

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6684139号
(P6684139)

(45) 発行日 令和2年4月22日(2020.4.22)

(24) 登録日 令和2年3月31日(2020.3.31)

(51) Int.Cl.	F 1
C 22 C 21/00	(2006.01) C 22 C 21/00 N
C 22 C 21/06	(2006.01) C 22 C 21/00 L
G 11 B 5/84	(2006.01) C 22 C 21/00 M
G 11 B 5/73	(2006.01) C 22 C 21/06
C 22 F 1/00	(2006.01) G 11 B 5/84 Z

請求項の数 5 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-75126 (P2016-75126)
(22) 出願日	平成28年4月4日(2016.4.4)
(65) 公開番号	特開2017-186597 (P2017-186597A)
(43) 公開日	平成29年10月12日(2017.10.12)
審査請求日	平成31年3月28日(2019.3.28)

早期審査対象出願

(73) 特許権者	000001199 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番 4号
(74) 代理人	110001807 特許業務法人磯野国際特許商標事務所
(72) 発明者	小室 秀之 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番 4号 株式会社神戸製鋼所内
(72) 発明者	梅田 秀俊 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番 4号 株式会社神戸製鋼所内
審査官	松本 陶子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクおよび磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

Mg : 3.00 質量 % 以下、

Si : 1.00 質量 % 以下であり、

Fe : 5.0 質量 % 以下、Mn : 5.0 質量 % 以下、Ni : 5.0 質量 % 以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量が 8.0 質量 % 以下であり、

Cr : 2.0 質量 % 以下、Ti : 0.5 質量 % 以下、Zr : 2.0 質量 % 以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量が 2.0 質量 % 以下であり、

残部が Al および不可避的不純物からなり、

表面に占める金属間化合物の面積率が 5 ~ 40 % かつ単体 Si および Mg - Si 系金属間化合物の面積率の合計が 1 % 以下

であることを特徴とする磁気ディスク用アルミニウム合金ブランク。

【請求項 2】

ヤング率が 73 GPa 以上、耐力が 90 MPa 以上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アルミニウム合金ブランク。

【請求項 3】

表面における前記金属間化合物の絶対最大長が 50 μm 以下であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の磁気ディスク用アルミニウム合金ブランク。

【請求項 4】

Cu : 0.1 質量 % 以上 10.0 質量 % 以下、Zn : 0.1 質量 % 以上 10.0 質量 %

10

20

以下のうち少なくとも 1 種を含有することを特徴とする請求項 1 から請求項 3 のうちのいずれか一項に記載の磁気ディスク用アルミニウム合金ブランク。

【請求項 5】

請求項 1 から請求項 4 のうちのいずれか一項に記載の磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクを用いたことを特徴とする磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレート。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクおよび磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレートに関する。

10

【背景技術】

【0002】

コンピュータやハードディスクドライブ (HDD) などの記録媒体としてアルミニウム (Al) 合金製の磁気ディスクが使用されている。このような磁気ディスクは、板材の表面を鏡面加工し、脱脂処理、酸エッチング処理、デスマット処理、1st ジンケート処理、硝酸剥離処理、2nd ジンケート処理、無電解 Ni - P めっき処理が順に行われた後、磁性膜や保護膜等を形成することで製造される。

【0003】

記録容量の大容量化の要請から、内部に搭載する磁気ディスク枚数を増やしたいという要求 (ニーズ) がある。当該ニーズに応えるため、磁気ディスクの薄肉化が検討されているが、磁気ディスクを薄肉化すると HDD で回転させたときに発生する振動が大きくなり易いという問題がある。一方、ガラス製基板は元々高剛性であるが、平坦とするための生産コスト (研削) に劣るという問題がある。このような問題を解決するため、生産コストに優れるアルミニウム圧延板を適用する磁気ディスクブランクを高剛性化するニーズがある。

20

【0004】

高剛性化を目的とした磁気ディスクに関する発明が、例えば、特許文献 1 に開示されている。当該特許文献 1 に記載の発明は、Al 合金マトリックス中にセラミックス粒子またはセラミックス纖維のうちの少なくとも一方を体積比で 5 ~ 50 % 分散させるというものである。

30

なお、この特許文献 1 には、当該磁気ディスクに用いられる Al 合金板を次のようにして製造したことが記載されている。すなわち、マトリックス粒子としてアトマイズ法によって得られた純 Al 粒子と、強化纖維として Al₂O₃ 粒子と、を用意し、これらを均一に混合する (纖維体積比 15 %)。この混合物を成形型に入れ溶融温度付近で HIP (Hot Isostatic Pressing) 処理後、熱間圧延を行って所定の板厚の板を製造する旨が記載されている。なお、この方法では一枚ずつ処理せざるを得ないので、生産コストに劣るというガラス製基板と同様の問題がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開昭 63 - 183146 号公報

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

前記したように、特許文献 1 に記載の発明は、マトリックス粒子と強化纖維とを混合して溶融温度付近で HIP 処理を行って得られたものであるので、マトリックス粒子と強化纖維との密着性が十分でないおそれがある。そのため、特許文献 1 に記載されている Al 合金板には、板表面に形成した無電解 Ni - P めっき膜の平滑性を近年の記録密度を満足できる程に高くすることができないおそれがある。

