(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第3638626号

(P3638626)

(45)発行日　平成17年4月13日(2005.4.13)　(24)登録日　平成17年1月21日(2005.1.21)

(51)Int.Cl.[7]	F I		
H01F 1/11	H01F	1/11	Q
B22F 1/02	B22F	1/02	G
C01G 49/00	C01G	49/00	C
G11B 5/712	G11B	5/712	
H01F 1/06	H01F	1/11	M

請求項の数 4　(全 18 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願平5-276122
(22)出願日　平成5年10月6日(1993.10.6)
(65)公開番号　特開平7-106114
(43)公開日　平成7年4月21日(1995.4.21)
審査請求日　平成11年7月19日(1999.7.19)
審判番号　不服2002-19941(P2002-19941/J1)
審判請求日　平成14年10月11日(2002.10.11)

(73)特許権者　000166443
戸田工業株式会社
広島県広島市南区的場町一丁目２番２１号
(72)発明者　林　一之
広島県広島市中区舟入南４丁目１番２号戸田工業株式会社創造センター内
(72)発明者　大杉　稔
広島県広島市中区舟入南４丁目１番２号戸田工業株式会社創造センター内
(72)発明者　森井　弘子
広島県広島市中区舟入南４丁目１番２号戸田工業株式会社創造センター内
(72)発明者　杉田　典生
広島県広島市中区舟入南４丁目１番２号戸田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】磁気記録用磁性粒子粉末の製造法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉO_2換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上とを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上との水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることを特徴とする磁気記録用磁性粒子粉末の製造法。

【請求項２】

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉO_2換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上とを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ

、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上との水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、該混合物を水洗・乾燥した後、この混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることからなる磁性粒子粉末の製造法において、前記磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とする操作から前記混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をする操作までを、少なくとも２回以上繰り返すことにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることを特徴とする磁気記録用磁性粒子粉末の製造法。

【請求項３】

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉO_2換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をし、次いで、当該圧密粉砕処理された磁性粒子を用いて磁性粒子を含む水性懸濁液を調製し、この懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上を含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることを特徴とする磁気記録用磁性粒子粉末の製造法。

【請求項４】

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上を含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をし、次いで、当該圧密粉砕処理された磁性粒子を用いて磁性粒子を含む水性懸濁液を調製し、この懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む水溶液を前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉO_2換算との総量で０．０１～５．０重量％添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることを特徴とする磁気記録用磁性粒子粉末の製造法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【産業上の利用分野】
本発明は、高密度記録用磁性粒子粉末として好適な分散性に優れた磁性粒子粉末及びその製造法に関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
近年、磁気記録再生用機器等の小型軽量化が進むにつれて磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、高記録密度化が要求されている。
【０００３】
磁気記録媒体の高性能化、高記録密度化の為には、残留磁束密度Ｂｒの向上が必要である。磁気記録媒体の残留磁束密度Ｂｒは、磁性粒子粉末のビヒクル中での分散性、塗膜中での配向性及び充填性に依存している。
【０００４】
磁性粒子粉末の分散性の改良は、従来から種々試みられており、例えば、特開昭５５－８３２０７号公報、特開昭５７－５６９０４号公報、特開昭５８－１６１７２５号公報、特開昭５９－２３５０５号公報、特開昭６０－２１７５２９号公報、特開昭６１－６３９２１号公報及び特開昭６２－８９２２６号公報等に記載されている通り、磁性粒子粉末の粒子表面をＳｉ化合物やＡｌ化合物で被覆することにより粒子表面を改質する方法がある。
【０００５】
また、例えば、特開昭６３－１６１５２２号公報に記載されている通り、磁性粒子粉末の粒子表面にＳｉ化合物からなる被膜を形成し、その上にＡｌ化合物からなる被膜を形成し、そらにその上にＳｉ化合物からなる被膜を形成してなる磁性粉末とする方法がある。
【０００６】
また、磁性粒子粉末の粒子表面をＳｉ化合物やＡｌ化合物以外の化合物を被覆する方法として、例えば、特開昭５８－６０５０６号公報（Ｃｕ、Ａｇ、Ａｌ、Ｔｉ、Ｚｒ、Ｓｎ、Ｖ、Ｎｂ、Ｔａ、Ｓｂ、Ｃｒ，Ｍｏ、Ｗ、Ｎｉ等を被覆する方法）、特開昭５９－１０３３１０号公報（Ｃｕ、Ａｌ、Ｔｉ、Ｚｒ、Ｓｎ、Ｖ、Ｎｂ、Ｓｂ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ、Ｎｉ等を被覆する方法）、特開平１－１２５８０５号公報（あらかじめＣｕ、Ａｇ、Ａｌ、Ｔｉ、Ｓｎ、Ｖ、Ｎｂ、Ｔａ、Ｓｂ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ等を被覆する方法）等がある。
【０００７】
【発明が解決しようとする課題】
分散性に優れた磁性粒子粉末は、現在最も要求されているところであるが、前述したいずれの公知方法による場合にも、未だ分散性に優れた粒子とは言い難いものである。
【０００８】
公知方法において未だ分散性に優れた粒子が得られていない理由は、例えば、「磁気記録材料研究者の立場からみた磁性ペイント」（粉体粉末冶金「第７回フェライト夏季ゼミナー講演概要集」（昭和５２年）第１４～１６頁）の第１６頁の「‥‥一般に高度の分散を得ることは通常の非磁性顔料の場合でもかなり難しい問題である。まして、磁性粉の場合は粒子間の磁気的相互作用のために現象をさらに複雑なものにしている。‥‥」なる記載の通り、磁性粒子粉末は、磁性による相互作用により凝集体を形成している為、凝集体のままで表面被覆されていることに起因している。
【０００９】
特に、板面に対し垂直方向に磁化容易軸を有する六方晶系フェライト粒子粉末の場合には、磁性による相互作用により粒子相互が強固に凝集し、単に機械的処理のみによっては凝集粒子の個々の粒子に分離させることは困難である。
【００１０】
また、磁性粒子粉末の分散性については、例えば、（株）テクノシステム発行「分散・凝集の解明と応用技術」（１９９２年）第５０５頁の「‥‥磁性粉を、結合分散剤としての高分子－溶剤を主成分とする系中に、安定に分散させた磁性塗料を調合する。次いで、それを用いて基板上に均一な塗布薄膜を形成する。したがって、記録媒体としての性能は、上記の分散安定性に大きく左右されることになる。‥‥」なる記載の通り、磁性粒子粉末

