

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年9月1日(01.09.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/181703 A1

(51) 国際特許分類:

G11B 5/70 (2006.01) *G11B 5/738* (2006.01)
G11B 5/706 (2006.01) *G11B 5/78* (2006.01)
G11B 5/735 (2006.01) *G11B 23/107* (2006.01)

ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(21) 国際出願番号: PCT/JP2022/007649

(22) 国際出願日: 2022年2月24日(24.02.2022)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2021-030918 2021年2月26日(26.02.2021) JP

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) 出願人: 富士フイルム株式会社 (FUJIFILM CORPORATION) [JP/JP]; 〒1068620 東京都港区西麻布2丁目2番30号 Tokyo (JP).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(72) 発明者: 藤本 貴士 (FUJIMOTO Takashi); 〒2500193 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内 Kanagawa (JP).
小沢 栄貴 (OZAWA Eiki); 〒2500193 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人特許事務所サイクス (SIKS & CO.); 〒1040031 東京都中央区京橋一丁目8番7号 京橋日殖ビル8階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JM, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,

(54) Title: MAGNETIC RECORDING MEDIUM, MAGNETIC TAPE CARTRIDGE, AND MAGNETIC RECORDING AND REPRODUCING DEVICE

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体、磁気テープカートリッジおよび磁気記録再生装置

(57) Abstract: Provided is a magnetic recording medium having a nonmagnetic support and a magnetic layer containing ferromagnetic powder. The ferromagnetic powder is an ϵ -iron oxide powder, and the intensity ratio (Int1/Int2) of the diffraction intensities which can be obtained by X-ray diffraction analysis of the magnetic layer using the in-plane method is 1.0-6.5. Also provided are a magnetic tape cartridge and a magnetic recording and reproducing device including said magnetic recording medium.

(57) 要約: 非磁性支持体と強磁性粉末を含む磁性層とを有する磁気記録媒体。上記強磁性粉末は ϵ -酸化鉄粉末であり、In-Plane法を用いた上記磁性層のX線回折分析により求められる回折強度の強度比(Int1/Int2)は1.0以上6.5以下である。上記磁気記録媒体を含む磁気テープカートリッジおよび磁気記録再生装置。



WO 2022/181703 A1

明 細 書

発明の名称：

磁気記録媒体、磁気テープカートリッジおよび磁気記録再生装置

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体、磁気テープカートリッジおよび磁気記録再生装置に関する。

背景技術

[0002] 各種データを記録し保管するためのデータストレージ用記録媒体として、磁気記録媒体が広く用いられている（例えば特許文献 1 参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開 2 0 1 6 - 1 3 0 2 0 8 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 磁気記録媒体では、通常、非磁性支持体の上に強磁性粉末を含む磁性層が設けられる。強磁性粉末に関しては、例えば特許文献 1 に記載されているように、 ε -酸化鉄粉末が近年注目を集めている。

[0005] 一般に、磁気記録媒体へのデータの記録および記録されたデータの再生は、磁気記録再生装置（通常、「ドライブ」と呼ばれる）内で磁気記録媒体を走行させ、磁性層表面と磁気ヘッドとを接触させて摺動させることによって行われる。かかる摺動時に磁性層表面と磁気ヘッドとの間に大きな摩擦が生じることは、磁性層表面と磁気ヘッドとの貼り付きが発生する原因になり得る。したがって、磁気記録媒体には、磁気ヘッドとの摺動時の摩擦が小さいことが望まれる。しかし、本発明者が検討したところ、理由は明らかではないものの、強磁性粉末として ε -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する磁気記録媒体については、磁気ヘッドとの摺動時に大きな摩擦（以下、単に「摩擦」とも記載する）が生じて磁性層表面と磁気ヘッドとの貼り付きが発生し易い

傾向が見られた。

[0006] 以上に鑑み、本発明の一態様は、強磁性粉末として ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する磁気記録媒体であって、摩擦が抑制された磁気記録媒体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の一態様は、
非磁性支持体と、強磁性粉末を含む磁性層と、を有する磁気記録媒体であって、

上記強磁性粉末は ϵ -酸化鉄粉末であり、

In-Plane法を用いた上記磁性層のX線回折分析により求められる回折強度の強度比(I_{nt1}/I_{nt2})が1.0以上6.5以下である磁気記録媒体、

に関する。

[0008] 上記 I_{nt1} は、回折角 $2\theta\chi$ が 29.0° 以上 31.0° 以下の範囲における回折強度の最大値であり、上記 I_{nt2} は、回折角 $2\theta\chi$ が 36.3° 以上 37.5° 以下の範囲における回折強度の最大値である。「 I_{nt} 」は、Intensity(強度)の略称として用いている。