また、前記したように、生産コストに優れるアルミニウム圧延板を適用する磁気ディス

50

クブランクを高剛性化するニーズがある。

【0007】

本発明は前記状況に鑑みてなされたものであり、剛性（例えば、ヤング率）、および表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性に優れた磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクおよび磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレートを提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、前記課題を解決するため鋭意研究した結果、金属間化合物の面積率を高くすることによって基板全体の剛性を向上できることを見出した。また、本発明者は、金属間化合物には、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物のように、表面上に無電解Ni-Pめっきが表面に析出しないものと、これら以外の金属間化合物のように、表面上に無電解Ni-Pめっきが表面に析出するものと、があることを見出した。そして、本発明者は、無電解Ni-Pめっきが表面に析出する金属間化合物の面積率を選択的に高くすることで、剛性を高めつつ同時にめっき欠陥の発生を抑制できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

前記課題を解決した本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、Mg：3.00質量%以下、Si：1.00質量%以下であり、Fe：5.0質量%以下、Mn：5.0質量%以下、Ni：5.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量が8.0質量%以下であり、Cr：2.0質量%以下、Ti：0.5質量%以下、Zr：2.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量が2.0質量%以下であり、残部がAlおよび不可避的不純物からなり、表面に占める金属間化合物の面積率が5～40%かつ単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計が1%以下であることとした。

【0010】

このように、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、Mgを所定値以下とし、Fe、Mn、Niと、Cr、Ti、Zrとをそれぞれ所定量含有し、また、表面に占める金属間化合物の面積率を所定の範囲としているので、剛性に優れている。さらに、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計を所定値以下としているので、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜に形成されるピット数をより低減でき、めっき膜の平滑性に優れたものとすることができます。

【0011】

本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、ヤング率が73GPa以上、耐力が90MPa以上であることが好ましい。

【0012】

このように、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、ヤング率を所定値以上としているので、剛性に優れたものとすることができます。また、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、耐力を所定値以上としているので、磁気ディスクとして要求される耐衝撃性を維持できる程度の強度が得られる。

【0013】

本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、表面における前記金属間化合物の絶対最大長が50μm以下であることが好ましい。

【0014】

このように、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、表面における前記金属間化合物の絶対最大長を所定値以下としているので、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性をより優れたものとすることができます。

【0015】

本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、Cu：0.1質量%以上

10

20

30

40

50

0.0質量%以下、Zn:0.1質量%以上10.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有することが好ましい。

【0016】

このように、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクは、CuおよびZnを所定値以下で含有しているので、ブランク(サブストレート)の表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜表面の平滑性をさらに優れたものとすることができる。

【0017】

本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレートは、前記したうちのいずれか一つに記載の磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクを用いたこととした。

【0018】

このように、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレートは、前記した本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクを用いているので、剛性、および表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性に優れたものとすることができる。

【発明の効果】

【0019】

本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクおよび磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレートは、剛性、および表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性に優れている。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下、本発明に係る磁気ディスク用アルミニウム合金ブランクおよび磁気ディスク用アルミニウム合金サブストレート(以下、それぞれ単に「ブランク」および「サブストレート」と呼称する場合がある)を実施するための形態について詳細に説明する。

【0021】

[ブランクの第1実施形態]

はじめに、ブランクの第1実施形態について説明する。

本実施形態に係るブランクは、Mg:3.00質量%以下、Si:1.00質量%以下としている。また、本実施形態に係るブランクは、Fe:5.0質量%以下、Mn:5.0質量%以下、Ni:5.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量を8.0質量%以下としている。さらに、本実施形態に係るブランクは、Cr:2.0質量%以下、Ti:0.5質量%以下、Zr:2.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量を2.0質量%以下としている。本実施形態に係るブランクの化学組成のうち残部はAlおよび不可避的不純物からなるアルミニウム合金を用いて所定の形状に形成されている。

そして、本実施形態に係るブランクは、表面に占める金属間化合物の面積率が5~40%かつ単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計が1%以下という構成としている。

【0022】

(Mg)

Mgは、単独で含有させると、ブランクの耐力を向上できる。ただし、Mgが増加するに従ってヤング率が低下するので、Mgが3.00質量%を超えるとヤング率を73GPa以上とするのが困難になる。そのため、Mgは3.00質量%以下とする。なお、ブランクのヤング率を高く維持する観点から、Mgは2.00質量%以下であるのが好ましく、1.00質量%以下であるのがより好ましい。

また、Mgは、後記するようにSiと結合し、Mg-Si系金属間化合物の生成量が多くなるため、これを抑制する観点から、前記したように3.00質量%以下とする。Mg-Si系金属間化合物を抑制するという観点からするとMg量は低いほど望ましいが、Mgの下限を抑えるためにはMg量の低い高純度の原料を用いる必要があり、コスト増になる。本発明においては、Mg量を0.005質量%程度まで抑制できていれば十分Mg-Si系金属間化合物の生成を抑制できるため、Mg量の下限を設ける場合は0.005質

10

20

30

40

50

量%とするのが好ましい。

【0023】

(Si)

Siは、通常、地金不純物としてAl合金中に混入するものであり、Al合金の鋳塊を鋳造する工程において、Al合金の鋳塊や板表面に単体SiおよびMg-Si系金属間化合物を生じさせる。

Siが1.00質量%を超えると、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の生成量が多くなる。単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の生成量が多くなり過ぎると、ブランクとして必要なレベルの耐力を維持できない場合がある。さらに、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物上には無電解Ni-Pめっき膜が被覆しないため、無電解Ni-Pめっき膜形成後の平滑性に劣ることとなる。そのため、Siは1.00質量%以下とする。Si量は少ないほど好ましく、0.20質量%以下であるのが好ましく、0.10質量%以下であるのがより好ましい。なお、Siを0.005質量%未満とするには高純度な地金を用いる必要があり、非常に高コストとなるため現実的ではない。よって、Si量の下限を設ける場合は0.005質量%とするのが好ましい。

