

明 細 書

発明の名称：

磁気記録媒体用アルミニウム基板、及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体の基板として好適な皮膜が成膜されたアルミニウム基板、及びその製造方法に関する。

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成膜されている。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、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] Ni-Pめっきを施す際、アルミニウム板表面に形成されている酸化皮膜を除去し、良好なめっき密着性を得るため、前処理としてジンケート処理が行われているが、この際、アルミニウム板の平滑性が悪化することがあった。また、アルミニウム板に不可避免的に含まれている晶出物に起因してNi-Pめっき膜表面にピットなどの欠陥が形成され、Ni-Pめっきアルミニウム基板の平滑性が低下することがあった。

[0004] こうした状況の下、Ni-Pめっき膜に代替可能な皮膜として、例えば、特許文献1、2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。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。

[0005] 例えば、特許文献1には、アルミニウム基板の表面をアルマイト処理した後、アルマイト膜の表面に、酸化シリコンを塗布し、熱処理することで、ア

ルマイト膜の表面を平滑化する磁気記録用アルマイト基板の表面処理方法が記載されている。特許文献1によれば、アルマイト膜の表面の平滑性が極めて向上する旨が開示されている。

- [0006] また、特許文献2には、表面に SiO_2 膜が形成されてなる磁気記録媒体用基板が記載されている。また、特許文献2には、 SiO_2 膜が、ポリシラザンを主成分とする塗布液から形成されることが好ましいことも記載されている。特許文献2によれば、基板の表面に SiO_2 膜を形成することにより、基板の表面粗さよりも小さな表面粗さを実現できる旨が開示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0007] 特許文献1：特開平2－73520号公報
特許文献2：特開平9－147344号公報

発明の概要

- [0008] 本発明は、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する磁気記録媒体用アルミニウム基板、及びその製造方法を提供することを目的とする。
- [0009] 本発明の一局面は、アルミニウム板と、その表面に成膜された皮膜とを有する磁気記録媒体用アルミニウム基板であって、前記皮膜は、前記アルミニウム板側から順に陽極酸化膜、及び SiO_2 膜を含む積層膜であり、且つ、前記陽極酸化膜の膜厚は、 $7\mu\text{m}$ 以上、 $45\mu\text{m}$ 以下であり、前記 SiO_2 膜の膜厚は、 $1\mu\text{m}$ 以上、 $5\mu\text{m}$ 以下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である。
- [0010] また、本発明の他の一局面は、前記磁気記録媒体用アルミニウム基板を製造する方法であって、前記アルミニウム板に陽極酸化膜を成膜する工程と、前記陽極酸化膜の表面に無機ポリシラザン含有溶液を塗布した後、加熱することによって、前記無機ポリシラザンを SiO_2 に転化して、前記陽極酸化膜に前記 SiO_2 膜を成膜する工程と、を含むことを特徴とする磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法である。
- [0011] 上記並びにその他の本発明の目的、特徴及び利点は、以下の詳細な記載と

添付図面とから明らかになるだろう。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]図1は、本発明の実施形態に係るアルミニウム基板の構造を示す概略断面図である。

[図2]図2は、実験3のN o. 3-1の顕微鏡写真である。

[図3]図3は、実験3のN o. 3-1の表面平滑性を示す図面代用写真である。

[図4]図4は、実験3のN o. 3-2の顕微鏡写真である。

[図5]図5は、実験3のN o. 3-2の表面平滑性を示す図面代用写真である。

[図6]図6は、実験3のN o. 3-3の顕微鏡写真である。

[図7]図7は、実験3のN o. 3-3の表面平滑性を示す図面代用写真である。

発明を実施するための形態

[0013] 本発明者らの検討によれば、特許文献1において酸化シリコンとして使用されているオルガノシロキサンでは、十分な硬度及び耐熱性を有する SiO_2 膜を形成できなかった。また、陽極酸化膜で被覆されたアルミニウム基板は、十分な耐疵付性を有していなかった。

[0014] また、特許文献2において、耐疵付性を確保するために SiO_2 膜を厚膜化すると、製造過程や使用時の熱履歴によって、 SiO_2 膜に亀裂が生じたり、 SiO_2 膜がアルミニウム板から剥離する等の問題があった。

[0015] 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、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する磁気記録媒体用アルミニウム基板を提供することを目的とする。すなわち、本発明は、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する皮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を目的とする。また、本発明は、前記磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法を提供することを目的とする。

[0016] 本発明者らは、ガラスと同程度の4.0～8.0 GPaの硬度を有し、且

つ、平滑性と耐疵付性とに優れたアルミニウム基板について鋭意研究を重ねた。本発明に至った経緯は、以下の通りである。

[0017] まず、硬度と耐疵付性とを確保する観点から、無機ポリシラザンを原料としてアルミニウム板表面に成膜する SiO_2 膜の厚膜化を検討した。その結果、 SiO_2 膜の成膜過程で不可欠な水やアンモニア等の制御が難しく、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 超の膜厚に成膜することは、工業的規模の生産においては困難であることがわかった。また、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 程度の膜厚の SiO_2 膜を設けたアルミニウム板では、製造時や使用時に衝撃を受けた際に、アルミニウム板に疵や窪みが生じ、十分な耐疵付性が得られなかった。

