

明 細 書

発明の名称：

研磨液、ガラス基板の製造方法、及び、磁気ディスクの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、酸化セリウムを遊離砥粒として含み、ガラス基板の表面を研磨する研磨処理に用いる研磨液、この研磨液を用いたガラス基板の製造方法、及び、磁気ディスクの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 今日、パーソナルコンピュータ、DVD (Digital Versatile Disc) 記録装置等には、データ記録のためにハードディスク装置(HDD: Hard Disk Drive)が内蔵されている。

ハードディスク装置では、基板に磁性層が設けられた磁気ディスクが用いられ、磁気ディスクの面上を僅かに浮上させた磁気ヘッドで磁性層に磁気記録情報が記録され、あるいは読み取られる。近年のハードディスク装置では、記憶容量を増大させるために、磁気記録の高密度化が図られる。この磁気密度の高密度化を可能にするために、磁気ディスクの基板として用いるガラス基板の主表面の表面凹凸は可能な限り小さくすることが求められている。また、これに伴って、端面の表面凹凸のわずかな隙間に付着した微粒子がガラス基板の主表面に飛散し移着することがないように、ガラス基板の内外周端面の表面凹凸も可能な限り小さくすることも求められている。

[0003] ところで、ガラス基板の研磨処理を行う場合、遊離砥粒として酸化セリウムを用いる場合がある。酸化セリウムは、例えば遊離砥粒として、ガラス基板の主表面の研磨の一処理で用いられ、また、ガラス基板の内外周端面の研磨処理で用いられる。

例えば、磁気ディスク用ガラス基板を製造する際に、ガラス素材の内外周端面を面取り加工した後、酸化セリウムを遊離砥粒として含む研磨液とブラシを用いて、ブラシ研磨により内外周端面の鏡面加工を行うことが行われる

(例えば、特許文献1)。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2012-20377号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] このような酸化セリウムは、研磨液中の遊離砥粒として使用されると、同じ研磨処理条件で研磨処理を行っても研磨レートが低下する場合が生じる。この場合、研磨レートの変化に応じて、研磨処理の条件を変更する必要がある。また、酸化セリウムを含有する研磨液を新しいものと交換する頻度も増やさなければならない、といった生産効率の問題がある。また、酸化セリウムは比較的高価であるため、交換頻度を増やすと生産コスト増加の要因にもなる。

[0006] そこで、本発明は、酸化セリウムを遊離砥粒として含む研磨液を用いてガラス基板の研磨処理を行う際に、研磨処理に繰り返し使用しても研磨レートの変化が小さく、長期間研磨処理に繰り返し用いることができる研磨液、この研磨液を用いた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目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の一態様は、酸化セリウムを遊離砥粒として含み、ガラス基板の表面を研磨する研磨処理に用いる研磨液である。

前記酸化セリウムについてレーザー回折・散乱法により求められる粒度分布において、小粒径側からの積算粒子体積が全粒子体積の $\times[\%]$ に達するときの粒径を $D \times [\mu m]$ としたとき、

$D5$ は、 $1 \mu m$ 以下であり、 $D95$ と $D5$ の差は、 $3 \mu m$ 以上である。

[0008] 前記 $D95$ と $D5$ の差は、 $4 \mu m$ 以上である、ことが好ましい。

前記 $D95$ は、 $7 \mu m$ 以下である、ことが好ましい。

[0009] ブラシを用いてガラス基板の端面を研磨する研磨処理に用いる、ことが好ましい。

[0010] 本発明の他の一態様は、基板の表面を研磨する処理を含むガラス基板の製造方法である。当該製造方法における前記研磨は、前記研磨液を用いて前記ガラス基板を研磨する処理である。

[0011] 前記ガラス基板は、磁気ディスク用ガラス基板である、ことが好ましい。
前記磁気ディスク用ガラス基板の外周の直径は、94 mm以上である、ことが好ましい。

[0012] 本発明のさらに他の一態様は、前記ガラス基板の製造方法で得られた前記磁気ディスク用ガラス基板の主表面に少なくとも磁性層を形成する処理を含む、磁気ディスクの製造方法である。