【0024】

(Fe、Mn、Ni)

本発明においては、Fe、Mn、Niのうちの少なくとも1種を含有することにより、ブランクのヤング率が向上する。ただし、Fe、Mn、Niのうちの少なくとも1種が単独で5.0質量%を超えるか、2種以上の合計が8.0質量%を超えると、圧延ができなくなる。つまり、過剰に金属間化合物が増え延性が低下し、熱間圧延で熱間圧延板に割れ(以下、単に「熱間割れ」と呼称する場合がある)が生じる。そのため、Fe:5.0質量%以下、Mn:5.0質量%以下、Ni:5.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量を8.0質量%以下とする。

なお、Fe、Mn、Niを過剰に添加した場合、粗大晶が生じ易くなる。粗大晶は、めっきの前処理工程において脱落した場合、めっき欠陥になることがあるため、めっき平滑性の観点から、Feは2.0質量%以下、Mnは2.0質量%以下、Niは2.0質量%以下であるのが好ましく、また、その合計量は4.0質量%以下であるのが好ましい。一方、ヤング率を確保する観点から、Fe、Mn、Niの合計量は0.7質量%以上であるのが好ましい。

【0025】

(Cr、Ti、Zr)

本発明においては、Cr、Ti、Zrのうちの少なくとも1種を含有することにより、巨晶の発生を抑制し、ブランク(サブストレート)の表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜が優れたものとなる。ただし、Crが2.0質量%を超えた場合、Tiが0.5質量%を超えた場合、Zrが2.0質量%を超えた場合、その合計量が2.0質量%を超えた場合、熱間割れが生じる。そのため、Cr:2.0質量%以下、Ti:0.5質量%以下、Zr:2.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有すると共に、その合計量が2.0質量%以下とする。

なお、Cr、Ti、Zrを過剰に添加した場合、粗大晶が生じ易くなる。粗大晶は、めっきの前処理工程において脱落した場合、めっき欠陥になることがあるため、めっき平滑性の観点から、Cr、Ti、Zrの合計量は0.3質量%以下であるのが好ましい。巨晶の発生をより抑制する観点から、Cr、Ti、Zrの合計量は0.1質量%以上であるのが好ましく、0.2質量%以上であるのがより好ましい。

【0026】

(残部)

本発明に係るブランクを構成する化学組成の基本成分は前記のとおりであり、残部成分はAlおよび不可避的不純物(先に説明したSi以外の不可避的不純物)である。不可避的不純物は、材料の溶解時に不可避的に混入する不純物であり、ブランクの諸特性を害さない範囲で含有される。このような不可避的不純物としては、例えば、V、B、Na、K

10

20

30

40

50

、Ca、Srなどが挙げられる。不可避的不純物は、個々に0.005質量%以下、合計で0.015質量%以下であれば本発明の効果を阻害しない。従って、本発明においては、本発明の効果を阻害しない範囲で不可避的不純物を含有させていてもよく、また、本発明の効果を阻害しない範囲で、本明細書で説明した元素以外の元素などを積極的に含有させてもよい(つまり、これらの態様も本発明の技術的範囲に含まれる。)。また、本実施形態においては、残部成分としてCuおよびZnを0.1質量%未満で含んでいてもよい。

【0027】

なお、本発明に係るプランクの化学組成は、例えば、Al合金を溶解する際に添加する元素の添加量を適宜調節することができる。また、不可避的不純物の含有量の調整(規制)は、例えば、三層電解法により精錬した地金を使用したり、偏析法を利用してこれらを排除したりすることができる。

【0028】

(表面に占める金属間化合物の面積率)

表面に占める金属間化合物としては、例えば、Mg-Si系金属間化合物、Al-Fe系金属間化合物、Al-Mn系金属間化合物、Al-Ni系金属間化合物、Al-Fe-Mn系金属間化合物、Al-Fe-Ni系金属間化合物、Al-Mn-Ni系金属間化合物、Al-Fe-Mn-Ni系金属間化合物、Al-Cr系金属間化合物、Al-Ti系金属間化合物、Al-Zr系金属間化合物などが挙げられる。また、この場合、上記のAl-Fe系金属間化合物の一部を置換したAl-Fe-Cr系金属間化合物や、Al-Mn系金属間化合物の一部を置換したAl-Mn-Cr系金属間化合物なども対象となる。また、後記するように、Cu、Znを本発明で規定する含有量で含有する場合は、Al-Cu系金属間化合物、Al-Zn系金属間化合物などが挙げられる。なお、本発明においては、単体Siも金属間化合物と同様に扱う。

【0029】

表面に占める前記した金属間化合物の面積率を5%以上とすることにより、プランクのヤング率を73GPa以上とすることができる。これに対し、当該面積率が5%未満であると、プランクのヤング率を73GPa以上とすることはできない。また、当該面積率が40%を超えると、熱間割れが生じたり、表面欠陥が生じたりする。そのため、本発明では、当該面積率を5~40%とする。プランクのヤング率をより高くする観点から、当該面積率は10%以上であるのが好ましく、15%以上であるのがより好ましい。また、より優れた表面性状を得る観点から、当該面積率は38%以下であるのが好ましく、35%以下であるのがより好ましい。

【0030】

当該面積率は、Si、Mg、Fe、Mn、Ni、Cr、Ti、Zrを本明細書で説明する含有量とすることにより調整でき、Cu、Znを含有する場合は、これらを本明細書で説明する含有量とすることにより調整できる(なお、Cu、Znについては後述する)。