を高分子樹脂中にいかに分散させるかであり、そのための分散性改良について多くの研究がされている。

【００１１】

一方、分散性の評価については、例えば、前出「分散・凝集の解明と応用技術」第９４～９６頁の「‥‥天然および合成高分子の多くは、コロイド粒子の表面に吸着して厚い吸着層を形成するので、分散系の安定性に大きな影響を与える。‥‥高分子の分子量（Ｍ）と飽和吸着量（Ａｓ）の間には一般に次の関係（出願人：注：下記の数１）が成立する。

【数１】

$$As=K_1 M^{\alpha}$$

ここでK_1、αは系特有の定数で、特にαは分子量依存パラメーターと呼ばれ、吸着層の構造によって０から１まで変化する。‥‥α＝１のときは、高分子は分子末端で吸着しており、Ａｓは分子量（Ｍ）に比例する。この系では高分子は粒子表面に林立した最も厚い吸着層を作るので、強い立体反発効果を示し、より効果的に分散系の安定性に寄与する。‥‥」なる記載の通り、分子量依存パラメーターα（以下、αで示す）で表すことができる。

【００１２】

これまでに得られている磁性粒子粉末のαを測定したところ、前掲特開昭５５－８３２０７号公報、特開昭５７－５６９０４号公報、特開昭５８－１６１７２５号公報、特開昭５９－２３５０５号公報、特開昭６０－２１７５２９号公報、特開昭６１－６３９２１号公報及び特開昭６２－８９２２６号公報等の公知方法による磁性粒子粉末の粒子表面にＳｉ化合物やＡｌ化合物を被覆した場合には、αが０．４０～０．４５程度であり、また、これらの被覆処理を行なわない磁性粒子粉末のαは０．２８～０．３４程度であることがわかった。

【００１３】

また、前掲特開昭６３－１６１５２２号公報による場合や特開昭５８－６０５０６号公報、特開昭５９－１０３３１０号公報及び特開平１－１２５８０５号公報の場合には、αが０．４０～０．４５程度であった。

【００１４】

また、磁気テープとした場合に媒体表面の表面抵抗値が大きくなることによる障害が起こったりすることがあり、例えば、工学情報センター出版部発行の「磁気テープ－ヘッド走行系の摩擦摩耗発生要因とトラブル対策－総合技術資料集－」（昭和６２年）第１６８頁の「‥‥表面電気抵抗が高いと磁気テープと機器の摺動部における帯電が起りやすい。10^9 以下が良い。比抵抗が10^9 以下では帯電圧が数十Ｖ以下であるが10^9 以上では数百Ｖ以上になるケースもある。‥‥」なる記載、及び同第１７１頁の「‥‥磁気テープの機器の中で摺動して帯電をおこすとテープのハーフからの引き出し負荷が大きくなったり、ほこりを吸収してドロップアウトが発生したり、ヘリカルスキャンシステムでは、ドラムにテープが貼りついたりするほか、放電によって放電ノイズ（微粒状ホワイトノイズ）が発生することがある。帯電を防ぐには、帯電防止剤を用いるか、表面抵抗値を下げる材料選択が行われる。‥‥」なる記載の通りである。