発明の効果

[0013] 上述の研磨液によれば、酸化セリウムを遊離砥粒として含む研磨液を用いてガラス基板の研磨処理を行う際に、研磨処理に繰り返し使用しても研磨レートの変化が小さく、長期間研磨処理に繰り返し用いることができる。このため、上記研磨液を研磨処理に繰り返し使用しても研磨処理条件を変更する頻度が少なく、長期間同じ研磨液を研磨処理に用いることができる。上記ガラス基板の製造方法、及び、磁気ディスクの製造方法によれば、上記研磨液を用いて研磨処理を安定して行うことができるので、安定したガラス基板の製造及び磁気ディスクの製造が可能になる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]一実施形態における遊離砥粒の粒度分布の一例を示す模式図である。

[図2]従来の遊離砥粒の粒度分布の一例を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、本発明の実施形態に係る研磨液、ガラス基板の製造方法、及び、磁気ディスクの製造方法について詳細に説明する。なお、本実施形態のガラス基板の製造方法は、例えば公称2.5～3.5インチサイズ（例えば直径53～98 mm）、板厚0.3～2.0 mmの磁気ディスク用ガラス基板の製

造に好適である。

[0016] 本発明者は、酸化セリウムを遊離砥粒とする研磨液を用いた研磨処理を検討したところ、酸化セリウムの粒子の中には比較的脆いものが含まれており、研磨処理によって砥粒が壊れて粒度分布が変化しやすいことを見出した。研磨液を研磨処理に繰り返し使用すると、大きな粒子は例えば2つに分割され、相対的に小さな粒子の比率が急激に増大する。なお、粒子の中には非常に硬く壊れないものも含まれるので、大きな粒子の頻度が完全にゼロになることは通常ないことも見出した。これは、大きな粒子が壊れる場合でも、中心から略同等の大きさで二つに分かれるのではなく、大きな粒子から1 μm 以下の小さな粒子が剥がれるように分離する場合が多く、大きな粒子が依然として維持されると推察される。つまり、酸化セリウムの粒径に対する頻度を示す粒度分布は、小粒径側に広がるとともに頻度が急激に増え、大粒径側の頻度は低下するので、粒度分布は小粒径側に広がったブロードな分布に変化する。このため、使用初期の粒径の揃った研磨液、すなわち、粒径の狭い範囲に粒径の頻度が集中した研磨液では、使用初期の研磨レートを長期間に亘って維持することが困難であることを知見した。

このような知見に基づいて、酸化セリウムの粒径の頻度分布（粒度分布）を種々変化させて、使用初期の研磨液の研磨レートの変化を調べた。この結果、研磨液に、遊離砥粒の粒度分布が従来よりもブロードな分布であり、小粒径領域がある程度含まれた所定の分布の酸化セリウムを用いることにより、研磨処理を繰り返しても、粒度分布の変化の影響を小さく抑えることができ、研磨レートの変化が小さく、長期間研磨処理に繰り返し用いることができることを見出した。このような背景のもとに、発明者は下記形態の研磨液を見出した。

[0017] 以下の説明では、磁気ディスク用ガラス基板を製造する際の形状加工処理後のガラス素板を、研磨液を用いて研磨処理をする対象基板として主に説明するが、磁気ディスク用ガラス基板のガラス素板に限定されず、研磨処理をする対象基板は、酸化セリウムを遊離砥粒として用いる研磨処理を行うガラ

ス（ガラス基板）であれば、特に制限されない。例えば、端面の研磨処理を施したガラス素板、すなわち中間体のガラス基板の主表面、あるいは、マスクブランクス用ガラス基板、液晶用ガラス基板、カバーガラス用ガラス基板、レンズ等の光学部品用ガラス、などの主表面があげられる。以下、ガラス素板あるいは中間体のガラス基板は、総称してガラス基板と称するが、必要に応じてガラス素板あるいは中間体のガラス基板ともいう。

[0018] 磁気ディスク用ガラス基板の製造過程では、ガラス基板の主表面あるいは内外周端面を研磨処理して表面凹凸を小さくする。このような場合、研磨液に遊離砥粒として酸化セリウムが用いられる。遊離砥粒は、研磨レートと要求される研磨後の表面品質に応じて、粒径がある程度限定され、平均粒径が設定される。しかし、このような遊離砥粒を、研磨処理に長期使用することにより研磨レートが変化する。研磨レートは、遊離砥粒の粒径によって変化する。特に、遊離砥粒として用いる酸化セリウムは、壊れやすい粒子を含むため研磨レートの低下が大きくなりやすい。

