

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3657453号
(P3657453)

(45) 発行日 平成17年6月8日(2005.6.8)

(24) 登録日 平成17年3月18日(2005.3.18)

(51) Int. Cl.⁷

F I

C O 3 C 3/083

C O 3 C 3/083

C O 3 C 21/00

C O 3 C 21/00 1 O 1

G 1 1 B 5/73

G 1 1 B 5/73

請求項の数 1 (全 7 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平11-27599 (22) 出願日 平成11年2月4日(1999.2.4) (62) 分割の表示 特願平6-184856の分割 原出願日 平成6年8月5日(1994.8.5) (65) 公開番号 特開平11-314931 (43) 公開日 平成11年11月16日(1999.11.16) 審査請求日 平成13年5月30日(2001.5.30)</p>	<p>(73) 特許権者 000004008 日本板硝子株式会社 東京都港区海岸二丁目1番7号 (74) 代理人 100085257 弁理士 小山 有 (74) 代理人 230100631 弁護士 稲元 富保 (72) 発明者 小山 昭浩 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内 (72) 発明者 山本 信行 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内 審査官 前田 仁志</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 情報処理記録媒体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

重量%で、

S i O₂ 58 ~ 70

A l₂ O₃ 13 ~ 22

L i₂ O 6 ~ 10

N a₂ O 5 ~ 12

Z r O₂ 2 ~ 5

の組成を有するガラスの薄板表面を化学強化したことを特徴とする情報処理記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ガラスの薄板を化学強化処理した後の耐水性の優れた情報処理記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

一般に化学強化用ガラスは、組成中に含まれるアルカリ金属よりイオン半径の大きな1価のイオンを含有する熔融塩中に浸漬され、ガラス中のアルカリ金属イオンと熔融塩中の1価のイオンとが交換され化学強化される。

【0003】

このような化学強化ガラスの用途の一つとして、情報処理記録媒体用の基板、特に磁気ディスク基板として用いられるようになってきた。このような用途には、長期保存及び悪環境すなわち高温高湿下での使用に耐える耐候性が要求される。さらに、使用される形状の薄板化が進み、1 mm以下、さらには0.5 mm以下で使用され始めている。

【0004】

現在、化学強化用ガラスとしては、ソーダ石灰組成のフロートガラスが一般に用いられている。しかしながら、前記ガラスは化学強化処理をすると耐候性が著しく悪くなるため、高温多湿の環境での使用に際しては必ずしも十分な耐候性を有しているとは言えなかった。

【0005】

耐候性の優れた化学強化用ガラスとしては、米国特許4,156,755号公報にリチウム含有イオン交換強化ガラスが開示されている。すなわち前記公報の7頁2～15行には重量%で、59～63%の SiO_2 、10～13%の Na_2O 、4～5.5%の Li_2O 、15～23%の Al_2O_3 、2～5%の ZrO_2 を含有し、 $Al_2O_3 + ZrO_2$ が19～25%、 Na_2O / ZrO_2 が2.2～5.5であるガラス組成が開示されている。

10

【0006】

また、強化ガラスの製造方法が特開昭62-187140号公報に開示されている。すなわち、前記公報の第1項左欄5～16行目に、重量%で64～70%の SiO_2 、14～20%の Al_2O_3 、4～6%の Li_2O 、7～10%の Na_2O 、0～4%の MgO 、0～1.5%の ZrO_2 を含有する強化ガラスの製造方法が開示されている。

20

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

上記米国特許4,156,755号公報及び特開昭62-187140号公報の実施例で示された組成は溶解に高温を要し、素地ガラスが均質なガラスを製造するのは容易ではない。

【0008】

さらに、上記公報に記載された化学強化用ガラスは、イオン交換後の表面圧縮応力が小さく、表面圧縮応力層を深くすることで強度を上げる必要があった。しかしながら、前記化学強化用ガラスの薄板をイオン交換する場合は、表面応力層を板厚の半分以上にすると、中央部で応力が緩和するため、強度が低下するという問題点があった。

30

【0009】

他の化学強化用ガラスが特開平5-32431号公報に開示されている。すなわち前記公報の第2項、左側2～7行目に重量%で、62～75%の SiO_2 、4～12%の Na_2O 、4～10%の Li_2O 、5～15%の Al_2O_3 、5.5～15%の ZrO_2 を含有し、かつ Na_2O / ZrO_2 の重量比が0.5～2.0であり、さらに Al_2O_3 / ZrO_2 の重量比が0.4～2.5である化学強化用ガラスが記載されている。

【0010】

前記公報に開示された組成のガラスには多量の ZrO_2 が含まれており、熔融炉を用いて製造する場合、炉内で ZrO_2 の結晶が析出し易く、均質なガラスを結晶を析出させることなく熔融成形するのが容易でないという問題があり、この問題はガラスの品質に影響を及ぼす重大な問題点となっていた。