【００１５】

一般的には、磁気テープの帯電を防ぎ、表面抵抗値を下げる為に、磁気テープの製造においてカーボンブラック等を添加している。

【００１６】

カーボンブラックや他の帯電防止剤を適量添加することにより帯電を防ぎ、表面抵抗値を下げる効果はあるが、添加量を多くしすぎると磁気テープの飽和磁化値や残留磁化値等の

磁気特性を損なうこともあり、おのずと限界がある。

【００１７】

本発明者は、磁性粒子粉末の粒子表面を改質することにより、カーボンブラックやその他の帯電防止剤の使用量を少なくすることができ、しかも、磁気テープの表面抵抗値を下げることができるのではないかと考え、改善に取り組んだ。

【００１８】

そこで、本発明は、より分散性に優れ、αが大きく、しかも、磁気記録媒体とした場合には、表面抵抗値を下げることができ、飽和磁化値や残留磁化値等の磁気特性を損なうことのない磁性粒子粉末を提供することを技術的課題とする。

【００１９】

【課題を解決する為の手段】

前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

即ち、本発明は、磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉＯ$_2$換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上とを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上との水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることからなる磁気記録用磁性粒子粉末の製造法、

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉＯ$_2$換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上とを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉとＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上との水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、該混合物を水洗・乾燥した後、この混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることからなる磁性粒子粉末の製造法において、前記磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とする操作から前記混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をする操作までを、少なくとも２回以上繰り返すことにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることからなる磁気記録用磁性粒子粉末の製造法、磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液に前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉＯ$_2$換算との総量で０．０１～５．０重量％のＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をし、次いで、当該圧密粉砕処理された磁性粒子を用いて磁性粒子を含む水性懸濁液を調製し、この懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上を含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の水酸化物超微粒子を速沈させ

た後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることからなる磁気記録用磁性粒子粉末の製造法及び

磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上を含む水溶液を添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をし、次いで、当該圧密粉砕処理された磁性粒子を用いて磁性粒子を含む水性懸濁液を調製し、この懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とし、当該懸濁液にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む水溶液を前記磁性粒子に対しＡｌ換算とＳｉO_2換算との総量で０．０１～５．０重量％添加し、攪拌しながら、この液のｐＨ値を１～１０分間で中性付近に調節してＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの水酸化物超微粒子を速沈させた後、当該液中の磁性粒子を水酸化物超微粒子とともに濾別して磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を得、この混合物を水洗・乾燥した後、当該混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理をすることにより磁性粒子の粒子表面にＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させることからなる磁気記録用磁性粒子粉末の製造法である。

【００２０】

次に、本発明実施にあたっての諸条件について述べる。

【００２１】

本発明における磁性粒子粉末としては、マグヘマイト粒子、マグネタイト粒子及びマグヘマイトとマグネタイトとの中間酸化物であるベルトライド化合物粒子等の磁性酸化鉄粒子粉末、これらの磁性酸化鉄粒子にＦｅ以外のＣｏ等の異種金属を含有させた粒子粉末若しくはこれら磁性酸化鉄粒子にＣｏを被着させた粒子粉末、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末及び板状Ｂａフェライト微粒子等の六方晶系フェライト粒子粉末等のいずれをも用いることができる。

【００２２】

本発明において磁性粒子を含む水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加して該懸濁液のｐＨ値を１０以上とした後に、Ａｌ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅ等を含む水溶液を添加するのは、水性懸濁液中における磁性粒子同士の電気的反撥を利用して、充分且つ均一に混合するためである。

【００２３】

ｐＨ値を１０以上にする為のアルカリ水溶液としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア水等の水溶液を用いることができる。

【００２４】

Ａｌを含む水溶液としては、アルミン酸ナトリウム、アルミン酸カリウム等のアルミン酸アルカリ、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩等の水溶液を用いることができる。

【００２５】

Ａｌを含む前記化合物の添加量は、磁性粒子粉末に対し、Ａｌ換算で０．０１～５．０重量％である。０．０１重量％未満の場合には、本発明の効果は得られない。５．０重量％を越える場合にも本発明の目的とする効果を得られるが磁性に関与しないＡｌを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子が増加することにより飽和磁化が低下する為好ましく

ない。磁性粒子粉末の分散性及び飽和磁化を考慮した場合、０．０５～３．０重量％が好ましい。

【００２６】

Ｓｉを含む水溶液としては、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム、コロイダルシリカ、３号水ガラス等の水溶液を用いることができる。

【００２７】

Ｓｉを含む前記化合物の添加量は、磁性粒子粉末に対し、SiO_2 換算で０．０１～５．０重量％である。０．０１重量％未満の場合には、本発明の効果は得られない。５．０重量％を越える場合にも本発明の目的とする効果を得られるが磁性に関与しないＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子が増加することにより飽和磁化が低下する為好ましくない。磁性粒子粉末の分散性及び飽和磁化を考慮した場合、０．１～２．０重量％が好ましい。