[0019] 上述したように、研磨レートの低下は、研磨処理をすることによって酸化セリウムのうち研磨レートへの寄与が大きい大きな粒径の粒子が壊れ小さな粒子になり、粒径の頻度分布が変化することに起因する。したがって、研磨処理をすることによって酸化セリウムのうち大きな粒径の粒子が壊れても、粒径の頻度分布が大きく変化しないような粒度の頻度分布を持つ酸化セリウムを用いて、研磨処理条件を設定すれば、この研磨液を用いて研磨処理を繰り返しても、粒度分布の変化を小さく抑えることができ、研磨レートの変化を小さくすることができる。

[0020] 一実施形態の研磨処理に用いる研磨液は、以下の通りである。

研磨液に含まれる酸化セリウムについてレーザー回折・散乱法により求められる粒度分布において、小粒径（微粒子）側からの積算粒子体積が全粒子体積の $\times$ [%] に達するときの粒径（砥粒の直径）を $D \times$ [μm] としたとき、 $D5$ は、 $1 \mu\text{m}$ 以下であり、 $D95$ と $D5$ の差は、 $3 \mu\text{m}$ 以上である。

言い換えると、研磨液に含まれる酸化セリウムの粒径に対する頻度 [%]

を示す粒度分布（体積基準の粒度分布）において、酸化セリウムの最小粒径から所定の粒径までの頻度を累積した粒径の累積頻度を $\times$ [%]（ $\times$ は、0以上100以下の数）とし、所定の粒径を $D \times [\mu m]$ としたとき、 $D5$ は、 $1 \mu m$ 以下であり、 $D95$ と $D5$ の差は、 $3 \mu m$ 以上である。

[0021] このような研磨液を研磨処理に長期間繰り返し使用しても、研磨レートの低下が小さく、研磨処理条件を変更する頻度を少なくすることができ、長期間同じ研磨液を繰り返し用いることができる。したがって、上記研磨液を用いて研磨処理を安定して行うことができるので、安定したガラス基板の製造及び磁気ディスクの製造が可能になる。さらに、研磨液を研磨処理に長期間繰り返し使用しても研磨後の表面品質の低下が小さく、研磨処理条件を変更する頻度を少なくすることができる。このため、長期間同じ研磨液を繰り返し用いることができるので、上記研磨液を用いて研磨処理を安定して行うことができ、安定したガラス基板の製造及び磁気ディスクの製造が可能になる。表面品質とは、同じ研磨取り代量における、研磨後の表面凹凸の程度、あるいはピットやスクラッチ等の欠陥数の程度をいう。表面品質が低いとは、研磨後の表面凹凸が大きいこと、あるいはピットやスクラッチ等の欠陥数が多くなることをいう。

[0022] 磁気ディスク用ガラス基板の場合、外周の直径が94 mm以上（公称3.5インチサイズ以上）の場合、従来の公称2.5インチ以下のサイズ（例えば外周の直径が53～68 mm）と比較して外周が長くなることによって端面研磨量が増大するため、研磨レートが低下することによって行う研磨液の交換の頻度も増大する。このため、研磨液の消費量が増え生産性が大きく低下する。しかし、本実施形態の研磨液を用いることでガラス基板の生産性の低下を最小限にすることができる。

また、磁気ディスク用ガラス基板の場合、板厚は0.3～0.64 mmであることがより好ましい。例えば、ブラシを用いて端面研磨処理を行う場合、薄板ほどブラシによる端面研磨が実施し難くなり、研磨液を繰り返し供給することが重要になる。したがって、研磨レートの変化を考慮して遊離砥粒

の粒度分布を制限した本実施形態の研磨液は、板厚が0.3～0.64mmである場合、生産性の低下を抑える効果は大きくなる。

[0023] 以下、上記研磨液を用いて研磨処理を行うガラス基板について説明する。以下の説明では、研磨処理の対象であるガラス基板の表面として、主に、ガラス基板の内外周端面を研磨する例を説明する。しかし、研磨処理の対象であるガラス基板の表面は、ガラス基板の主表面（面積が最も大きい面）であってもよい。

[0024] （磁気ディスク用ガラス基板）

磁気ディスク用ガラス基板は、円板形状であって、外周と同心の円形の中心孔がくり抜かれたリング状である。磁気ディスク用ガラス基板の両面の円環状領域に磁性層（記録領域）が形成されることで、磁気ディスクが形成される。