40

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記の問題点を解決するためになされたものであって、高品質なガラスの製造が可能であり、化学強化処理後の耐水性が良好で、かつ表面応力値が高く、薄板でも十分な強度を有する化学強化用ガラスを用いた情報処理記録媒体を提供することを目的とする。

【0012】

本発明は重量%で、

SiO_2

58～70

50

Al_2O_3	13 ~ 22
Li_2O	6 ~ 10
Na_2O	5 ~ 12
ZrO_2	2 ~ 5

の組成を有するガラスの薄板表面を化学強化したことを特徴とする情報処理記録媒体である。重量%で、

SiO_2	60 ~ 68
Al_2O_3	15.5 ~ 20
Li_2O	6.5 ~ 10
Na_2O	5 ~ 9.5
ZrO_2	2 ~ 5

の組成を有するようにすることはより好ましい。

【0013】

以下に、本発明の化学強化ガラスを用いる情報処理記録媒体の組成の限定理由について説明する。 SiO_2 はガラスを形成するための主要成分であり、58%未満であるとイオン交換後の耐水性が悪化し、70%を越えるとガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融、成形が困難となる。このため、 SiO_2 の範囲としては58~70%であり、60~68%が好ましい。 Al_2O_3 はイオン交換速度を速めるため及びイオン交換後の耐水性を向上するために必要な成分であり、13%未満ではその効果が不十分であり、22%を越えるとガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融、成形が困難となる。このため、 Al_2O_3 の範囲としては13~22%であり、15.5~20%が好ましい。 Li_2O はイオン交換に必要な成分であるとともに、溶解性を高める成分であり、6%未満ではイオン交換後の表面圧縮応力が十分得られず、また溶解性も悪い。10%を越えるとイオン交換後の耐水性が悪化するとともに、液相温度が上がり、成形が困難となる。このため、 Li_2O の範囲としては、6~10%であり、6.5~10%が好ましい。 Na_2O は溶解性を高める成分であり、5%未満ではその効果が不十分であり、12%を越えるとイオン交換後の耐水性が悪化する。このため Na_2O の範囲としては5~12%であり、5~9.5%以下が好ましい。 ZrO_2 はイオン交換速度を速め、耐水性にも寄与する成分であり、2%未満ではその効果が不十分であり、5%を越えるとガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融、成形が困難となる。このため、 ZrO_2 の範囲としては2~5%が好ましい。

【0014】

本発明の化学強化ガラスを用いた情報処理記録媒体には、以上の成分の他に本発明の特性を損なわない範囲で、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 NiO 、 Cr_2O_3 、 CoO 等の着色剤、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 等の清澄剤を3%以下含有することが出来る。

【0015】

【発明の実施の形態】

本発明における5種の実施例の組成及びガラスの特性を表1に、また4種の比較例の組成及びガラスの特性を表2に示す。

まず、実施例1について説明する。表1に示した組成となるように通常のガラス原料であるシリカ、アルミナ、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、ジルコンを用いて調合したバッチは白金るつぼを用いて1450で4時間熔融し、鉄板上に流し出した。このガラスを500の炉で30min保持した後、炉の電源を切り、室温まで放冷し、試料ガラスとした。

【0016】

試料ガラスの特性として、熔融温度($\log = 2$ の温度)、作業温度($TW: \log = 4$ の温度)、液相温度(TL)、作業温度と液相温度との差($TW - TL$)及び歪点($\log = 14.5$ の温度)の測定結果を表1に示す。

【0017】

高温域の粘性は白金球引き上げ式自動粘度測定装置にて、また歪点はビーム曲げ式粘度測定装置により測定した。

10

20

30

40

50

【0018】

液相温度は次のようにして測定した。試料ガラスを粉碎し、 $1680\ \mu\text{m}$ のフルイを通過し、 $1190\ \mu\text{m}$ のフルイ上にとどまったガラス粒をエタノールに浸漬し、超音波洗浄した後、恒温槽で乾燥させた。

白金ボート上に1列に開けた $1\ \text{mm}$ 径の多数の穴にこのガラス粒を一粒ずつ並べ、 $850\sim 1150$ の勾配炉内に4時間保持した後、炉から取り出し、ガラス粒上に発生した失透を観察し、発生した最高温度をもって液相温度とした。

【0019】

イオン交換後の特性として、表面応力、表面応力層深さ、耐水性の測定結果を表1に示す。

10

イオン交換は、試薬1級の硝酸ナトリウム40%と試薬1級の硝酸カリウム60%の混合溶融塩中にガラスを浸漬し、 380 で3時間保持して行った。

表面応力、表面応力層深さはイオン交換処理したガラスの薄片を作製し、偏光顕微鏡を用いて測定した。

耐水性は、上記試料ガラスを $50\times 100\times$ 板厚 $2\ \text{mm}$ に切り出し、鏡面研磨した板をイオン交換し、この板を $20\ \text{ml}$ の精製水と共にビニール袋に入れ、 60 で 120 時間保持した後、精製水中に溶出したガラス分量を測定し、単位面積当たりの溶出量として求めた。