【００２８】

本発明においてＡｌ及びＳｉを含む混合水溶液を添加する場合には、磁性酸化鉄粒子に対し、Ａｌ換算とSiO_2 換算との総量で０．０１～５．０重量％、好ましくは０．１～３．０重量％である。

【００２９】

本発明に用いるＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅ等の化合物としては、各元素の硫酸塩、塩化物、硝酸塩及び酢酸塩等の水可溶性塩を用いることができる。

【００３０】

前記各化合物の添加量は、磁性粒子粉末に対し、各元素換算で０．０１～５．０重量％である。０．０１重量％未満の場合には、本発明の効果は得られない。５．０重量％を越える場合にも本発明の目的とする効果を得られるが磁性に関与しない酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子が増加することにより飽和磁化が低下する為好ましくない。磁性粒子粉末の分散性及び飽和磁化を考慮した場合、０．０５～３．０重量％が好ましい。

【００３１】

尚、Ａｌ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅ等の前記各化合物を水溶液として用いるのは、ｐＨ値が１０以上の磁性粒子懸濁液中において充分かつ均一に混合するためであるが、各化合物を結晶塩として添加し、当該懸濁液中で充分に溶解・混合させることもできる。

【００３２】

本発明においては、ｐＨ値が１０以上の磁性粒子懸濁液に前記各化合物を含む水溶液を添加し、当該懸濁液を攪拌しながら急速にｐＨを中性付近（ｐＨ６．５～８．５）に調整することにより、Ａｌ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅ等の略全量を各水酸化物超微粒子として速沈させて磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物とする。

【００３３】

速沈させる時間としては１～１０分間の範囲である。１０分間を越える場合は、磁性粒子の粒子表面に前記各水酸化物が層状に形成されることもある。従って、速沈後は速やかに濾別する。１分間未満でもよいが前記各水酸化物超微粒子として析出させ充分に混合させる場合には１分間程度はかかる。

【００３４】

ｐＨを調整する為の酸としては、硫酸、塩酸、酢酸、硝酸、炭酸ガス等を使用することができる。

【００３５】

また、磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物を濾別、水洗、乾燥する方法は、常法に従って行なえばよい。

【００３６】

本発明における圧密粉砕処理に用いるエッジランナーとしては、（株）松本鋳造鉄工所製の「サンドミル」や新東工業（株）製の「ミックスマーラー」等を用いることができる。

【００３７】

エッジランナーの線加重は１５～８０ｋｇ／ｃｍであり、より好ましくは３０～６０ｋｇ／ｃｍである。１５ｋｇ／ｃｍ未満の場合には、摩砕による剪断力が弱すぎる為、メカノケミカル効果が得られない。８０ｋｇ／ｃｍを越える場合には、摩砕による剪断力が強すぎて、粒子そのものを破壊してしまう恐れがある。また、処理時間は１５～１２０分間であり、好ましくは３０～６０分間である。

【００３８】

本発明においては、磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物をエッジランナーによって圧密粉砕処理するまでの操作を少なくとも２回以上、好ましくは２～５回繰り返してもよい。５回を越える場合にも効果は得られるが、効果が飽和する傾向にあり、また工業的ではなくなる。

【００３９】

【作用】

本発明においては、粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉを含む酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着させた、数１のαが０．５０以上である磁性粒子からなる磁気記録用磁性粒子粉末であって、磁気テープとした場合には表面抵抗値を下げることができ、飽和磁化値や残留磁化値等の磁気特性を損なうことのない極めて優れた磁気記録媒体が得られる。

【００４０】

詳しくは、六方晶系フェライト粒子からなる磁性粒子粉末のαは０．５０乃至０．７０程度、Ｃｏ被着型磁性酸化鉄粒子からなる磁性粒子粉末のαは０．５５乃至０．７０程度であり、マグヘマイト粒子、マグネタイト粒子及びマグヘマイトとマグネタイトとの中間酸化物であるベルトライド化合物粒子の磁性酸化鉄粒子からなる磁性粒子粉末のαは０．５５乃至０．７０程度である。

【００４１】

本発明者は、前掲特開昭５５－８３２０７号公報、特開昭５７－５６９０４号公報、特開昭５８－１６１７２５号公報、特開昭５９－２３５０５号公報、特開昭６０－２１７５２９号公報、特開昭６１－６３９２１号公報及び特開昭６２－８９２２６号公報等に記載されている公知方法によって被覆処理した磁性粒子粉末のαが０．４０～０．４５程度と低い理由としては、Ｓｉ化合物やＡｌ化合物を磁性粒子の粒子表面に被覆するために、当該化合物の水酸化物を比較的長時間かけて析出させて均一に被覆していたので、高分子樹脂中で分散させた時に磁性粒子の粒子表面における高分子の吸着点が少ないからではないかと考えた。