[0025] 磁気ディスク用ガラスブランク（以降、単にガラスブランクという）は、例えばプレス成形により作製される円形状のガラス板であって、中心孔がくり抜かれる前の形態である。また、ガラスブランクは、フロート法やダウンドロー法によって得られたガラス板から取り出すこともでき、この場合は取り出す際に中心孔を形成して穴あきのガラスブランクとしてもよい。ガラスブランクの材料として、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などを用いることができる。特に、化学強化を施すことができ、また主表面の平面度及び基板の硬度において優れた磁気ディスク用ガラス基板を作製することができるという点で、アモルファスのアルミノシリケートガラスを好適に用いることができる。

[0026] （磁気ディスク用ガラス基板の製造方法）

次に、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を説明する。まず、一對の主表面を有する板状の磁気ディスク用ガラス基板の素材となるガラスブランクをプレス成形により作製する（プレス成形処理）。次に、作製されたガラスブランクの中心部分に円孔を形成しリング形状（円環状）とし（円孔形成処理）、次に、形状加工を行う（形状加工処理）。これにより、面取り面を有

するガラス基板（ガラス素板）が生成される。次に、形状加工されたガラス基板（ガラス素板）の内外周端面に対して研磨を行う（端面研磨処理）。端面研磨の行われたガラス基板、すなわち、中間体のガラス基板の主表面に、固定砥粒による研削を行う（研削処理）。次に、ガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面に第1研磨を行う（第1研磨処理）。次に、ガラス基板（中間体のガラス基板）に対して化学強化を行う（化学強化処理）。なお、化学強化処理については、行わなくてもよい。次に、化学強化されたガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面に対して第2研磨を行う（第2研磨処理）。以上の処理を経て、磁気ディスクの素となるガラス基板（最終製品のガラス基板）が得られる。以下、各処理について、詳細に説明する。

[0027] （a）プレス成形処理

熔融ガラス流の先端部を切断器により切断し、切断された熔融ガラス塊を一对の金型のプレス成形面の間に挟みこみ、プレスしてガラスブランクを成形する。所定時間プレスを行った後、金型を開いてガラスブランクが取り出される。

[0028] （b）円孔形成処理

ガラスブランクに対してドリル等を用いて円孔を形成することにより円形状の孔があいたディスク状のガラス基板（ガラス素板）を得ることができる。例えば、スクライバを用いてガラスブランクの主表面に円形状にスクライブ線を形成した後、熱を加えてスクライブ線に沿ってクラックを進展させて円形状の内側部分を分離することにより、円孔を形成する。

[0029] （c）形状加工処理

形状加工処理では、円孔形成処理後のガラス基板（ガラス素板）の端部に対する面取り加工を行う。例えば、総型砥石を用いた面取り加工を行う。

[0030] （d）端面研磨処理

端面研磨処理では、ガラス基板（ガラス素板）の内外周端面に対して、ブラシ研磨による仕上げを行う。このとき、所定の粒度分布を有する酸化セリウムの微粒子を遊離砥粒、すなわち研磨砥粒として含む研磨液が用いられる。

。酸化セリウムの粒度分布については後述する。この研磨処理によってガラス基板（ガラス素板）の端面を鏡面とすることが好ましい。端面研磨処理されたガラス素板が、中間体のガラス基板である。

[0031] (e) 研削処理

研削処理では、遊星歯車機構を備えた両面研削装置を用いて、端面研磨処理されたガラス基板、すなわち、中間体のガラス基板の主表面に対して研削加工を行う。具体的には、ガラス基板（中間体のガラス基板）の外周端面を、両面研削装置の保持部材に設けられた保持孔内に保持しながらガラス基板（中間体のガラス基板）の両側の主表面の研削を行う。両面研削装置は、上下一対の定盤（上定盤および下定盤）を有しており、上定盤および下定盤の間にガラス基板が挟持される。そして、上定盤または下定盤のいずれか一方、または、双方を移動操作させ、ガラス基板（中間体のガラス基板）と各定盤とを相対的に移動させることにより、ガラス基板の両主表面を研削することができる。

[0032] (f) 第1研磨処理

第1研磨は、例えば固定砥粒による研削を行った場合に主表面に残留したキズや歪みの除去、あるいは微小な表面凹凸（マイクロウェーブネス、粗さ）の調整を目的とする。具体的には、ガラス基板（中間体のガラス基板）の外周端面を、両面研磨装置の研磨用キャリアに設けられた保持孔内に保持しながらガラス基板（中間体のガラス基板）の両側の主表面の研磨が行われる。第1研磨処理後、ガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面は鏡面であることが好ましい。