[0009] 一形態では、上記強度比(I_{nt1}/I_{nt2})は、1.5以上6.0以下であることができる。

[0010] 一形態では、上記強度比(I_{nt1}/I_{nt2})は、3.0以上5.5以下であることができる。

[0011] 一形態では、上記 ϵ -酸化鉄粉末は、コバルト元素を含むことができる。

[0012] 一形態では、上記 ϵ -酸化鉄粉末は、ガリウム元素およびアルミニウム元素からなる群から選択される元素を更に含むことができる。

[0013] 一形態では、上記 ϵ -酸化鉄粉末は、チタン元素を更に含むことができる。

[0014] 一形態では、上記磁気記録媒体は、上記非磁性支持体と上記磁性層との間に、非磁性粉末を含む非磁性層を更に有することができる。

[0015] 一形態では、上記磁気記録媒体は、上記非磁性支持体の上記磁性層を有する表面側とは反対の表面側に、非磁性粉末を含むバックコート層を更に有することができる。

[0016] 一形態では、上記磁気記録媒体は、磁気テープであることができる。

[0017] 本発明の一態様は、上記磁気テープを含む磁気テープカートリッジに関する。

[0018] 本発明の一態様は、上記磁気記録媒体を含む磁気記録再生装置に関する。

発明の効果

[0019] 本発明の一態様によれば、強磁性粉末として ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する磁気記録媒体であって、摩擦が抑制された磁気記録媒体を提供することができる。また、本発明の一態様によれば、かかる磁気記録媒体を含む磁気テープカートリッジおよび磁気記録再生装置を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0020] [磁気記録媒体]

本発明の一態様は、非磁性支持体と、強磁性粉末を含む磁性層と、を有する磁気記録媒体に関する。上記強磁性粉末は ϵ -酸化鉄粉末であり、 $\ln$ -Plane法を用いた上記磁性層のX線回折分析により求められる回折強度の強度比($\ln t 1 / \ln t 2$)は1.0以上6.5以下である。上記 $\ln t 1$ は、回折角 $2\theta\chi$ が 29.0° 以上 31.0° 以下の範囲における回折強度の最大値であり、上記 $\ln t 2$ は、回折角 $2\theta\chi$ が 36.3° 以上 37.5° 以下の範囲における回折強度の最大値である。

[0021] <強度比($\ln t 1 / \ln t 2$)>

本発明および本明細書において、強度比($\ln t 1 / \ln t 2$)は、以下の方法によって求められる値である。

強度比($\ln t 1 / \ln t 2$)は、 ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層を $\ln$ -Plane法を用いてX線回折分析することによって求められる。以下において、 $\ln$ -Plane法を用いて行われるX線回折分析を、「 $\ln$ -Plane XRD」とも記載する。「XRD」は、X-ray diffraction

ction (X線回折) の略称である。In-Plane XRDは、薄膜X線回折装置を用いて、以下の条件で、磁性層表面にX線を照射して行うものとする。測定方向は、磁気テープについては長手方向と直交する方向とし、磁気ディスクについては半径方向と直交する方向とする。

Cu線源使用 (出力45 kV、200 mA)

Scan条件: 20~40° (degree) の範囲を0.05° / step、0.1° / 分

使用光学系: 平行光学系

測定方法: 2θ Xスキャン (X線入射角0.25°)

上記条件は、薄膜X線回折装置における設定値である。薄膜X線回折装置としては、公知の装置を用いることができる。薄膜X線回折装置の一例としては、リガク社製SmartLabを挙げることができる。In-Plane XRDの分析に付す試料は、測定対象の磁気記録媒体から切り出した試料であって、後述するX線回折スペクトルが確認できればよく、その大きさおよび形状は限定されるものではない。

X線回折分析の手法としては、薄膜X線回折と粉末X線回折が挙げられる。粉末X線回折は粉末試料のX線回折を測定するのに対し、薄膜X線回折によれば基板上に形成された層等のX線回折を測定することができる。薄膜X線回折は、In-Plane法とOut-Of-Plane法とに分類される。測定時のX線入射角は、Out-Of-Plane法では通常5.00~90.00°の範囲であるのに対し、In-Plane法では通常0.20~0.50°の範囲である。本発明および本明細書におけるIn-Plane XRDでは、上記の通りX線入射角は0.25°とする。In-Plane法は、Out-Of-Plane法と比べてX線入射角が小さいためX線の侵入深さが浅い。したがって、In-Plane法を用いるX線回折分析 (In-Plane XRD) によれば、測定対象試料の表層部のX線回折分析を行うことができる。In-Plane XRDによれば、磁気記録媒体から切り出した試料について、磁性層のX線回折分析を行うことがで

きる。In-Plane XRDにより得られるX線回折スペクトル（縦軸：回折強度Intensity、横軸：回折角 2θ （°））において、 $29.0^{\circ} \leq 2\theta \leq 31.0^{\circ}$ の範囲における回折強度の最大値を「Int1」とし、 $36.3^{\circ} \leq 2\theta \leq 37.5^{\circ}$ の範囲における回折強度の最大値を「Int2」とする。こうして求められたInt1とInt2との比として、強度比（Int1／Int2）を算出する。