[0018] 耐疵付性を向上させる観点から、厚膜化が容易な皮膜について検討したところ、陽極酸化膜が厚膜化しやすいことがわかった。しかしながら、陽極酸化膜で十分な耐疵付性を確保するためには、膜厚を $20\text{ }\mu\text{m}$ 以上とする必要があることがわかった。さらに、この場合、陽極酸化膜の多孔質構造が発達して、表面粗度が著しく悪化し、平滑性が確保できないことが判明した。

[0019] さらに、本発明者らは、耐疵付性と平滑性とを確保すべく、研究を重ねた結果、陽極酸化膜の表面粗度の悪化を抑制しつつ、平滑性と耐疵付性とを確保するためには、所定の膜厚を有する、陽極酸化膜と SiO_2 膜とを含む積層構造とすることが有効であることを見出し、本発明に至った。

[0020] すなわち、本発明の一実施形態に係る磁気記録媒体用アルミニウム基板は、アルミニウム板と、その表面に成膜された皮膜とを有する。そして、前記皮膜は、前記アルミニウム板側から順に、陽極酸化膜及び SiO_2 膜を含む積層膜である。そして、前記陽極酸化膜の膜厚は、 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $45\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、 SiO_2 膜の膜厚は、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。このような磁気記録媒体用アルミニウム基板は、上記のような皮膜を有することで、平滑性と耐疵付性とを兼備できる。すなわち、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する皮膜が成膜された磁気記録媒体用アルミニウム基板が得られる。具体的には、以下のことによると考えられる。

[0021] 上記したように、陽極酸化膜単独で耐疵付性を確保するためには、陽極酸

化膜を厚膜化する必要があったが、ガラスと同程度の硬度を有する SiO_2 膜で被覆することで、陽極酸化膜の膜厚が薄くても十分な耐疵付性を確保できる。特に、 SiO_2 膜を成膜する際に、陽極酸化膜の多孔質構造内に SiO_2 前駆体を侵入させれば、陽極酸化膜が SiO_2 との複合構造となり、密着性が向上し、また、薄膜化しても十分な耐疵付性を確保できると考えられる。

[0022] また、陽極酸化膜を薄膜化すると、陽極酸化膜の表面粗度の悪化を抑制できるため、 SiO_2 膜で被覆することで、より優れた平滑性が得られる。

[0023] 陽極酸化膜の膜厚は、十分な膜厚を有していないと耐疵付性を確保できない傾向がある。陽極酸化膜の膜厚は、 $7\mu\text{m}$ 以上、好ましくは $8\mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $9\mu\text{m}$ 以上である。一方、陽極酸化膜を厚膜化しすぎると、製造コストが増大し、また、耐疵付性向上効果が飽和する傾向がある。さらに、厚膜化によって、陽極酸化膜の表面粗度が悪化し、平滑性が低下する傾向がある。また、厚膜化すると、熱履歴によって、アルミニウム板や SiO_2 膜との熱膨張差に起因して、陽極酸化膜の破損や剥離が生じやすくなり、耐熱性が悪化する傾向がある。陽極酸化膜の膜厚は、 $45\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $40\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $35\mu\text{m}$ 以下である。これらのことから、陽極酸化膜の膜厚が上記範囲内であれば、その表面上に SiO_2 膜を形成することによって、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する皮膜となる。

[0024] SiO_2 膜の膜厚は、十分な膜厚を有していないと、平滑性を確保できない傾向がある。 SiO_2 膜の膜厚は、 $1\mu\text{m}$ 以上、好ましくは $1.5\mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $2\mu\text{m}$ 以上である。平滑性確保の観点からは、 SiO_2 膜は厚膜化することが望ましいが、厚膜化しすぎると、熱履歴による熱膨張差に起因して SiO_2 膜が破損や剥離する等、耐熱性が悪化する傾向がある。 SiO_2 膜の膜厚は、 $5\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $4\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $3\mu\text{m}$ 以下である。これらのことから、膜厚が上記範囲内である SiO_2 膜を陽極酸化膜に成膜することによって、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する皮膜が得られる。

