



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112397096 B

(45) 授权公告日 2024.04.30

(21) 申请号 202010834199.3

G11B 5/712 (2006.01)

(22) 申请日 2020.08.18

G11B 5/714 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

G11B 5/78 (2006.01)

申请公布号 CN 112397096 A

G11B 5/85 (2006.01)

(43) 申请公布日 2021.02.23

(56) 对比文件

CN 101589443 A, 2009.11.25

(30) 优先权数据

JP 2009087443 A, 2009.04.23

2019-149950 2019.08.19 JP

JP H09312018 A, 1997.12.02

(73) 专利权人 富士胶片株式会社

US 2003113587 A1, 2003.06.19

地址 日本东京

US 2003228489 A1, 2003.12.11

(72) 发明人 今井隆 片山和俊

US 2014219069 A1, 2014.08.07

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

US 2016064025 A1, 2016.03.03

72002

US 5051287 A, 1991.09.24

专利代理人 周欣

WO 2019003578 A1, 2019.01.03

(51) Int.Cl.

审查员 段梦凡

G11B 5/706 (2006.01)

权利要求书2页 说明书27页

(54) 发明名称

磁带、磁带盒及磁记录再生装置

(57) 摘要

本发明提供一种能够抑制使用中和/或保管中的变形的磁带、包含该磁带的磁带盒及磁记录再生装置。一种磁带，其具有非磁性支撑体和包含强磁性粉末的磁性层，其中，在70℃下加热10小时前后，在50℃～100℃范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan \delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 为0.000以上且0.012以下。

1. 一种磁带, 其具有非磁性支撑体和包含强磁性粉末的磁性层, 其中, 在70℃下加热10小时前后, 在50℃ ~ 100℃的范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量Δ1为0.000以上且0.012以下,

所述变化量Δ1的测定方法如下所述:

对于在70℃下在绝对湿度0.014kg/kgD.A.以下的条件下加热10小时前的磁带样品即未加热的样品和在70℃下在绝对湿度0.014kg/kgD.A.以下的条件下加热10小时后的磁带样品即经加热的样品, 使用动态粘弹性测定装置在测定模式为拉伸、频率为1Hz、应变振幅为0.1%、升温速度为2.0℃/分钟的测定条件下进行测定, 在50℃ ~ 100℃的范围的测定温度下以0.5℃ ~ 2.0℃的温度间隔在各测定温度下求出储存弹性模量及损失弹性模量, 以“ $\tan\delta = \text{损失弹性模量}/\text{储存弹性模量}$ ”求出损耗角正切tanδ, 求出“未加热的样品的tanδ-经加热的样品的tanδ”, 将在50℃ ~ 100℃范围的各测定温度下求出的“未加热的样品的tanδ-经加热的样品的tanδ”的最大值作为所述变化量Δ1, 所述测定温度是指动态粘弹性测定装置内的样品附近的气氛温度, 所述D.A.表示干燥空气。

2. 根据权利要求1所述的磁带, 其中, 在非磁性支撑体的一个表面侧具有所述磁性层, 在另一个表面侧具有包含非磁性粉末的背涂层, 由下述式求出的变化量Δ2为0.000以上且0.020以下,

$$\Delta 2 = \Delta a \times [Da / (Da+Db)] + \Delta b \times [Db / (Da+Db)]$$

式中,

Da为所述非磁性支撑体上的所述磁性层侧部分的厚度,

Δa为所述加热前后的所述磁性层侧部分在50℃ ~ 100℃的范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量,

Db为所述非磁性支撑体上的所述背涂层侧部分的厚度,

Δb为在所述加热前后的所述背涂层侧部分在50℃ ~ 100℃的范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量。

3. 根据权利要求2所述的磁带, 其中,

所述磁性层侧部分的厚度Da为0.20μm以上且0.50μm以下, 且

所述背涂层侧部分的厚度Db为0.20μm以上且1.50μm以下。

4. 根据权利要求2所述的磁带, 其中,

所述磁性层侧部分的厚度Da为0.20μm以上且1.00μm以下, 且

所述背涂层侧部分的厚度Db为0.20μm以上且0.90μm以下。

5. 根据权利要求1至4中任一项所述的磁带, 其中, 在所述非磁性支撑体与所述磁性层之间具有包含非磁性粉末的非磁性层。

6. 根据权利要求2至4中任一项所述的磁带, 其中,

所述背涂层包含选自由无机粉末及炭黑组成的组中的一种以上的非磁性粉末。

7. 根据权利要求1至4中任一项所述的磁带, 其中,

所述强磁性粉末为六方晶铁氧体粉末。

8. 根据权利要求1至4中任一项所述的磁带, 其中,

所述强磁性粉末为ε-氧化铁粉末。

9. 一种磁带盒, 其包含权利要求1至8中任一项所述的磁带。

10. 一种磁记录再生装置,其包含权利要求1至8中任一项所述的磁带和磁头。

磁带、磁带盒及磁记录再生装置

技术领域

[0001] 本发明涉及一种磁带、磁带盒及磁记录再生装置。

背景技术

[0002] 磁带通常具有在非磁性支撑体上形成有磁性层的结构(例如参考专利文献1)。

[0003] 专利文献1:日本特开2007-048427号公报

[0004] 通常以如下方式进行对磁带的数据的记录及再生。在被称作驱动器的磁记录再生装置中设置将磁带卷装于卷轴上而容纳的磁带盒并在驱动器内进行磁带的送出及卷绕,由此使磁带行进。通过使行进中的磁带的表面(磁性层表面)与驱动器所具备的磁头接触并滑动来进行对磁性层的数据的记录及所记录的数据的再生。

[0005] 在如上所述的行进中,张力会施加于磁带,因此磁带处于施加有应力的状态。并且,在磁带盒内卷装于卷轴而容纳的状态下进行保管的期间,磁带也处于施加有应力的状态。在提高作为数据存储介质的磁带的可靠性的方面,期望抑制有可能因这种使用中和/或保管中的应力施加而发生的磁带的变形。这例如基于以下原因。通常通过将磁信号记录在磁带的数据带来进行对磁带的数据的记录。由此,在数据带中形成数据磁道。另一方面,在所记录的数据的再生时,在驱动器内使磁头追随于磁带的数据磁道而读取记录在数据磁道中的磁信号。在此,磁头追随于数据磁道的精度越高,则越能够抑制发生再生错误,从而能够提高作为数据存储介质的磁带的可靠性。但是,若磁带在数据记录后大幅变形,则在数据的再生时磁头追随于数据磁道的精度下降,导致容易发生再生错误。例如出于这种原因,期望抑制有可能因使用中和/或保管中的应力施加而发生的磁带的变形。

发明内容

[0006] 本发明的一方式的目的在于提供一种能够抑制使用中和/或保管中的变形的磁带。

[0007] 本发明的一方式涉及一种磁带,其具有非磁性支撑体和包含强磁性粉末的磁性层,其中,

[0008] 在70℃下加热10小时前后,在50℃~100℃范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量Δ1为0.000以上且0.012以下。

[0009] 在一方式中,上述磁带可以在非磁性支撑体的一个表面侧具有上述磁性层,在另一个表面侧具有包含非磁性粉末的背涂层,由下述式:

[0010]
$$\Delta 2 = \Delta a \times [Da / (Da + Db)] + \Delta b \times [Db / (Da + Db)]$$

[0011] 求出的变化量Δ2为0.000以上且0.020以下。

[0012] 式中,

[0013] Da为上述非磁性支撑体上的上述磁性层侧部分的厚度,

[0014] Δa为在上述加热前后的上述磁性层侧部分在50℃~100℃范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量,

- [0015] Db 为上述非磁性支撑体上的上述背涂层侧部分的厚度,
- [0016] Δb 为在上述加热前后的上述背涂层侧部分在50°C ~ 100°C范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量。
- [0017] 厚度 Da 的单位与厚度 Db 的单位相同即可,例如可以为 μm 或 nm 。
- [0018] 在一方式中,上述磁性层侧部分的厚度 Da 可以为0.20 μm 以上且0.50 μm 以下,上述背涂层侧部分的厚度 Db 可以为0.20 μm 以上且1.50 μm 以下。
- [0019] 在一方式中,上述磁性层侧部分的厚度 Da 可以为0.20 μm 以上且1.00 μm 以下,上述背涂层侧部分的厚度 Db 可以为0.20 μm 以上且0.90 μm 以下。
- [0020] 在一方式中,上述磁带可以在上述非磁性支撑体与上述磁性层之间具有包含非磁性粉末的非磁性层。
- [0021] 在一方式中,上述背涂层可以包含选自包括无机粉末及炭黑的组中的一种以上的非磁性粉末。
- [0022] 在一方式中,上述强磁性粉末可以为六方晶铁氧体粉末。
- [0023] 在一方式中,上述强磁性粉末可以为 ϵ -氧化铁粉末。
- [0024] 本发明的一方式涉及一种包含上述磁带的磁带盒。
- [0025] 本发明的一方式涉及一种包含上述磁带和磁头的磁记录再生装置。
- [0026] 发明效果
- [0027] 根据本发明的一方式,可提供一种能够抑制使用中和/或保管中的变形的磁带。并且,根据本发明的一方式,可提供一种包含该磁带的磁带盒及磁记录再生装置。

具体实施方式

- [0028] [磁带]
- [0029] 本发明的一方式涉及一种磁带,其具有非磁性支撑体和包含强磁性粉末的磁性层,其中,在70°C下加热10小时前后,在50°C ~ 100°C范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 为0.000以上且0.012以下。
- [0030] 以下,对上述磁带进行进一步详细的说明。
- [0031] <损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量>
- [0032] 上述磁带在70°C下加热10小时前后,在50°C ~ 100°C范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 为0.000以上且0.012以下。上述变化量 $\Delta 1$ 为通过以下方法求出的值。
- [0033] 从测定对象的磁带的长度方向切出多个长度50.0mm、宽度3.4mm的样品。将一个样品(以下,记载为“经加热的样品”。)在气氛温度70°C的热处理气氛中(绝对湿度:0.014kg/kgD.A. (Dry Air:干燥空气)以下)放置10小时而进行加热之后,将另一个样品(以下,记载为“未加热的样品”。)未进行上述加热而分别以卡盘间距离成为10.0mm的方式固定于动态粘弹性测定装置中。详细而言,上述热处理气氛的气氛温度70°C是指69.5°C以上且70.4°C以下的范围的温度。这点关于求出 Δa 及 Δb 时的加热也相同。对各样品在以下测定条件下进行测定,在50°C ~ 100°C的范围内以0.5°C ~ 2.0°C的温度间隔在各测定温度下求出储存弹性模量及损失弹性模量。详细而言,测定温度的最低温度为49.5°C以上且50.4°C以下的范围的温度,测定温度的最高温度为99.5°C以上且100.4°C以下的范围的温度。测定温度是

指动态粘弹性测定装置内的样品附近的气氛温度。在测定中,动态粘弹性测定装置的设定温度从-20.0℃以升温速度2.0℃/分钟升温至200.0℃。以“ $\tan\delta$ =损失弹性模量/储存弹性模量”求出损耗角正切 $\tan\delta$ 。作为动态粘弹性测定装置,例如能够使用Hitachi High-Tech Science Corporation制造的DMS6100。在各测定温度下求出“(未加热的样品的 $\tan\delta$) - (经加热的样品的 $\tan\delta$)”,将在50℃~100℃范围的各测定温度下求出的“(未加热的样品的 $\tan\delta$) - (经加热的样品的 $\tan\delta$)”的最大值作为在50℃~100℃范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 。

[0034] (测定条件)

[0035] 测定模式:拉伸

[0036] 频率:1Hz (赫兹)

