

明 細 書

発明の名称：磁気記録媒体用アルミニウム基板

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体の基板として用いられ、高温下で磁性膜の形成に好適な SiO_2 膜が成膜されたアルミニウム基板に関する。

背景技術

[0002] コンピュータ等の各種電子機器で使用される磁気記録媒体は、非磁性の基板に記録層となる磁性膜が形成されている。磁気記録媒体用の基板は、軽量、かつ高硬度を有し、平滑な表面と耐疵付性を有することが要求されている。そのため、非磁性で軽量、さらに鏡面加工等により平滑な表面を容易に得ることができる材料としてアルミニウム板が使用されている。そしてアルミニウム板の表面の硬度と耐疵付性を確保するための Ni-P めっき膜を成膜した基板（以下、「 Ni-P めっきアルミニウム基板」ということがある）が、磁気記録媒体用基板として汎用されている。

[0003] 近年、磁気記録媒体は大容量化が進んでおり、記録密度を飛躍的に高める次世代磁気記録媒体の開発が行われている。記録密度を高める技術としてレーザーで記録媒体を加熱しながらデータを記録する熱アシスト記録方式などが注目されている。

[0004] 熱アシスト記録方式に適した磁気記録媒体の製造過程においては、磁性膜の成膜温度など製造時の熱履歴によって基板温度が 300°C 以上、更には 350°C 以上になることがあり、磁気記録媒体用基板には高い耐熱性が求められている。そのため、アルミニウム板の耐熱性も改善されており、例えば特許文献1や特許文献2に開示されているように 500°C 以上の高温耐熱性に優れたアルミニウム板が各種提案されている。現在汎用されている Ni-P めっきアルミニウム基板の場合、母材となるアルミニウム板は 370°C 以上の耐熱性を有している。しかしながら Ni-P めっき膜は 300°C 以上に加熱されると結晶化して磁性を持つようになるため、事実上 300°C 程度まで

しか対応できず、Ni-Pめっき膜の耐熱温度が磁気記録媒体製造上の大きな制約となっている。

[0005] そのため、Ni-Pめっき膜に代替可能な皮膜として、例えば特許文献3や特許文献4に開示されているような非晶質のSiO₂膜が検討されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：日本国特許第5325869号公報

特許文献2：日本国特開2013-151737号公報

特許文献3：日本国特許第2552682号公報

特許文献4：日本国特公昭53-37202号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] SiO₂膜は、非磁性であり、高硬度、かつ耐熱性にも優れた性質を有することから着目されている。しかしながらSiO₂膜は、耐疵付性を確保するために厚膜化すると、300℃程度の加熱でSiO₂膜に亀裂が生じたり、SiO₂膜がアルミニウム板から剥離するなど耐熱性に問題が生じた。そのため、上記したような耐疵付性と耐熱性を兼備したSiO₂膜は未だ提供されておらず、熱アシスト記録方式などのような磁気記録分野への利用に対する制約となっていた。

[0008] 本発明は上記のような事情に着目してなされたものであって、その目的は、耐熱性と耐疵付性に優れた特性を有するSiO₂膜が成膜された磁気記録媒体用アルミニウム基板を提供することである。

課題を解決するための手段

[0009] 上記課題を解決し得た本発明の磁気記録媒体用アルミニウム基板とは、SiO₂膜が両面に成膜されたアルミニウム基板であって、前記SiO₂膜は、膜厚6.0μm以上、15.0μm以下であり、且つ、450MPa以上、1000MPa以下の圧縮応力を有することに要旨を有する。

[0010] また本発明の磁気記録媒体用アルミニウム基板は、膜厚 $6.0 \mu\text{m}$ 以上、 $15.0 \mu\text{m}$ 以下であり、且つ、 450MPa 以上、 1000MPa 以下の圧縮応力を有する SiO_2 膜が両面に成膜されたアルミニウム基板であって、前記 SiO_2 膜は、アルミニウム板の温度を 200°C 以上 370°C 以下に加熱して、気相成膜法により成膜されたものであるに要旨を有する。

[0011] 上記気相成膜法は、プラズマ CVD 法であることも本発明の好ましい実施態様である。

発明の効果

[0012] 本発明の磁気記録媒体用アルミニウム基板は、所定の膜厚と圧縮応力を有する SiO_2 膜が成膜されているため、耐熱性と耐疵付性に優れた特性を有する。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]図1は、実施例で作製した中空円盤状ディスクの平面図である。

[図2]図2は、反り量の測定方向を記した中空円盤状ディスクの平面図である。

[図3]図3は、膜厚と疵深さの関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0014] 以下、本発明について説明するが、本発明において「アルミニウム板」とは、 SiO_2 膜を成膜する前の状態をいう。「アルミニウム基板」とは SiO_2 膜が成膜された後の状態をいい、本明細書では単に「基板」ということがある。なお、本発明において「アルミニウム」には純アルミニウム、アルミニウム合金を含む。

[0015] また「成膜時のアルミニウム板の温度」とは、 SiO_2 膜を成膜するときのアルミニウム板自体の温度であり、アルミニウム板に熱電対を設置して測定される温度である。本明細書においては単に「成膜温度」ということがある。

[0016] なお、本発明では、アルミニウム板またはアルミニウム基板の温度を測定しているため、 SiO_2 膜や磁性膜などを成膜する際の装置や雰囲気等の設定

温度とアルミニウム板またはアルミニウム基板の温度は一致しないことがある。例えば本発明の実施例では SiO_2 膜が成膜されたアルミニウム基板の耐熱性を評価するため、予めアルミニウム基板に熱電対を取り付けて、加熱炉内の温度とアルミニウム基板の温度との関係を調べ、アルミニウム基板の温度が製造過程の熱履歴を模擬した温度になるように加熱炉の温度を設定している。そのため、加熱炉の温度がアルミニウム基板の温度と一致していない場合がある。