[0033] 第1研磨処理では、固定砥粒による研削処理に用いる両面研削装置と同様の構成を備えた両面研磨装置を用いて、研磨液を与えながらガラス基板（中間体のガラス基板）が研磨される。第1研磨処理では、固定砥粒による研削と異なり、固定砥粒の代わりに遊離砥粒を含む研磨液が用いられる。第1研磨に用いる遊離砥粒として、例えば、酸化セリウム、水酸化セリウム、ジルコニア、ケイ酸ジルコニウムなどが用いられる。特に、研磨レートを良好に

するために、酸化セリウム又はジルコニアを用いることが好ましく、遊離砥粒として酸化セリウムを用いることが最も好ましい。酸化セリウムを遊離砥粒として用いる場合、後述するように、大粒径の粒子が小粒径に変化しても粒度分布の特徴が変化し難いように小粒径側に分布が広がったブロードな所定の粒度分布の酸化セリウムを用いることが、安定した研磨レート及び研磨品質を確保できる点から好ましい。

[0034] (g) 化学強化処理

化学強化処理では、ガラス基板（中間体のガラス基板）を化学強化液中に浸漬することで、ガラス基板（中間体のガラス基板）を化学強化する。化学強化液として、例えば硝酸カリウムと硫酸ナトリウムの混合熔融液等を用いることができる。

[0035] (h) 第2研磨（最終研磨）処理

第2研磨処理は、ガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面の鏡面研磨を目的とする。第2研磨においても、第1研磨に用いる両面研磨装置と同様の構成を有する両面研磨装置が用いられる。具体的には、ガラス基板（中間体のガラス基板）の外周端面を、両面研磨装置の研磨用キャリアに設けられた保持孔内に保持しながらガラス基板（中間体のガラス基板）の両側の主表面の研磨が行われる。第2研磨による取り代は、例えば $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度である。第2研磨処理では、第1研磨処理に対して、遊離砥粒の種類及び粒子サイズを変え、樹脂ポリッシャの硬度を変更する。具体的には、粒径 $5 \sim 100 \text{ nm}$ 程度の二酸化ケイ素の微粒子を遊離砥粒として含む研磨液が両面研磨装置の研磨パッドとガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面との間に供給され、ガラス基板（中間体のガラス基板）の主表面が研磨される。二酸化ケイ素の微粒子は、コロイダルシリカであることが好ましい。研磨されたガラス基（中間体のガラス基板）を中性洗剤、純水、イソプロピルアルコール等を用いて洗浄することで、磁気ディスクの素となる磁気ディスク用ガラス基板（最終製品のガラス基板）が得られる。

第2研磨処理を実施することで、主表面の粗さ(Ra)を 0.3 nm 以下、

好ましくは0.1 nm以下とすることができる。また、主表面のマイクロウェーブネスを0.1 nm以下とすることができる。このようにして、第2研磨の施されたガラス基板（最終製品のガラス基板）は、適宜洗浄・乾燥されて磁気ディスク用ガラス基板となる。

その後、さらに、磁気ディスク用ガラス基板の表面に少なくとも磁性層を形成することで、磁気ディスクを得ることができる。

[0036] （遊離砥粒）

次に、一実施形態である上述の端面研磨処理に用いる研磨液に遊離砥粒として含まれる酸化セリウムの粒度分布について説明する。研磨液における酸化セリウムの濃度は、例えば1～30質量%である。遊離砥粒の粒度分布は、レーザー回折・散乱法を用いる粒度分布測定装置により求めることができる。酸化セリウムの粒度分布において、一般的に小粒径側に頻度が偏ってしまうため、粒度分布を求める際の横軸（粒径）については粒径を対数変換して、粒径の対数を横軸に取ればよい。その上で、D5～D95の間が10～20個程度の粒径範囲の区分けができるように区分けの粒径範囲を調節すればよい。

一実施形態によれば、研磨処理に用いる研磨液は、所定の分散媒（例えば水）と、分散媒に分散している遊離砥粒とを含み、分散媒に遊離砥粒を分散させる分散剤を必要に応じてさらに含む。

[0037] 一実施形態の研磨液に遊離砥粒として含まれる酸化セリウムのD5は、1 μm 以下であり、D95とD5の差は、3 μm 以上である。ここで、D $\times$ [μm]とは、レーザー回折・散乱法により求められる粒度分布において、小粒径側からの積算粒子体積が全粒子体積の $\times$ [%]に達するときの粒径（粒子の直径）をいう。言い換えると、D $\times$ [μm]とは、酸化セリウムの最小粒径から所定の粒径までの頻度を累積した累積頻度が $\times$ [%]であるときの、上記所定の粒径をいう。したがって、D100は、遊離砥粒の中の最大粒径をいう。したがって、D5は、最小粒径に比較的近い粒径であり、D95は、最大粒径に近い粒径である。したがって、D95はD5より大きい。この