【0020】

実施例2～5も実施例1と同様の方法で試料ガラスを作製し、実施例1と同様にしてガラスの特性及びイオン交換後の特性を測定した。

20

いずれの実施例においても溶融温度は 1530 以下、液相温度は作業温度より低く、溶解性及び成形性に優れている。また、応力値は $46\ \text{kg}/\text{mm}^2$ 以上であった。イオン交換後の耐水性テストにおける重量減は $1.4\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下と優れている。

【0021】

【表1】

		実 施 例				
		1	2	3	4	5
組 成 性	SiO ₂	63.5	65.0	62.0	54.5	65.5
	ZrO ₂	4.0	2.5	4.0	4.0	4.0
	Al ₂ O ₃	16	16.0	17.8	16.0	16.0
	Li ₂ O	7.0	7.0	7.0	9.0	7.0
	Na ₂ O	9.0	9.0	9.0	6.0	7.0
	K ₂ O					
	MgO					
	CaO					
	Fe ₂ O ₃					
	Sb ₂ O ₃	0.5	0.5		0.5	0.5
	SO ₃			0.2		
wt %	合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
特 性	熔融点 (°C)	1481	1487	1480	1510	1530
	作業点 TW (°C)	1022	1004	1016	1055	1051
	歪点 (°C)	464	450	471	469	476
	液相温度 TL (°C)	959	953	956	986	1001
	TW-TL (°C)	63	51	60	69	50
	I/E後 耐水性 全溶出量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	1.4	1.4	1.4	0.8	1.0
	応力層深さ (μm)	200	170	180	210	200
	応力 (kg/mm^2)	52	46	55	56	49

I/E: イオン交換

【0022】

比較例

実施例1と同様の方法で試料ガラスを作製し、ガラスの特性及びイオン交換後の特性を測定した。

【0023】

比較例1に用いたガラス組成は、米国特許4,156,755号公報の実施例18に記載された組成であり、熔融点は1615と高く、高品質のガラスを製造するのが容易ではない。また、応力値も33kg/mm²と本実施例に比べて小さいことが分かる。

【0024】

比較例2は特開昭62-187140号公報の実施例1に記載された組成であり、熔融点は1590以上と高く、高品質のガラスを製造するのが容易ではない。また、応力値も36kg/mm²以下と本実施例に比べて小さいことが分かる。

【0025】

比較例3は特開平5-32431号公報の実施例4に記載された組成であり、作業温度に比べ液相温度が高く、ガラスの成形が困難である。

【0026】

比較例4は前記市販のソーダライムガラスであり、実施例1と同様の方法で試料ガラスを

10

20

30

40

50

作製し、ガラスの特性及びイオン交換後の特性を測定した。ただし、イオン交換は試薬 1 級の硝酸ナトリウムの熔融塩中にガラスを浸漬し 470 で 3 時間保持して行った。イオン交換後の耐水性テストにおける重量減は $20 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ であり、本発明の実施例の 10 倍以上の溶出があり、耐水性が悪い。

【0027】

【表 2】

		比較例			
		1	2	3	4
組成	SiO ₂	61.9	65.5	68.0	72.3
	ZrO ₂	4.0	1.0	6.0	
	Al ₂ O ₃	18.1	17.0	13.0	1.4
	Li ₂ O	5.0	5.0	8.0	
	Na ₂ O	11.0	8.5	5.0	13.1
	K ₂ O				0.7
	MgO		3.0		4.1
	CaO				8.1
	Fe ₂ O ₃				0.1
	Sb ₂ O ₃				
	wt % SO ₃				0.2
	合計	100.0	100.0	100.0	100.0
特性	溶融点 (°C)	1615	1590	1510	1488
	作業点 TW (°C)	1089	1095	1054	1047
	歪点 (°C)	480	482	483	500
	液相温度 TL (°C)	924	988	1086	1015
	TW-TL (°C)	165	107	-32	32
性	I/E後 耐水性 全溶出量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	0.9	0.7	1.1	19.8
	応力層深さ(μm)	210	159	167	11.7
	応力(kg/mm ²)	33	36	59	66

I/E: イオン交換

【0028】

【発明の効果】

本発明によれば、ガラスの薄板表面を化学強化処理した後の耐水性が良好で、かつ表面応力値が高く、薄板でも十分な強度を有することが要求される情報処理記録媒体を、溶解性及び成形性の良いガラス素地から得ることができる。

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平1 - 239036 (JP, A)
特開平5 - 32431 (JP, A)
特許第2977068 (JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

C03C 1/00-14/00
C03C 21/00
G11B 5/73