【００４２】

また、例えば、前掲特開昭６３－１６１５２２号公報の方法や前掲特開昭５８－６０５０６号公報、特開昭５９－１０３３１０号公報及び特開平１－１２５８０５号公報の場合には、被覆処理した磁性粒子粉末のαが０．４０～０．４５程度と低い理由としては、Ｓｉ化合物やＡｌ化合物またはＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の化合物とを磁性粒子の粒子表面に被覆するために、当該化合物の水酸化物を比較的長時間かけて析出させて均一に被覆していたので、高分子樹脂中で分散させた時に磁性粒子の粒子表面における高分子の吸着点が少ないからではないかと考えた。

【００４３】

従って、磁性粒子の粒子表面における高分子の吸着点をできるだけ多くすることにより、高分子の吸着層の厚みが大きくなる方法について検討をした。

【００４４】

そのためには、Ａｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子を磁性粒子の粒子表面にできるだけ多く、しかも、化学的に吸着させる必要があると考えた。

【００４５】

そこで、磁性粒子を含む懸濁液中にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の水酸化物超微粒子とを均一に析出・混合させ、その混合物を圧密処理することによるメカノケミカル効果によって、磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着することができたので、磁性粒子粉末のαが０．５０以上に大きくすることができた。これは、粒子表面における高分子の吸着点を多くすることができた結果と考えている。

【００４６】

磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とを固着するにより得られた磁性粒子粉末を用いて結合剤樹脂等と共に非磁性支持体上に塗布・乾燥して得られた磁気記録媒体とした場合には、結合剤樹脂とのなじみがよくなり分散性が向上したばかりでなく、磁性塗料を塗布し硬化した塗膜において、表面抵抗値を下げることができ、飽和磁化値や残留磁化値等の磁気特性を損なうことのない極めて優れた磁気記録媒体が得られる。

【００４７】

それは、前述した通り、磁性粒子粉末の粒子表面を改質することにより、カーボンブラックやその他の帯電防止剤の使用を少なくすることができ、しかも、磁気テープの表面抵抗値を下げるとともに飽和磁化値や残留磁化値等の磁気特性を損なうことがないものを得られるのではないかと考えて取り組んだ結果であり、磁性粒子粉末と磁気テープの表面抵抗値との関係を調べ、磁性粒子粉末の粒子表面が磁気テープの表面抵抗値に大きな影響を与えていることを突き止めた結果である。

【００４８】

この理由としては、磁気記録媒体とした場合の磁気テープの最表面に露出した磁性粒子の粒子表面の性状が、磁気テープの表面抵抗値や帯電性に影響を与えることから、磁性粒子の粒子表面にＡｌ又はＳｉ若しくはＡｌ及びＳｉの酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とＳｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ、Ｆｅから選ばれる１種又は２種以上の酸化物超微粒子或いは水酸化物超微粒子とが存在することにより、磁気テープとした場合に、磁気テープの表面抵抗値が5×10^{9}Ω／ｓｑ以下となり、磁気テープと機器の摺動部における帯電性が改善されたためであると考えている。

【００４９】

一方、磁性粒子と水酸化物超微粒子とからなる混合物は、共に相互作用によって存在しているので、濾別・水洗・乾燥を通常通り行なうことができ、特に作業性が悪くなるということはない。

【００５０】

尚、特開昭５５－１５７２１６号公報に開示されている酸化鉄磁性粉末スラリーに分散剤を添加して機械的なせん断力を与える場合及び特開平２－１８８４２９号公報に開示されているシランカップリング剤を添加する乾式混合する場合においては、本発明の効果は得られない。

【００５１】

【実施例】

次に、実施例並びに比較例により、本発明を説明する。

【００５２】

本発明における分散性の評価は、前記数１のαにより行い、αの値は、分子量の異なるバインダー（数平均分子量Ｍ＝１５０００、２８０００、４２０００）を用いて、常法により磁性粒子粉末へのそれぞれのバインダーの飽和吸着量（Ａｓ）を測定し、得られたＡｓとＭとを両対数表にプロットすることにより直線関係が得られ、その直線の傾きよりαの値を求めた。

【００５３】

磁性粒子粉末に被覆されたＡｌ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ａｇ、Ｐｄ、Ｃｕ等の化合物の各元素量は蛍光Ｘ線分析により測定した。但し、Ｆｅ量に関しては磁性粒子粉末を酸に溶解する等の化学分析によって測定した。

【００５４】

磁性粒子粉末の磁気特性は、「振動試料型磁力計ＶＳＭ－３Ｓ－１５」（東英工業（株）製）を用いて外部磁場１０ＫＯｅ（但し、磁性酸化鉄粒子を用いた場合には５ＫＯｅ）の下で測定した値であり、磁気テープの諸特性は外部磁場１０ＫＯｅ（但し、Ｃｏ被着型磁性酸化鉄粒子及び磁性酸化鉄粒子を用いた場合には５ＫＯｅ）の下で測定した結果である。

【００５５】

塗布膜の表面光沢は、グロスメーター　「ＵＧＶ－５Ｄ」（スガ試験器（株）製）で入射角４５°で測定した値であり、標準板光沢を８６．３％とした時の値を％表示で示したものである。