[0037] 应变振幅:0.1%

[0038] 扫描温度:-20.0℃~200.0℃

[0039] 本发明人在反复进行深入研究的过程中认为,通过上述方法求出的 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 与在使用中和/或保管中即施加应力的状态下的磁带的变形有关。上述加热前后的 $\tan\delta$ 的变化量小认为是指与弹性相比,粘性流动性小,本发明人推测这有助于抑制在应力施加下随时间产生的力学时间变化(变形)。但是,这只不过是推测,并不限定本发明。而且,本发明人进一步反复进行了深入研究,其结果发现了,通过将磁带的粘弹性特性抑制为使通过上述方法求出的 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 成为0.000以上且0.012以下,能够抑制磁带的使用中和/或保管中的变形。相对于此,在日本特开2007-048427号公报(专利文献1)中仅有与在温度130℃下的0.5Hz损失弹性模量有关的记载,关于上述加热前后的 $\tan\delta$ 的变化量没有任何记载。

[0040] 上述磁带在70℃下加热10小时前后,在50℃~100℃范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量 $\Delta 1$ 为0.000以上且0.012以下。从抑制行进中和/或保管中的变形的观点考虑,上述变化量 $\Delta 1$ 为0.012以下,从更进一步抑制该变形的观点考虑,优选为0.010以下,更优选为0.008以下,进一步优选为0.006以下,进一步优选为0.004以下。上述变化量 $\Delta 1$ 为0.000以上,也可以为0.000,在一方式中,还可以为0.001以上、0.002以上或0.003以上。

[0041] 例如,通过调整设置于非磁性支撑体上的各种层的粘弹性特性,能够控制磁带的上述变化量 $\Delta 1$ 。在非磁性支撑体的一个表面侧设置磁性层。可以在非磁性支撑体上直接设置磁性层,或者,可以在非磁性支撑体与磁性层之间设置包含非磁性粉末的非磁性层。并且,也可以在非磁性支撑体的与具有磁性层的表面侧相反的表面侧设置包含非磁性粉末的背涂层。作为控制上述变化量 $\Delta 1$ 的方法一例,能够举出如下:在非磁性支撑体的一个表面侧具有磁性层且在另一个表面侧具有包含非磁性粉末的背涂层的磁带中,考虑非磁性支撑体上的磁性层侧部分及背涂层侧部分各自的粘弹性特性及厚度而调整通过下述式计算出的变化量 $\Delta 2$ 。“磁性层侧部分”是指设置于非磁性支撑体的具有磁性层的表面上的层,当设置有多个层时,是指这些层整体。关于“背涂层侧部分”也相同。在一方式中,对于非磁性支撑体上的磁性层侧部分和背涂层侧部分,通过下述式求出的变化量 $\Delta 2$ 优选为0.000以上且0.020以下。

[0042] $\Delta 2 = \Delta a \times [Da / (Da+Db)] + \Delta b \times [Db / (Da+Db)]$

[0043] 上述式中, Da为非磁性支撑体上的磁性层侧部分的厚度, Δa 为如前面所记载在70

℃下将磁带加热10小时的加热前后的非磁性支撑体上的磁性层侧部分在50℃～100℃范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量。Db为非磁性支撑体上的背涂层侧部分的厚度，Δb为如前面所记载在70℃下将磁带加热10小时的加热前后的背涂层侧部分在50℃～100℃范围的测定温度下的损耗角正切tanδ的变化量。变化量Δ2更优选为0.018以下，进一步优选为0.016以下，进一步优选为0.014以下，更进一步优选为0.012以下，再进一步优选为0.010以下。上述变化量Δ2可以为0.000以上，也可以为0.000，在一方式中，还可以为0.001以上、0.002以上或0.003以上。

[0044] 通过以下方法求出变化量Δa。

[0045] 从测定对象的磁带的长度方向切出多个长度50.0mm、宽度3.4mm的样品。从各样品中去除非磁性支撑体上的磁性层侧部分。或者，在去除非磁性支撑体上的磁性层侧部分之后，如上所述，切出样品。

[0046] 关于非磁性支撑体上的磁性层侧部分，在非磁性支撑体上直接具有磁性层的磁带中是指磁性层，在非磁性支撑体上具有包含非磁性粉末的非磁性层和磁性层的磁带中是指非磁性层及磁性层。能够通过使用溶剂的擦拭等公知的方法来去除磁性层侧部分。

[0047] 将从非磁性支撑体上去除了磁性层侧部分的样品中的一个样品(以下，记载为“已去除的经加热的样品”)。在气氛温度70℃的热处理气氛中(绝对湿度:0.014kg/kgD.A.以下)放置10小时而进行加热之后，求出在50℃～100℃范围的各测定温度下的储存弹性模量及损失弹性模量。在各测定温度下，根据对已去除的经加热的样品求出的储存弹性模量E'(T)及损失弹性模量E''(T)去除品和对在相同的磁带中为了求出变化量Δ1而在未去除磁性层侧部分的状态下实施了测定的经加热的样品得到的储存弹性模量E'(T)磁带及损失弹性模量E''(T)磁带，通过下述式求出磁性层侧部分在各测定温度下的储存弹性模量E'(T)及损失弹性模量E''(T)。下述式中，“D_{磁带}”为磁带的总厚度即在未去除磁性层侧部分的状态下实施了测定的经加热的样品的厚度，“D_{基晶}”为去除了磁性层侧部分的样品的厚度即磁带的除磁性层侧部分以外的厚度。根据如此求出的储存弹性模量E'(T)及损失弹性模量E''(T)，对非磁性支撑体上的磁性层侧部分，以“tanδ=损失弹性模量E''(T)/储存弹性模量E'(T)”计算出在上述加热后的各测定温度下的损耗角正切tanδ。

[0048] [数式1]

$$[0049] \text{非磁性支撑体上的磁性层侧部分的储存弹性模量 } E'(T) = \frac{E'(T)_{\text{磁带}} \times D_{\text{磁带}} - E'(T)_{\text{去除品}} \times D_{\text{去除品}}}{D_{\text{磁带}} - D_{\text{去除品}}}$$

$$[0050] \text{非磁性支撑体上的磁性层侧部分的损失弹性模量 } E''(T) = \frac{E''(T)_{\text{磁带}} \times D_{\text{磁带}} - E''(T)_{\text{去除品}} \times D_{\text{去除品}}}{D_{\text{磁带}} - D_{\text{去除品}}}$$

[0051] 与上述已去除的经加热的样品独立地，对于从非磁性支撑体上去除了磁性层侧部分的样品中的另一个样品(以下，记载为“已去除的未加热的样品”)，与上述同样地求出在各测定温度下的储存弹性模量及损失弹性模量。使用如此求出的已去除的未加热的样品的储存弹性模量及损失弹性模量和对在相同的磁带中为了求出变化量Δ1而在未去除磁性层侧部分的状态下实施了测定的未加热的样品得到的在各测定温度下的储存弹性模量及损失弹性模量，与对已去除的经加热的样品记载的方法同样地，对非磁性支撑体上的磁性层侧部分计算出在上述未加热下的各测定温度下的损耗角正切tanδ。在各测定温度下，求出“(已去除的未加热的样品的tanδ)-(已去除的经加热的样品的tanδ)”，将在50℃～100℃范

围的各测定温度下求出的“(已去除的未加热的样品的 $\tan\delta$) - (已去除的经加热的样品的 $\tan\delta$)”的最大值作为在50℃ ~ 100℃范围的测定温度下的非磁性支撑体上的磁性层侧部分的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量 Δa 。

[0052] 并且,上述的 $\Delta 2$ 的计算式中,Db为非磁性支撑体上的背涂层侧部分的厚度,Δ b为如前面所记载在70℃下将磁带加热10小时的加热前后的背涂层侧部分在50℃ ~ 100℃范围的测定温度下的损耗角正切 $\tan\delta$ 的变化量。变化量 Δb 通过如下方法求出,该方法中使用去除了非磁性支撑体上的背涂层侧部分的样品,除了这点以外,与用于求出上述变化量 Δa 的方法相同。

[0053] 能够通过公知的方法求出本发明及本说明书中的各部分的厚度、非磁性支撑体的厚度、各层的厚度及磁带的总厚。例如,通过以下方法求出磁性层的厚度。通过离子束、切片机等公知的方法使磁带的厚度方向的截面暴露之后,对于暴露的截面利用扫描型电子显微镜(SEM; Scanning Electron Microscope)获取截面的SEM图像。对随机提取的10处获取截面的SEM图像。对于如此获取的10个图像,在各SEM图像的随机提取的一处测定磁性层的厚度。进行如此对10个图像求出的10个测定值的算术平均,从而能够求出磁性层的厚度。在求出磁性层的厚度时,能够通过日本特开2017-033617号公报的0029段中所记载的方法来确定磁性层与相邻部分(例如非磁性层)的界面。其他厚度也能够同样求出。

[0054] 非磁性支撑体上的磁性层侧部分的 $\tan\delta$ 的变化量 Δa 例如能够根据磁性层侧部分中所包含的成分的种类来控制。作为一例,当在磁性层侧部分包含粘结剂时,能够根据粘结剂的种类来控制。通过使用玻璃化转变温度高的粘结剂作为粘结剂,Δ a的值趋于减小。例如,通过使用玻璃化转变温度高的粘结剂作为非磁性层的粘结剂,Δ a的值趋于减小。并且,背涂层侧部分的 $\tan\delta$ 的变化量 Δb 例如能够通过背涂层侧部分所包含的成分的种类来控制。作为一例,当在背涂层侧部分包含粘结剂时,能够根据粘结剂的种类来控制。通过使用玻璃化转变温度高的粘结剂作为粘结剂,Δ b的值趋于减小。并且,也能够根据背涂层中所包含的非磁性粉末的种类来控制 Δb 的值。这点的详细内容将在后面进行叙述。

[0055] 关于上述变化量 $\Delta 2$,在分别设置于非磁性支撑体上的两侧的各种层的厚度中所占据的磁性层侧部分的厚度越厚,即“ $Da / (Da+Db)$ ”的值越大,则磁性层侧部分的 $\tan\delta$ 的变化量 Δa 对 $\Delta 2$ 产生的影响越大。并且,在分别设置于非磁性支撑体上的两侧的各种层的厚度中所占据的背涂层侧部分的厚度越厚,即“ $Db / (Da+Db)$ ”的值越大,则背涂层侧部分的 $\tan\delta$ 的变化量 Δb 对 $\Delta 2$ 产生的影响越大。通过还考虑各部分的厚度而选择构成磁性层侧部分及背涂层侧部分的成分,能够控制上述变化量 $\Delta 2$ 的值。

[0056] 以下,对上述磁带所具有的各层的详细内容等进行进一步的说明。

[0057] <磁性层>

[0058] (强磁性粉末)

[0059] 磁性层包含强磁性粉末。作为磁性层中所包含的强磁性粉末,能够使用作为在各种磁记录介质的磁性层中使用的强磁性粉末而公知的强磁性粉末。从提高记录密度的观点而言,优选作为强磁性粉末而使用平均粒子尺寸小的强磁性粉。从该点考虑,强磁性粉末的平均粒子尺寸优选为50nm以下,更优选为45nm以下,进一步优选为40nm以下,进一步优选为35nm以下,更进一步优选为30nm以下,更进一步优选为25nm以下,再进一步优选为20nm以下。另一方面,从磁化稳定性的观点考虑,强磁性粉末的平均粒子尺寸优选为5nm以上,更优

选为8nm以上,进一步优选为10nm以上,进一步优选为15nm以上,更进一步优选为20nm以上。

[0060] 六方晶铁氧体粉末

[0061] 作为强磁性粉末的优选具体例,能够举出六方晶铁氧体粉末。关于铁氧体粉末的详细内容,例如能够参考日本特开2011-225417号公报的0012~0030段、日本特开2011-216149号公报的0134~0136段、日本特开2012-204726号公报的0013~0030段及日本特开2015-127985号公报的0029~0084段。