[0025] 図1は、本実施形態に係るアルミニウム基板の構造を示す概略断面図であ

る。前記皮膜は、前記アルミニウム板から順に、前記陽極酸化膜及び前記 SiO_2 膜が積層された積層膜であれば、特に限定されない。すなわち、前記皮膜は、前記アルミニウム板側から順に、前記陽極酸化膜及び前記 SiO_2 膜を含む積層膜であればよく、図 1 に示すように、前記陽極酸化膜と前記 SiO_2 膜とからなる積層層であってもよい。また、前記皮膜は、前記陽極酸化膜及び前記 SiO_2 膜を含んでいればよく、他の層（前記陽極酸化膜及び前記 SiO_2 膜以外の層）を含むものであってもよい。また、前記皮膜の膜構造としては、図 1 に示すように、アルミニウム板 1 表面に成膜された陽極酸化膜 2 と、該陽極酸化膜 2 表面に成膜された SiO_2 膜 3 からなる 2 層構造が挙げられる。前記皮膜は、上述したように、他の層を含むものであってもよいが、前記陽極酸化膜と前記 SiO_2 膜とからなる等、前記陽極酸化膜と前記 SiO_2 膜とが接触していることが好ましい。前記陽極酸化膜と前記 SiO_2 膜とが接触していることによって、前記皮膜が、上述したような、陽極酸化膜と SiO_2 との複合構造となり、密着性が向上し、また、薄膜化しても十分な耐疵付性を確保できると考えられる。

[0026] 積層膜の膜厚は、陽極酸化膜の膜厚と SiO_2 膜の膜厚とが上記範囲内であればよく、これらの範囲内で平滑性と耐疵付性が得られるように適宜調整すればよく、特に限定されない。

[0027] アルミニウム板表面に陽極酸化膜と SiO_2 膜を有する積層膜を成膜した、本実施形態に係るアルミニウム基板は、平滑性に優れており、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 1.0 nm 以下、より好ましくは 0.8 nm 以下である。

[0028] また、本実施形態に係るアルミニウム基板は、耐疵付性にも優れており、Ni-Pめっき膜と同等、好ましくはNi-Pめっき膜よりも優れた耐疵付性を有している。耐疵付性は、例えば、後記する実施例の試験方法での疵深さが、好ましくは $0.28 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.20 \mu\text{m}$ 以下である。

[0029] 以下、本発明の他の実施形態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。

[0030] 本実施形態では、アルミニウム板の表面に所定の膜厚の陽極酸化膜と SiO_2 膜の積層膜を成膜できればよく、成膜条件は特に限定されない。

[0031] 本実施形態に係る、平滑性と耐疵付性に優れたアルミニウム基板の製造方法としては、アルミニウム板に陽極酸化膜を成膜する工程と、陽極酸化膜表面に無機ポリシラザン含有溶液を塗布した後、加熱して溶媒を除去後、無機ポリシラザンを SiO_2 に転化して、陽極酸化膜に SiO_2 膜を成膜する工程を含む製造方法が推奨される。

[0032] 本実施形態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、アルミニウムを含む板であればよく、純アルミニウム板であっても、アルミニウム合金板であってもよい。このアルミニウム板としては、磁気記録媒体用に汎用されている各種公知の純アルミニウム板、アルミニウム合金板を用いることができる。例えば、神戸製鋼所社製の 5 D 8 6 合金の板、J I S H 4 0 0 0 : 2 0 0 6 年に記載されている 5 0 8 6 合金の板、2 2 1 9 合金の板、及び、特許第 5 3 2 5 8 6 9 号公報に記載されているアルミニウム合金基板が好ましい。特許第 5 3 2 5 8 6 9 号公報に記載されているアルミニウム合金基板は、「Mg を 3 . 5 質量%以上 6 質量%以下含有し、残部が Al 及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 1 0 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°C で 1 0 秒間加熱された前後における平均結晶粒径の変化量が $10\mu\text{m}$ 以下である」アルミニウム合金板である。より好ましくは、高温耐熱性に優れた特性を有する上記 5 D 8 6 合金の板、上記 2 2 1 9 合金の板、上記特許第 5 3 2 5 8 6 9 号公報に記載のアルミニウム合金基板である。

[0033] アルミニウム板の板厚は、磁気記録媒体に要求される板厚であればよく、特に限定されない。例えば、直径が 3 . 5 インチの磁気記録媒体用アルミニウム基板では、厚みは 1 . 2 mm 以上 1 . 8 mm 以下であるが、これに限定

されない。

- [0034] 上記アルミニウム板は、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、アルミニウム板の形状が固定され、残留応力を除去できる。焼鈍処理は、例えば、300℃以上の温度で行えばよい。
- [0035] 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ことがあるため、必要に応じて、この表面変質層を研削加工あるいは切削加工により圧延面を除去しておくことが望ましい。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（PVA）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。
- [0036] 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Raで1.0nm以下であることが好ましく、より好ましくは0.8nm以下である。
- [0037] また、アルミニウム板には、必要に応じて公知の脱脂処理や、デスマット処理を施してアルミニウム板表面を清浄化することが望ましい。
- [0038] アルミニウム板に陽極酸化膜を成膜する工程は、特に限定されず、一般的な陽極酸化処理液を用いてアルミニウム板を陽極酸化処理する工程が挙げられる。アルミニウム板表面に陽極酸化膜を成膜する条件は、特に限定されない。一般的な陽極酸化処理液として、シュウ酸及びギ酸等の有機酸、リン酸、クロム酸及び硫酸等の無機酸が挙げられる。この中でも、高温でクラックの発生を低減させるという観点から、シュウ酸を含む陽極酸化処理液を用いることが好ましい。陽極酸化処理液中のシュウ酸濃度は、特に限定されず、おおむね、好ましくは10g/L以上、より好ましくは20g/L以上、好ましくは50g/L以下、より好ましくは40g/L以下に制御することが好ましい。
- [0039] 陽極酸化処理を行うときの上限温度（以下、「液温」ということがある）は、生産性を確保しつつ陽極酸化膜の溶解が進行しすぎない範囲で設定すれ