2つの粒径の差が $3\text{ }\mu\text{m}$ 以上であるとは、酸化セリウムの粒度分布が従来の粒度分布に比べて広いことを意味する。D5を $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることにより、ガラス基板（中間体のガラス基板）の内外周端面の研磨後の表面品質を所定の範囲に確保することができる。

なお、D5が $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 未満になると小径の砥粒が多くなりすぎて研磨レートが低下する場合がある。したがって、D5は $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下であるとより好ましい。

また、計測される酸化セリウムの粒度分布における相対頻度のピークは2つ以下であることが好ましい。ピークが3つ以上の場合、粒度分布の管理が困難になる可能性がある。また、ピークが2つの場合、連続研磨処理の初期から高い研磨レートを得る観点から大粒径側のピークの方が高いことが好ましい。ピークが2つの場合、2つのピークは、D10～D85の粒径の範囲内にあることが好ましい。2つのピークがこの範囲内にある場合、研磨レートや研磨品質はピークが1つの時とほぼ同等の性質を示すが、この範囲を逸脱する場合、表面欠陥が増大する場合がある。

また、D95とD5の差の上限は、 $10\text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましく、 $7\text{ }\mu\text{m}$ であることがより好ましい。当該差が大きすぎる場合、ピットやスクラッチ等の表面欠陥が増大する恐れがある。

[0038] 図1は、一実施形態における遊離砥粒の粒度分布の一例を示す模式図であり、図2は、従来の遊離砥粒の粒度分布の一例を示す模式図である。実線は研磨処理前の遊離砥粒の粒度分布であり、破線は研磨液を循環させながら例えば10バッチ分を連続して研磨処理した後の粒度分布である。この間、研磨液は一部補充や交換はされていない。

図1、2には、D5、D95が示されている。図1に実線で示す粒度分布は、図2に実線で示す粒度分布に比べて粒径の範囲が広く、相対頻度の最大値（頻度が最大となるときの頻度の値）が低く、図2に示す粒度分布に比べて小粒径側に分布が広がったブロードな分布になっている。このような粒度分布の遊離砥粒を含む研磨液を研磨処理に連続的に使用した場合、大きな粒

子の一部は研磨処理により壊れて2つ以上の小さな粒子に分裂するので、図1, 2に示す破線のような粒度分布を示す。具体的に粒度分布は、実線で示す粒度分布から全体的に小粒径の方向にシフトする。図1, 2に示すように最大粒径近傍の粒径の頻度は小さくなるが、前述のとおり、壊れにくい粒子が含まれるため、最大粒径はほとんど低下しない。

このとき、図1に示す粒度分布では、実線と破線の重なる範囲は広く、図2に示す粒度分布では、実線と破線の重なる範囲は狭い。このため、研磨液を研磨処理に長期使用した場合、図1に示す粒度分布の遊離砥粒を含む研磨液では、研磨レートの変化が図2に示す粒度分布の遊離砥粒を含む研磨液に比べて小さい。

[0039] この場合、上記粒度分布における頻度が最大となる粒径 D_{peak} (モード粒径) は $1\ \mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。粒径 D_{peak} が $1\ \mu\text{m}$ 未満の場合、研磨液の使用初期から研磨レートが低くなり研磨処理時間が長くなる場合がある。また、粒径 D_{peak} が大きすぎると、研磨する面の表面欠陥が増大する場合があるので、 D_{peak} は $5\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $3\ \mu\text{m}$ 以下であるとより好ましい。また、 D_{50} は、粒度分布の全体的な変化を抑制する観点から $0.8 \sim 2.4\ \mu\text{m}$ であることが好ましい。また、 D_{100} (最大粒径) は、研磨する面の表面欠陥低減の観点から $15\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。なお、 D_{100} は、ブロードな粒度分布を得る観点から $3\ \mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。 $D_{peak} - D_5$ は、 $D_{95} - D_{peak}$ より小さいことが好ましい。また、 $D_{50} - D_5$ は、 $D_{95} - D_{50}$ より小さいことが好ましい。この理由は、研磨処理によって大きな砥粒が少しずつ壊れて小さな砥粒になるため、 $(D_{peak} - D_5) < (D_{95} - D_{peak})$ とした方が粒度分布の変化が全体的に小さくなりやすいからである。同様の理由から、 $D_{50} - D_5$ は、 $D_{95} - D_{50}$ より小さいことが好ましい。