[0022] 本発明者は、 ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層について求められる上記の強度比（Int1／Int2）は、磁性層における ϵ -酸化鉄粉末の存在状態の指標になり得る値であると考えている。より詳しくは、本発明者は以下のよう推察している。

磁性層表面と磁気ヘッドとの摺動時の摩擦を抑制することに寄与し得る成分としては、例えば後述する潤滑剤を挙げることができる。本発明者は、強度比（Int1／Int2）について、 ϵ -酸化鉄粉末の粒子が、潤滑剤との結合力が強い特定の結晶面が磁性層表面に対してより平行に配向した状態で磁性層の表層部に存在しているほど、強度比（Int1／Int2）の値は大きくなると考えている。本発明者は、かかる結晶面が磁性層表面に対してより平行に配向しているほど、潤滑剤の潤滑機能を発揮し得る官能基が磁性層表面により多く露出でき、これにより磁性層表面と磁気ヘッドとの摺動時の摩擦を抑制することが可能になると推察している。ただし、本明細書に記載の推察に、本発明は限定されない。

[0023] ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する上記磁気記録媒体の摩擦抑制の観点から、強度比（Int1／Int2）は、1.0以上であり、1.5以上であることが好ましく、2.0以上であることがより好ましく、2.5以上であることが更に好ましく、3.0以上であることが一層好ましく、3.5以上であることがより一層好ましい。また、強度比（Int1／Int2）が6.5以下であれば、潤滑剤の潤滑機能を発揮し得る官能基が磁性層表面に露出する量を適量に維持できると推察される。このことも、 ϵ -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する上記磁気記録媒体の摩擦抑制に寄与し得ると本発明者

は考えている。かかる観点から、上記磁気記録媒体の強度比 (I_{nt1} / I_{nt2}) は、6.5以下であり、6.0以下であることが好ましく、5.5以下であることがより好ましい。強度比 (I_{nt1} / I_{nt2}) の制御方法については後述する。

[0024] 以下、上記磁気記録媒体について、更に詳細に説明する。

[0025] <磁性層>

<< ϵ -酸化鉄粉末>>

上記磁気記録媒体は、磁性層に強磁性粉末として ϵ -酸化鉄粉末を含む。本発明および本明細書において、「 ϵ -酸化鉄粉末」とは、X線回折分析によって、主相として ϵ -酸化鉄の結晶構造 (ϵ 相) が検出される強磁性粉末をいうものとする。例えば、X線回折分析によって得られるX線回折スペクトルにおいて最も高強度の回折ピークが ϵ -酸化鉄の結晶構造 (ϵ 相) に帰属される場合、 ϵ -酸化鉄の結晶構造が主相として検出されたと判断するものとする。主相の ϵ 相に加えて α 相および/または γ 相が含まれていてもよく、含まなくてもよい。本発明および本明細書における ϵ -酸化鉄粉末には、鉄と酸素から構成される所謂無置換型の ϵ -酸化鉄の粉末と、鉄を置換する1種以上の置換元素を含む所謂置換型の ϵ -酸化鉄の粉末とが包含される。

[0026] (ϵ -酸化鉄粉末の製造方法)

ϵ -酸化鉄粉末の製造方法としては、ゲーサイトから作製する方法、逆ミセル法等が知られている。上記製造方法は、いずれも公知である。また、鉄の一部が置換元素によって置換された ϵ -酸化鉄粉末を製造する方法については、例えば、J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy Vol. 61 Supplement, No. S1, pp. S280-S284、J. Mater. Chem. C, 2013, 1, pp. 5200-5206等を参照できる。

[0027] 一例として、例えば、上記磁気記録媒体の磁性層に含まれる ϵ -酸化鉄粉末は、

ϵ －酸化鉄の前駆体を調製すること（以下、「前駆体調製工程」とも記載する）、

上記前駆体を被膜形成処理に付すこと（以下、「被膜形成工程」とも記載する）、

上記被膜形成処理後の上記前駆体に熱処理を施すことにより、上記前駆体を ϵ －酸化鉄に転換すること（以下、「熱処理工程」とも記載する）、および

上記 ϵ －酸化鉄を被膜除去処理に付すこと（以下、「被膜除去工程」とも記載する）、

を経て ϵ －酸化鉄粉末を得る製造方法によって得ることができる。以下に、かかる製造方法について更に説明する。ただし以下に記載する製造方法は例示であって、上記 ϵ －酸化鉄粉末は、以下に例示する製造方法によって製造されたものに限定されるものではない。