【００５６】

表面粗度Ｒａは、「Ｓｕｒｆｃｏｍ－５７５Ａ」（東京精密（株）製）を用いて塗布膜の中心線平均粗さを測定した。

【００５７】

塗布膜の表面電気抵抗は、被測定塗布膜を２５℃，６０％ＲＨ環境下に１２時間以上曝した後、幅６．５ｍｍの金属性の電極に幅６ｍｍにスリットした磁気テープを置き、その両端に各１７０ｇのおもりを付け、電極に磁気テープを密着させた後、電極間に５００Ｖの直流電圧をかけて表面抵抗値を測定した。

【００５８】

＜磁性粒子粉末の表面処理＞

実施例１～８、

比較例１～６；

【００５９】

実施例１

粒径０．０５μｍ、板状比５．０であって、保磁力が７３６ＯｅであるＣｏ及びＴｉ置換型板状Ｂａフェライト粒子を用い、該粒子６ｋｇを水に混合・攪拌した後、０．１ｍｏｌ／ｌのＮａＯＨ水溶液をｐＨ値が１２．０になるまで添加した。

上記混合懸濁液を攪拌・混合した後、０．５ｍｏｌ／ｌのアルミン酸ソーダ水溶液８８９ｍｌ（磁性粒子粉末に対しＡｌ換算で０．２ｗｔ％に該当する。）を添加して攪拌・混合した。

次いで、当該懸濁液を攪拌しながら０．１ｍｏｌ／ｌのＨＣｌ水溶液を添加してｐＨを７．５に調整した。その時の所要時間は３分であった。直ちに、常法により濾別・水洗・乾燥して磁性粒子粉末を得た。

得られた磁性粒子粉末５ｋｇをエッジランナー「ＭＰＵＶ－２型」（（株）松本鋳造鉄工所製）に投入して線荷重６０ｋｇ／ｃｍで３０分間圧密粉砕を行なった。

得られた磁性粒子粉末の粒子径は０．０５μｍ、板状比は５．０であって、保磁力は７４０Ｏｅ、αは０．５５であった。

【００６０】

更に、得られた磁性粒子粉末４．５ｋｇを再び水に混合・攪拌した後、０．１ｍｏｌのＮａＯＨ水溶液を加えてｐＨ１０．３とした。次いで、０．５ｍｏｌ／ｌのスズ酸ナトリウム水溶液１５１６ｍｌ（磁性粒子粉末に対しＳｎ換算で２．００ｗｔ％に該当する。）を添加して攪拌・混合して懸濁液を得た。

次いで、当該懸濁液を攪拌しながら０．１ｍｏｌ／ｌのＨＣｌ水溶液を用いてｐＨ７．１に調整した。その時の所要時間は７分であった。直ちに、常法により濾別・水洗・乾燥して磁性粒子粉末を得た。

得られた磁性粒子粉末４ｋｇをエッジランナー「ＭＰＵＶ－２型」（（株）松本鋳造鉄工所製）に投入して線荷重６０ｋｇ／ｃｍで３０分間圧密粉砕を行なった。

得られた磁性粒子粉末の粒子径は０．０５μｍ、板状比は５．０であって、保磁力は７４６Ｏｅ、αは０．６０であった。

【００６１】

実施例２～８、比較例１～６

磁性粒子粉末の種類、添加する化合物の種類と添加量、添加・攪拌の所要時間、圧密処理の線荷重と時間及び処理回数を種々変えた以外は実施例１と同様にして磁性粒子粉末を得た。

【００６２】

各実施例における主要製造条件及び得られた磁性粒子粉末の諸特性を表１乃至表４に示す。

【００６３】

【表１】

実施例及び比較例	処理前の磁性粒子粉末				
	種類	平均粒子径 (μm)	板状比又は軸比 (−)	保磁力 Hc (Oe)	飽和磁化値 σs (emu/g)
実施例１	Co及びTiを含有する板状Baフェライト粒子粉末	0.05	5.0	736	59.0
〃 2	〃	0.05	5.4	825	59.5
〃 3	Co被着型Fe_3O_4 粒子粉末	0.22	6.5	732	83.2
〃 4	〃	0.22	6.5	732	83.2
〃 5	Co被着型γ-Fe_2O_3粒子粉末	0.18	6.0	765	78.9
〃 6	〃	0.18	6.0	765	78.9
〃 7	γ－Fe_2O_3 粒子粉末	0.22	7.0	362	73.2
〃 8	〃	0.22	7.0	362	73.2
比較例１	Co及びTiを含有する板状Baフェライト粒子粉末	0.05	5.2	780	58.3
〃 2	〃	0.05	5.4	825	59.5
〃 3	Co被着型γ-Fe_2O_3粒子粉末	0.18	6.0	765	78.9
〃 4	〃	0.18	6.0	765	78.9
〃 5	〃	0.18	6.0	765	78.9
〃 6	〃	0.18	6.0	765	78.9