【0031】

(表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計)

前記した金属間化合物のうち、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物上には前記したように無電解Ni-Pめっき膜が被覆しない。そのため、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計が多いと、プランク(サブストレート)の表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜にピットが多く形成され、無電解Ni-Pめっき膜形成後の平滑性が劣ることとなる。また、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物が多い場合、磁気ディスク用アルミニウム合金の耐力を90MPa以上とすることが難しくなる。従って、本発明では、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計を1.0%以下とする。これらの面積率の合計は少ないほど好ましく、例えば0.9%以下や0.1%未満であることが好ましい。

なお、単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計は、Si量を前記した含有量以下とすることにより制御できる。

10

20

30

40

50

【0032】

表面に占める前記した各金属間化合物（単体Siを含む）の面積率は、次のようにして求めることができる。例えば、日本電子株式会社製FE-SEM（Field Emission Scanning Electron Microscope、型式JSM-7001F）を用い、加速電圧を15kVとする。そして、付属の分析システム“Analysis Station 3,8,0,31”と、粒子解析ソフト“EX-35110 粒子解析ソフトウェアVer.3.84”と、を用い、FE-SEMで得られた組成像における単体Si、Mg-Si系金属間化合物、Al-Fe系金属間化合物などの面積率を算出することができる。

【0033】

(ヤング率)

10

ヤング率は、材料が弾性的に挙動する場合の応力と歪の比であり、本発明においては、薄肉化した磁気ディスクをHDDで回転させたときの振動の発生に影響する。ヤング率が73GPa以上であると、高剛性であるので、薄肉化した磁気ディスクの振動を確実に抑制できる。そのため、本発明では、ヤング率は73GPa以上が好ましい。薄肉化した磁気ディスクの振動をより抑制する観点から、ヤング率は高いほど好ましい。例えば、ヤング率は75GPa以上が好ましく、80GPa以上がより好ましく、83GPa以上がさらに好ましく、85GPa以上がよりさらに好ましい。なお、ヤング率80GPaはガラス製基板相当となる。

ヤング率は、Mg、Fe、Mn、Ni、Cr、Ti、Zrを本明細書で説明する含有量とすること、および表面に占める金属間化合物の面積率を所定範囲とすることにより調整できる。

20

ヤング率は、例えば、JIS Z 2280:1993（金属材料の高温ヤング率試験方法）に準拠して、圧延平行方向を長手方向とする60mm×10mm×1mm厚の試験片を作製し、その試験片を用いることにより測定できる。具体的には、前記JIS規定の方法に則り、大気雰囲気下、室温にて自由共振法により測定できる。試験装置は、日本テクノプラス社製JE-R型を用いるのが好ましい。

【0034】

(耐力)

耐力は、ブランクとして（さらにはサブストレートおよび磁気ディスクとして）十分な強度を得るために、90MPa以上が好ましい。耐力が90MPa未満であると、ブランクとして十分な強度が得られない。耐力は、ブランクとしてより高い強度を得る観点から、100MPa以上が好ましく、110MPa以上がより好ましく、120MPa以上がさらに好ましく、130MPa以上がよりさらに好ましい。

30

耐力は、Fe、Mn、Ni、Mgなどの添加量を前記所定量の範囲で添加し、焼鈍条件を調整して、各金属間化合物の生成量やマトリックス中の固溶量を制御することにより調整できる。

耐力は、例えば、JIS Z 2241:2011（金属材料引張試験方法）に準拠し、圧延平行方向を長手方向とするJIS5号試験片を作製して金属材料引張試験を行うことにより求められる。なお、ブランクやサブストレートから当該試験片を作製することが困難な場合は、例えば、製造途中の冷間圧延板の一部を切り出し、矯正焼鈍に相当する320、3時間の焼鈍を行った後、JIS Z 2241:2011（金属材料引張試験方法）に準拠し、圧延平行方向を長手方向とするJIS5号試験片を作製して金属材料引張試験を行うことにより求められる。なお、ブランクからJIS5号試験片に相似する寸法比に縮小した試験片を作製し測定しても同じ値となる。

40

【0035】

(表面における金属間化合物の絶対最大長)

前記した表面における金属間化合物の絶対最大長は50μm以下が好ましい。このようにすると、無電解Ni-Pめっき膜の形成を好適に行えるため、めっき膜の膜厚を薄くできる。また、金属間化合物が微細であるので、耐力が向上する。なお、「絶対最大長」とは、例えば、SEMのCOMP像などで観察した際に認識される該当粒子上で、最も離

50

れた2点間の距離をいう。金属間化合物の絶対最大長が小さいほど粗大晶の脱落に伴うめっき欠陥の発生リスクを低減できる。このような観点から、金属間化合物の絶対最大長は30μm以下がより好ましく、25μm以下がさらに好ましく、20μm以下がさらにより好ましい。

金属間化合物の絶対最大長は、Si、Mg、Fe、Mn、Ni、Cr、Ti、Zrなどを本明細書で説明する含有量とすることにより調整できる。

【0036】

[プランクの第2実施形態]

次に、プランクの第2実施形態について説明する。

第2実施形態に係るプランクは、前記した化学組成に関して、さらに諸特性を向上させるために種々の元素を添加したものである。 10

(Cu、Zn)

第2実施形態に係るプランクは、第1実施形態に係るプランクの化学組成に、Cu:0.1質量%以上10.0質量%以下、Zn:0.1質量%以上10.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有させたものである。