ばよく、好ましくは 50°C 以下、より好ましくは 40°C 以下である。低温で処理することはできるが、耐熱性の観点からは、処理温度が低すぎると割れが生じることがあるため、下限温度は好ましくは 15°C 以上、より好ましくは 20°C 以上である。

[0040] 陽極酸化処理を行うときの電解電圧や電流密度は、所望の陽極酸化膜が得られるように、適宜適切に調節すればよい。例えば、電解電圧については、電解電圧が低いと電流密度が小さくなって成膜速度が遅くなる。一方、電解電圧が高すぎると大電流によって陽極酸化膜の溶解が進行して所望の膜厚を確保できなくなることがある。陽極酸化処理時の電解電圧は、好ましくは 5 V 以上、より好ましくは 15 V 以上、好ましくは 100 V 以下、より好ましくは 80 V 以下である。あるいは陽極酸化処理時の電流密度は、好ましくは 100 A/dm^2 以下、より好ましくは 30 A/dm^2 以下、さらに好ましくは 5 A/dm^2 以下である。

[0041] 陽極酸化膜に SiO_2 膜を成膜する工程は、特に限定されず、アルミニウム板表面に所定の膜厚の陽極酸化膜を成膜した後、 SiO_2 膜を成膜する。上記陽極酸化膜は、多孔質構造であり、その表面を顕微鏡観察すると孔径 $10\sim 100\text{ nm}$ 程度のピット状の欠陥が多数存在している。このような陽極酸化膜表面に湿式成膜法で無機ポリシラザン含有溶液を塗布した後、加熱すると、陽極酸化膜は内部に侵入した無機ポリシラザンが転化した SiO_2 によって強固な複合構造を形成するため、皮膜は、硬度が一層高くなり、耐疵付性が向上する。そのため、従来の陽極酸化膜と比べて、陽極酸化膜を薄膜化しても、その上に SiO_2 膜を成膜することで、十分な耐疵付性を確保できる。また、陽極酸化膜を薄膜化できるため、上記したように多孔質構造の発達に伴う表面粗度の悪化を抑制できる。さらに、陽極酸化膜のピット状欠陥の内部に該無機ポリシラザン含有溶液が侵入し、レベリング効果により該欠陥に起因する表面粗度が改善されて平滑性を向上できる。

[0042] 無機ポリシラザンとは、「 $-(\text{SiH}_2\text{NH})-$ 」を基本構成単位とし、基本構成単位内にメチル基などの有機質成分を含まず、鎖状、環状、若しくは

これらの複合構造からなり、高温下で酸素や水分と反応して硬質の SiO_2 に転化する材料である。例えば、特開昭60-145903号公報などに開示されている各種公知の組成の無機ポリシラザンを用いることができる。

[0043] 上記無機ポリシラザンとしては、具体的には、ペルヒドロポリシラザンを好適に用いることができる。上記無機ポリシラザンとしては、数平均分子量が、例えば、500～2500程度のものを用いることが好ましい。

[0044] 上記無機ポリシラザン含有溶液としては、無機ポリシラザンを溶解している溶液を用いればよく、溶媒としては、例えば、ジブチルエーテル、キシレン、トルエンなどの有機溶媒を用いることができる。無機ポリシラザン含有溶液に含まれる無機ポリシラザンの濃度は、特に限定されないが、例えば、溶液全体の質量に対して、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上である。

[0045] 無機ポリシラザン含有溶液には、無機ポリシラザンから SiO_2 への転化を促進するため、パラジウム触媒等の触媒を、さらに含んでいてもよい。

[0046] 上記無機ポリシラザン含有溶液は、市販品を用いてもよく、例えば、AZエレクトロニックマテリアルズ社等から入手できる。また、入手した溶液を濃縮してから用いてもよい。

[0047] なお、ポリシラザンとしては、無機ポリシラザンの他、基本構成単位内にメチル基などの有機質成分を含んだ有機ポリシラザンも知られている。無機ポリシラザンは、低温での三次元 Si-O 結合の形成が進行しやすく、シリカ転化が好適に進行する。また、無機ポリシラザンを用いて形成された SiO_2 膜は、有機ポリシラザンを用いて形成された SiO_2 膜より硬度が高い。これらのことから、本実施形態にかかる製造方法では、無機ポリシラザンを用いている。

[0048] 上記アルミニウム基板表面に上記無機ポリシラザン含有溶液を塗工する方法は、特に限定されず、公知の方法を採用できる。例えば、スピンコート、ディップコート、スプレーコートなどの方法を適用できる。