[0028] 前駆体調製工程

ϵ －酸化鉄の前駆体とは、加熱されることにより ϵ －酸化鉄の結晶構造を主相として含むものとなる物質をいう。前駆体は、例えば、鉄および結晶構造において鉄の一部を置換し得る元素を含有する水酸化物、オキシ水酸化物（酸化水酸化物）等であることができる。前駆体調製工程は、共沈法、逆ミセル法等を利用して行うことができる。かかる前駆体の調製方法は公知であり、上記製造方法における前駆体調製工程は、公知の方法によって行うことができる。例えば、前駆体の調製方法については、特開 2008-174405 号公報の段落 0017～0021 および同公報の実施例、WO 2016/047559 A1 の段落 0025～0046 および同公報の実施例、WO 2008/149785 A1 の段落 0038～0040、0042、0044、0045 および同公報の実施例等の公知技術を参照できる。

[0029] 鉄 (Fe) の一部を置換する置換元素を含まない ϵ －酸化鉄は、組成式： Fe_2O_3 により表すことができる。一方、鉄の一部が、例えば 1 種以上の元素により置換された ϵ －酸化鉄は、組成式： $\text{A}^1_x \text{A}^2_y \text{A}^3_z \text{Fe}_{(2-x-y-z)} \text{O}$

3により表すことができる。A¹、A²およびA³はそれぞれ独立に鉄を置換する置換元素の1種以上を表し、x、yおよびzは、それぞれ独立に0以上2未満であり、ただし少なくとも1つが0超であり、x + y + zは2未満である。上記ε-酸化鉄粉末は、鉄を置換する置換元素を含まなくてもよく、含んでもよく、含むことが好ましい。置換元素の種類は、1種または2種以上であることができ、1種～3種、1種～4種、1種～5種または1種～6種であることもできる。置換元素の種類および置換量によって、ε-酸化鉄粉末の磁気特性を調整することができる。置換元素が含まれる場合、置換元素としては、Ga、Al、In、Rh、Mn、Co、Ni、Zn、Ti、Sn等の1種以上を挙げることができる。例えば、上記組成式において、A¹はGa、Al、InおよびRhからなる群から選ばれる1種以上であることができ、A²はCo、Mn、NiおよびZnからなる群から選ばれる1種以上であることができ、A³はTiおよびSnからなる群から選ばれる1種以上であることができる。一形態では、ε-酸化鉄粉末は、コバルト元素（Co）を含むことができ、例えば、コバルト元素と、ガリウム元素（Ga）、アルミニウム元素（Al）、インジウム元素（In）およびロジウム元素（Rh）からなる群から選ばれる1種以上と、チタン元素（Ti）およびスズ元素（Sn）からなる群から選ばれる1種以上と、を含むことができる。一形態では、ε-酸化鉄粉末は、コバルト元素と、ガリウム元素および／またはアルミニウム元素と、チタン元素と、を含むことができる。鉄を置換する置換元素を含むε-酸化鉄粉末を製造する場合、ε-酸化鉄における鉄の供給源となる化合物の一部を、置換元素の化合物に置き換えればよい。その置換量によって、得られるε-酸化鉄粉末の組成を制御することができる。鉄および各種置換元素の供給源となる化合物としては、例えば、硝酸塩、硫酸塩、塩化物等の無機塩（水和物であってもよい）、ペンタキス（シュウ酸水素）塩等の有機塩（水和物であってもよい）、水酸化物、オキシ水酸化物等を挙げることができる。

前駆体を被膜形成処理後に加熱すると、前駆体が ϵ -酸化鉄に転換する反応を被膜下で進行させることができる。また、被膜は、加熱時に焼結が起ることを防ぐ役割を果たすこともできると考えられる。被膜形成処理は、被膜形成の容易性の観点からは、溶液で行うことが好ましく、前駆体を含む溶液に被膜形成剤（被膜形成のための化合物）を添加して行うことがより好ましい。例えば、前駆体調製に引き続き同じ溶液中で被膜形成処理を行う場合には、前駆体調製後の溶液に被膜形成剤を添加し攪拌することにより、前駆体に被膜を形成することができる。溶液中で前駆体に被膜を形成することが容易な点で好ましい被膜としては、ケイ素含有被膜を挙げることができる。ケイ素含有被膜を形成するための被膜形成剤としては、例えば、アルコキシシラン等のシラン化合物を挙げることができる。シラン化合物の加水分解によって、好ましくはゾルーゲル法を利用して、前駆体にケイ素含有被膜を形成することができる。シラン化合物の具体例としては、テトラエトキシシラン（TEOS; Tetraethyl orthosilicate）、テトラメトキシシランおよび各種シランカップリング剤を例示できる。被膜形成処理については、例えば、特開2008-174405号公報の段落0022および同公報の実施例、WO2016/047559A1の段落0047～0049および同公報の実施例、WO2008/149785A1の段落0041、0043および同公報の実施例等の公知技術を参照できる。例えば、被膜形成処理は、前駆体および被膜形成剤を含む50～90℃の液温の溶液を攪拌することによって行うことができる。攪拌時間は、例えば5～36時間とすることができる。なお、被膜は前駆体の表面の全部を覆ってもよく、前駆体表面の一部に被膜によって被覆されていない部分があってもよい。