[0040] 一実施形態によれば、 D_{95} と D_5 の差は、 $4\ \mu\text{m}$ 以上である、ことが好ましい。これにより、研磨液を長期使用しても、研磨レートの低下をより抑えることができる。

[0041] 一実施形態によれば、D95は、7 μ m以下であることが好ましい。これにより研磨後の表面品質を許容範囲に維持することができる。

[0042] 一実施形態では、研磨液は、ブラシを用いてガラス基板（ガラス素板）の端面を研磨する研磨処理に用いる場合、研磨液の研磨レート及び研磨後の表面品質の低下をより効果的に抑制することができる。ブラシを用いたガラス基板（ガラス素板）の端面の研磨（ブラシ研磨）では、例えば、ガラス基板（ガラス素板）の主表面同士が向き合うように、所定の積層枚数重ねて積層体にして、積層体の側面（ガラス基板（ガラス素板）の外周端面又は内周端面）をブラシで纏めて研磨する。ブラシ研磨の場合、ブラシの先端がしなった状態及び／又は束になった状態で研磨する表面に対して斜めに押し付けられるため、研磨する表面とブラシとの間の間隙は極めて小さいものから比較的大きなものまであって一定ではない。その結果、様々な粒径の砥粒がそれぞれに合った間隙に収まって研磨作用を発揮する。すなわち、様々な粒径の砥粒がブラシにより同時に表面に押し付けられることになるので、粒度分布の幅（D95とD5の差）の影響を大きく受けやすい。この点から、本実施形態の研磨液をブラシ研磨に適用することで、より大きな効果を発揮することができる。

ブラシを構成する毛材の材料としては、例えば、ポリアミド合成繊維、PBT（ポリブチレンテレフタレート）、PP（ポリプロピレン）等が挙げられる。毛材の線径は例えば0.05～1mm程度である。

なお、ガラス基板（中間体のガラス基板）の表面を研磨するために、発泡ポリウレタン製等の軟質の研磨パッドを用いる場合においてもブラシ研磨と同様の状態（様々な粒径の砥粒が研磨パッドにより同時に表面に押し付ける状態）になる場合がある。このため、軟質の研磨パッドを用いる場合においても、本実施形態の研磨液は有効に用いることができる。特に、発泡ポリウレタン製のスウェードタイプの研磨パッドは、表面が比較的軟質となりやすいため表面欠陥を減らしやすく好適である。

[0043] したがって、このような研磨液を用いてガラス基板（ガラス素板あるいは

中間体のガラス基板）を研磨処理することにより、研磨処理条件の変更を頻繁に変更することなく、中間体のガラス基板あるいは最終製品のガラス基板を安定して製造することができる。このため、製造したガラス基板の主表面に少なくとも磁性層を形成する処理を行う磁気ディスクの製造方法を安定して行うことができる。

[0044] （実験例）

実施形態における研磨液の効果を確認するために、酸化セリウムの粒度分布を種々変化させた研磨液（酸化セリウムの濃度は10質量%）を作製し、ガラス基板（ガラス素板）の外周端面の端面研磨を行った。この端面研磨は、ブラシを用いたブラシ研磨である。このブラシ研磨では、1バッチにおける研磨処理条件（ガラス基板（ガラス素板）の積層枚数、研磨時間、研磨液の濃度、ブラシの押しつけ力）を一定にして、研磨液を交換せずに循環させながら連続20バッチの加工を実施した。1バッチ目のガラス基板（中間体のガラス基板）における研磨レートと、20バッチ目のガラス基板（中間体のガラス基板）における研磨レートを算出し、研磨レート比（20バッチ目の研磨レート／1バッチ目の研磨レート）を求めた。1バッチに用いたガラス基板（ガラス素板）は200枚とした。ガラス基板（ガラス素板）は、外周の直径が95mm、円孔の直径が25mm、板厚が0.635mmの、公称3.5インチサイズのものを用いた。なお、外周端面及び内周端面にはともに、面取り面が、主表面に対する角度が135°であって主表面に平行な方向に150μm、板厚方向に150μm、となるように形成されたものを用いた。