CuおよびZnは、プランク(サブストレート)中に均一に固溶し、めっき前処理のジンケート処理において、ジンケート浴中のZnイオンをプランク(サブストレート)の表面へ均一に微細析出させる。従って、プランク(サブストレート)の無電解Ni-Pめっき膜に形成されるピット数がより低減し、めっき膜の平滑性がより優れたものとなる。このような効果を得るため、前記したように、Cuは0.1質量%以上10.0質量%以下、Znは0.1質量%以上10.0質量%以下のうち少なくとも1種を含有することとしている。Cu量およびZn量がそれぞれ10.0質量%を超えると、金属間化合物の生成量が増えるため、熱間割れが生じるおそれがある。 20

【0037】

なお、第2実施形態に係るプランクの化学組成、表面に占める金属間化合物の面積率、ヤング率、耐力、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計は、第1実施形態と同様であるので、説明を省略する。

【0038】

以上に説明した第1実施形態および第2実施形態に係るプランクは、化学組成と、表面に占める金属間化合物の面積率と、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計と、を前記したように特定している。そのため、第1実施形態および第2実施形態に係るプランクはいずれも剛性、および表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性に優れている。 30

【0039】

[サブストレート]

本実施形態に係るサブストレートは、前記した第1実施形態または第2実施形態に係るプランクを用いたものである。具体的には、本実施形態に係るサブストレートは、前記したプランクの表面を平滑化加工(研削加工、鏡面加工)することにより製造される。

ここで、本実施形態に係るサブストレートは、前記したプランクと平滑化加工されているか否かが異なるだけで、同様の化学組成および金属組織などの構成を有している。従って、本実施形態に係るサブストレートは、前記したプランクと同様、剛性、および表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性に優れている。 40

【0040】

[プランクの製造方法]

前記した本発明に係るプランクは、磁気ディスク用の基板を製造する一般的な条件の製造方法および設備により製造できる。例えば、材料を溶解して前記した化学組成に調整し、鋳塊を鋳造する鋳造工程、この鋳塊に対して均質化熱処理を行う均質化熱処理工程、均質化熱処理を行った鋳塊を熱間圧延して所定の板厚の熱間圧延板を得る熱間圧延工程、熱間圧延板を冷間圧延して冷間圧延板を得る冷間圧延工程、冷間圧延板から円環状の基板を打ち抜く打ち抜き工程、および、矯正焼鈍を行う矯正焼鈍工程を含む一連の工程に供する 50

ことにより製造できる。なお、必要に応じて、冷間圧延工程の前か、または冷間圧延工程の途中で中間焼鈍を行ってもよい。

【0041】

前記した各工程の具体的な条件の一例を説明すると以下のようになるが、これらに限定されるものではない。

鋳造工程は、700～800で材料を溶解し、700～800で鋳造するのが好ましい。得られた鋳塊は、2mm/片面の面削を行うのが好ましい。

均質化熱処理工程は、400～600、好ましくは540で8時間行うのが好ましい。

熱間圧延工程は、均質化熱処理後に連続して行われるが、Mg-Si系金属間化合物抑制の観点では、開始温度は510以上が好ましく、終了温度は300～350が好ましく、520から400までは3時間以内に通過するのが好ましい。圧延後の板厚は3mm以下とするのが好ましい。

冷間圧延工程は、圧延後の板厚は約1mmとするのが好ましい。

打ち抜き工程は、冷間圧延板から内径24mm、外径96mmの円環状の基板(3.5インチHDD用)となるように打ち抜くのが好ましい。なお、2.5インチHDD用のブランクを製造する場合は、冷間圧延板から内径19mm、外径66mmの円環状の基板となるように打ち抜くのが好ましい。

矯正焼鈍工程は、高平坦度のスペーサ間に円環状の基板を積み付けし、全体を加圧しながら焼鈍する。焼鈍温度は300～500とし、焼鈍時間は3時間とするのが好ましい。また、矯正焼鈍を行う際の昇温速度および高温速度は共に80/時間とするのが好ましい。

【0042】

[サブストレートの製造方法]

前記した本発明に係るサブストレートは、例えば、次のようにして製造することができる。

まず、ブランクの内径と外径を各1mmずつ切削加工する端面加工を行う。その後、両面研削機に予めセットされたキャリアのポケット内に前記端面加工を行ったブランクをセットする。そして、砥石により目標の板厚になるまで研削加工(鏡面加工)すると、本発明に係るサブストレートを製造することができる(なお、当該サブストレートは、グラインドサブストレートと呼称されることもある。)。

このようにして製造された本発明に係るサブストレートの化学組成や金属組織などの構成は前記したブランクと同様であるが、鏡面加工を行っているので、ブランクと比較して高い平滑性を具備している。

【0043】

[磁気ディスクおよびその製造方法]

このようにして製造したサブストレートの表面を任意の条件で酸エッチング処理し、無電解Ni-Pめっき膜を形成した後、その表面を研磨する(なお、無電解Ni-Pめっき膜を形成したサブストレートは、めっきサブストレートと呼称されることもある。)。次いで、このサブストレート上に、磁気特性を高めるための下地膜、Co基合金からなる磁性膜、および磁性膜を保護するためのC(カーボン)からなる保護膜などをスパッタリングにより形成することで、磁気ディスクを作製することができる。

前記した無電解Ni-Pめっき膜、下地膜、磁性膜、保護膜の形成は、磁気ディスクを製造するにあたって一般的に実施される条件で行うことができる。

【0044】

なお、ブランクおよびサブストレートなどの製造条件については、例えば、特許第3471557号公報や特許第5199714号公報に詳しく記載されている。そのため、ブランクおよびサブストレートを製造するにあたってこれらの文献を参照することもできる。