[0017] 上記したように SiO_2 膜は、耐疵付性を確保するために厚膜化すると、 300°C 程度の加熱で SiO_2 膜に亀裂や剥離が生じるため、耐疵付性と耐熱性を兼備させることが困難であった。

[0018] 本発明者等は研究により、 SiO_2 膜に Ni-P めっき膜と同等の耐疵付性を付与するためには、 SiO_2 膜の膜厚を $6.0\mu\text{m}$ 以上とすればよいこと、更に SiO_2 膜の圧縮応力を改良することで耐熱性も改善できることを見出した。

[0019] 本発明者等は SiO_2 膜を厚膜化した場合に亀裂や剥離が生じる原因について様々な角度から鋭意検討を重ねた。その結果、高温環境下で SiO_2 膜にはアルミニウム板の熱膨張に起因して引張応力が負荷されるが、 SiO_2 膜を厚膜化する程、引張応力に対する耐力が低下するため、 300°C 程度で亀裂や剥離が生じることがわかった。

[0020] すなわち、アルミニウムの熱膨張係数は、おおむね、 $24 \times 10^{-6}/\text{K}$ 前後であり、 400°C の温度上昇で約1%線膨張することが知られている。一方、 SiO_2 の熱膨張係数は、おおむね、 $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-6}/\text{K}$ 程度の熱膨張係数であることが知られており、 SiO_2 の線膨張はアルミニウムの線膨張に対して数十分の一程度である。そのため、アルミニウム板と SiO_2 膜の熱膨張差に起因して SiO_2 膜には引張力が作用する。厚膜化した SiO_2 膜は引張力に対する耐力が低下しているため、 300°C 程度で破断強度を超えてしまい、 SiO_2 膜の亀裂や剥離が発生し易くなるものと考えられる。

[0021] そこで本発明者等は上記熱膨張に起因する SiO_2 膜の亀裂や剥離を抑制す

べく研究を重ねた。その結果、室温下で SiO_2 膜に作用する圧縮応力を高めることによって、熱膨張に起因する引張応力の負荷を低減し、 SiO_2 膜の亀裂や剥離を抑制できることを見出し、本発明に至った。

[0022] すなわち、圧縮応力が作用した SiO_2 膜が成膜されたアルミニウム基板を加熱した場合、アルミニウム基板の熱膨張に伴って SiO_2 膜が引き伸ばされる。しかしながら室温において SiO_2 膜に圧縮応力が生じていた分、熱膨張しても圧縮状態が緩和される方向に作用するため、実際に SiO_2 膜に負荷される引張力が抑制される。その結果、従来と比べて SiO_2 膜の亀裂や剥離が生じ難くなり、好ましくは 350°C 以上、より好ましくは 400°C 以上、更に好ましくは 500°C 以上の耐熱性を示すものと考えられる。

[0023] 以下、本発明の磁気記録媒体用アルミニウム基板の構成について具体的に説明する。

[0024] [SiO_2 膜の膜厚： $6.0\ \mu\text{m}$ 以上、 $15.0\ \mu\text{m}$ 以下]

SiO_2 膜が薄いと、硬度が高くても保護膜として機能する耐疵付性が不十分であり、磁気記録媒体に欠陥が生じ易くなる。製造時や使用時に衝撃を受けても、疵や窪みなどの物理的欠陥を抑制できる程度の十分な耐疵付性を付与するためには、 SiO_2 膜の膜厚は $6.0\ \mu\text{m}$ 以上とする必要がある。 SiO_2 膜の膜厚は、好ましくは $7.5\ \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $9.0\ \mu\text{m}$ 以上である。一方、耐疵付性を向上させる観点から膜厚の上限は特に限定されないが、 SiO_2 膜の膜厚が厚くなりすぎると熱膨張に起因する引張応力に対する耐力が低下するため、 $15.0\ \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $13.0\ \mu\text{m}$ 以下である。

[0025] なお、所望の表面平滑性を確保するために SiO_2 膜を研磨する場合、研磨量も考慮して成膜する SiO_2 膜の膜厚を決定し、研磨後の膜厚が上記範囲となるようにすることが望ましい。

[0026] [SiO_2 膜の圧縮応力： $450\ \text{MPa}$ 以上、 $1000\ \text{MPa}$ 以下]

SiO_2 膜に作用する圧縮応力が低い場合、アルミニウム基板の温度が 300°C 程度になると、熱膨張に起因して SiO_2 膜に亀裂が生じたり、アルミニ

ウム基板からS i O₂膜が剥離するなど耐熱性に問題が生じる。したがって上記膜厚を有するS i O₂膜の圧縮応力は450MPa以上とする必要がある。S i O₂膜の圧縮応力は、好ましくは550MPa以上、より好ましくは600MPa以上である。引張応力を低減する観点からはS i O₂膜の圧縮応力は高い方が望ましい。しかしながら、圧縮応力が高くなりすぎるとアルミニウム板にS i O₂膜を成膜した後、室温まで冷却した際にS i O₂膜が圧縮破壊されて亀裂や剥離が生じることがある。そのため、S i O₂膜の圧縮応力はS i O₂膜の圧縮破壊強度よりも低くする必要があり、具体的には1000MPa以下、好ましくは900MPa以下である。