[0062] 在本发明及本说明书中,“六方晶铁氧体粉末”是指通过X射线衍射分析可检测出六方晶铁氧体型的晶体结构作为主相的强磁性粉末。主相是指在通过X射线衍射分析而得到的X射线衍射光谱中最高强度的衍射峰所归属的结构。例如,当通过X射线衍射分析而得到的X射线衍射光谱中最高强度的衍射峰归属于六方晶铁氧体型的晶体结构时,判断为检测出六方晶铁氧体型的晶体结构作为主相。当通过X射线衍射分析仅检测出单一结构时,将该检测出的结构作为主相。六方晶铁氧体型的晶体结构至少包含铁原子、二价金属原子及氧原子作为构成原子。二价金属原子是指能够成为作为离子的二价阳离子的金属原子,能够举出锶原子、钡原子、钙原子等碱土金属原子、铅原子等。在本发明及本说明书中,六方晶锶铁氧体粉末是指该粉末中所包含的主要的二价金属原子为锶原子的粉体,六方晶钡铁氧体粉末是指该粉末中所包含的主要的二价金属原子为钡原子的粉体。主要的二价金属原子是指在该粉末中所包含的二价金属原子中以原子%基准占据最多的二价金属原子。但是,上述二价金属原子中不包含稀土类原子。本发明及本说明书中的“稀土类原子”选自包括钪原子(Sc)、钇原子(Y)及镧系原子的组。镧系原子选自包括镧原子(La)、铈原子(Ce)、镨原子(Pr)、钕原子(Nd)、钷原子(Pm)、钐原子(Sm)、铕原子(Eu)、钆原子(Gd)、铽原子(Tb)、镝原子(Dy)、钬原子(Ho)、铒原子(Er)、铥原子(Tm)、镱原子(Yb)及镥原子(Lu)的组。

[0063] 以下,对作为六方晶铁氧体粉末的一方式的六方晶锶铁氧体粉末进行进一步详细的说明。

[0064] 六方晶锶铁氧体粉末的激活体积优选在800~1500nm³的范围内。显示出上述范围的激活体积的微粒化的六方晶锶铁氧体粉末适合用于制作发挥优异的电磁转换特性的磁带。六方晶锶铁氧体粉末的激活体积优选为800nm³以上,例如也可以为850nm³以上。并且,从进一步提高电磁转换特性的观点考虑,六方晶锶铁氧体粉末的激活体积更优选为1400nm³以下,进一步优选为1300nm³以下,进一步优选为1200nm³以下,更进一步优选为1100nm³以下。

[0065] “激活体积”是磁化反转的单位,是表示粒子的磁性大小的指标。本发明及本说明书中所记载的激活体积及后述的各向异性常数Ku为使用振动试样型磁通计以矫顽力Hc测定部的磁场扫描速度3分钟和30分钟进行测定(测定温度:23℃±1℃)并根据以下的Hc与激活体积V的关系式求出的值。另外,关于各向异性常数Ku的单位,是1erg/cc=1.0×10⁻¹J/m³。

[0066] $H_c = 2Ku/Ms \{1 - [(kT/KuV) \ln(At/0.693)]^{1/2}\}$

[0067] [上述式中,Ku:各向异性常数(单位:J/m³),Ms:饱和磁化(单位:kA/m),k:玻尔兹曼常数,T:绝对温度(单位:K),V:激活体积(单位:cm³),A:自旋进动频率(单位:s⁻¹),t:磁场反转时间(单位:s)]

[0068] 作为减少热波动,换言之,提高热稳定性的指标,能够举出各向异性常数Ku。六方

晶锶铁氧体粉末优选可以具有 $1.8 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以上的Ku,更优选可以具有 $2.0 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以上的Ku。并且,六方晶锶铁氧体粉末的Ku例如可以为 $2.5 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以下。但是,Ku越高,则意味着热稳定性越高而优选,因此并不限于上述例示的值。

[0069] 六方晶锶铁氧体粉末可以包含或不包含稀土类原子。当六方晶锶铁氧体粉末包含稀土类原子时,相对于铁原子100原子%,优选以0.5~5.0原子%的含有率(块状含有率)包含稀土类原子。在一方式中,包含稀土类原子的六方晶锶铁氧体粉末可以具有稀土类原子表层部偏在性。本发明及本说明书中的“稀土类原子表层部偏在性”是指通过酸部分溶解六方晶锶铁氧体粉末而得到的溶解液中的相对于铁原子100原子%的稀土类原子含有率(以下,关于“稀土类原子表层部含有率”或稀土类原子,简单记载为“表层部含有率”。)与通过酸完全溶解六方晶锶铁氧体粉末而得到的溶解液中的相对于铁原子100原子%的稀土类原子含有率(以下,关于“稀土类原子块状含有率”或稀土类原子,简单记载为“块状含有率”。)满足稀土类原子表层部含有率/稀土类原子块状含有率>1.0的比率。后述的六方晶铁氧体粉末的稀土类原子含有率的含义与稀土类原子块状含有率相同。相对于此,在使用酸的部分溶解中溶解构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部,因此通过部分溶解而得到的溶解液中的稀土类原子含有率是指构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部的稀土类原子含有率。稀土类原子表层部含有率满足“稀土类原子表层部含有率/稀土类原子块状含有率>1.0”的比率是指在构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子中稀土类原子偏在(即比内部存在更多)于表层部。本发明及本说明书中的表层部是指从构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表面朝向内部的一部分区域。

[0070] 当六方晶铁氧体粉末包含稀土类原子时,稀土类原子含有率(块状含有率)相对于铁原子100原子%,优选在0.5~5.0原子%的范围内。认为以上述范围的块状含有率包含稀土类原子且稀土类原子偏在于构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部有助于抑制反复再生时的再生输出的降低。推测这是因为,通过六方晶锶铁氧体粉末以上述范围的块状含有率包含稀土类原子且稀土类原子偏在于构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部,能够提高各向异性常数Ku。各向异性常数Ku的值越高,则越能够抑制发生被称作所谓的热波动的现象(换言之,提高热稳定性)。通过抑制发生热波动,能够抑制反复再生时的再生输出的降低。推测稀土类原子偏在于六方晶锶铁氧体粉末的粒子表层部有助于使表层部的晶格内的铁(Fe)位的自旋稳定化,由此各向异性常数Ku得到提高。

[0071] 并且,推测将具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末用作磁性层的强磁性粉末还有助于抑制因与磁头的滑动而磁性层表面被磨削。即,推测具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末还能够有助于提高磁带的行进耐久性。推测这是因为,稀土类原子偏在于构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表面有助于提高粒子表面与磁性层中所包含的有机物质(例如,粘结剂和/或添加剂)的相互作用,其结果,磁性层的强度得到提高。

[0072] 从更进一步抑制反复再生时的再生输出的降低的观点和/或进一步提高行进耐久性的观点考虑,稀土类原子含有率(块状含有率)更优选在0.5~4.5原子%的范围内,进一步优选在1.0~4.5原子%的范围内,进一步优选在1.5~4.5原子%的范围内。

[0073] 上述块状含有率为完全溶解六方晶锶铁氧体粉末而求出的含有率。另外,在本发明及本说明书中,只要没有特别记载,则关于原子,含有率是指完全溶解六方晶锶铁氧体粉

末而求出的块状含有率。在包含稀土类原子的六方晶锶铁氧体粉末中,作为稀土类原子,可以仅包含一种稀土类原子,也可以包含两种以上的稀土类原子。包含两种以上的稀土类原子时的上述块状含有率是对两种以上的稀土类原子的合计求出的。这点关于本发明及本说明书中的其他成分也相同。即,只要没有特别记载,则某一种成分可以仅使用一种,也可以使用两种以上。使用两种以上时的含量或含有率是指两种以上的合计。

[0074] 当六方晶锶铁氧体粉末包含稀土类原子时,所包含的稀土类原子为稀土类原子中的任意一种以上即可。作为从更进一步抑制反复再生时的再生输出的降低的观点考虑优选的稀土类原子,能够举出钕原子、钐原子、钇原子及镝原子,更优选钕原子、钐原子及钇原子,进一步优选钕原子。

[0075] 在具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末中,稀土类原子存在于构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部即可,偏在程度并不受限定。例如,关于具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末,在后述的溶解条件下部分溶解而求出的稀土类原子的表层部含有率与在后述的溶解条件下完全溶解而求出的稀土类原子的块状含有率的比率“表层部含有率/块状含有率”超过1.0,可以为1.5以上。“表层部含有率/块状含有率”大于1.0是指在构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子中稀土类原子偏在(即,比内部存在更多)于表层部。并且,在后述的溶解条件下部分溶解而求出的稀土类原子的表层部含有率与在后述的溶解条件下完全溶解而求出的稀土类原子的块状含有率的比率“表层部含有率/块状含有率”例如可以为10.0以下、9.0以下、8.0以下、7.0以下、6.0以下、5.0以下或4.0以下。但是,在具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末中,稀土类原子偏在于构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子的表层部即可,上述“表层部含有率/块状含有率”并不限定于例示的上限或下限。

[0076] 以下,对六方晶锶铁氧体粉末的部分溶解及完全溶解进行说明。关于作为粉末而存在的六方晶锶铁氧体粉末,部分溶解及完全溶解的试样粉末从同一批次的粉末中采集。另一方面,关于磁带的磁性层中所包含的六方晶锶铁氧体粉末,对从磁性层中取出的六方晶锶铁氧体粉末的一部分实施部分溶解,对另一部分实施完全溶解。六方晶锶铁氧体粉末从磁性层的取出例如能够通过日本特开2015-091747号公报的0032段中所记载的方法来进行。

[0077] 上述部分溶解是指在溶解结束时溶解至在溶液中肉眼能够确认到六方晶锶铁氧体粉末的残留的程度。例如,通过部分溶解,在构成六方晶锶铁氧体粉末的粒子中,将粒子整体设为100质量%时能够溶解10~20质量%的区域。另一方面,上述完全溶解是指在溶解结束时溶解至在溶液中肉眼确认不到六方晶锶铁氧体粉末的残留的状态。

[0078] 上述部分溶解及表层部含有率的测定例如通过以下方法来进行。但是,下述试样粉末量等溶解条件为例示,能够任意地采用能够部分溶解及完全溶解的溶解条件。

[0079] 将放入有试样粉末12mg及1mol/L盐酸10mL的容器(例如烧杯)在设定温度70℃的热板上保持1小时。用0.1μm的膜过滤器过滤所得到的溶解液。利用感应耦合等离子体(ICP; Inductively Coupled Plasma)分析装置进行如此得到的滤液的元素分析。如此,能够求出相对于铁原子100原子%的稀土类原子的表层部含有率。当通过元素分析检测出多种稀土类原子时,将所有稀土类原子的合计含有率作为表层部含有率。这点在块状含有率的测定中也相同。

[0080] 另一方面,上述完全溶解及块状含有率的测定例如通过以下方法来进行。

[0081] 将放入有试样粉末12mg及4mol/L盐酸10mL的容器(例如烧杯)在设定温度80℃的热板上保持3小时。然后,与上述部分溶解及表层部含有率的测定同样地进行,能够求出相对于铁原子100原子%的块状含有率。

[0082] 从提高再生记录在磁带中的数据时的再生输出的观点考虑,优选磁带中所包含的强磁性粉末的质量磁化 σ_s 高。关于这点,与不包含稀土类原子的六方晶锶铁氧体粉末相比,包含稀土类原子但不具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末呈现 σ_s 极大地降低的倾向。对此,认为在抑制这种 σ_s 的极大地降低的方面,也优选具有稀土类原子表层部偏在性的六方晶锶铁氧体粉末。在一方面中,六方晶锶铁氧体粉末的 σ_s 可以为45A \cdot m²/kg以上,也可以为47A \cdot m²/kg以上。另一方面,从降噪的观点考虑, σ_s 优选为80A \cdot m²/kg以下,更优选为60A \cdot m²/kg以下。 σ_s 能够使用振动试样型磁通计等能够测定磁特性的公知的测定装置来测定。在本发明及本说明书中,只要没有特别记载,则质量磁化 σ_s 设为在磁场强度1194kA/m(15kOe)下测定的值。

[0083] 关于六方晶铁氧体粉末的构成原子的含有率(块状含有率),锶原子含有率相对于铁原子100原子%,例如可以在2.0~15.0原子%的范围内。在一方面中,在六方晶锶铁氧体粉末中,可以仅有该粉末中所包含的二价金属原子为锶原子。并且,在另一方面中,六方晶锶铁氧体粉末中除了锶原子以外,还可以包含一种以上的其他二价金属原子。例如,可以包含钡原子和/或钙原子。当包含除锶原子以外的其他二价金属原子时,六方晶锶铁氧体粉末中的钡原子含有率及钙原子含有率分别例如相对于铁原子100原子%,可以在0.05~5.0原子%的范围内。