[0049] 上記無機ポリシラザン含有溶液の塗布量は、特に限定されない。したがっ

て、塗布量は、成膜する SiO_2 膜の厚みに応じて適宜調整すればよい。

[0050] 上記無機ポリシラザン含有溶液を塗工した後、必要に応じて、乾燥させて溶媒を除去することが好ましい。乾燥方法としては、特に限定されないが、例えば、大気中、或いは乾燥雰囲気中、すなわち、乾燥空気、乾燥窒素など水蒸気を含まない雰囲気中で所望の温度で乾燥させて溶剤を除去すればよい。

[0051] [焼成]

アルミニウム板は、陽極酸化膜表面に上記無機ポリシラザン含有液を塗工した後、又は、さらに乾燥させた後、電気炉等の加熱炉に挿入し、加熱して無機ポリシラザンをシリカ転化させて SiO_2 を主体とする硬質な SiO_2 膜を成膜する。

[0052] 焼成炉内に挿入したアルミニウム板は、最終焼成温度まで加熱される。この際の焼成温度（最終焼成温度）は、特に限定されないが、最終焼成温度が高すぎると、アルミニウム板が変形するため、アルミニウム板の変形開始温度よりも低い温度に設定する必要がある。アルミニウム板の耐熱温度は、合金成分等によって多少変動するが、概ね 370°C を超えると、アルミニウム板の耐力が室温の $1/4$ 程度まで低下して変化しやすくなるため、好ましくは 370°C 以下である。一方、無機ポリシラザンのシリカ転化は、 200°C 以上になると促進され、さらに高温になるほど硬度も高くなるため、好ましくは 200°C 以上、より好ましくは 250°C 以上、である。また焼成炉内は、水蒸気雰囲気にしてシリカ転化反応を促進させているが、水蒸気を添加するまでは大気雰囲気でもよい。

[0053] 水蒸気の供給方法は、特に限定されないが、例えば、焼成炉の外部に設けた高温気化器に所定量の水を滴下しながら所定流量の空気等を流通させることで、水蒸気分圧を制御した雰囲気ガスを焼成炉内に供給すればよい。

[0054] 焼成炉内に供給する水蒸気量は、焼成炉のサイズや焼成するアルミニウム板の数、サイズ等によって異なるため、特に限定されない。水蒸気は、少なくとも無機ポリシラザンを供給した水分とシリカ転化反応させて後記する強度、及び耐熱性を有する SiO_2 膜が成膜できるように適宜供給量を調整すれ

ばよい。また、供給する水蒸気分圧も、特に限定されず、例えば、水蒸気分圧20～70%程度でよい。

[0055] なお、 SiO_2 膜であることは、加熱前後における皮膜のFT-IR（フーリエ変換型赤外分光光度計）スペクトルを測定したときに、 Si-H 結合、 N-H 結合に起因するピーク強度が減少ないしピークが消滅し、 Si-O 結合に起因するピークが生成ないしピーク強度が増大していることから確認できる。

[0056] その後も水蒸気を供給して焼成炉内を水蒸気雰囲気中に維持しつつ所定の最終焼成温度まで加熱してシリカ転化させることで、硬質な SiO_2 膜で被覆されたアルミニウム板を得ることができる。

[0057] 最終焼成温度での保持時間は、シリカ転化が完了する程度の時間であればよく、特に限定されないが、例えば30分以上とすることが好ましく、より好ましくは1時間以上である。

[0058] また焼成炉内の温度の昇温速度は、特に限定されず、通常の製造条件で行えばよく、例えば、平均昇温速度 $3^\circ\text{C}/\text{分} \sim 10^\circ\text{C}/\text{分}$ 程度でおこなえばよい。

[0059] 上記焼成後は室温まで冷却するが、その際の冷却速度は特に限定されず、例えば放冷すればよい。

[0060] このようにして得られる、本実施形態に係るアルミニウム基板は、平滑性、及び耐疵付性に優れている。

[0061] また、さらに平滑性を向上させる目的で、公知の条件で SiO_2 膜表面を研磨、或いは研削や切削加工を施してもよい。本実施形態に係るアルミニウム基板は、アルミニウム基板の表面に硬質な SiO_2 膜を成膜しているため、従来から用いられているガラス基板を研磨する方法やその装置等をそのまま利用できる。

[0062] 本実施形態に係るアルミニウム基板は、磁気記録媒体用基板等、各種電気電子機器用材料として好適に用いることができる。

[0063] 本実施形態に係る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表面に、公知の条件で磁気記録膜を成膜し、必要に応じて、さらに、保護膜や潤滑膜を成膜すればよい。

[0064] 本明細書は、上記のように様々な態様の技術を開示しているが、そのうち主な技術を以下に纏める。

[0065] 上記課題を解決し得た本発明の一局面は、アルミニウム板と、その表面に成膜された皮膜とを有する磁気記録媒体用アルミニウム基板であって、前記皮膜は、前記アルミニウム板側から順に陽極酸化膜、及び SiO_2 膜を含む積層膜であり、且つ、前記陽極酸化膜の膜厚は、 $7\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $45\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、前記 SiO_2 膜の膜厚は、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下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である。