[0027] 本発明においてS i O₂膜の圧縮応力の算出方法は、以下の通りである。まず、アルミニウム基板両面の膜応力が均衡して曲げモーメントを打ち消し合うようにアルミニウム板両面にS i O₂膜を成膜する。そして一方の面のS i O₂膜の一部 δ だけ除去したときに発生したそり量 Δw を測定し、そりを引き起こした曲げモーメント ΔM を下記式(12)から算出すると共に、下記式(11)から該S i O₂膜に作用している圧縮応力 σ を求める。

[0028] S i O₂膜に作用している圧縮応力は、具体的には「磁気ディスク用Al合金板の加工変形」(精密機械 第41巻11号 第1055～1059頁 1975年; 宇根篤暢、河西敏雄)に記載されている円盤状ないし中空円盤状のアルミニウム基板に曲げモーメントが作用したときのたわみ量の下記式(1)、式(2)で表される算出式から求めることができる。

[0029] [数1]

$$w(r) = -\frac{M_0 \cdot (r^2 - 4b^2)}{2 \cdot (1 + \nu) \cdot D} \quad \dots \text{式(1)}$$

[0030] [数2]

$$D = \frac{E \cdot h^3}{12 \cdot (1 - \nu^2)} \quad \dots \text{式(2)}$$

[0031] 式中、 r は円板の中心からの距離（m）、 b は中空円板の内径（m）、ただし、中空でない円板の場合は $b = 0$ 、 h はアルミニウム板の厚さ（m）、 E はヤング率（Pa）、 ν はポアソン比、 D は曲げ剛性、 M_0 は曲げモーメント（N）である。なお、ヤング率、およびポアソン比は、アルミニウムハンドブック（社団法人 日本アルミニウム協会編、第6版、2001年10月発行）に記載のヤング率： $E = 70 \text{ GPa}$ （ $7.0 \times 10^{10} \text{ Pa}$ ）、ポアソン比： $\nu = 0.33$ を用いた。

[0032] また曲げモーメント M_0 は、下記式（3）により表される。なお、 a は基板の厚さ方向の位置座標、 d は膜厚さ（m）である。

[0033] [数3]

$$M_0 = - \int_0^{h+2d} \sigma(a) \cdot \left(a - \frac{h+2d}{2} \right) da \quad \dots \text{式 (3)}$$

[0034] SiO_2 膜の圧縮応力に起因する曲げモーメントを考慮した曲げモーメント M_0 は下記式（4）、（5）により表される。

[0035] [数4]

$$M_0 = -\sigma \int_0^d \left(a - \frac{h+2d}{2} \right) da - \sigma \int_{h+d}^{h+2d} \left(a - \frac{h+2d}{2} \right) da \quad \dots \text{式 (4)}$$

[0036] [数5]

$$M_0 = -\sigma \left[\frac{a^2}{2} - \frac{a(h+2d)}{2} \right]_0^d - \sigma \left[\frac{a^2}{2} - \frac{a(h+2d)}{2} \right]_{h+d}^{h+2d} \quad \dots \text{式 (5)}$$

[0037] そして上記右辺の第一項は下記式（6）で表される。

[0038]

[数6]

$$\begin{aligned}
 & -\sigma \left[\frac{d^2}{2} - \frac{d(h+2d)}{2} \right] - 0 \\
 & = -\sigma \left(\frac{-dh - d^2}{2} \right) \\
 & = \sigma \left(\frac{dh + d^2}{2} \right) \quad \dots \text{式 (6)}
 \end{aligned}$$

[0039] また上記右辺第二項は下記式 (7) で表される。

[0040] [数7]

$$\begin{aligned}
 & -\sigma \left[\frac{(h+2d)^2}{2} - \frac{(h+2d)(h+2d)}{2} \right] + \sigma \left[\frac{(h+d)^2}{2} - \frac{(h+d)(h+2d)}{2} \right] \\
 & = 0 + \sigma \left[\frac{h^2 + 2dh + d^2}{2} - \frac{h^2 + 2dh + dh + 2d^2}{2} \right] \\
 & = \sigma \left(\frac{-dh - d^2}{2} \right) \\
 & = -\sigma \left(\frac{dh + d^2}{2} \right) \quad \dots \text{式 (7)}
 \end{aligned}$$

[0041] したがって、曲げモーメントは $M_0 = 0$ となり、アルミニウム基板の両面に成膜した SiO_2 膜の圧縮応力が均衡し、相互に打ち消し合う。この状態から一方の面の SiO_2 膜の一部を成膜ままの厚みから深さ δ (m) だけ除去すると、上記圧縮応力の均衡が失われて下記式 (8) で表される曲げモーメント ΔM が発生する。

[0042] [数8]

$$\Delta M = -\sigma \left[\frac{a^2}{2} - \frac{a(h+2d)}{2} \right]_0^d - \sigma \left[\frac{a^2}{2} - \frac{a(h+2d)}{2} \right]_{h+d}^{h+2d-\delta} \quad \dots \text{式 (8)}$$

[0043] 上記式 (8) 右辺第一項は、上記式 (5) 右辺の第一項と同じであるから

、上記式（６）で表されるが、上記式（８）の右辺第二項は下記式（９）で表される。

[0044] [数9]

$$\begin{aligned}
 & -\sigma \left[\frac{(h+2d-\delta)^2}{2} - \frac{(h+2d-\delta)(h+2d)}{2} \right] + \sigma \left[\frac{(h+d)^2}{2} - \frac{(h+d)(h+2d)}{2} \right] \\
 & = -\sigma \left[\frac{h^2 + 4d^2 + \delta^2 + 4d \cdot h - 2\delta \cdot h - 4\delta \cdot d}{2} - \frac{h^2 + 2dh + 2dh + 4d^2 - \delta \cdot h - 2\delta \cdot d}{2} \right] \\
 & + \sigma \left[\frac{h^2 + 2dh + d^2}{2} - \frac{h^2 + 2dh + dh + 2d^2}{2} \right] \\
 & = -\sigma \left[\frac{\delta^2 - \delta \cdot h - 2\delta \cdot d}{2} \right] + \sigma \left[\frac{-dh - d^2}{2} \right] \quad \dots \text{式 (9)}
 \end{aligned}$$