研磨レートは、ガラス基板（ガラス素板）の外周端面の研磨処理前後の外周寸法から求めた研磨量を研磨時間で割った値である。酸化セリウムの遊離砥粒は、D5を0.5μmに固定して、D95の粒径を変化させた。このとき、Dpeakは、いずれも1～5μmの範囲内であった。また、D50はいずれも0.8～2.4μmの範囲内であった。また、 $(D_{peak} - D_5) < (D_{95} - D_{peak})$ であり、 $(D_{50} - D_5) < (D_{95} - D_{50})$ であった。

また、縦軸に相対頻度を取った粒度分布において、相対頻度のピークは2つ以下で、2つの場合はいずれのピークもD10～D85の粒径の範囲内にあった。

下記表1には、D95とD5の差分と、そのときの研磨レート比を示す。

[0045] [表1]

	D95-D5[μm]	研磨レート比
サンプル1	1	0.65
サンプル2	2	0.70
サンプル3	3	0.81
サンプル4	4	0.85
サンプル5	7	0.91
サンプル6	9	0.88
サンプル7	11	0.87

[0046] 表1に示す結果より、D5が1 μm 以下であり、D95とD5の差が3 μm 以上であるとき、研磨レート比が0.80以上と大きく、例えば研磨時間の変更などの調整をしなくてもよいことがわかった。なお、D95とD5の差が4 μm 以上の場合、研磨レート比はいずれも0.85以上となりさらに大きくなるのでより好ましいこともわかった。

[0047] 次に、D5を0.5 μm に固定した状態で、D95を変化させた遊離砥粒を作製して上記と同様に20バッチの端面研磨を行い、20バッチ目のガラス基板（中間体のガラス基板）から5枚選んで、上記端面研磨後の表面品質のうち外周端面の表面欠陥の評価を行った。ここで、使用した酸化セリウム の粒度分布のDpeak、D50、相対頻度のピーク数に関する仕様は、サンプル1～7で用いた酸化セリウムと同様である。上記評価では、デジタルマイクロスコープ（デジタル顕微鏡）を用いて端面の表面を目視観察し、ピットやスクラッチなどの欠陥数を評価した。この表面欠陥数をレベル1～3の3段階で評価した。レベル1は、表面欠陥がほとんどないレベルであり、レベル2は、表面欠陥が僅かに観察されるレベルであり、レベル3は、表面欠陥

が多く観察されるレベルである。レベル 1、2 は実用上問題ないレベルである。

[0048] [表2]

	D95[μm]	研磨後の表面ピット評価レベル
サンプル8	5	レベル1
サンプル9	6	レベル1
サンプル10	7	レベル1
サンプル11	8	レベル2
サンプル12	9	レベル2
サンプル13	10	レベル2

[0049] 表2に示す結果より、D95は、7 μm 以下であることが、遊離砥粒を研磨処理に長期間繰り返し使用しても研磨後の表面品質を高く維持することができ、研磨後の表面欠陥数を抑制して表面品質を高めることができる点から好ましいことがわかる。

[0050] 次に、粒度分布の(D95-D5)を3 μm に固定しつつ、D5を種々変化した粒度分布の酸化セリウムを含む研磨液(サンプル14~18)を用いて、表1のサンプル1~7と同様の外周端面の端面研磨を実施し、上述の研磨レート比を算出した。このとき酸化セリウムの粒度分布のDpeak、D50、相対頻度のピーク数に関する仕様は、サンプル1~7で用いた酸化セリウムと同様である。

[0051] [表3]

	D5[μm]	研磨レート比
サンプル14	0.3	0.80
サンプル15	0.5	0.81
サンプル16	0.7	0.83
サンプル17	1.0	0.82
サンプル18	1.5	0.68

[0052] 表3に示す結果より、D5が1 μm を超えると研磨レート比が大幅に悪化することがわかる。これは、1バッチ目の時点においては非常に少なかった1 μm 以下の粒径の粒子数が、20バッチ目では急激に増加したためと推察される。

すなわち、表3に示す結果から、粒径が1 μm 以下の砥粒の粒子数の変動を緩和するためには、D5を1 μm 以下として、使用初期から粒径が1 μm 以下の砥粒をある程度研磨液に含ませておくことが重要と考えられる。

[0053] 以上、本発明の研磨液、ガラス基板の製造方法、及び、磁気ディスクの製造方法について詳細に説明したが、本発明は上記実施形態及び実験例に限定されず、本発明の主旨を逸脱しない範囲において、種々の改良や変更をしてもよいのはもちろんである。