【0045】

10

20

30

40

50

また、前記したように、本発明におけるプランクとサブストレートの違いは、研削加工（鏡面加工）を行っているか否かである。そのため、サブストレートに対して行った、表面に占める金属間化合物の面積率、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計値、ヤング率の測定結果および評価結果、耐力の測定結果および評価結果はそのままプランクにおける算出結果や測定結果、評価結果とみなすことができるし、その逆もまた然りである。

【実施例】

【0046】

次に、本発明の効果を奏する実施例とそうでない比較例を対比して本発明に係るプランクおよびサブストレートについてより詳細に説明する。

表1のNo. 1 ~ 15、20、30 ~ 33に示す化学組成（質量%）のAl合金を用い、No. 1 ~ 15、30 ~ 33に係るサブストレートを以下のようにして製造した。なお、No. 20は、熱間割れが生じたため、サブストレートを製造できなかった（表2参照）。ここで、表1中の「」は該当する成分を添加しておらず、検出限界値未満であることを示し、下線は本発明の要件を満たしていないことを示している。また、表1の「Fe, Mn, Niの合計量」および「Cr, Ti, Zrの合計量」の算出にあたり、「」で示されている含有量は0質量%として計算を行った。

【0047】

サブストレートは、鋳造工程、均質化熱処理工程、熱間圧延工程、冷間圧延工程、打ち抜き工程、矯正焼鈍工程、端面加工工程、鏡面加工工程をこの順で行って製造した。各工程の具体的な条件は以下のとおりである。

【0048】

鋳造工程は、750で材料を溶解し、鋳造した。得られた鋳塊は、2mm/片面の面削を行った。

均質化熱処理工程は、No. 1 ~ 15、20については540で8時間行い、No. 30 ~ 33については450で8時間行い、炉から取り出した後に5分以内に熱間圧延を開始した。

熱間圧延工程は、No. 1 ~ 15、20については開始温度を520 ~ 540とし、終了温度を300 ~ 330とし、圧延後の板厚は3mmとなるように行った。No. 30 ~ 33については開始温度を430 ~ 450とし、終了温度を300 ~ 330とし、圧延後の板厚は3mmとなるように行った。なお、この熱間圧延工程で熱間割れが生じたもの（No. 20）については、表面に占める金属間化合物の面積率と、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計と、を調べるために、割れていないうちを用いて研磨し、後記するようにして金属間化合物の面積率などを測定した。なお、金属間化合物の面積率の値は、熱間圧延後の熱間圧延板を測定しても矯正焼鈍後のプランクを測定しても変わらない。

【0049】

冷間圧延工程は、圧延後の板厚が1mmとなるように行った。

打ち抜き工程は、冷間圧延板から、内径24mm、外径96mmの円環状（3.5インチHDDの寸法に相当）に基板を打ち抜いた。

矯正焼鈍工程は、高平坦度のスペーサ間に円環状の基板を積み付けし、全体を加圧しながら焼鈍することにより行った。焼鈍温度は400とし、焼鈍時間は3時間とした。また、矯正焼鈍を行う際の昇温速度および高温速度は共に80/時間とした。鋳造工程から矯正焼鈍工程までを行うことでプランクを製造した。

次いで、端面加工工程は、プランクの内径と外径を各1mmずつ切削加工した。

そして、鏡面加工工程は、両面研削機に予めセットされたキャリアのポケット内に前記した端面加工後のプランクをセットし、PVA砥石（日本特殊研砥株式会社製 4000番）により目標の板厚になるまで研削加工（鏡面加工）した。この鏡面加工工程を行うことでサブストレートを製造した。

【0050】

10

20

30

40

50

製造したNo. 1～15、30～33に係るサブストレートを用いて、表面に占める金属間化合物の面積率と、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計と、を求めると共に、表面における金属間化合物の絶対最大長と、ヤング率と、耐力と、を以下のようにして測定した。また、サブストレートの表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性を以下のようにして評価した。

【0051】

(表面に占める金属間化合物の面積率、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計)

表面に占める金属間化合物の面積率、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計は、次のようにして測定した。日本電子株式会社製FE-SEM (Field Emission Scanning Electron Microscope、型式JSM-7001F)を用い、加速電圧を15kVとし、200倍で20視野の組成像を撮像した。そして、付属の分析システム“Analysis Station 3,8,0,31”と、粒子解析ソフト“EX-35110 粒子解析ソフトウェアVer.3.84”と、を用い、FE-SEMで得られた組成像における単体Si、Mg-Si系金属間化合物、Al-Fe系金属間化合物などの面積率を算出した。また、算出した金属間化合物の面積率を適宜合計することにより、表面に占める金属間化合物の面積率を算出した。

【0052】

(表面における金属間化合物の絶対最大長)

表面における金属間化合物の絶対最大長は、前記表面に占める金属間化合物の面積率を算出する際に、SEMのCOMPO像で観察して認識された該当粒子上で最も離れた2点間の距離を測定した。

【0053】

(ヤング率)

ヤング率は、JIS Z 2280:1993(金属材料の高温ヤング率試験方法)に準拠して、圧延平行方向を長手方向とする60mm×10mm×1mm厚の試験片を作製し、その試験片を用いて測定を行った。測定は、試験装置に日本テクノプラス社製JE-R型を用いて、大気雰囲気下、室温にて自由共振法により行った。

ヤング率が80GPa以上のものを「」、73GPa以上80GPa未満のものを「」、73GPa未満のものを「×」と評価した。およびが合格であり、×が不合格である。

【0054】

(耐力)