【００６４】

【表２】

実施例及び比較例	磁性粒子粉末の生成（第1回目の処理）									得られた磁性粒子粉末				
	磁性粒子と水酸化物とからなる混合物の生成						圧密粉砕処理							
	調整前のpH（−）	種類	換算	添加量（wt%）	調整後のpH（−）	調整時間（分）	線荷重（kg/cm）	時間（min）	換算	固着量（wt%）	平均粒子径（μm）	板状比又は軸比（−）	保磁力 H_c（Oe）	飽和磁化量 σ_s（emu/g）	α値（−）
実施例1	12.0	アルミン酸ソーダ	Al	0.20	7.5	3	60	30	Al	0.20	0.05	5.0	740	58.5	0.55
〃 2	11.5	アルミン酸ソーダ 硫酸第一鉄	Al Fe	0.10 2.00	6.5	8	60	60	Al Fe	0.10 2.05	0.05	5.4	810	57.6	0.57
〃 3	11.0	硫酸アルミニウム 3号水ガラス	Al SiO_2	0.50 1.50	7.8	6	45	15	Al SiO_2	0.50 1.46	0.22	6.5	726	81.9	0.62
〃 4	12.0	スズ酸ナトリウム	Sn	2.00	7.0	5	30	30	Sn	2.00	0.22	6.5	730	82.6	0.59
〃 5	10.5	3号水ガラス 塩化パラジウム	SiO_2 Pd	0.50 0.05	7.2	3	30	30	SiO_2 Pd	0.49 0.05	0.18	6.0	760	78.5	0.61
〃 6	10.8	塩化アンチモン	Sb	1.00	7.8	5	45	30	Sb	0.92	0.18	6.0	754	78.6	0.59
〃 7	11.0	酢酸アルミニウム	Al	1.00	7.0	5	60	30	Al	1.00	0.22	7.0	355	72.9	0.56
〃 8	10.8	エチルシリカ	SiO_2	1.50	7.2	5	30	15	SiO_2	1.46	0.22	7.0	355	73.0	0.56

【0065】
【表3】

実施例及び比較例	磁性粒子粉末の生成（第1回目の処理）														
	磁性粒子と水酸化物とからなる混合物の生成						圧密粉砕処理		得られた磁性粒子粉末						
	調整前のPH (−)	種類	換算	添加量 (wt%)	調整後のPH (−)	調整時間 (分)	線荷重 (kg/cm)	時間 (min)	換算	固着量 (wt%)	平均粒子径 (μm)	板状比又は軸比 (−)	保磁力 Hc (Oe)	飽和磁化量 σs (emu/g)	α値 (−)
比較例1	−	———	−	−	−	−	60	60	−	−	0.05	5.2	780	58.3	0.28
〃 2	11.4	アルミン酸ソーダ	Al	1.00	7.1	8	−	−	Al	0.99	0.05	5.4	820	58.2	0.42
〃 3	−	———	−	−	−	−	45	30	−	−	0.18	6.0	755	78.9	0.30
〃 4	10.5	アルミン酸ソーダ	Al	1.00	7.4	5	−	−	Al	1.00	0.18	6.0	756	77.9	0.44
〃 5	10.5	〃	Al	1.00	7.0	60	−	−	Al	1.00	0.18	6.0	756	77.8	0.38
〃 6	10.5	〃	Al	0.005	7.1	5	45	30	Al	0.005	0.18	6.0	755	78.7	0.36

【００６６】
【表４】

実施例及び比較例	磁性粒子粉末の生成（第2回目の処理）														
	磁性粒子と水酸化物とからなる混合物の生成						圧密粉砕処理			得られた磁性粒子粉末					
	調整前のpH(−)	種類	換算	添加量(wt%)	調整後のpH(−)	調整時間(分)	線荷重(kg/cm)	時間(min)	換算	固着量(wt%)	平均粒子径(μm)	板状比又は軸比(−)	保磁力 H_c (Oe)	飽和磁化量 σs (emu/g)	α値(−)
実施例1	10.3	スズ酸ナトリウム	Sn	2.00	7.1	7	60	30	Sn	1.96	0.05	5.0	746	57.6	0.60
〃 2	11.0	コロイダルシリカ スズ酸ナトリウム	SiO_2 Sn	0.10 0.50	7.0	8	60	60	SiO_2 Sn	0.10 0.51	0.05	5.4	826	56.8	0.60
〃 3	10.5	硫酸第一鉄	Fe	0.50	7.5	4	30	30	Fe	0.52	0.21	6.5	710	81.0	0.65
〃 4	10.6	アルミン酸ソーダ	Al	0.75	7.0	6	60	30	Al	0.75	0.22	6.5	725	82.2	0.62
〃 6	10.8	アルミン酸ソーダ	Al	0.50	7.5	5	30	15	Al	0.50	0.18	6.0	749	78.3	0.65
〃 7	11.0	スズ酸ナトリウム	Sn	2.00	7.5	6	45	30	Sn	1.98	0.22	7.0	345	71.9	0.61
〃 8	11.6	塩化第一鉄	Fe	1.00	7.8	8	60	30	Fe	1.00	0.22	7.0	346	72.5	0.60