[0084] 作为六方晶铁氧体的晶体结构,已知有磁铅石型(也被称为“M型”)、W型、Y型及Z型。六方晶锶铁氧体粉末可以具有任何晶体结构。晶体结构能够通过X射线衍射分析来确认。六方晶锶铁氧体粉末可以为通过X射线衍射分析检测出单一的晶体结构或两种以上的晶体结构的粉末。例如,在一方面中,六方晶锶铁氧体粉末可以为通过X射线衍射分析仅检测出M型的晶体结构的粉末。例如,M型的六方晶铁氧体由AFe₁₂O₁₉的组成式表示。其中,A表示二价金属原子,当六方晶锶铁氧体粉末为M型时,A仅为锶原子(Sr),或者,当包含多种二价金属原子作为A时,如上所述,以原子%基准锶原子(Sr)占据最多。六方晶锶铁氧体粉末的二价金属原子含有率通常根据六方晶铁氧体的晶体结构的种类来确定,并不受特别限定。关于铁原子含有率及氧原子含有率也相同。六方晶锶铁氧体粉末至少包含铁原子、锶原子及氧原子,也可以进一步包含稀土类原子。另外,六方晶锶铁氧体粉末可以包含或不包含除这些原子以外的原子。作为一例,六方晶锶铁氧体粉末可以包含铝原子(Al)。铝原子的含有率相对于铁原子100原子%,例如可以为0.5~10.0原子%。从更进一步抑制反复再生时的再生输出的降低的观点考虑,六方晶锶铁氧体粉末包含铁原子、锶原子、氧原子及稀土类原子,除这些原子以外的原子的含有率相对于铁原子100原子%,优选为10.0原子%以下,更优选在0~5.0原子%的范围内,也可以为0原子%。即,在一方面中,六方晶锶铁氧体粉末可以不包含除铁原子、锶原子、氧原子及稀土类原子以外的原子。上述原子%表示的含有率通过使用各原子的原子量将完全溶解六方晶锶铁氧体粉末而求出的各原子的含有率(单位:质量%)换算为原子%表示的值而求出。并且,在本发明及本说明书中,关于某一种原子,“不包含”是指完全溶解之后通过ICP分析装置测定的含有率为0质量%。ICP分析装置的

检测限通常以质量基准为0.01ppm (parts per million: 百万分之一) 以下。上述“不包含”是以包括以小于ICP分析装置的检测限的量包含的情况的含义使用的。在一方式中,六方晶锶铁氧体粉末可以不包含铋原子(Bi)。

[0085] 金属粉末

[0086] 作为强磁性粉末的优选具体例,还能够举出强磁性金属粉末。关于强磁性金属粉末的详细内容,例如能够参考日本特开2011-216149号公报的0137～0141段及日本特开2005-251351号公报的0009～0023段。

[0087] ϵ -氧化铁粉末

[0088] 作为强磁性粉末的优选具体例,还能够举出 ϵ -氧化铁粉末。在本发明及本说明书中,“ ϵ -氧化铁粉末”是指通过X射线衍射分析可检测出 ϵ -氧化铁型的晶体结构作为主相的强磁性粉末。例如,当在通过X射线衍射分析而得到的X射线衍射光谱中最高强度的衍射峰归属于 ϵ -氧化铁型的晶体结构时,判断为检测出 ϵ -氧化铁型的晶体结构作为主相。作为 ϵ -氧化铁粉末的制造方法,已知有由针铁矿制作的方法、反胶束法等。上述制造方法均为公知。并且,关于制造Fe的一部分被Ga、Co、Ti、Al、Rh等取代原子取代的 ϵ -氧化铁粉末的方法,例如能够参考J.Jpn.Soc.Powder Metallurgy Vol.61Supplement, No.S1, pp.S280-S284、J.Mater.Chem.C, 2013, 1, pp.5200-5206等。但是,在上述磁带的磁性层中能够用作强磁性粉末的 ϵ -氧化铁粉末的制造方法并不限于在此举出的方法。

[0089] ϵ -氧化铁粉末的激活体积优选在300～1500nm³的范围内。显示出上述范围的激活体积的微粒化的 ϵ -氧化铁粉末适合用于制作发挥优异的电磁转换特性的磁带。 ϵ -氧化铁粉末的激活体积优选为300nm³以上,例如也可以为500nm³以上。并且,从进一步提高电磁转换特性的观点考虑, ϵ -氧化铁粉末的激活体积更优选为1400nm³以下,进一步优选为1300nm³以下,进一步优选为1200nm³以下,更进一步优选为1100nm³以下。

[0090] 作为减少热波动,换言之,提高热稳定性的指标,能够举出各向异性常数Ku。 ϵ -氧化铁粉末优选可以具有 3.0×10^4 J/m³以上的Ku,更优选可以具有 8.0×10^4 J/m³以上的Ku。并且, ϵ -氧化铁粉末的Ku例如可以为 3.0×10^5 J/m³以下。但是,Ku越高,则意味着热稳定性越高而优选,因此并不限于上述例示的值。

[0091] 从提高再生记录在磁带中的数据时的再生输出的观点考虑,优选磁带中所包含的强磁性粉末的质量磁化 σ_s 高。关于这点,在一方式中, ϵ -氧化铁粉末的 σ_s 可以为8A·m²/kg以上,也可以为12A·m²/kg以上。另一方面,从降噪的观点考虑, ϵ -氧化铁粉末的 σ_s 优选为40A·m²/kg以下,更优选为35A·m²/kg以下。

[0092] 在本发明及本说明书中,只要没有特别记载,则强磁性粉末等各种粉末的平均粒子尺寸设为使用透射型电子显微镜并通过以下方法测定的值。

[0093] 使用透射型电子显微镜以100000倍的摄影倍率拍摄粉末,并以总倍率成为500000倍的方式打印在印相纸上或者显示于显示器等而得到构成粉末的粒子的照片。从所得到的粒子的照片选择目标粒子,用数字转换器对粒子的轮廓进行跟踪而测定粒子(一次粒子)的尺寸。一次粒子是指未凝聚的独立的粒子。

[0094] 对随机提取的500个粒子进行以上的测定。将如此得到的500个粒子的粒子尺寸的算术平均作为粉末的平均粒子尺寸。作为上述透射型电子显微镜,例如能够使用Hitachi公司制造的透射型电子显微镜H-9000型。并且,粒子尺寸的测定能够使用公知的图像分析软

件例如Carl Zeiss公司制造的图像分析软件KS-400来进行。后述的实施例所示的平均粒子尺寸是使用Hitachi公司制造的透射型电子显微镜H-9000型作为透射型电子显微镜并使用Carl Zeiss公司制造的图像分析软件KS-400作为图像分析软件来测定出的值。在本发明及本说明书中,粉末是指多个粒子的集合。例如,强磁性粉末是指多个强磁性粒子的集合。并且,多个粒子的集合并不限于构成集合的粒子直接接触的方式,也包含后述的粘结剂、添加剂等介于粒子彼此之间的方式。“粒子”一词还有时用于表示粉末。

[0095] 作为为了进行粒子尺寸测定而从磁带中采集试样粉末的方法,例如能够采用日本特开2011-048878号公报的0015段中所记载的方法。

[0096] 在本发明及本说明书中,只要没有特别记载,则关于构成粉末的粒子的粒子的尺寸(粒子尺寸),在上述粒子照片中观察到的粒子的形状为

[0097] (1)针状、纺锤状、柱状(其中,高度大于底面的最大长径)等时,由构成粒子的长轴的长度即长轴长度表示,

[0098] (2)板状或柱状(其中,厚度或高度小于板面或底面的最大长径)时,由该板面或底面的最大长径表示,

[0099] (3)球形、多面体状、不确定形状等且无法由形状确定构成粒子的长轴时,由圆当量直径表示。圆当量直径是指利用圆投影法求出的直径。

[0100] 并且,粉末的平均针状比是指在上述测定中测定粒子的短轴的长度即短轴长度,求出各粒子的(长轴长度/短轴长度)的值,对上述500个粒子得到的值的算术平均。在此,只要没有特别记载,则关于短轴长度,在上述粒子尺寸的定义中的(1)的情况下,是指构成粒子的短轴的长度,同样地,在(2)的情况下分别是指厚度或高度,在(3)的情况下,由于长轴与短轴无区别,因此为了方便起见将(长轴长度/短轴长度)视为1。

[0101] 而且,只要没有特别记载,则在粒子的形状确定的情况下,例如在上述粒子尺寸的定义(1)的情况下,平均粒子尺寸为平均长轴长度,在粒子尺寸的定义(2)的情况下,平均粒子尺寸为平均板直径。在粒子尺寸的定义(3)的情况下,平均粒子尺寸为平均直径(也称为平均粒径、平均粒子直径)。

[0102] 磁性层中的强磁性粉末的含量(填充率)优选在50~90质量%的范围内,更优选在60~90质量%的范围内。从提高记录密度的观点考虑,优选在磁性层中强磁性粉末的填充率高。

[0103] (粘结剂)

[0104] 上述磁带可以为涂布型磁带,在磁性层中能够包含粘结剂。粘结剂为一种以上的树脂。作为粘结剂,能够使用作为涂布型磁记录介质的粘结剂而通常使用的各种树脂。例如,作为粘结剂,能够单独使用选自聚氨酯树脂、聚酯树脂、聚酰胺树脂、氯乙烯树脂、苯乙烯、丙烯腈、使甲基丙烯酸甲酯等进行共聚而成的丙烯酸树脂、硝基纤维素等纤维素树脂、环氧树脂、苯氧树脂、聚乙烯醇缩乙醛、聚乙烯醇缩丁醛等聚乙烯基烷基醛(polyvinyl alkyral)树脂等中的树脂,或者混合使用多种树脂。在这些之中优选的是聚氨酯树脂、丙烯酸树脂、纤维素树脂及氯乙烯树脂。这些树脂可以为均聚物,也可以为共聚物(co polymer)。这些树脂在后述的非磁性层和/或背涂层中也能够用作粘结剂。在一方式中,如前面所记载,能够利用粘结剂来调整 Δa 及 Δb 。

[0105] 关于以上粘结剂,能够参考日本特开2010-024113号公报的0028~0031段、日本特

开2004-005795号公报的0006～0021段等。用作粘结剂的树脂的平均分子量作为重均分子量例如可以为10,000以上且200,000以下。本发明及本说明书中的平均分子量是指将通过凝胶渗透色谱法(GPC)利用下述测定条件测定出的值进行聚苯乙烯换算而求出的值。后述的实施例所示的粘结剂的平均分子量为将利用下述测定条件测定出的值进行聚苯乙烯换算而求出的值。相对于强磁性粉末100.0质量份,例如可以以1.0～80.0质量份的量使用粘结剂。关于非磁性层及背涂层的粘结剂量,可以将强磁性粉末替换为非磁性粉末并适用与磁性层的粘结剂量有关的记载。

[0106] GPC装置:HLC-8120(TOSOH CORPORATION制造)

[0107] 柱:TSK gel Multipore HXL-M(TOSOH CORPORATION制造,7.8mmI D (Inner Diameter:内径)×30.0cm)

[0108] 洗脱液:四氢呋喃(THF)

[0109] 也能够与能够用作粘结剂的树脂一起使用固化剂。在一方式中,固化剂可以为通过加热而进行固化反应(交联反应)的化合物即热固性化合物,在另一方式中,可以为通过光照射而进行固化反应(交联反应)的光固化性化合物。固化剂通过在磁性层形成工序中进行固化反应而其至少一部分能够以与粘结剂等其他成分进行反应(交联)的状态包含于磁性层中。

[0110] 这点对于用于形成其他层的组合物包含固化剂时使用该组合物形成的层也相同。优选的固化剂为热固性化合物,优选为聚异氰酸酯。关于聚异氰酸酯的详细内容,能够参考日本特开2011-216149号公报的0124～0125段。磁性层形成用组合物的固化剂的含量相对于粘结剂100.0质量份,例如可以为0～80.0质量份,从提高磁性层的强度的观点考虑,可以为50.0～80.0质量份。这点关于非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物也相同。