[0066] このような構成によれば、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する磁気記録媒体用アルミニウム基板を提供することができる。すなわち、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する皮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ができる。

[0067] また、本発明の他の一局面は、前記磁気記録媒体用アルミニウム基板を製造する方法であって、前記アルミニウム板に陽極酸化膜を成膜する工程と、前記陽極酸化膜の表面に無機ポリシラザン含有溶液を塗布した後、加熱することによって、前記無機ポリシラザンを SiO_2 に転化して、前記陽極酸化膜に前記 SiO_2 膜を成膜する工程と、を含むことを特徴とする磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法である。

[0068] このような構成によれば、優れた平滑性と耐疵付性を兼備する磁気記録媒体用アルミニウム基板を好適に製造できる磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法を提供することができる。

[0069] また、前記磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法において、前記陽極酸化膜を成膜する工程は、シュウ酸溶液を用いた陽極酸化処理であることが好ましい。

[0070] このような構成によれば、平滑性と耐疵付性により優れた磁気記録媒体用アルミニウム基板を好適に製造できる。

実施例

[0071] 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。

[0072] (実験1)

実験1では、耐疵付き性について評価した。アルミニウム板として、5D86合金の板を用いた。5D86合金の組成は、Si:0.015質量%、Fe:0.02質量%、Cu:0.04質量%、Mg:4.00質量%、Zn:0.15質量%、残部:Al及び不可避免の不純物からなるアルミニウム合金である。このアルミニウム合金の板を冷間圧延した後、打ち抜き加工を行い、外径65mm、内径20mm、厚さ約0.65mmの円盤状ディスクを作製した。これをPVA砥石で研削し、圧延による変質層を除去した。研削加工には、Speedfam製16B両面加工機を使用し、研削圧力:80gf/cm²、摺動速度:80cm/秒で行い、面あたりの除去量:約20μm程度とし、研磨後のアルミニウム板の厚さが0.61~0.62mmになるように設定して、試験用のアルミニウム板を作製した。

[0073] 上記アルミニウム板に下記条件にて陽極酸化処理を行い、陽極酸化膜を成膜した。得られた陽極酸化膜の膜厚を下記測定方法に基づいて測定した。

[0074] 陽極酸化処理条件

陽極酸化処理液:シュウ酸溶液30g/L

処理液温度:30℃

電解電圧:40V

[0075] アルミニウム板の陽極酸化膜上に、無機ポリシラザン含有溶液(AZエレクトロニックマテリアルズ社製NL120A-20)をスピンコート法で塗工し、空気雰囲気中80℃で10分加熱して溶剤を除去した。これを複数回繰り返して、成膜後のSiO₂膜の膜厚が下記表1記載の膜厚となるような所望の厚さを得た。その後、アルミニウム板を電気炉に挿入し、約10℃/分

の平均昇温速度で300℃の最終焼成温度まで昇温した後、炉内を水蒸気雰囲気とし、該温度で60分間保持して焼成した。焼成後、室温まで放冷してから、電気炉から、SiO₂膜を成膜したアルミニウム板を取り出し、試験材を得た。また、得られた各試験材のSiO₂膜の膜厚を下記測定方法に基づいて測定した。

[0076] なお、No. 8は、上記アルミニウム板（前記陽極酸化膜及び前記SiO₂膜を成膜する前のアルミニウム板、上記円盤状ディスク）にNiPめっきを施した例である。処理条件は、まずアルミニウム板をAD-68Fにより70℃で5分間の脱脂を行った後、AD-101Fにより68で2分間の酸エッチングを行い、30%硝酸によりデスマットを行った。その後、AD-301F-3Xにより20℃で30秒間のジンケート処理を行った後、30%硝酸でZnを溶解させた後、再び20℃で15秒間のジンケート処理を行った。その後、HDX-7G液を使用して、90℃、2時間無電解NiPめっき処理を行い、10μm厚さ程度のNiPめっき膜を形成した。その後、両面、すなわちNiPめっき膜表面を研磨して供試材を作製した。なお、前記のAD-68F、AD-101F、AD-301F-3Xは、NiPめっき前処理液である。HDX-7G液は、NiPめっき液である。これらは全て上村工業（株）製のものを使用した。

[0077] また、No. 9は、表面に上記皮膜（前記陽極酸化膜及び前記SiO₂膜）を形成しなかったアルミニウム板である。No. 10～13は、陽極酸化膜を成膜した後、SiO₂膜を成膜しなかったアルミニウム板である。

[0078] （陽極酸化膜の膜厚の測定）

陽極酸化膜の膜厚は、渦電流式膜厚計を用いて測定した。測定は、同一の箇所を5回測定し、その平均値を該箇所の厚みとし、試料の5箇所を測定し、その平均を陽極酸化膜の膜厚（μm）とした。得られた陽極酸化膜の膜厚は、表の「陽極酸化膜（μm）」欄に記載した。