【００６７】

＜磁気テープの製造＞

参考例１～１４

【００６８】
参考例１
実施例１で得られた磁性粒子粉末を用いて、まず、当該磁性粒子粉末と結合剤樹脂、溶剤とを混合し、固形分率７６重量％でプラストミルを用いて３０分間混練した。しかる後、所定量の混練物を取り出し、ガラス瓶に研磨剤、カーボンブラック、ガラスビーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで６時間混合・分散を行なった。
【００６９】
その後、潤滑剤及び硬化剤とを加え、さらに、１５分間混合・分散した。得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

磁性粒子粉末	１００重量部
スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル－酢酸ビニル共重合樹脂	１０重量部
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	１０重量部
研磨剤	１０重量部
カーボンブラック	３重量部
潤滑剤	２．５重量部
硬化剤	５重量部
シクロヘキサノン	５２．５重量部
メチルエチルケトン	１３０．５重量部
トルエン	７８．３重量部

【００７０】
得られた磁性塗料を厚さ１４μｍのポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーターを用いて１５μｍの厚さに塗布し、次いで、５ＫＯｅの磁場で配向させた後、乾燥させることによりシート試料片を得た。
得られたシート試料片にカレンダー処理を行なった後、６０℃で２４時間硬化反応して０．５インチ幅にスリットして磁気テープを得た。
得られた磁気テープのＨｃは８０１Ｏｅ、角型比は０．８２、光沢は１８０％、表面粗度Ｒａは６．４ｎｍ、表面抵抗値は４．２×10^{9} Ω／ｓｑであった。
【００７１】
参考例２～１４
得られた磁性粒子粉末の種類を種々変えた以外は参考例１と同様にして磁気テープを得た。
【００７２】
各参考例における諸特性のうち、実施例１～８と比較する参考例１～８を表５に、及び比較例１～６と比較する参考例９～１４を表６に示す。
【００７３】
【表５】

参考例	磁性粒子粉末の種類	テープ特性					
		保磁力 Hc (Oe)	残留磁化 Br (Gauss)	角型比 (−)	光沢度 (%)	表面粗度 Ra (nm)	表面抵抗値 (Ω/sq)
参考例1	実施例1	801	1296	0.82	180	6.4	4.2×10^{9}
〃 2	〃 2	889	1320	0.83	181	6.4	3.0×10^{9}
〃 3	〃 3	796	1510	0.91	168	6.0	6.5×10^{8}
〃 4	〃 4	795	1492	0.90	165	6.2	2.8×10^{8}
〃 5	〃 5	825	1462	0.91	176	5.4	5.6×10^{8}
〃 6	〃 6	822	1479	0.91	170	5.8	1.0×10^{9}
〃 7	〃 7	402	1292	0.87	155	8.2	4.6×10^{9}
〃 8	〃 8	396	1310	0.87	156	8.2	4.3×10^{9}

【００７４】
【表６】

参考例	磁性粒子粉末の種類	テープ特性					
		保磁力 Hc (Oe)	残留磁化 Br (Gauss)	角型比 (−)	光沢度 (%)	表面粗度 Ra (nm)	表面抵抗値 (Ω/sq)
〃 9	比較例1	863	1160	0.76	135	18.6	2.5×10^{10}
〃 10	〃 2	868	1203	0.78	148	12.2	5.8×10^{10}
〃 11	〃 3	793	1326	0.80	140	10.6	6.3×10^{9}
〃 12	〃 4	801	1298	0.81	145	9.4	8.1×10^{9}
〃 13	〃 5	812	1276	0.82	148	9.4	1.0×10^{10}
〃 14	〃 6	781	1356	0.82	141	9.8	7.2×10^{9}

【００７５】

【発明の効果】

本発明に係る磁性粒子粉末は、前出実施例に示した通り、分散性に優れた粒子であるから、高密度記録用磁性粒子粉末として好適である。

【００７６】

本発明に係る磁性粒子粉末を用いて磁気記録媒体とした場合には、結合剤樹脂とのなじみが良く、分散性に優れているとともに、優れた表面平滑性が得られるので良好な電磁変換特性が実現できるばかりでなく、表面抵抗値を低くできるので帯電性にも優れており、ドロップアウトの低減、機器へのテープの張り付き低減などが可能となり、極めて優れた磁気記録媒体が得られる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.[7] F I
H01F 1/06 K

合議体
審判長 松本 邦夫
審判官 河本 充雄
審判官 岡 和久

(56)参考文献 特開平1－298030（JP，A）
特開平3－254422（JP，A）