[0111] (添加剂)

[0112] 磁性层中根据需要可以包含一种以上的添加剂。作为添加剂,作为一例可以举出上述固化剂。并且,作为磁性层中所包含的添加剂,能够举出非磁性粉末(例如无机粉末、炭黑等)、润滑剂、分散剂、分散助剂、防霉剂、抗静电剂、抗氧化剂等。例如,关于润滑剂,能够参考日本特开2016-126817号公报的0030～0033、0035及0036段。也可以在后述的非磁性层中包含润滑剂。关于能够包含于非磁性层中的润滑剂,能够参考日本特开2016-126817号公报的0030～0031、0034、0035及0036段。关于分散剂,能够参考日本特开2012-133837号公报的0061及0071段。并且,关于磁性层的添加剂,也能够参考日本特开2016-051493号公报的0035～0077段。也可以将分散剂添加到非磁性层形成用组合物中。关于能够添加到非磁性层形成用组合物中的分散剂,能够参考日本特开2012-133837号公报的0061段。并且,作为能够包含于磁性层中的非磁性粉末,可以举出能够作为研磨剂而发挥功能的非磁性粉末、能够作为在磁性层表面上形成适当地突出的突起的突起形成剂而发挥功能的非磁性粉末(例如非磁性胶体粒子等)等。另外,后述的实施例所示的胶态二氧化硅(二氧化硅胶体粒子)的平均粒子尺寸为通过在日本特开2011-048878号公报的0015段中作为平均粒径的测定方法而记载的方法求出的值。添加剂能够根据所希望的性质适当地选择市售品或者利用公知的方法进行制造,并以任意的量使用。作为为了提高研磨剂的分散性而能够使用于包含研磨剂的磁性层中的添加剂的一例,能够举出日本特开2013-131285号公报的0012～0022段中所记载的分散剂。

[0113] 以上说明的磁性层能够直接或经由非磁性层间接设置于非磁性支撑体表面上。

[0114] <非磁性层>

[0115] 接着,对非磁性层进行说明。上述磁带可以在非磁性支撑体表面上直接具有磁性层,也可以在非磁性支撑体表面上经由包含非磁性粉末的非磁性层具有磁性层。非磁性层中所使用的非磁性粉末可以为无机粉末,也可以为有机粉末。并且,也能够使用炭黑等。作为无机粉末,例如可以举出金属、金属氧化物、金属碳酸盐、金属硫酸盐、金属氮化物、金属碳化物、金属硫化物等粉末。这些非磁性粉末能够以市售品获得,也能够利用公知的方法进行制造。关于其详细内容,能够参考日本特开2011-216149号公报的0146~0150段。关于非磁性层中能够使用的炭黑,也能够参考日本特开2010-024113号公报的0040~0041段。非磁性层中的非磁性粉末的含量(填充率)优选在50~90质量%的范围内,更优选在60~90质量%的范围内。

[0116] 非磁性层的粘结剂、添加剂等其他物质的详细内容能够适用与非磁性层有关的公知技术。并且,例如关于粘结剂的种类及含量、添加剂的种类及含量等,也能够适用与磁性层有关的公知技术。

[0117] 在本发明及本说明书中,非磁性层还包含与非磁性粉末一起含有例如以杂质形式或特意地含有少量的强磁性粉末的实质上非磁性的层。在此,实质上非磁性的层是指该层的剩余磁通密度为10mT以下、矫顽力为7.96kA/m(1000e)以下、或者剩余磁通密度为10mT以下且矫顽力为7.96kA/m(1000e)以下的层。非磁性层优选不具有剩余磁通密度及矫顽力。

[0118] <背涂层>

[0119] 上述磁带也能够在非磁性支撑体的与具有磁性层的表面侧相反的表面侧具有或不具有包含非磁性粉末的背涂层。背涂层中优选含有炭黑及无机粉末中的任一者或两者。作为炭黑,例如能够使用平均粒子尺寸为17nm以上且50nm以下的炭黑(以下,记载为“微粒炭黑”),也能够使用平均粒子尺寸为超过50nm且300nm以下的炭黑(以下,记载为“粗粒炭黑”)。并且,也能够并用微粒炭黑和粗粒炭黑。

[0120] 作为无机粉末,能够举出一般用于非磁性层中的非磁性粉末、一般在磁性层中用作研磨剂的非磁性粉末等,其中,优选 α -氧化铁、 α -氧化铝等。背涂层的无机粉末的平均粒子尺寸例如可以在5~250nm的范围内。当并用炭黑和无机粉末作为背涂层的非磁性粉末时,无机粉末相对于非磁性粉末的合计量的比例越高,则非磁性支撑体上的背涂层侧部分的 $\tan\delta$ 的变化量 Δb 的值趋于越小。在一方式中,相对于非磁性粉末的合计量100.0质量份,优选包含超过50.0质量的无机粉末,更优选包含70.0~90.0质量份。在一方式中,以上的与背涂层的非磁性粉末有关的记载也能够适用于非磁性层的非磁性粉末。

[0121] 背涂层能够包含粘结剂,根据需要还能够包含添加剂。关于背涂层、粘结剂及添加剂,能够适用与背涂层有关的公知技术,也能够适用与磁性层和/或非磁性层的处方有关的公知技术。例如,关于背涂层,能够参考日本特开2006-331625号公报的0018~0020段及美国专利第7,029,774号说明书的第4栏第65行~第5栏第38行的记载。

[0122] <非磁性支撑体>

[0123] 上述磁带至少具有非磁性支撑体及磁性层。作为非磁性支撑体(以下,简单记载为“支撑体”),可以举出聚萘二甲酸乙二醇酯支撑体、聚酰胺支撑体、聚对苯二甲酸乙二酯支撑体、聚酰胺酰亚胺支撑体等。这些支撑体能够以市售品获得,或者能够通过公知的方法进

行制造。作为支撑体,从强度、挠性等观点考虑,优选聚萘二甲酸乙二醇酯支撑体、聚酰胺支撑体及聚对苯二甲酸乙二酯支撑体。聚萘二甲酸乙二醇酯支撑体是指至少包含聚萘二甲酸乙二醇酯层的支撑体,包含由单层或两层以上的聚萘二甲酸乙二醇酯层构成的支撑体和除了聚萘二甲酸乙二醇酯层以外还包含一层以上的其他层的支撑体。这点关于其他支撑体也相同。并且,聚酰胺可以为包含芳香族骨架和/或脂肪族骨架的聚酰胺,优选包含芳香族骨架的聚酰胺(芳香族聚酰胺),更优选芳酰胺。支撑体可以预先进行电晕放电、等离子体处理、易粘接处理、热处理等。

[0124] <各种厚度>

[0125] 非磁性支撑体的厚度例如为3.00~80.00 μm ,优选为3.00~20.00 μm ,更优选为3.00~10.00 μm 。

[0126] 磁性层的厚度能够根据所使用的磁头的饱和磁化量、磁头间隙长度、记录信号的频带等进行最优化,一般为0.01 μm ~0.15 μm ,从高密度记录化的观点考虑,优选为0.02 μm ~0.12 μm ,进一步优选为0.03 μm ~0.10 μm 。磁性层有至少一层即可,也可以将磁性层分离成具有不同的磁特性的两层以上,能够适用与公知的多层磁性层有关的结构。分离成两层以上时的磁性层的厚度是指这些层的合计厚度。

[0127] 非磁性支撑体上的背涂层侧部分的厚度Db可以为背涂层的厚度。在一方式中,背涂层的厚度优选为0.90 μm 以下,更优选为0.70 μm 以下,并且优选为0.10 μm 以上,更优选为0.20 μm 以上。在该情况下,非磁性支撑体上的磁性层侧部分的厚度Da优选为0.15 μm 以上,更优选为0.20 μm 以上,并且优选为1.00 μm 以下,更优选为0.70 μm 以下。在此,非磁性层的厚度优选为0.08 μm 以上,更优选为0.13 μm 以上,并且优选为0.93 μm 以下,更优选为0.63 μm 以下。

[0128] 并且,在另一方式中,背涂层的厚度优选为1.80 μm 以下,更优选为1.50 μm 以下,并且优选为0.15 μm 以上,更优选为0.20 μm 以上,也可以优选为超过0.90 μm ,还可以优选为1.00 μm 以上。在该情况下,非磁性支撑体上的磁性层侧部分的厚度Da优选为0.15 μm 以上,更优选为0.20 μm 以上,并且优选为0.50 μm 以下,更优选为0.40 μm 以下。在此,非磁性层的厚度优选为0.08 μm 以上,更优选为0.13 μm 以上,并且优选为0.42 μm 以下,更优选为0.33 μm 以下。

[0129] <制造工序>

[0130] (各层形成用组合物的制备)

[0131] 制备用于形成磁性层、非磁性层或背涂层的组合物的工序通常可以至少包括混炼工序、分散工序及在这些工序的前后根据需要设置的混合工序。各个工序分别可以分为两个阶段以上。各层形成用组合物的制备中所使用的成分可以在任何工序的最初或中途添加。作为溶剂,能够使用在涂布型磁记录介质的制造中通常使用的各种溶剂中的一种或两种以上。关于溶剂,例如能够参考日本特开2011-216149号公报的0153段。并且,可以将各成分在两个以上的工序中分开添加。例如,可以将粘结剂在混炼工序、分散工序及用于调整分散后的粘度的混合工序中分开投入。为了制造上述磁带,在各种工序中能够使用公知的制造技术。在混炼工序中,优选使用敞开式捏合机、连续式捏合机、加压式捏合机、挤压机等具有强混炼力的捏合机。关于混炼处理的详细内容,能够参考日本特开平1-106338号公报及日本特开平1-079274号公报。分散机能够使用公知的分散机。在制备各层形成用组合物的任意阶段,可以通过公知的方法进行过滤。过滤例如能够通过过滤器过滤来进行。作为过滤中所使用的过滤器,例如能够使用孔径0.01~3 μm 的过滤器(例如玻璃纤维制过滤器、聚丙

烯制过滤器等)。

[0132] (涂布工序)

[0133] 磁性层能够通过将磁性层形成用组合物直接涂布于非磁性支撑体的表面上或者与非磁性层形成用组合物逐次或同时进行多层涂布来形成。背涂层能够通过将背涂层形成用组合物涂布于非磁性支撑体的与具有非磁性层和/或磁性层的(或追加设置非磁性层和/或磁性层的)表面相反的一侧的表面来形成。关于用于形成各层的涂布的详细内容,能够参考日本特开2010-231843号公报的0066段。

[0134] (其他工序)

[0135] 关于用于制造磁带的其他的各种工序,能够适用公知技术。关于各种工序,例如能够参考日本特开2010-231843号公报的0067~0070段。例如,能够对磁性层形成用组合物的涂布层在该涂布层处于湿润(未干燥)状态的期间实施取向处理。关于取向处理,能够适用以日本特开2010-024113号公报的0052段的记载为首的各种公知技术。例如,垂直取向处理能够通过使用异极对置磁铁的方法等公知的方法来进行。在取向区域中,能够根据干燥风的温度、风量和/或取向区域中的输送速度来控制涂布层的干燥速度。并且,可以在输送到取向区域之前对涂布层进行预干燥。

[0136] 经过各种工序,能够得到长条状的磁带卷状物。利用公知的裁剪机将所得到的磁带卷状物裁剪(分割)为应卷装于磁带盒的磁带的宽度。按照规格确定上述宽度,通常为1/2英寸。1英寸=0.0254米。

[0137] 为了对如上述那样制造出的磁带能够进行磁记录再生装置中的磁头的跟踪控制、磁带的行进速度的控制等,能够通过公知的方法来形成伺服图案。“伺服图案的形成”也可以说是“伺服信号的记录”。以下,对伺服图案的形成进行说明。

[0138] 伺服图案通常沿着磁带的长度方向而形成。作为利用伺服信号的控制(伺服控制)的方式,可以举出基于定时的伺服(TBS)、振幅伺服(Amplitude servo)、频率伺服等。