[0045] したがって曲げモーメント ΔM は上記式（６）および上記式（９）から下記式（１０）によって表される。

[0046] [数10]

$$\begin{aligned}
 \Delta M & = \sigma \left(\frac{dh + d^2}{2} \right) - \sigma \left(\frac{\delta^2 - \delta \cdot h - 2\delta \cdot d}{2} \right) + \sigma \left(\frac{-dh - d^2}{2} \right) \\
 \Delta M & = \sigma \frac{\delta \cdot h + 2\delta \cdot d - \delta^2}{2} \quad \dots \text{式 (10)}
 \end{aligned}$$

[0047] ここで、[アルミニウム板の厚み h] $\gg$ [膜厚さ d] $>$ [除去した SiO_2 膜の深さ δ]であるため、一方の面から SiO_2 膜の一部を δ だけ除去したときに発生する曲げモーメント ΔM は下記式（１１）によって表される。

[0048] [数11]

$$\Delta M = \frac{\sigma \cdot \delta \cdot h}{2} \quad \dots \text{式 (11)}$$

[0049] したがって応力 σ の SiO_2 膜が厚さ δ で成膜されたときの曲げモーメントと等価になる。

[0050] 一方、そり量 Δw は基板内径位置と外径位置でのたわみ量の差で表すこと

ができるので、基板内径部位置を r_{in} 、基板外径部位置を r_{out} とすると、 SiO_2 膜の一部除去前後のそり量 Δw の差は上記式 (1) に基づいて下記式 (12) で表される。

[0051] [数12]

$$\Delta w = w(r_{out}) - w(r_{in})$$

$$\Delta w = -\frac{\Delta M(r_{out}^2 - r_{in}^2)}{2 \cdot (1 + \nu) \cdot D} \quad \dots \text{式 (12)}$$

[0052] 上記式 (11) および上記式 (12) を用いて一方の面から SiO_2 膜の一部を δ だけ除去したときに発生するそり量 Δw を測定することで、 SiO_2 膜に作用している圧縮応力 σ を求めることができる。 SiO_2 膜に圧縮応力が作用している場合、片面を研磨し膜を δ 除去すると、応力のつり合いが崩れて研磨面が凹面に変化する。

[0053] アルミニウム板の一方の面にのみ本発明の SiO_2 膜を成膜すると、アルミニウム板の種類によっては SiO_2 膜の圧縮応力によってアルミニウム基板に反りが生じる。したがってアルミニウム板の両面に SiO_2 膜を成膜して、アルミニウム基板の反りを抑制する必要がある。本発明では圧縮応力による曲げモーメントが均衡するように各面の SiO_2 膜の膜厚を同等にすればよい。

[0054] 以下、本発明に係る磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法について説明する。

[0055] 本発明で母材として使用するアルミニウム板は特に限定されず、純アルミニウム板、アルミニウム合金板のいずれであってもよい。例えば JIS H 4000 : 2006 年に記載されている 5086 合金、2219 合金、上記特許文献 1 に記載されている「Mg を 3.5 質量%以上 6 質量%以下含有し、残部が Al および不可避免的不純物からなり、 $2^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下の昇温速度で 360°C 以上となるまで昇温し、 360°C 以上で 2 時間以上保持し、次いで、 $2^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下の降温速度で冷却するという条件の積み付け焼鈍を行い、 500°C で 10 秒間加熱された前後における平坦度の変化量が $5 \mu\text{m}$ 以下であり

、かつ500℃で10秒間加熱された前後における平均結晶粒径の変化量が10μm以下」のアルミニウム合金板、あるいは上記特許得文献2に記載されている「Mg：3.5質量%以上6質量%以下を含有し、残部がAlおよび不可避免的不純物からなるアルミニウム合金からなる磁気ディスク用アルミニウム合金基板であって、500℃で10秒間加熱された前後における平坦度の変化量が5μm以下」のアルミニウム合金板が好ましい。これらの中でも2219合金、上記特許文献1、上記特許文献2に記載されているアルミニウム合金板が高温耐熱性に優れているためより好ましい。

[0056] 本発明において用いる膜応力測定に使用する理論式は、アルミニウム板の厚さに比べてSiO₂膜の厚さが十分に薄い条件で成立つ。例えばアルミニウム板厚はSiO₂膜厚の30倍以上、できれば50倍以上の場合に本理論式を適用することが好ましい。アルミニウム板の直径に比べてアルミニウム板の厚さも十分に小さい条件も必要である。例えばアルミニウム板の直径はアルミニウム板の厚さに比べて20倍以上、できれば30倍以上の場合に適用することが好ましい。

[0057] なお、アルミニウム基板の板厚は特に限定されず、種々の厚さのものを用いることができるが、通常、磁気記録媒体として要求される所定の厚さに仕上がるようにアルミニウム板の板厚、およびSiO₂膜の膜厚を適宜設定すればよい。例えば、φ95mmの磁気記録媒体用には、厚さ1.270mmまたは厚さ1.753mmのアルミニウム基板を用いればよく、またφ65mmの磁気記録媒体用には、厚さ0.635mmまたは厚さ0.800mmのアルミニウム基板を用いればよい。