[0031] 熱処理工程

上記被膜形成処理後の前駆体に熱処理を施すことにより、前駆体を ϵ -酸化鉄に転換することができる。熱処理は、例えば被膜形成処理を行った溶液から採取した粉末（被膜を有する前駆体の粉末）に対して行うことができる。

。熱処理工程については、例えば、特開2008-174405号公報の段落0023および同公報の実施例、WO2016/047559A1の段落0050および同公報の実施例、WO2008/149785A1の段落0041、0043および同公報の実施例等の公知技術を参照できる。熱処理工程は、例えば、炉内温度900～1200℃の熱処理炉において、3～6時間程度行うことができる。熱処理工程を高温で行うほど、および／または、熱処理時間が長いほど、得られる ϵ -酸化鉄粉末の平均粒子サイズは大きくなる傾向がある。

[0032] 被膜除去工程

上記熱処理工程を行うことにより、被膜を有する前駆体を ϵ -酸化鉄に転換することができる。こうして得られる ϵ -酸化鉄には被膜が残留しているため、好ましくは、被膜除去処理を行う。被膜除去処理については、例えば、特開2008-174405号公報の段落0025および同公報の実施例、WO2008/149785A1の段落0053および同公報の実施例等の公知技術を参照できる。被膜除去処理は、例えば、被膜を有する ϵ -酸化鉄を、1～5 mol/L程度の濃度の液温60～90℃程度の水酸化ナトリウム水溶液中で5～36時間程度攪拌することによって行うことができる。ただし上記磁気記録媒体の磁性層に含まれる ϵ -酸化鉄粉末は、被膜除去処理を経ずに製造されたものでもよく、被膜除去処理において完全に被膜が除去されず、一部の被膜が残留しているものでもよい。

[0033] 粉砕工程

以上記載した各種工程の前および／または後に、1つ以上の工程を任意に実施することもできる。かかる工程としては、例えば、分級、ろ過、洗浄、乾燥等の各種の公知の工程を挙げることができる。更に、例えば乾燥後に得られた ϵ -酸化鉄粉末に対して、粉砕処理を実施することができる。粉砕処理を行うことは、 ϵ -酸化鉄粉末の粒子の凝集を解砕することに寄与し得る。 ϵ -酸化鉄粉末を粒子の凝集を解砕した後に後述の分散処理に付すことは、 ϵ -酸化鉄粉末の分散性向上の観点から好ましい。 ϵ -酸化鉄粉末の分散

性を高めることにより、後述する電界印加処理によって、 ϵ -酸化鉄粉末の粒子の潤滑剤との結合力が強い特定の結晶面を、磁性層表面に対してより平行に配向させることができると本発明者は推察している。粉砕処理は、例えばミル粉砕機を用いる粉砕処理（ミル粉砕）によって実施することができる。ミル粉砕の処理条件は、使用するミル粉砕機に応じて設定すればよく、特に限定されるものではない。一例として、ミル粉砕機の回転数は1000～20000rpm（revolutions per minute）とすることができ、1回のミル粉砕の処理時間は0.5～10分間とすることができ、ミル粉砕の実施回数は1～4回とすることができる。

[0034] （平均粒子サイズ）

上記磁気記録媒体の磁性層に含まれる ϵ -酸化鉄粉末の平均粒子サイズは、磁化の安定性の観点からは、5.0nm以上であることが好ましく、6.0nm以上であることがより好ましく、7.0nm以上であることが更に好ましく、8.0nm以上であることが一層好ましく、9.0nm以上であることがより一層好ましい。また、高密度記録化の観点からは、 ϵ -酸化鉄粉末の平均粒子サイズは、20.0nm以下であることが好ましく、19.0nm以下であることがより好ましく、18.0nm以下であることが更に好ましく、17.0nm以下であることが一層好ましく、16.0nm以下であることがより一層好ましく、15.0nm以下であることが更に一層好ましい。

[0035] 本発明および本明細書において、特記しない限り、 ϵ -酸化鉄粉末等の各種粉末の平均粒子サイズは、透過型電子顕微鏡を用いて、以下の方法により測定される値とする。

粉末を、透過型電子顕微鏡を用いて撮影倍率100000倍で撮影し、総倍率500000倍になるように印画紙にプリントするか、ディスプレイに表示する等して、粉末を構成する粒子の写真を得る。得られた粒子の写真から目的の粒子を選びデジタイザーで粒子の輪郭をトレースし粒子（一次粒子）のサイズを測定する。一次粒子とは、凝集のない独立した粒子をいう。

