましく、０．２１ｎｍ以下とすることはよりいっそう好ましい。また、ガラス基板の欠陥個数は、２０４個未満とすることが好ましく、１７０以下とすることがより好ましい。

[0068] なお、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材料、サイズ、処理手順、検査方法などは一例であり、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。

[0069] 本出願は、２０１０年３月３１日出願の特願２０１０－０８２４５３に基づく。この内容はすべてここに含めておく。

# 請求の範囲

[請求項1] ガラス基板の洗浄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、

前記洗浄工程は、濃度が０．０５重量%以上２重量%以下のグルコン酸塩が添加されたｐＨ９以上１１以下のアルカリ水溶液にガラス基板を接触させる処理を有する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。

[請求項2] 前記グルコン酸塩は、グルコン酸ナトリウム又はグルコン酸カリウム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の製造方法。

[請求項3] 前記アルカリ水溶液は、水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムである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の製造方法。

[請求項4] 前記アルカリ水溶液と前記ガラス基板を接触させることにより、前記ガラス基板上の鉄系金属汚染物を除去することを特徴とする請求項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の製造方法。

[請求項5] ガラス基板の洗浄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、

前記洗浄工程は、ガラス基板表面の表面粗さを大きくすることのない範囲内でアルカリ性とされ且つグルコン酸塩が添加された水溶液と、前記ガラス基板とを接触させることにより、前記ガラス基板に付着した金属系汚染物質に含まれる金属とグルコン酸イオンとの錯体を生成させて、前記金属系汚染物質を除去する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。

[請求項6] 前記洗浄工程は、化学強化されたガラス基板を洗浄する工程であることを特徴とする請求項１または５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] 前記ガラス基板が、ステンレス製の材質を含む化学強化装置により化学強化されることを特徴とする請求項６に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。