[0058] アルミニウム板は、所望の形状に打ち抜き、焼鈍処理を施しておくことが推奨される。焼鈍処理を施すことによって加工による歪みを取り除くことができ、また平坦度も改善できる。

[0059] 上記アルミニウム板表面には、圧延等に起因した表面変質層が形成されているため、この表面変質層を旋盤による面削またはグラインド加工などの加工方法、あるいは両者の組合せによって除去し、アルミニウム板表面を平滑

にしておくことが好ましい。またアルミニウム板の表面粗度が大きすぎると、 SiO_2 膜を研磨しても所望の表面平滑性が得られない可能性があるため、表面を平滑にしておくことが好ましい。

[0060] 上記加工方法は特に限定されず、一般にはポリビニルアルコール砥石を用いた湿式研削や、ダイヤモンドバイトを用いた面削を採用できる。また、面削後に、ポリビニルアルコール砥石を用いた湿式研削をおこなってもよい。

[0061] 上記アルミニウム板の表面粗度は、例えば、JIS B0601:2001年で規定される中心線平均粗さ R_a で20nm以下であることが好ましく、より好ましくは12nm以下である。

[0062] [SiO_2 膜の成膜]

上記アルミニウム板に成膜した SiO_2 膜の膜厚が6.0 μm 以上、15.0 μm 以下であり、且つ、圧縮応力が450MPa以上、1000MPa以下であれば、 SiO_2 膜の成膜条件は特に限定されない。本発明にかかる上記 SiO_2 膜は、アルミニウム板の温度を200℃以上370℃以下に加熱して、気相成膜法により成膜することが望ましい。

[0063] アルミニウム板の厚さに比べて SiO_2 膜の厚さは非常に薄いので、 SiO_2 膜の伸びはアルミニウム板の熱膨張に支配される。一方、 SiO_2 膜の熱膨張係数はアルミニウム板の数十分の一なので、アルミニウム板の熱膨張、熱収縮に伴い SiO_2 膜は引張られたり、圧縮されたりする。一般に SiO_2 膜は圧縮に対しては耐性が強いが引張に対しては耐性が弱い。アルミニウム板上の SiO_2 膜に、室温において圧縮応力を作用させることができれば、アルミニウム板の熱膨張により SiO_2 膜が引っ張られても圧縮応力が作用している分 SiO_2 膜に作用する引張力は緩和される。またアルミニウム板上に形成された SiO_2 膜に作用する応力は、成膜方法や条件で支配されるが、温度の影響が特に強い。高温で成膜した場合は、室温まで冷却する過程でアルミニウム板が熱収縮して SiO_2 膜に圧縮応力が生じる。そして再加熱しても室温から成膜温度まではアルミニウム板は熱膨張するものの SiO_2 膜に作用する圧縮応力が緩和されるにすぎず、引張力は実質的に作用しない。また成膜温

度を超えてアルミニウム基板が加熱された場合に熱膨張によって該成膜温度と加熱温度までの範囲で SiO_2 膜に引張力が作用する。したがって SiO_2 膜の成膜温度が高い場合、 SiO_2 膜の成膜温度と SiO_2 膜成膜後の加熱温度との差分に伴う引張に対する耐力を SiO_2 膜が有していれば亀裂等は発生しない。この結果、室温で SiO_2 膜を成膜した場合と比べて高温で成膜した場合には上記熱膨張率差に起因する SiO_2 膜の亀裂や剥離が発生しにくくなるものと考えられる。したがって十分な耐熱性を付与するには SiO_2 膜の成膜温度を高くすればよいことがわかった。

[0064] [SiO_2 膜の成膜：気相成膜法]

更に本発明の SiO_2 膜は気相成膜法で成膜されたものである。気相成膜法は膜厚を制御し易く、また均一で緻密な成膜が容易であるため望ましい。気相成膜法とは、スパッタリング法、蒸着法などの物理的気相法（ PVD ： $\text{physical vapor deposition}$ ）やプラズマ化学気相成長法（ $\text{plasma-enhanced chemical vapor deposition}$ ：以下、「プラズマ CVD 法」という）などの化学的気相法（ CVD ）である。これらの中でも $6.0\mu\text{m}$ 以上の所望の膜厚の成膜が容易であることから化学的気相法が好ましい。更に化学的気相法としては、特にプラズマ CVD 法がより好ましい。プラズマ CVD 法は成膜速度の制御がし易いため、所望とする膜厚の SiO_2 膜の成膜方法として好適であり、しかも均一で緻密な成膜が容易であるため、 SiO_2 膜の表面平滑性を所定の範囲に調整しやすいため望ましい。

[0065] なお、 SiO_2 膜は、プラズマ CVD 法以外にも、真空蒸着法やスパッタリング法などの物理的気相法でも成膜が可能であることが知られている。しかしながら、真空蒸着法では、膜中に欠陥が生じやすく、研磨面に欠陥が露出することで局所的な表面粗度の悪化を招くことが知られている。また、スパッタリング法では、真空蒸着法よりも表面欠陥の少ない膜を得ることができ、成膜速度が遅いため、 $6.0\mu\text{m}$ 以上の膜厚を有する SiO_2 膜を製造コストに見合う効率で成膜することが困難である。