以上の測定を、無作為に抽出した500個の粒子について行う。こうして得られた500個の粒子の粒子サイズの算術平均を、粉末の平均粒子サイズとする。

上記透過型電子顕微鏡としては、例えば日立製透過型電子顕微鏡H-9000型を用いることができる。また、粒子サイズの測定は、公知の画像解析ソフト、例えばカールツァイス製画像解析ソフトKS-400を用いて行うことができる。後述の実施例に示す平均粒子サイズは、透過型電子顕微鏡として日立製透過型電子顕微鏡H-9000型、画像解析ソフトとしてカールツァイス製画像解析ソフトKS-400を用いて測定された値である。本発明および本明細書において、粉末とは、複数の粒子の集合を意味する。例えば、強磁性粉末とは、複数の強磁性粒子の集合を意味する。また、複数の粒子の集合とは、集合を構成する粒子が直接接触している態様に限定されず、後述する結合剤、添加剤等が、粒子同士の間介在している態様も包含される。粒子との語が、粉末を表すために用いられることもある。

[0036] 粒子サイズ測定のために磁気記録媒体から試料粉末を採取する方法としては、例えば特開2011-048878号公報の段落0015に記載の方法を採用することができる。

[0037] 本発明および本明細書において、特記しない限り、粉末を構成する粒子のサイズ（粒子サイズ）は、上記の粒子写真において観察される粒子の形状が、

（1）針状、紡錘状、柱状（ただし、高さが底面の最大長径より大きい）等の場合は、粒子を構成する長軸の長さ、即ち長軸長で表され、

（2）板状または柱状（ただし、厚みまたは高さが板面または底面の最大長径より小さい）の場合は、その板面または底面の最大長径で表され、

（3）球形、多面体状、不定形等であって、かつ形状から粒子を構成する長軸を特定できない場合は、円相当径で表される。円相当径とは、円投影法で求められるものを言う。

[0038] また、粉末の平均針状比は、上記測定において粒子の短軸の長さ、即ち短

軸長を測定し、各粒子の（長軸長／短軸長）の値を求め、上記500個の粒子について得た値の算術平均を指す。ここで、特記しない限り、短軸長とは、上記粒子サイズの定義で（1）の場合は、粒子を構成する短軸の長さを、同じく（2）の場合は、厚みまたは高さを各々指し、（3）の場合は、長軸と短軸の区別がないから、（長軸長／短軸長）は、便宜上1とみなす。

そして、特記しない限り、粒子の形状が特定の場合、例えば、上記粒子サイズの定義（1）の場合、平均粒子サイズは平均長軸長であり、同定義（2）の場合、平均粒子サイズは平均板径である。同定義（3）の場合、平均粒子サイズは、平均直径（平均粒径、平均粒子径ともいう）である。

[0039] 磁性層における強磁性粉末の含有率（充填率）は、磁性層の質量に対して、好ましくは50～90質量%の範囲であり、より好ましくは60～90質量%の範囲である。磁性層において強磁性粉末の含有率が高いことは、記録密度向上の観点から好ましい。

[0040] <<結合剤>>

上記磁気記録媒体は、塗布型磁気記録媒体であることができ、磁性層に結合剤を含むことができる。結合剤とは、1種以上の樹脂である。結合剤としては、塗布型磁気記録媒体の結合剤として通常使用される各種樹脂を用いることができる。例えば、結合剤としては、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、塩化ビニル樹脂、スチレン、アクリロニトリル、メチルメタクリレート等を共重合したアクリル樹脂、ニトロセルロース等のセルロース樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、ポリビニルアセタール、ポリビニルブチラール等のポリビニルアルキラール樹脂等から選ばれる樹脂を単独で用いるか、または複数の樹脂を混合して用いることができる。これらの中で好ましいものはポリウレタン樹脂、アクリル樹脂、セルロース樹脂、および塩化ビニル樹脂である。これらの樹脂は、ホモポリマーでもよく、コポリマー（共重合体）でもよい。これらの樹脂は、後述する非磁性層および／またはバックコート層においても結合剤として使用することができる。

以上の結合剤については、特開2010-24113号公報の段落002

8～0031を参照できる。また、結合剤は、電子線硬化型樹脂等の放射線硬化型樹脂であってもよい。放射線硬化型樹脂については、特開2011-048878号公報の段落0044～0045を参照できる。結合剤として使用される樹脂の平均分子量は、重量平均分子量として、例えば10,000以上200,000以下であることができる。本発明および本明細書における重量平均分子量とは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）によって、下記測定条件により測定された値をポリスチレン換算して求められる値である。後述の実施例に示す結合剤の重量平均分子量は、下記測定条件によって測定された値をポリスチレン換算して求めた値である。結合剤は、強磁性粉末100.0質量部に対して、例えば1.0～30.0質量部の量で使用するすることができる。