[0079] （SiO₂膜の膜厚の測定）

SiO₂膜の膜厚は、nanometrics社製nanospec/AF

T m o d e l 5 1 0 0 を用いて測定した。測定は、同一の箇所を 5 回測定し、その平均値を該箇所の厚みとし、試料の 5 箇所を測定し、その平均を S i O₂ 膜の膜厚 (μ m) とした。得られた S i O₂ 膜の膜厚は、表の「S i O₂ 膜 (μ m)」欄に記載した。

[0080] (耐疵付き性の評価)

耐疵付き性の評価は、新東科学社製 T y p e 1 8 の連続荷重式引掻強度試験機を用いて測定した。測定は、先端に R 加工を施し、圧子に半径 0. 1 m m のダイヤモンド球を用いた円錐型引掻針に、5 0 g の荷重を負荷して、試験片表面を 1 0 m m 走引した。走引後、試験片表面の圧子痕の深さを、キーエンス社製 V P - 9 5 1 0 型レーザー顕微鏡で測定した。この測定された深さは、表の「疵深さ (μ m)」欄に記載した。評価は、従来技術の N i - P めっきアルミ基板である N o. 8 の疵深さと比較して、耐疵付き性の優劣を評価した。

[0081]

[表1]

No.	陽極酸化膜 (μm)	SiO ₂ 膜 (μm)	疵深さ (μm)
1	7.1	2.17	0.279
2	8.2	1.8	0.280
3	10.9	1.2	0.262
4	10.2	2.89	0.247
5	15.2	3.37	0.145
6	19.9	2.47	0.078
7	30.9	3.21	0.125
8	NiPめっき		0.280
9	なし		1.111
10	5.3	なし	1.040
11	9.9	なし	0.571
12	20.2	なし	0.281
13	31.7	なし	0.371
14	5	1.2	0.583
15	10.5	0.8	0.484

[0082] アルミニウム板に本発明で規定する膜厚の陽極酸化膜及びSiO₂膜の積層膜を成膜したNo. 1～7は、耐疵付性に優れており、Ni-Pめっきアルミニウム基板であるNo. 8と同等、若しくはそれ以上の耐疵付性を有していた。

[0083] No. 9は、陽極酸化膜もSiO₂膜も成膜しなかった例であり、1mmを超える深い圧子痕が確認でき、耐疵付性をほとんど有していなかった。

[0084] No. 10～13は、陽極酸化膜のみを成膜した例であり、陽極酸化膜の膜厚の増加に伴って疵深さが軽減する傾向が見られたが、No. 8よりも優れた耐疵付性は得られなかった。

[0085] No. 14は、陽極酸化膜とSiO₂膜との積層膜を成膜した場合であるが

、陽極酸化膜の膜厚が薄い例であり、疵深さが依然大きなままであった。

[0086] No. 15は、陽極酸化膜と SiO_2 膜の積層膜を成膜した場合であるが、 SiO_2 膜の膜厚が充分でなく、耐疵付性が悪かった。

[0087] (実験2)

実験2では、上記実験1と同様にして、陽極酸化膜及び SiO_2 膜を形成した試料の平滑性について評価した。上記実験1と同様にして、陽極酸化膜を成膜して得られた陽極酸化膜の膜厚を測定し、表の「陽極酸化膜 (μm)」欄に記載した。同様に、陽極酸化膜上に SiO_2 膜を成膜して得られた SiO_2 膜の膜厚を測定し、表の「 SiO_2 膜 (μm)」欄に記載した。また、 SiO_2 膜の表面平滑性を下記基準で測定し、「表面粗度 (nm)」欄に記載した。なお、No. 2-11~2-16は SiO_2 膜を成膜しなかった例である。

[0088] (SiO_2 膜の平滑性)

SiO_2 膜の平滑性はセイコーインスツル社製のSPI-4000型AFM (Atomic Force Microscope) で10ミクロン視野を観察した際の平均面粗さ ($R_a: \text{nm}$) で表面粗さを評価した。 R_a が1.0nm以下を平滑性に優れると評価した。

[0089]

[表2]

No.	陽極酸化膜 (μm)	SiO ₂ 膜 (μm)	表面粗度 (nm)
2-1	7.1	2.93	0.46
2-2	8.2	3.23	0.39
2-3	9.3	2.81	0.63
2-4	10.3	4.25	0.53
2-5	15.2	3.37	0.47
2-6	20.2	4.08	0.70
2-7	35.9	3.2	0.76
2-8	34.5	4.0	0.75
2-9	41.3	4.0	0.88
2-10	49.4	3.2	1.13
2-11	9.3	なし	10.16
2-12	15.2	なし	19.70
2-13	21	なし	26.72
2-14	35.9	なし	27.51
2-15	40.7	なし	28.52
2-16	49.4	なし	30.77
2-17	9.8	0.8	2.75
2-18	15.5	0.8	19.61
2-19	20.2	0.8	26.94
2-20	31.7	0.8	21.39