[0066] プラズマCVD法で SiO_2 膜を成膜する場合、有機シロキサンガスまたはシランガスと、酸素含有ガスとの反応によって本発明にかかる SiO_2 膜を成膜できる。有機シロキサンガスとしては例えばオクタメチルトリシロキサンやヘキサメチルジシロキサンなどを用いることができ、これらを併用してもよい。

[0067] またシランガスとしては、例えば、 SiH_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 SiH_3Cl 、 SiCl_4 、 SiBr_4 、 SiI_4 、 SiF_4 、 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ などを用いることができ、これらを併用してもよい。これらの中でも特に好ましいのは $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ あるいは SiH_4 である。

[0068] また酸素含有ガスとしては各種公知の酸素含有ガスを使用することができ、 O_2 、 N_2O などが例示される。なお、酸素含有ガスには、 SiO_2 膜を成膜するために必要に応じて添加される N_2 、 Ar 、 H_2 ガスなどとの混合ガスも含む趣旨である。これらの中でも特に好ましいのは O_2 、または N_2O ガスである。

[0069] [SiO_2 膜成膜時のアルミニウム板温度：200℃以上370℃以下]

200℃以上370℃以下の高温域で SiO_2 膜を成膜すると、成膜後の冷却によってアルミニウム板と共に SiO_2 膜が収縮し、450MPa以上の圧縮応力が得られる。アルミニウム板の温度が200℃よりも低い温度で SiO_2 膜を成膜した場合、アルミニウム基板の加熱温度が300℃に達する前に SiO_2 膜に亀裂等が生じる場合があるため、NiPめっきの耐熱温度である300℃を超える耐熱性を付与することができない。一方、成膜時のアルミニウム板の温度が370℃を超えるとアルミニウム板自体の強度（引張強度）や0.2%耐力が低下してしまうため、磁気記録媒体に要求される基板特性が不良となる。特にアルミニウム板温度が370℃を超えるとアルミニウム板の強度は室温下の強度の1/4以下まで低下してしまい、成膜中や成膜後の冷却過程でアルミニウム基板が変形したり、アルミニウム基板表面に凹凸が発生したりする。その結果、室温まで冷却しても450MPa以上の圧

縮応力が得られなくなる場合がある。そのため、再度加熱すると成膜温度よりも低い温度から SiO_2 膜に引張力が発生してしまい、所望の高温耐熱性が得られないことがある。

[0070] 圧縮応力を高める観点からは SiO_2 膜の成膜時のアルミニウム板の温度は高い方がよい、 200°C 以上である。またアルミニウム板の温度を高くし過ぎるとアルミニウム板の強度などの特性が低下するため、好ましくは 370°C 以下、より好ましくは 350°C 以下である。

[0071] SiO_2 膜の膜厚は、アルミニウム板の温度を 200°C 以上 370°C 以下に高めた状態で当該温度域にて成膜条件を制御して、膜厚が $6.0\mu\text{m}$ 以上、 $15.0\mu\text{m}$ 以下となるようにすればよい。

[0072] その他の成膜条件は、公知のものを採用できる。

[0073] [研磨（ポリッシュ）工程について]

上記成膜後の SiO_2 膜は、その表面粗度が、例えば、JIS B0601：2001年で規定される中心線平均粗さ R_a で好ましくは 0.5nm 以下、より好ましくは 0.3nm 以下であることが好ましい。

[0074] しかしながら上記したようにプラズマCVD法で SiO_2 膜を成膜した場合、アルミニウム板表面の表面粗度がそのまま SiO_2 膜の表面粗度として反映される。そのため SiO_2 膜の研磨に要する負荷を軽減するには、上記したように SiO_2 膜の成膜前に予めアルミニウム板表面の平滑性を高めておくことが望ましい。

[0075] また成膜後に SiO_2 膜を研磨する場合は、 SiO_2 膜の表面を公知の条件で研磨し、表面粗度を調整すればよい。本発明の SiO_2 膜の研磨には、従来から用いられているガラス板を研磨する方法やその装置などをそのまま利用できる。例えば、研磨パッドと研磨スラリーを用いて湿式研磨すればよい。研磨スラリーとしてはガラス基板研磨に通常使用されている酸化セリウム、酸化ジルコニウム、またはコロイダルシリカが例示される。研磨パッドガラス基板用に使われているスウェード型が例示される。研磨圧力は、例えば、 $3\text{gf}/\text{cm}^2$ 以上 $150\text{gf}/\text{cm}^2$ 以下、摺動速度は、例えば、 30cm

／秒以上 170 cm／秒以下程度とすればよい。研磨量は特に限定されないが、研磨量の変化から圧縮応力を求めるためには研磨前の SiO₂ 膜の膜厚から 1 μm 以上 3 μm 以下程度研磨除去することが好ましい。

[0076] [用途]

本発明の SiO₂ 膜が成膜されたアルミニウム基板は、磁気記録媒体として好適に用いることができる。特に耐熱性を向上させた本発明の SiO₂ 膜が成膜されたアルミニウム基板は、磁性膜形成時の基板温度の制約緩和に寄与するものである。本発明の SiO₂ 膜が成膜されたアルミニウム基板を用いて磁気記録媒体を製造するにあたっては、該アルミニウム基板の SiO₂ 膜表面に、公知の条件で磁気記録膜などを形成し、必要に応じて、更に保護膜や潤滑膜を形成して、磁気記録媒体を製造することができる。

実施例

[0077] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

[0078] (実験 1)