GPC装置：HLC-8120（東ソー社製）

カラム：TSK gel Multipore HXL-M（東ソー社製、7.8mmID（Inner Diameter）×30.0cm）

溶離液：テトラヒドロフラン（THF）

[0041] また、結合剤として使用可能な樹脂とともに硬化剤を使用することもできる。硬化剤は、一形態では加熱により硬化反応（架橋反応）が進行する化合物である熱硬化性化合物であることができ、他の一形態では光照射により硬化反応（架橋反応）が進行する光硬化性化合物であることができる。硬化剤は、磁性層形成工程の中で硬化反応が進行することにより、少なくとも一部は、結合剤等の他の成分と反応（架橋）した状態で磁性層に含まれ得る。この点は、他の層を形成するために用いられる組成物が硬化剤を含む場合に、この組成物を用いて形成される層についても同様である。好ましい硬化剤は、熱硬化性化合物であり、ポリイソシアネートが好適である。ポリイソシアネートの詳細については、特開2011-216149号公報の段落0124～0125を参照できる。硬化剤は、磁性層形成用組成物中に、結合剤100.0質量部に対して例えば0～80.0質量部、磁性層の強度向上の観点からは、好ましくは10.0～80.0質量部、より好ましくは50.0

～80.0質量部の量で使用する事ができる。

[0042] 以上の結合剤および硬化剤に関する記載は、非磁性層および／またはバックコート層についても適用することができる。その場合、含有量に関する上記記載は、強磁性粉末を非磁性粉末に読み替えて適用することができる。

[0043] <<添加剤>>

磁性層には、必要に応じて1種以上の添加剤が含まれていてもよい。添加剤は、所望の性質に応じて市販品を適宜選択して、または公知の方法で製造して、任意の量で使用する事ができる。添加剤としては、一例として、上記の硬化剤が挙げられる。また、磁性層に含まれる添加剤としては、非磁性粉末、潤滑剤、分散剤、分散助剤、防黴剤、帯電防止剤、酸化防止剤等を挙げることができる。分散剤については、特開2012-133837号公報の段落0061および0071を参照できる。分散剤を非磁性層形成用組成物に添加してもよい。非磁性層形成用組成物に添加し得る分散剤については、特開2012-133837号公報の段落0061を参照できる。

[0044] 磁性層に含まれ得る非磁性粉末としては、研磨剤として機能することができる非磁性粉末を挙げることができる。研磨剤について、磁性層における含有量は、好ましくは強磁性粉末100.0質量部に対して1.0～20.0質量部であり、より好ましくは3.0～15.0質量部であり、更に好ましくは4.0～10.0質量部である。研磨剤を含む磁性層に研磨剤の分散性を向上させるために使用され得る添加剤の一例としては、特開2013-131285号公報の段落0012～0022に記載の分散剤を挙げることができる。

[0045] 磁性層に含まれ得る非磁性粉末としては、磁性層表面に適度に突出する突起を形成する突起形成剤として機能することができる非磁性粉末（例えば非磁性コロイド粒子、カーボンブラック等）等が挙げられる。突起形成剤としては、例えば、平均粒子サイズが5～300nmのものを使用することができる。なお、後述の実施例に示すコロイダルシリカ（シリカコロイド粒子）の平均粒子サイズは、特開2011-048878号公報の段落0015に

平均粒径の測定方法として記載されている方法により求められた値である。磁性層の突起形成剤含有量は、例えば強磁性粉末 100.0 質量部あたり、0.1～3.5 質量部であることが好ましく、0.1～3.0 質量部であることがより好ましい。

[0046] (潤滑剤)

上記磁気記録媒体は、1 種以上の潤滑剤を非磁性支持体上の磁性層側の部分に含むことができる。本発明および本明細書において、「非磁性支持体上の磁性層側の部分」とは、非磁性支持体上に直接磁性層を有する磁気記録媒体については磁性層であり、非磁性支持体と磁性層との間に詳細を後述する非磁性層を有する磁気記録媒体については、磁性層および／または非磁性層である。潤滑剤は、脂肪酸、脂肪酸エステルおよび脂肪酸アミドからなる群から選ばれる 1 種以上であることができる。先に記載したように、潤滑剤は、 ε -酸化鉄粉末を含む磁性層を有する磁気記録媒体の摩擦抑制に寄与し得る。

[0047] 脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ベヘン酸、エルカ酸、エライジン酸等を挙げることができ、ステアリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸が好ましく、ステアリン酸がより好ましい。脂肪酸は、金属塩等の塩の形態で磁性層に含まれていてもよい。

脂肪酸エステルとしては、脂肪酸に関して例示した上記の各種脂肪酸のエステル等を挙げることができる。具体例としては、例えば、ミリスチン酸ブチル、パルミチン酸ブチル、ステアリン酸ブチル（ブチルステアレート）、ネオペンチルグリコールジオレエート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンジステアレート、ソルビタントリステアレート、オレイン酸オレイル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸イソトリデシル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸イソオクチル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸ブトキシエチル等を挙げることができる。