[0090] アルミニウム板に本発明で規定する膜厚の陽極酸化膜、及びSiO₂膜の積

層膜を成膜したNo. 2-1~2-9は、表面粗度は1.0nm以下であり、優れた表面平滑性を有していた。一方、No. 2-10は陽極酸化皮膜厚が厚く、表面粗度がやや大きかった。

[0091] No. 2-11~2-16は、陽極酸化膜のみを成膜した例であり、最表面が陽極酸化皮膜特有の多孔質構造となっているため、陽極酸化膜の膜厚の増加に伴って表面平滑性が悪化する傾向が見られ、表面粗度はいずれも1.0nmを超えていた。

[0092] No. 2-17~2-20は、陽極酸化膜とSiO₂膜の積層膜を成膜した場合であるが、SiO₂膜の膜厚が薄い例であり、表面粗度は依然として大きなままであった。

[0093] (実験3)

実験3では、SiO₂膜成膜時のレベリング効果について確認した。上記実験1と同様にして、10μmの陽極酸化膜を形成した後、所定の膜厚のSiO₂膜を形成した試料を作製した。なお、No. 3-1は、SiO₂膜を形成しなかった。各試料の測定側表面に膜厚1000ÅとなるようにAu膜を蒸着させてから、倍率150倍の光学顕微鏡でピットの有無を観察した。その際の顕微鏡写真を、図2、図4、及び図6に示す。図2は、No. 3-1の顕微鏡写真であり、図4は、No. 3-2の顕微鏡写真であり、図6は、実験3のNo. 3-3の顕微鏡写真である。

[0094] さらに、キーエンス社製VP-9510型レーザー顕微鏡で測定して、ピットの有無と表面平滑性について評価した。その際の形状チャートを、図3、図5、及び図7に示す。図3は、No. 3-1の形状チャートを示し、図5は、No. 3-2の形状チャートを示し、図7は、No. 3-3の形状チャートを示す。

[0095] [表3]

No.	陽極酸化膜(μm)	SiO ₂ 膜(μm)	塗工回数	ピットの有無
3-1	10	なし	なし	有り
3-2	10	0.8	1	なし
3-3	10	2.4	3	なし

[0096] No. 3-1は、SiO₂膜を設けなかった例であるが、図2に示すように表面にピットが複数確認できるとともに、図3に示すように表面平滑性も悪かった。

[0097] No. 3-2、3-3は、所定の膜厚のSiO₂膜を夫々形成した例であり、図4、図6に示すようにいずれも表面にピットは形成されていなかった。なお、SiO₂膜を厚く形成したNo. 3-3では、図7に示されているように表面がより平滑になっていた。SiO₂膜が薄いNo. 3-2では、図5に示されているように表面粗さを十分に低減できなかった。

[0098] これらの結果から、陽極酸化皮膜の上に所定の膜厚のSiO₂膜を設けることで、陽極酸化皮膜に不可避免的に生じるピットを被覆し、欠陥部を解消できる。

[0099] この出願は、2014年9月10日に出願された日本国特許出願特願2014-184199号を基礎とするものであり、その内容は、本願に含まれるものである。

[0100] 本発明を表現するために、上述において実施形態を通して本発明を適切且つ十分に説明したが、当業者であれば上述の実施形態を変更および／または改良することは容易に為し得ることであると認識すべきである。したがって、当業者が実施する変更形態または改良形態が、請求の範囲に記載された請求項の権利範囲を逸脱するレベルのものでない限り、当該変更形態または当該改良形態は、当該請求項の権利範囲に包括されると解釈される。

産業上の利用可能性

[0101] 本発明によれば、アルミニウム板表面に所定の膜厚で陽極酸化膜とSiO₂膜の積層膜が成膜されているため、平滑性と耐疵付性に優れた特性を有する磁気記録媒体用アルミニウム基板が提供される。

符号の説明

- [0102]
- 1 アルミニウム板
 - 2 陽極酸化膜
 - 3 SiO₂膜

請求の範囲

- [請求項1] アルミニウム板と、その表面に成膜された皮膜とを有する磁気記録媒体用アルミニウム基板であって、
- 前記皮膜は、前記アルミニウム板側から順に陽極酸化膜、及びS i O₂膜を含む積層膜であり、且つ、
- 前記陽極酸化膜の膜厚は、7 μm以上、45 μm以下であり、
- 前記S i O₂膜の膜厚は、1 μm以上、5 μm以下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2] 請求項1に記載の磁気記録媒体用アルミニウム基板を製造する方法であって、
- 前記アルミニウム板に前記陽極酸化膜を成膜する工程と、
- 前記陽極酸化膜の表面に無機ポリシラザン含有溶液を塗布した後、加熱することによって、前記無機ポリシラザンをS i O₂に転化して、前記陽極酸化膜に前記S i O₂膜を成膜する工程と、
- を含むことを特徴とする磁気記録媒体用アルミニウム基板の製造方法。
- [請求項3] 前記陽極酸化膜を成膜する工程は、シュウ酸溶液を用いた陽極酸化処理である請求項2に記載の製造方法。