下記表 1 に示す組成のアルミニウム板を、図 1 に示すような外径 65 mm、厚さ 0.96 mm であって、中央に内径 20 mm の空隙を有する中空円盤状ディスクに加工した。得られた中空円盤状ディスクの両面をポリビニルアルコール砥石で研削加工して、圧延による変質層を除去した。研削加工には、Speed Fam 社製 16 B 両面加工機を使用し、研削圧力：80 gf/cm²、摺動速度：80 cm／秒で研削加工を行い、面当たりの除去量：約 17 μm 程度とし、研削加工後の中空円盤状ディスクの厚さが 0.925 mm になるように設定した。なお、No. 3 と 4 は厚さ 0.81 mm のアルミニウム板を用いて研削後の厚さが 0.770 mm のものを使用した。また研削後の表面粗さはいずれも Ra が 11～13 nm の範囲であった。

[0079]

[表1]

アルミニウム板成分（質量％）※残部はA l および不可避免の不純物				
M g	C r	Z r	C u	F e
5.9	0.5	0.02	0.01	0.05

[0080] 得られた中空円盤状ディスクにS i O₂膜を成膜した。具体的には成膜時の中空円盤状ディスクの温度を330℃に設定すると共に、下記条件のプラズマCVD法によってS i O₂膜を成膜した。成膜温度は、予め熱電対を取り付けたアルミニウム板を用いて成膜装置の設定温度とアルミニウム板温度との相関を求めて、これに従い成膜時の中空円盤状ディスクの温度を制御した。成膜後、室温まで放冷し、両面にS i O₂膜が成膜された中空円盤状ディスク基板を得た。該基板を試験材N o. 1とした。

[0081] 試験材N o. 1と同様にして試験材N o. 2～10の基板を作製した。なお、試験材N o. 9、10は、比較例とした。

[0082] （プラズマCVD法の成膜条件）

N o. 1～4

キャリアガス：テトラエチルオルトシリケートと酸素の混合気体

ガス比：T E O S / O₂ = 1 : 20

流量：700 s c c m

圧力：50 P a

R F パワー：400 W

[0083] N o. 5～10

キャリアガス：モノシラン、窒素、および亜酸化窒素

ガス比：S i H₄ / N₂ / N₂O = 1 / 9 / 7

流量：136 s c c m

圧力：133 P a

R F パワー：150 W

[0084] （S i O₂膜の膜厚さ）

各試験材のS i O₂膜の膜厚はnanometrics社製nanospe

c/AFT mode I 5100を用いて測定し、表2に記載した。なお、表中の値は片面あたりの膜厚さである。

[0085] (そり変化量)

各試験材を平面定盤の上に固定し、中空円盤状ディスクの外周端から2 mm内側の位置から内周端から2 mm外側の位置に向かって半径方向に変位を触針式表面形状測定器を用いて反りを測定した。この際、図2に示すように中空円盤状ディスクの外周側から内周側に向かって六方向から測定し、その平均を各試験材の反り量とした。SiO₂膜の研磨前と下記条件でSiO₂膜を研磨した後に反り量を測定し、研磨前反り量から研磨後反り量を引いた値をそり変化量とした。なお、研磨後の反り量を測定する際は、研磨面が上側になるように試験材を平面定盤上に固定して反り量を測定した。

[0086] (SiO₂膜の研磨量)

Speed Fam社製卓上片面研磨機を用いて、各試験材のSiO₂膜の片面のみを研磨した。研磨にはロデルニッタ社製のガラス基板用研磨パッド(製品名: RN-Hパッド)とフジミ社製の研磨スラリー(製品名: Compol 80)を用いた。また研磨圧力: 100 gf/cm²、摺動速度: 40 cm/秒とし、研磨量は、SiO₂膜の密度が2.2 g/cm³と仮定し研磨前後の重量変化から求めた。各試験材のSiO₂膜の研磨量を表2に記載した。

[0087] (SiO₂膜の硬度、ヤング率)

各試験材のSiO₂膜の硬度、およびヤング率をナノインデンテーション法によって測定し、表2に記載した。具体的にはナノインデントー(Agilent Technology社製Nano Indenter XP/DCM)を用いて測定した。測定は、励起振動数: 45 Hz、励起振動振幅: 2 nm、歪速度: 0.05/秒、押し込み深さ: 2000 nmで行った。

[0088] (圧縮応力)

圧縮応力は、上記測定したSiO₂膜の研磨量、および反り変化量から、上記式(11)および上記式(12)に基づいて圧縮応力を算出した。

[0089] (耐熱温度)

耐熱性を評価するため、予め各試験材に熱電対を取り付けて、加熱炉の設定温度と試験材温度との相関を調べ、それに従って加熱炉の温度を設定した。試験材の耐熱評価温度に対応する温度に加熱した加熱炉内に試験材を挿入し、15分間、保持した後、試験材を炉外に取り出して室温になるまで放冷した。

[0090] 室温まで放冷した後、試験材の表面性状について観察した。具体的には蛍光灯照明下での目視、および下記条件の光学顕微鏡にてSiO₂膜の亀裂の有無、およびアルミニウム板とSiO₂膜との剥離の有無について調べ、下記耐熱評価基準で評価した。

[0091] 光学顕微鏡の観察条件

倍率：100倍

測定箇所、及び測定数：片面につき5か所

[0092] 耐熱評価基準

耐熱評価温度は250℃から50℃ずつ昇温させて耐熱性を評価し、亀裂や剥離が生じなかった最高温度を記載した。例えばNo. 1では、500℃までSiO₂膜に亀裂や剥離が認められなかった。なお、アルミ板の耐熱性の制約から、500℃以上の温度での評価は行わなかった。

[0093] [表2]