なお、製造した円環状のサブストレートから耐力測定用の試験片を製造することは形状や寸法上の理由により困難である。そのため、冷間圧延板の一部を切り出し、矯正焼鈍に相当する400、3時間の焼鈍を行った後、JIS Z 2241:2011(金属材料引張試験方法)に準拠し、圧延平行方向を長手方向とするJIS5号試験片を作製し、金属材料引張試験を行うことによって求めた。

耐力が120MPa以上のものを「」、100MPa以上120MPa未満のものを「」、90MPa以上100MPa未満のものを「」、90MPa未満のものを「×」と評価した。およびが合格であり、×が不合格である。なお、プランクからJIS5号試験片に相似する寸法比に縮小した試験片を作製し測定しても同じ値となった。

【0055】

(表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性)

製造したサブストレートをアルカリ洗浄剤(上村工業株式会社製AD-68F)にて70、5分間の脱脂処理を行った後、純水で洗浄した。次いで、ソフトエッチング剤(上村工業株式会社製AD-101F)にて68、2分間の酸エッチング処理を行った後、純水で洗浄した。

そして、30%硝酸でデスマット処理を行い、さらにこれに続けてジンケート処理液(上村工業株式会社製AD-301F-3X)を用いて20、30秒のジンケート処理を

10

20

30

40

50

行った。その後、一旦、30%硝酸でZnを溶解させた後に、再度、前記したジンケート処理液を用いて20、15秒のジンケート処理を行った。そして、Ni-Pめっき液(上村工業株式会社製ニムデン(登録商標)HDX)を使用し、90、2時間という条件で無電解Ni-Pめっき処理を行い、厚さが10μm程度の無電解Ni-Pめっき膜を形成した。

無電解Ni-Pめっき膜を形成したサブストレートのめっき表面をブルカー社製Contour GT X3(非接触3次元光干渉型表面形状粗さ計)を用いて対物レンズ×50、FOV×1、VSIモードで表面を測定した。めっき膜表面に幅3μm以上、深さ1μm以上のピット個数が0~4個/mm²のものを「」、5~10個/mm²のものを「」、11個/mm²以上のものを「×」と評価した。およびが合格であり、×が不合格である。

なお、無電解Ni-Pめっき膜形成後のサブストレートを、コロイダルシリカ系のスラリー(株式会社フジミインコーポレーティッド製DISKLINE Z5601A)と、パッド(カネボウ株式会社(現アイオン株式会社)製のN005872D)と、を使用して研磨(ポリッシュ)し、その表面を評価に用いても、前記無電解Ni-Pめっき膜形成後の評価結果と変わらなかった。

【0056】

表2に、No.1~15、30~33に係るサブストレートに対して行った測定結果および評価結果を示す(なお、前記したようにNo.20に係るサブストレートは熱間割れが生じたため、ヤング率、耐力、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性については評価および測定を行わなかった。)。ここで、表2中の下線は本発明の要件を満たしていないことを示している。

【0057】

【表1】

No.	化学組成(質量%)(※)											
	Mg	Si	Fe	Mn	Ni	Fe,Mn,Niの合計量	Cr	Ti	Zr	Cr,Ti,Zrの合計量	Cu	Zn
1	0.03	0.04	1.1	1.1	0.9	3.1	0.5	0.2	0.5	1.2	—	—
2	0.07	0.03	—	4.2	—	4.2	0.7	0.1	—	0.8	—	—
3	0.05	0.03	1.4	1.5	—	2.9	0.3	—	0.2	0.5	—	—
4	0.10	0.11	1.1	1.0	1.0	3.1	—	0.1	0.7	0.8	9.3	—
5	0.11	0.04	1.0	—	4.5	5.5	0.2	—	—	0.2	—	9.1
6	0.10	0.06	4.7	—	—	4.7	—	0.2	—	0.2	—	—
7	2.91	0.05	—	—	2.8	2.8	—	—	1.1	1.1	—	—
8	0.70	0.03	1.0	0.9	2.1	4.0	0.1	0.1	0.1	0.3	—	—
9	0.12	0.90	1.1	1.0	1.0	3.1	1.9	—	—	1.9	—	—
10	0.11	0.09	0.7	0.7	0.7	2.1	0.5	—	—	0.5	—	—
11	0.10	0.01	2.3	2.4	2.8	7.5	1.5	0.1	0.1	1.7	—	—
12	1.70	0.10	1.0	1.1	2.0	4.1	0.3	0.1	0.1	0.5	0.2	0.2
13	3.60	0.02	1.5	1.5	2.0	5.0	0.3	—	—	0.3	—	—
14	0.05	2.00	1.0	1.0	1.0	3.0	0.3	0.1	0.1	0.5	—	—
15	0.10	0.01	0.2	0.2	0.2	0.6	0.1	0.1	0.1	0.3	2.0	5.0
20	0.05	0.11	1.0	1.0	2.0	4.0	1.8	0.3	—	2.1	—	—
30	2.10	0.95	0.9	1.1	1.0	3.0	0.1	0.1	0.1	0.3	—	—
31	2.40	0.89	0.5	1.1	1.5	3.1	—	0.1	—	0.1	—	9.0
32	2.50	0.98	1.1	1.1	1.5	3.7	0.1	—	0.1	0.2	8.9	—
33	2.80	0.91	1.0	1.1	2.0	4.1	0.2	—	—	0.2	1.0	0.5