[0139] 如ECMA(European Computer Manufacturers Association:欧洲计算机制造商协会)-319所示,在按照LT0(Linear Tape-Open:开放线性磁带)标准的磁带(一般被称为“LT0磁带”。)中,采用基于定时的伺服方式。在该基于定时的伺服方式中,伺服图案通过由相互不平行的一对磁条(也被称为“伺服条带”。)沿磁带的长度方向连续地配置多个而构成。在本发明及本说明书中,“基于定时的伺服图案”是指能够在基于定时的伺服方式的伺服系统中进行磁头跟踪的伺服图案。如上所述,伺服图案由相互不平行的一对磁条构成的原因是为了向在伺服图案上通过的伺服信号读取元件通知该通过位置。具体而言,上述一对磁条以其间隔沿着磁带的宽度方向连续地变化的方式形成,通过由伺服信号读取元件读取该间隔,能够得知伺服图案与伺服信号读取元件的相对位置。该相对位置的信息使得能够进行数据磁道的跟踪。因此,在伺服图案上通常沿着磁带的宽度方向设定有多个伺服磁道。

[0140] 伺服带由在磁带的长度方向上连续的伺服信号构成。该伺服带通常在磁带上设置有多条。例如,在LT0磁带中,其数量为5条。夹在相邻的2条伺服带之间的区域被称为数据带。数据带由多个数据磁道构成,各数据磁道对应于各伺服磁道。

[0141] 并且,在一方式中,如日本特开2004-318983号公报所示,在各伺服带中嵌入有表示伺服带的序号的信息(也被称为“伺服带ID(identification:标识)”或“UDIM(Unique DataBand Identification Method:唯一数据带标识)信息”。)。该伺服带ID是通过将伺服

带中存在多个的一对伺服条带中的特定的伺服条带以其位置在磁带的长度方向上相对位移的方式错开而记录的。具体而言,按每个伺服带改变存在多个的一对伺服条带中的特定的伺服条带的错开方法。由此,所记录的伺服带ID对每个伺服带是唯一的,因此仅通过由伺服信号读取元件读取一个伺服带,就能够唯一地(unicely)确定该伺服带。

[0142] 另外,唯一地确定伺服带的方法中使用如ECMA-319所示的交错(staggered)方式。在该交错方式中,将在磁带的长度方向上连续地配置有多个且相互不平行的一对磁条(伺服条带)的组以按每个伺服带沿磁带的长度方向错开的方式进行记录。相邻的伺服带之间的该错开方法的组合在整个磁带中是唯一的,因此在通过两个伺服信号读取元件读取伺服图案时,也能够唯一地确定伺服带。

[0143] 并且,如ECMA-319所示,各伺服带中通常还嵌入有表示磁带的长度方向的位置的信息(也被称为“LPOS(Longitudinal Position:纵向位置)信息”。)。该LPOS信息也与UDIM信息同样地通过沿磁带的长度方向错开一对伺服条带的位置而进行记录。但是,与UDIM信息不同,在该LPOS信息中,在各伺服带记录有相同的信号。

[0144] 也能够将与上述UDIM信息及LPOS信息不同的其他信息嵌入到伺服带中。在该情况下,被嵌入的信息可以如UDIM信息那样按每个伺服带而不同,也可以如LPOS信息那样在所有的伺服带中相同。

[0145] 并且,作为在伺服带中嵌入信息的方法,还能够采用除上述以外的方法。例如,可以从一对伺服条带的组中去掉规定的对来记录规定的代码。

[0146] 伺服图案形成用磁头被称为伺服写头。伺服写头具有伺服带的数量的与上述一对磁条相对应的一对间隙。芯和线圈通常分别连接于各一对间隙,通过向线圈供给电流脉冲,在芯中产生的磁场能够在一对间隙中产生漏磁场。在形成伺服图案时,通过一边使磁带在伺服写头上行进一边输入电流脉冲,能够将与一对间隙相对应的磁性图案转印到磁带来形成伺服图案。各间隙的宽度能够根据所形成的伺服图案的密度适当地设定。各间隙的宽度例如能够设定为1μm以下、1~10μm、10μm以上等。

[0147] 在对磁带形成伺服图案之前,对磁带通常实施消磁(去磁)处理。该去磁处理能够通过使用直流磁铁或交流磁铁对磁带施加相同的磁场来进行。去磁处理有DC(Direct Current:直流)去磁和AC(Alternating Current:交流)去磁。AC去磁通过一边使施加于磁带的磁场的方向反转一边逐渐降低该磁场的强度来进行。另一方面,DC去磁通过对磁带施加一方向的磁场来进行。DC去磁进一步有两种方法。第一方法为沿着磁带的长度方向施加一方向的磁场的水平DC去磁。第二方法为沿着磁带的厚度方向施加一方向的磁场的垂直DC去磁。去磁处理可以对整个磁带进行,也可以按磁带的每个伺服带进行。

[0148] 所形成的伺服图案的磁场的朝向根据去磁的朝向来确定。例如,当对磁带施加水平DC去磁时,伺服图案的形成以磁场的朝向与去磁的朝向相反的方式进行。由此,能够加大读取伺服图案而得到的伺服信号的输出。另外,如日本特开2012-053940号公报所示,当使用上述间隙对经垂直DC去磁的磁带进行了磁性图案的转印时,读取所形成的伺服图案而得到的伺服信号成为单极脉冲形状。另一方面,当使用上述间隙对经水平DC去磁的磁带进行了磁性图案的转印时,读取所形成的伺服图案而得到的伺服信号成为双极脉冲形状。

[0149] 磁带通常容纳于磁带盒中,磁带盒安装于磁记录再生装置。

[0150] [磁带盒]

[0151] 本发明的一方式涉及一种包含上述磁带的磁带盒。

[0152] 上述磁带盒中所包含的磁带的详细内容如前面所记载。

[0153] 在磁带盒中,一般以磁带卷绕于卷轴的状态容纳于盒主体内部。卷轴可旋转地具备在盒主体内部。作为磁带盒,广泛使用在盒主体内部具备一个卷轴的单卷轴型的磁带盒及在盒主体内部具备两个卷轴的双卷轴型的磁带盒。若为了将对磁带的数据的记录和/或再生而将单卷轴型的磁带盒安装于磁记录再生装置,则磁带从磁带盒被拉出并卷绕于磁记录再生装置侧的卷轴。在从磁带盒至卷绕卷轴为止的磁带输送路径上配置有磁头。在磁带盒侧的卷轴(供给卷轴)与磁记录再生装置侧的卷轴(卷绕卷轴)之间进行磁带的送出和卷绕。在此期间,磁头与磁带的磁性层表面接触并滑动,由此进行数据的记录和/或再生。相对于此,双卷轴型的磁带盒的供给卷轴和卷绕卷轴这两个卷轴具备在磁带盒内部。上述磁带盒可以为单卷轴型及双卷轴型中的任一种磁带盒。上述磁带盒只要包含本发明的一方式所涉及的磁带即可,关于其他部分,能够适用公知技术。

[0154] [磁记录再生装置]

[0155] 本发明的一方式涉及一种包含上述磁带和磁头的磁记录再生装置。

[0156] 在本发明及本说明书中,“磁记录再生装置”是指能够进行对磁带的数据的记录及记录在磁带的数据的再生中的至少一方的装置。该装置一般被称作驱动器。上述磁记录再生装置可以为滑动型的磁记录再生装置。滑动型的磁记录再生装置是指进行对磁带的数据的记录和/或所记录的数据的再生时磁性层表面与磁头接触并滑动的装置。

[0157] 上述磁记录再生装置所包含的磁头可以为能够进行对磁带的数据的记录的记录头,也可以为能够进行记录在磁带的数据的再生的再生头。并且,在一方式中,上述磁记录再生装置能够以独立的磁头的形式包含记录头和再生头这两者。在另一方式中,上述磁记录再生装置中所包含的磁头也可以为在一个磁头中具备用于数据的记录的元件(记录元件)和用于数据的再生的元件(再生元件)这两者的结构。以下,将用于数据的记录的元件及用于再生的元件统称为“数据用元件”。作为再生头,优选为包含能够以良好的灵敏度读取记录在磁带的数据的磁阻效应型(MR; Magnetoresistive)元件作为再生元件的磁头(MR磁头)。作为MR磁头,能够使用AMR(Anisotropic Magnetoresistive:各向异性磁阻)磁头、GMR(Giant Magnetoresistive:巨磁阻)磁头、TMR(Tunnel Magnetoresistive:隧道磁阻)磁头等公知的各种MR磁头。并且,进行数据的记录和/或数据的再生的磁头中可以包含伺服信号读取元件。或者,作为与进行数据的记录和/或数据的再生的磁头独立的磁头,具备伺服信号读取元件的磁头(伺服头)可以包含于上述磁记录再生装置。例如,进行数据的记录和/或所记录的数据的再生的磁头(以下,也称作“记录再生头”)能够包含两个伺服信号读取元件,两个伺服信号读取元件分别能够同时读取相邻的两个伺服带。在两个伺服信号读取元件之间能够配置一个或多个数据用元件。

[0158] 在上述磁记录再生装置中,对磁带的数据的记录和/或记录在磁带的数据的再生能够通过使磁带的磁性层表面与磁头接触并滑动来进行。上述磁记录再生装置包含本发明的一方式所涉及的磁带即可,关于其他部分,能够适用公知技术。

[0159] 例如,在记录数据和/或再生所记录的数据时,首先使用伺服信号进行跟踪。即,通过使伺服信号读取元件追随规定的伺服磁道,可控制使数据用元件在目标数据磁道上通过。数据磁道的移动通过沿磁带宽度方向改变伺服信号读取元件所读取的伺服磁道来进

行。

[0160] 并且,记录再生头也能够进行对其他数据带的记录和/或再生。此时,利用前面记载的UDIM信息使伺服信号读取元件向规定的伺服带移动,并开始对该伺服带的跟踪即可。

[0161] 实施例

[0162] 以下,利用实施例对本发明进行更进一步具体的说明。但是,本发明并不限定于实施例所示的方式。只要没有特别记载,则以下记载的“份”及“%”表示“质量份”及“质量%”。只要没有特别记载,则在23°C ± 1°C的大气中进行了下述工序及评价。

[0163] [实施例1]

[0164] 下述示出各层形成用组合物的处方。

[0165] <磁性层形成用组合物的处方>

[0166] (磁性液)

[0167] 强磁性粉末(种类:参考后述):100.0份

[0168] 油酸:2.0份氯乙烯共聚物(KANEKA CORPORATION制造的MR-104):10.0份

[0169] (重均分子量:55000,含活性氢基团(羟基):0.33meq/g,OSO₃K基(硫酸基的钾盐):0.09meq/g)

[0170] 含有SO₃Na基的聚氨酯树脂:4.0份

[0171] (重均分子量:70000,含活性氢基团(羟基):4~6mgKOH/g,SO₃Na基(磺酸基的钠盐):0.07meq/g)

[0172] 聚亚烷基亚胺类聚合物(通过日本特开2016-051493号公报的0115~0123段中所记载的方法得到的合成品):6.0份

[0173] 甲基乙基酮:150.0份

[0174] 环己酮:150.0份

[0175] (研磨剂液)

[0176] α-氧化铝(BET(Brunauer-Emmett-Teller:布鲁诺-埃梅特-特勒)比表面积:19m²/g):6.0份

[0177] 含有SO₃Na基的聚氨酯树脂:0.6份

[0178] (重均分子量70000,SO₃Na基:0.1meq/g)

[0179] 2,3-二羟基萘:0.6份

[0180] 环己酮:23.0份

[0181] (突起形成剂液)

[0182] 胶态二氧化硅(平均粒子尺寸120nm):2.0份

[0183] 甲基乙基酮:8.0份

[0184] (其他成分)