No	膜厚さ μm	板厚さ mm	成膜温度 ℃	硬度 GPa	ヤング率 GPa	研磨量 μm	そり変化量 μm	圧縮応力 MPa	耐熱温度 ℃
1	10.1	0.925	330	9.9	72.9	1.83	38.4	789	500
2	10.0	0.925	260	9.0	67.7	1.62	33.7	795	500
3	10.1	0.770	260	9.1	67.6	2.05	59.7	765	500
4	9.6	0.770	210	8.8	66.5	2.19	52.5	630	450
5	9.2	0.925	300	8.3	67.4	1.75	26.8	581	400
6	6.3	0.925	250	8.4	67.4	1.71	26.8	590	400
7	10.5	0.925	250	8.8	69.2	1.75	22.2	480	350
8	6.1	0.925	200	8.0	67.1	1.68	20.7	466	350
9	10.5	0.925	150	8.5	67.2	1.58	16.9	405	300
10	6.5	0.925	150	8.4	67.4	1.62	16.2	380	300

[0094] 表2に示す様に膜厚6.0μm以上のSiO₂膜の圧縮応力を450MPa以上としたNo. 1～8は、少なくとも350℃まで加熱してもSiO₂膜に亀裂や剥離が認められなかった。また圧縮応力が高くなる程、耐熱温度も高

くなった。ヤング率や硬度は、成膜温度、反応ガス系、その他の製造条件により変動するものの、No. 1～8はいずれも溶融シリカに近い値を示しており、皮膜として十分な特性を有していた。

[0095] 一方、 SiO_2 膜の圧縮応力が450MPa未満であるNo. 9、10は、300℃を超えて加熱すると SiO_2 膜に亀裂や剥離が認められた。No. 9、10では成膜温度が低かったために圧縮応力も低くなったと考えられる。

[0096] (実験2)

SiO_2 膜の厚さと耐疵付性の関係を調べるために、成膜条件を変更した以外は上記実験1 No. 2と同様にして膜厚の異なる試験材No. 2-1～2-5を作製した。なお、膜厚は成膜時間を制御して所定の膜厚を成膜した。

キャリアガス：モノシラン、窒素、および亜酸化窒素

ガス比： $\text{SiH}_4/\text{N}_2/\text{N}_2\text{O}=1/9/7$

流量：136sccm

圧力：133Pa

RFパワー：150W

成膜温度：200℃

[0097] なお、参考例No. 1は SiO_2 膜を成膜していないアルミニウム板である。また参考例No. 2は膜厚10μmのNi-Pめっきアルミニウム基板である。

[0098] (耐疵付性)

各試験材に20gまたは40gの荷重を加えた半径0.1mmのダイヤモンド球を備えたスタイラスの先端部を試験材の SiO_2 膜表面に接触させて摺動させた。5mm/秒の一定の摺動速度で15mm摺動させた。摺動後、試験材料表面の摺動痕の深さを非接触式光学粗さ計で測定した。結果を図3に示す。

[0099] 図3に示すように、膜厚3.5μmの SiO_2 膜を成膜した試験材No. 2-1は、荷重20gおよび40gのいずれも SiO_2 膜を成膜していない参考例No. 1と同等の耐疵付性であり、十分な耐疵付性が得られなかった。

- [0100] 膜厚 $6.0\ \mu\text{m}$ の SiO_2 膜を成膜した試験材 No. 2-2 は、荷重 $20\ \text{g}$ では参考例 No. 1 と比べて $1/3$ の疵深さに抑えることができ、また同荷重で Ni-P めっきを成膜した参考例 No. 2 とほぼ同程度の耐疵付性が得られた。
- [0101] 膜厚 $7.6\ \mu\text{m}$ の SiO_2 膜を成膜した試験材 No. 2-3 は、荷重 $40\ \text{g}$ でも参考例 No. 1 の $1/3$ の疵深さに抑えることができ、また同荷重で参考例 No. 2 とほぼ同程度の耐疵付性が得られた。
- [0102] 更に SiO_2 膜を厚膜化した試験材 No. 2-4、2-5 では、いずれの荷重でも参考例 No. 2 を凌駕する耐疵付性が得られた。
- [0103] 本発明を詳細にまた特定の実施態様を参照して説明したが、本発明の精神と範囲を逸脱することなく様々な変更や修正を加えることができることは当業者にとって明らかである。

本出願は、2014年3月17日出願の日本特許出願（特願2014-053730）に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

産業上の利用可能性

- [0104] 本発明の磁気記録媒体用アルミニウム基板は、特定膜厚及び特定圧縮応力を持つ SiO_2 膜を形成したものであり、耐疵付性、更には耐熱性にも優れ、熱アシスト記録方式に十分に適用でき、高密度記録を実現できる。

請求の範囲

- [請求項1] SiO_2 膜が両面に成膜されたアルミニウム基板であって、
前記 SiO_2 膜は、膜厚 $6.0\mu\text{m}$ 以上、 $15.0\mu\text{m}$ 以下であり、
且つ
450MPa以上、1000MPa以下の圧縮応力を有することを
特徴とする磁気記録媒体用アルミニウム基板。
- [請求項2] 膜厚 $6.0\mu\text{m}$ 以上、 $15.0\mu\text{m}$ 以下であり、且つ圧縮応力450MPa以上、1000MPa以下の SiO_2 膜が両面に成膜されたアルミニウム基板であって、
前記 SiO_2 膜はアルミニウム板を 200°C 以上、 370°C 以下に加熱して気相成膜法により成膜されたものであることを特徴とする磁気記録媒体用アルミニウム基板。
- [請求項3] 前記気相成膜法は、プラズマCVD法である請求項2に記載の磁気記録媒体用アルミニウム基板。