(※) 残部はAlおよび不可避の不純物である。

【0058】

10

20

30

40

50

【表2】

No.	表面に占める 金属間化合物 の面積率 (%)	表面に占める 単体Siおよび Mg-Si系 金属間化合物 の面積率の合計 (%)	表面における 金属間化合物 の絶対最大長 (μm)	ヤング率 (GPa)		耐力 (MPa)		表面に形成した 無電解Ni-P めっき膜 の平滑性 (ピット個数/mm ²)
				(GPa)	(MPa)			
1	28	<0.1	38	◎	83	○	100	○ 7
2	34	<0.1	40	◎	82	○	110	○ 7
3	24	<0.1	25	○	78	◎	150	◎ 4
4	35	<0.1	31	◎	80	○	110	○ 6
5	35	<0.1	30	◎	81	◎	130	○ 5
6	27	<0.1	32	◎	81	○	105	○ 6
7	25	<0.1	40	○	76	○	100	○ 8
8	25	<0.1	15	○	79	◎	130	◎ 0
9	35	<0.1	49	◎	81	△	95	○ 9
10	18	<0.1	19	○	75	◎	120	◎ 3
11	38	<0.1	47	◎	83	◎	160	○ 9
12	30	<0.1	21	○	77	◎	140	◎ 3
13	27	<0.1	34	×	70	◎	140	◎ 4
14	21	2.0	31	○	75	×	86	× 16
15	4	<0.1	9	×	70	○	115	◎ 0
20	45	<0.1	熱間割れ(※)					
30	25	1.9	21	○	77	×	81	× 22
31	20	1.8	18	○	76	×	84	× 20
32	34	1.9	40	○	78	×	81	× 21
33	30	1.8	21	○	75	×	85	× 23

(※) 金属間化合物の面積率に関しては、割れていない部分を用いて研磨し、測定した。

【0059】

表2に示すように、No. 1～12に係るサブストレートは、本発明の要件を満たしていたので、本発明の所期の効果を奏することが確認された（いずれも実施例）。 30

具体的には、No. 1、2、4～6、9、11に係るサブストレートは、ヤング率が良好な結果となり、剛性に優れていることが確認された。また、これらはブランクとして要求される耐力値も満たしていた。

また、No. 1～12に係るサブストレートは、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性が優れていることが確認された。

これらの中でも、No. 12に係るサブストレートは、Cu、Znを適量含有していたため、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性が高い傾向にあることが確認された。

【0060】

他方、表2に示すように、No. 13～15、30～33に係るサブストレートは、本発明の要件を満たしていなかったので、ヤング率または表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜の平滑性が劣っていることが確認された（いずれも比較例）。

【0061】

具体的には、No. 13に係るサブストレートは、Mg量が上限を超えていたため、ヤング率が低く、剛性が劣っていた。

No. 14に係るサブストレートは、Si量が上限を超えていたため、表面に占める単体SiおよびMg-Si系金属間化合物の面積率の合計が上限を超えていた。そのため、No. 14に係るサブストレートは、表面に形成した無電解Ni-Pめっき膜におけるピット個数が増加し、平滑性が劣っていた。また、No. 14に係るサブストレートは、耐

10

20

30

40

50

力が低く、強度が劣っていた。

No. 15 に係るサブストレートは、表面に占める金属間化合物の面積率が下限未満であったため、ヤング率が低く、剛性が劣っていた。

No. 30 ~ 33 に係るサブストレートは、表面に占める単体 Si および Mg - Si 系金属間化合物の面積率の合計が上限を超えていたため、表面に形成した無電解 Ni - P めつき膜におけるピット個数が増加し、平滑性が劣っていた。また、No. 30 ~ 33 に係るサブストレートは、耐力が低く、強度が劣っていた。

【 0 0 6 2 】

なお、前記したように、No. 20 に係るサブストレートは、熱間割れが生じたため製造することができなかった（比較例）。

具体的には、No. 20 に係るサブストレートは、Cr、Ti、Zr の合計量が上限を超えていたため、熱間割れが生じた。

なお、熱間割れが生じた No. 20 に係るサブストレートは、表面に占める前記した金属間化合物の面積率が上限を超えていた。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 2 2 F	1/04	(2006.01)
		G 1 1 B 5/73
		C 2 2 F 1/00 6 1 3
		C 2 2 F 1/00 6 3 0 A
		C 2 2 F 1/00 6 3 0 B
		C 2 2 F 1/00 6 6 1 D
		C 2 2 F 1/00 6 8 1
		C 2 2 F 1/00 6 2 3
		C 2 2 F 1/00 6 8 2
		C 2 2 F 1/00 6 8 3
		C 2 2 F 1/00 6 9 1 B
		C 2 2 F 1/00 6 9 1 C
		C 2 2 F 1/00 6 9 4 A
		C 2 2 F 1/00 6 9 4 B
		C 2 2 F 1/00 6 8 5 Z
		C 2 2 F 1/00 6 9 1 A
		C 2 2 F 1/00 6 3 0 J
		C 2 2 F 1/00 6 3 0 K
		C 2 2 F 1/00 6 8 6 A
		C 2 2 F 1/04 L
		C 2 2 F 1/04 A

(56)参考文献 特開平09-235640 (JP, A)
 特開平01-225739 (JP, A)
 特許第5815153 (JP, B1)
 特開2006-152404 (JP, A)
 特開2017-110273 (JP, A)
 特開昭62-230948 (JP, A)
 特開平01-230744 (JP, A)
 特開平01-234543 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 2 2 C 2 1 / 0 0
 C 2 2 C 2 1 / 0 6
 G 1 1 B 5 / 7 3
 G 1 1 B 5 / 8 4
 C 2 2 F 1 / 0 0
 C 2 2 F 1 / 0 4