[0185] 硬脂酸:3.0份

[0186] 硬脂酸酰胺:0.3份

[0187] 硬脂酸丁酯:6.0份

[0188] 甲基乙基酮:110.0份

[0189] 环己酮:110.0份

[0190] 聚异氰酸酯(TOSOH CORPORATION制造的CORONATE(注册商标)L):3.0份

- [0191] <非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物的处方>
- [0192] 聚氨酯1:参考表1
- [0193] 聚氨酯2:参考表1
- [0194] α -氧化铁 (TODA KOGYO CORP. 制造的DPN-550RXN) :1000份
- [0195] $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ 赤铁矿 (铁丹)
- [0196] 平均粒子尺寸:200nm
- [0197] 长轴长度:0.15 μm
- [0198] BET比表面积:52 m^2/g
- [0199] pH:6
- [0200] 振实密度:0.8
- [0201] DBP (Dibutyl phthalate:邻苯二甲酸二丁酯) 吸油量:27 ~ 38g/100g
- [0202] 表面处理剂: Al_2O_3 、 SiO_2
- [0203] 炭黑 (Mitsubishi Chemical Corporation制造的#950) :333份
- [0204] 平均粒子尺寸:18nm
- [0205] BET比表面积:260 m^2/g
- [0206] DBP吸油量:79ml/100g
- [0207] (粉状)
- [0208] pH:7.5
- [0209] 苯基膦酸:40份
- [0210] 聚异氰酸酯 (TOSOH CORPORATION制造的CORONATE L) :25份
- [0211] 硬脂酸丁酯:8份
- [0212] 硬脂酸:20份
- [0213] 甲基乙基酮/环己酮(8/2(质量比)混合溶剂):250份
- [0214] <磁性层形成用组合物的制备>
- [0215] 通过以下方法制备出磁性层形成用组合物。
- [0216] 通过使用间歇式立式砂磨机将上述磁性液的各种成分分散(珠分散)24小时来制备出磁性液。作为分散珠,使用了珠直径0.5mm的氧化锆珠。
- [0217] 将研磨剂液与上述研磨剂液的各种成分混合并与珠直径0.3mm的氧化锆珠一起放入卧式珠磨分散机中,调整为珠体积/(研磨剂液体积+珠体积)成为80%,并进行120分钟珠磨分散处理,取出处理后的溶液,使用流动式超声波分散过滤装置实施了超声波分散过滤处理。如此制备出研磨剂液。
- [0218] 将所制备出的磁性液及研磨剂液以及上述突起形成剂液及其他成分导入到溶解器搅拌机中,以圆周速度10m/秒搅拌30分钟之后,利用流动式超声波分散机以流量7.5kg/分钟处理3次之后,用孔径1 μm 的过滤器进行过滤而制备出磁性层形成用组合物。
- [0219] <非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物的制备>
- [0220] 非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物为上述处方的相同的组合物,通过以下方法制备并使用。
- [0221] 利用间歇式立式砂磨机并使用珠直径0.1mm的氧化锆珠将上述组合物的各种成分分散24小时,然后使用具有0.5 μm 的平均孔径的过滤器进行过滤,将由此得到的组合物用作

非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物。

[0222] 在厚度5.00μm的双轴拉伸芳香族聚酰胺支撑体的表面上以干燥后的厚度成为表1中所记载的厚度的方式涂布及干燥上述中所制备出的非磁性层形成用组合物而形成非磁性层之后,在非磁性层的表面上以干燥后的厚度成为0.07μm的方式涂布上述中所制备出的磁性层形成用组合物而形成了涂布层。在该磁性层形成用组合物的涂布层处于湿润(未干燥)状态的期间,对涂布层的表面沿垂直方向施加磁场强度0.3T的磁场而实施垂直取向处理,并进行了干燥。然后,在该支撑体的相反的一面以干燥后的厚度成为表1中所记载的厚度的方式涂布上述中所制备出的背涂层形成用组合物并进行了干燥。如此制作出磁带卷状物。

[0223] 然后,通过仅由金属棍构成的压延,以速度100m/分钟、线压294kN/m、压延辊的表面温度90℃进行1次表面平滑化处理(压延处理)之后,在气氛温度70℃的环境中进行了36小时加热处理。加热处理后,分割为1/2英寸的宽度而得到了磁带。1英寸=0.0254米。

[0224] 通过以上,得到了实施例1的磁带。

[0225] [实施例2~27、比较例1~4]

[0226] 如表1所示那样改变了各种项目,除了这点以外,利用与实施例1相同的方法制作出实施例2~27及比较例1~4的各磁带。

[0227] 在表1中,“BaFe”表示平均粒子尺寸(平均板径)21nm的六方晶钡铁氧体粉末。“SrFe1”及“SrFe2”表示六方晶锶铁氧体粉末,“ε-氧化铁”表示ε-氧化铁粉末。

[0228] 以下记载的各种强磁性粉末的激活体积及各向异性常数Ku为对各强磁性粉末使用振动试样型磁力计(TOEI INDUSTRY CO., LTD.制造)并通过前面所记载的方法求出的值。

[0229] 并且,质量磁化σs为使用振动试样型磁力计(TOEI INDUSTRY CO., LTD.制造)在磁场强度15kOe下测定出的值。

[0230] [强磁性粉末的制作方法]

[0231] <六方晶锶铁氧体粉末的制作方法1>

[0232] 表1所示的“SrFe1”为通过以下方法制作出的六方晶锶铁氧体粉末。

[0233] 将SrCO₃称取1707g、H₃BO₃称取687g、Fe₂O₃称取1120g、Al(OH)₃称取45g、BaCO₃称取24g、CaCO₃称取13g及Nd₂O₃称取235g,用混合机进行混合而得到了原料混合物。

[0234] 在铂坩埚中在熔融温度1390℃下将所得到的原料混合物熔融,并且一边搅拌熔液一边加热设置于铂坩埚的底部的流出口,使熔液以约6g/秒棒状流出。用水冷双辊对流出液进行轧制淬冷而制作出非晶质体。

[0235] 将制作出的非晶质体280g装入电炉中,以升温速度3.5℃/分钟升温至635℃(结晶化温度),并在该温度下保持5小时而使六方晶锶铁氧体粒子析出(结晶化)。

[0236] 接着,用乳钵将包含六方晶锶铁氧体粒子的上述中所得到的结晶化物进行粗碎,向玻璃瓶中加入粒径1mm的氧化锆珠1000g和浓度1%的乙酸800mL并利用涂料搅拌器进行了3小时分散处理。然后,使所得到的分散液与珠分离并放入不锈钢烧杯中。将分散液在液温100℃下静置3小时进行玻璃成分的溶解处理之后,用离心分离器使其沉淀,重复倾析并进行清洗,在炉内温度110℃的加热炉内干燥6小时而得到了六方晶锶铁氧体粉末。

[0237] 上述中所得到的六方晶锶铁氧体粉末(在表1中为“SrFe1”)的平均粒子尺寸为18nm,激活体积为902nm³,各向异性常数Ku为 2.2×10^5 J/m³,质量磁化σs为49A·m²/kg。

[0238] 从上述中所得到的六方晶锶铁氧体粉末中采集试样粉末12mg,利用ICP分析装置进行在前面所例示出的溶解条件下部分溶解该试样粉末而得到的滤液的元素分析,求出了钕原子的表层部含有率。

[0239] 另外,从上述中所得到的六方晶锶铁氧体粉末中采集试样粉末12mg,利用ICP分析装置进行在前面所例示出的溶解条件下完全溶解该试样粉末而得到的滤液的元素分析,求出了钕原子的块状含有率。

[0240] 上述中所得到的六方晶锶铁氧体粉末的相对于铁原子100原子%的钕原子的含有率(块状含有率)为2.9原子%。并且,钕原子的表层部含有率为8.0原子%。确认到表层部含有率与块状含有率的比率“表层部含有率/块状含有率”为2.8,钕原子偏在于粒子的表层。

[0241] 通过在电压45kV且强度40mA的条件下扫描CuK α 射线,并在下述条件下测定X射线衍射图案(X射线衍射分析)来确认了上述中所得到的粉末显示出六方晶铁氧体的晶体结构。上述中所得到的粉末显示出磁铅石型(M型)的六方晶铁氧体的晶体结构。并且,通过X射线衍射分析检测出的晶相为磁铅石型的单一相。

[0242] PANalytical X' Pert Pro衍射计,PIXcel检测器

[0243] 入射光束及衍射光束的Soller狭缝:0.017弧度

[0244] 分散狭缝的固定角:1/4度

[0245] 掩模:10mm

[0246] 防散射狭缝:1/4度

[0247] 测定模式:连续

[0248] 每1阶段的测定时间:3秒

[0249] 测定速度:每秒0.017度

[0250] 测定步长:0.05度

[0251] <六方晶锶铁氧体粉末的制作方法2>

[0252] 表1所示的“SrFe2”为通过以下方法制作出的六方晶锶铁氧体粉末。

[0253] 将SrCO₃称取1725g、H₃BO₃称取666g、Fe₂O₃称取1332g、Al(OH)₃称取52g、CaCO₃称取34g、BaCO₃称取141g,用混合机进行混合而得到了原料混合物。

[0254] 在铂坩埚中在熔融温度1380℃下将所得到的原料混合物溶解,并且一边搅拌溶液一边加热设置于铂坩埚的底部的流出口,使溶液以约6g/秒棒状流出。用水冷双辊对流出液乳制淬冷而制作出非晶质体。

[0255] 将所得到的非晶质体280g装入电炉中,升温至645℃(结晶化温度),并在该温度下保持5小时而使六方晶锶铁氧体粒子析出(结晶化)。

[0256] 接着,用乳钵将包含六方晶锶铁氧体粒子的上述中所得到的结晶化物进行粗碎,向玻璃瓶中加入粒径1mm的氧化锆珠1000g和浓度1%的乙酸800mL并利用涂料搅拌器进行了3小时分散处理。然后,使所得到的分散液与珠分离并放入不锈钢烧杯中。将分散液在液温100℃下静置3小时进行玻璃成分的溶解处理之后,用离心分离器使其沉淀,重复倾析并进行清洗,在炉内温度110℃的加热炉内干燥6小时而得到了六方晶锶铁氧体粉末。

[0257] 所得到的六方晶锶铁氧体粉末(在表1中为“SrFe2”)的平均粒子尺寸为19nm,激活体积为1102nm³,各向异性常数Ku为2.0×10⁵J/m³,质量磁化σs为50A·m²/kg。

[0258] <ε-氧化铁粉末的制作方法>

[0259] 表1所示的“ ϵ -氧化铁”为通过以下方法制作出的 ϵ -氧化铁粉末。

[0260] 一边使用磁搅拌器搅拌向纯水90g中溶解硝酸铁(III)9水合物8.3g、硝酸镓(III)8水合物1.3g、硝酸钴(II)6水合物190mg、硫酸钛(IV)150mg及聚乙烯吡咯烷酮(PVP)1.5g而得到的溶液,一边在大气气氛中在气氛温度25℃的条件下添加浓度25%的氨水溶液4.0g,并在气氛温度25℃的温度条件下搅拌了2小时。向所得到的溶液中加入将柠檬酸1g溶解于纯水9g而得到的柠檬酸水溶液,并搅拌了1小时。通过离心分离来采集搅拌后沉淀的粉末,用纯水清洗,并在炉内温度80℃的加热炉内进行了干燥。

[0261] 向干燥的粉末中加入纯水800g,再次使粉末分散于水而得到了分散液。将所得到的分散液升温至液温50℃,并一边搅拌一边滴加了浓度25%氨水溶液40g。以保持50℃的温度的状态搅拌1小时之后,滴加四乙氧基硅烷(TEOS)14mL,并搅拌了24小时。向所得到的反应溶液中加入硫酸铵50g,通过离心分离来采集沉淀的粉末,用纯水清洗,并在炉内温度80℃的加热炉内干燥24小时而得到的强磁性粉末的前体。

[0262] 将所得到的强磁性粉末的前体在大气气氛下装填于炉内温度1000℃的加热炉内,实施了4小时的加热处理。

[0263] 将经加热处理的强磁性粉末的前体投入到4mol/L的氢氧化钠(NaOH)水溶液中,将液温维持在70℃并搅拌24小时,由此从经加热处理的强磁性粉末的前体中去除了作为杂质的硅酸化合物。

[0264] 然后,通过离心分离处理来采集去除了硅酸化合物的强磁性粉末,用纯水进行清洗而得到了强磁性粉末。

[0265] 通过高频感应耦合等离子体发光分光分析(ICP-OES; Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry)确认了所得到的强磁性粉末的组成,其结果为Ga、Co及Ti取代型 ϵ -氧化铁(ϵ -Ga_{0.28}Co_{0.05}Ti_{0.05}Fe_{1.62}O₃)。并且,在与前面关于六方晶锶铁氧体粉末的制作方法1而记载的条件相同的条件下进行X射线衍射分析,根据X射线衍射图案的峰确认到所得到的强磁性粉末具有不包含 α 相及 γ 相的晶体结构的 ϵ 相单相的晶体结构(ϵ -氧化铁型的晶体结构)。

[0266] 所得到的 ϵ -氧化铁粉末(在表1中为“ ϵ -氧化铁”)的平均粒子尺寸为12nm,激活体积为746nm³,各向异性常数Ku为1.2×10⁵J/m³,质量磁化 σ s为16A·m²/kg。

[0267] [聚氨酯树脂的制备方法]

[0268] <聚氨酯1的制备方法>

[0269] 在表1中,聚氨酯1为通过以下方法制备出的聚氨酯树脂。

[0270] 将2-氨基乙磺酸100份(FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation制造)、氢氧化钾44.8份(FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation制造:试剂特级)添加到水300份中进行混合,对该混合物进行加热而使温度成为45℃并搅拌了30分钟。向搅拌后的混合物中添加丁基缩水甘油醚208.1份(NO F CORPORATION制造)之后,将混合物升温至70℃并进一步搅拌了4小时。向该混合物中添加甲苯400份并搅拌10分钟之后,静置而分取下层。使用蒸发器将所得到的下层浓缩干固而得到了磺酸多元醇的干固物338份。

[0271] 将上述中所得到的磺酸多元醇100份、BLEMMER GLM(NOF CORPORATION制造)466.3份、三环癸烷二甲醇(Tokyo Chemical Industry Co.,Ltd.制造)667.9份、BPX-1000(Tokyo Chemical Industry Co.,Ltd.制造)779.4份、对甲氧基苯酚(FUJIFILM Wako Pure

Chemical Corporation制造)4份添加到环己酮(Tokyo Chemical Industry Co.,Ltd.制造)4065份中进行混合,并将所得到的混合物升温至50℃而使其完全溶解。将NEOSTANN U-600(NITTO KASEI CO.,LTD.制造)4份及4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯(Tokyo Chemical Industry Co.,Ltd.制造)2051.4份进行混合,对该混合物进行加热而使温度成为50℃并搅拌4小时之后,将混合物的温度升温至100℃并进一步搅拌了4小时。向搅拌后的混合物中添加环己酮5400份之后,冷却至室温而得到了聚醚聚氨酯(聚氨酯1)的浓度30质量%的树脂溶液。聚氨酯1的平均分子量为数均分子量(M_n)=2.1万,重均分子量(M_w)=5.1万。

[0272] <聚氨酯2的制备方法>

[0273] 通过日本特开2004-005795号公报的合成例1中所记载的方法得到了聚氨酯2的溶液。

[0274] 聚氨酯1的玻璃化转变温度为56℃,聚氨酯2的玻璃化转变温度为150℃。玻璃化转变温度为动态粘弹性测定的损失弹性模量的极大点的温度。将上述树脂溶液分别以干燥后的膜的厚度成为30μm的方式涂布于薄膜形成用支撑体上,在气氛温度120℃的气氛中干燥2小时之后,从薄膜形成用支撑体上剥离而得到了树脂薄膜。使用Hitachi High-Tech Science Corporation制造的D MS6100作为动态粘弹性测定装置对所得到的树脂薄膜进行动态粘弹性测定,求出了聚氨酯1及聚氨酯2的玻璃化转变温度。将从上述树脂薄膜中切出的宽度3.4mm的试验片以卡盘间距离成为10.0mm的方式固定于动态粘弹性测定装置中,并在以下条件下实施了动态粘弹性测定。

[0275] (测定条件)

[0276] 测定模式:拉伸

[0277] 频率:1Hz(赫兹)

[0278] 应变振幅:0.1%

[0279] 扫描温度:-20.0℃~200.0℃

[0280] 升温速度:2.0℃/分钟

[0281] 在非磁性层形成用组合物及背涂层形成用组合物的制备中使用了上述中所得到的树脂溶液。表1中的粘结剂量为树脂溶液中的聚氨酯1或聚氨酯2的量(固体成分量)。

[0282] [各种物性的测定方法]

[0283] (1) 各种厚度

[0284] 通过以下所记载的方法由实施例及比较例的各磁带制备出截面观察用试样。作为用于SEM观察的SEM,使用了作为场发射型扫描型电子显微镜(FE(Field Emission)-SEM)的Hitachi,Ltd.制造的FE-SEM S4800。

[0285] (i) 使用剃刀切出了磁带的宽度方向10mm×长度方向10mm的尺寸的试样。

[0286] 在所切出的试样的磁性层表面形成保护膜而得到了带有保护膜的试样。通过以下方法形成了保护膜。

[0287] 通过溅射在上述试样的磁性层表面形成了铂(Pt)膜(厚度30nm)。在下述条件下进行了铂膜的溅射。

[0288] (铂膜的溅射条件)

[0289] 靶:Pt

[0290] 溅射装置的腔室内真空度:7Pa以下

[0291] 电流值:15mA

[0292] 在上述中所制作出的带有铂膜的试样上还形成了厚度100~150nm的碳膜。利用下述(ii)中所使用的FIB(聚焦离子束)装置所具备的使用镓离子(Ga^+)束的CVD(Chemical vapor deposition:化学气相沉积)机构形成了碳膜。

[0293] (ii) 利用FIB装置对上述(i)中所制作出的带有保护膜的试样进行使用镓离子(Ga^+)束的FIB加工而使磁带的截面暴露。将FIB加工中的加速电压设为30kV,将探针电流设为1300pA。

[0294] 对如此暴露的截面观察用试样进行SEM观察,获取了截面的SEM图像。在SEM图像中,在所制作出的截面观察用试样的随机选择的10处获取了合计10个图像。以在加速电压5kV、摄像倍率2万倍及纵960像素(pixel)×横1280像素下拍摄的二次电子像获取了各SEM图像。通过日本特开2017-033617号公报的0029段中所记载的方法来确定了磁性层与非磁性层的界面。通过肉眼观察SEM图像来确定了非磁性层与非磁性支撑体的界面及背涂层与非磁性支撑体的界面。在各SEM图像上的任意的一处位置测定磁性层与非磁性层的界面和磁带的磁性层侧最表面的厚度方向的间隔,将对10个图像得到的值的算术平均作为磁性层的厚度。在各SEM图像上的任意的一处位置测定非磁性层的与磁性层的界面和与非磁性支撑体的界面的厚度方向的间隔,将对10个图像得到的值的算术平均作为非磁性层的厚度。在各SEM图像上的任意的一处位置测定磁带的背涂层侧最表面和背涂层与非磁性支撑体的界面的厚度方向的间隔,将对10个图像得到的值的算术平均作为背涂层的厚度。在各SEM图像上的任意的一处位置测定与非磁性支撑体的背涂层的界面和与非磁性层的界面的厚度方向的间隔,将对10个图像得到的值的算术平均作为非磁性支撑体的厚度。

[0295] (2) 变化量 $\Delta 1$ 、变化量 $\Delta 2$

[0296] 对于实施例及比较例的各磁带,使用Hitachi High-Tech Science Corporation制造的DMS6100作为动态粘弹性测定装置,通过前面所记载的方法求出了变化量 $\Delta 1$ 及变化量 $\Delta 2$ 。关于测定温度,将最低温度设为49.9℃,如49.9℃、51.4℃、52.8℃、.....那样以0.5℃~2.0℃的温度间隔设定测定温度,将最高温度设为100.4℃。

[0297] [评价方法(磁带变形)]

[0298] 在气氛温度35℃、相对湿度50%的评价环境中,使用Hitachi High-Tech Science Corporation制造的TMA/SS6100作为评价装置,通过以下方法评价了磁带变形。

[0299] 从实施例及比较例的各磁带的长度方向切出长度15.0mm、宽度5.0mm的样品,以卡盘间距离成为10.0mm的方式将样品固定于上述评价装置中,以两个阶段沿长度方向施加了载荷。第一阶段:以39.2mN施加2小时,第二阶段:以392mN施加20小时。在第一阶段正要结束时和第二阶段结束之后分别测定了样品长度(长度方向的长度)。将第一阶段正要结束时(30秒以内)的样品长度设为样品长度1,将第二阶段结束后的样品长度设为样品长度2,以“磁带变形量=(样品长度2)-(样品长度1)”求出了磁带变形量。磁带变形量及上述样品长度的单位为 μm 。

[0300] 将以上结果示于表1(表1-1~表1-3)。

[0301]

[表 1-1]

		实施例1	实施例2	实施例3	比较例1	实施例4	实施例5	实施例6	比较例2
		BaFe							
强磁性粉末			-	300	500	800	-	300	500
背涂层、非磁性层的粘结剂量	聚氨酯1			300	300	300	300	300	300
(单位: 份)	聚氨酯2			1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
厚度	背涂层部分(背涂层)	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.20	0.20	0.20
(单位: μm)	磁性层侧部分	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.13	0.13	0.13
变化量 $\Delta 1$ (磁带)	非磁性层	0.000	0.005	0.012	0.015	0.001	0.004	0.010	0.014
变化量 $\Delta 2$		0.000	0.011	0.020	0.032	0.001	0.008	0.016	0.026
磁带变形量 (单位: μm)		9.0	9.5	10.0	13.3	8.8	9.0	9.5	12.5

[表 1-2]

		实施例7	实施例8	实施例9	比较例3	实施例10	实施例11	实施例12	实施例13	实施例14	实施例15	实施例16	实施例17
		BaFe											
强磁性粉末			-	300	500	800	-	300	500	800	-	300	500
背涂层、非磁性层的粘结剂量	聚氨酯1			300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
(单位: 份)	聚氨酯2			0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
厚度	背涂层部分(背涂层)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
(单位: μm)	磁性层侧部分	0.93	0.93	0.93	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.13	0.13	0.13	0.13
变化量 $\Delta 1$ (磁带)	非磁性层	0.000	0.006	0.012	0.016	0.000	0.008	0.003	0.011	0.001	0.002	0.004	0.005
变化量 $\Delta 2$		0.000	0.010	0.020	0.030	0.000	0.007	0.013	0.020	0.001	0.003	0.006	0.009
磁带变形量 (单位: μm)		8.9	9.5	9.8	13.0	8.6	9.2	9.4	11.5	7.9	8.0	8.2	8.7

[表 1-3]

		实施例18	实施例19	实施例20	比较例4	实施例21	实施例22	实施例23	实施例24	实施例25	实施例26	实施例27
强磁性粉末	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	SrFe1	SrFe2	ε -氧化铁	
背涂层、非磁性层的粘结剂量 (单位: 份)	聚氨酯1 聚氨酯2	- 300	500 300	800 300	- 300	300 300	500 300	800 300	- 300	- 300	- 300	
厚度 (单位: μ m)	背涂层侧部分 (背涂层) 磁性层侧部分 非磁性层	0.20 1.00 0.93										
变化量 $\Delta 1$ (磁带)	0.001 0.001	0.004 0.008	0.010 0.016	0.013 0.024	0.003 0.006	0.006 0.010	0.006 0.015	0.008 0.015	0.000 0.001	0.000 0.000	0.000 0.001	
变化量 $\Delta 2$												
磁带变形量 (单位: μ m)	8.7	9.0	9.4	12.0	8.1	8.3	8.3	8.8	8.9	8.8	9.0	

[0302]

[0303] 如表1所示,与比较例1~4的磁带相比,变形量 $\Delta 1$ 为0.000以上且0.012以下的实施例1~27的磁带的通过上述评价方法求出的磁带变形量小。可以说,通过上述评价方法求

出的磁带变形量越小，则在行进中和/或保管中即施加应力的状态下的变形越得到抑制。

[0304] 产业上的可利用性

[0305] 本发明的一方式在数据备份和存档等各种数据存储技术领域中有用。