脂肪酸アミドとしては、例示した上記各種脂肪酸のアミド、具体的には、

例えば、ラウリン酸アミド、ミリスチン酸アミド、パルミチン酸アミド、ステアリン酸アミド等を挙げることができる。

脂肪酸と脂肪酸の誘導体（アミド、エステル等）については、脂肪酸誘導体の脂肪酸由来部位は、併用される脂肪酸と同様または類似の構造を有することが好ましい。例えば、一例として、脂肪酸としてステアリン酸を用いる場合にステアリン酸アミドおよび／またはステアリン酸エステルを併用することは好ましい。

[0048] 脂肪酸含有量について、磁性層形成用組成物の脂肪酸含有量は、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0.1～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。磁性層形成用組成物に2種以上の異なる脂肪酸を添加する場合、含有量とは、それら2種以上の異なる脂肪酸の合計含有量をいうものとする。この点は、他の成分についても同様である。また、本発明および本明細書において、特記しない限り、ある成分は、1種のみ用いてもよく2種以上用いてもよい。

脂肪酸エステル含有量について、磁性層形成用組成物の脂肪酸エステル含有量は、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。

磁性層形成用組成物の脂肪酸アミド含有量は、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0.1～3.0質量部であり、好ましくは0.1～1.0質量部である。

[0049] 一方、非磁性層形成用組成物の脂肪酸含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば1.0～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。また、非磁性層形成用組成物の脂肪酸エステル含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。非磁性層形成用組成物の脂肪酸アミド含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0.1～3.0質量部であり、好ましくは0.1～1.0質量部である。非磁性層は、潤滑剤を保持し磁性層に供給する役割を果たすことができる。非磁性層に含まれ

る潤滑剤は、磁性層に移行し磁性層に存在し得る。

[0050] 以上説明した磁性層は、非磁性支持体表面上に直接、または非磁性層を介して間接的に、設けることができる。

[0051] <非磁性層>

非磁性層に使用される非磁性粉末は、無機物質の粉末でも有機物質の粉末でもよい。また、カーボンブラック等も使用できる。無機物質としては、例えば金属、金属酸化物、金属炭酸塩、金属硫酸塩、金属窒化物、金属炭化物、金属硫化物等が挙げられる。これらの非磁性粉末は、市販品として入手可能であり、公知の方法で製造することもできる。その詳細については、特開 2011-216149 号公報の段落 0146～0150 を参照できる。非磁性層に使用可能なカーボンブラックについては、特開 2010-24113 号公報の段落 0040～0041 も参照できる。非磁性層における非磁性粉末の含有率（充填率）は、非磁性層の質量に対して、好ましくは 50～90 質量%の範囲であり、より好ましくは 60～90 質量%の範囲である。

[0052] 非磁性層は、結合剤を含むことができ、添加剤を含むこともできる。非磁性層の結合剤、添加剤等のその他詳細については、非磁性層に関する公知技術を適用できる。また、例えば、結合剤の種類および含有量、添加剤の種類および含有量等に関しては、磁性層に関する公知技術も適用できる。

[0053] 本発明および本明細書において、非磁性層には、非磁性粉末とともに、例えば不純物として、または意図的に、少量の強磁性粉末を含む実質的に非磁性な層も包含されるものとする。ここで実質的に非磁性な層とは、この層の残留磁束密度が 10 mT 以下であるか、保磁力が 7.96 kA/m (100 Oe) 以下であるか、または、残留磁束密度が 10 mT 以下であり、かつ保磁力が 7.96 kA/m (100 Oe) 以下である層をいうものとする。非磁性層は、残留磁束密度および保磁力を持たないことが好ましい。

[0054] <非磁性支持体>

次に、非磁性支持体について説明する。非磁性支持体（以下、単に「支持体」とも記載する）としては、二軸延伸を行ったポリエチレンテレフタレー

ト、ポリエチレンナフタレート、芳香族ポリアミド等のポリアミド、ポリアミドイミド等の公知のものが挙げられる。これらの中でもポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミドが好ましい。これらの支持体には、あらかじめコロナ放電、プラズマ処理、易接着処理、熱処理等を行ってもよい。

[0055] <バックコート層>

上記磁気記録媒体は、一形態では、非磁性支持体の磁性層を有する表面側とは反対の表面側に非磁性粉末を含むバックコート層を有することができ、他の一形態では、バックコート層を有さないものであることができる。バックコート層には、カーボンブラックおよび無機粉末の一方または両方が含有されていることが好ましい。バックコート層は、結合剤を含むことができ、添加剤を含むこともできる。バックコート層の結合剤および添加剤については、バックコート層に関する公知技術を適用することができ、磁性層および／または非磁性層の処方に関する公知技術を適用することもできる。例えば、特開2006-331625号公報の段落0018～0020および米国特許第7,029,774号明細書の第4欄65行目～第5欄38行目の記載を、バックコート層について参照できる。

[0056] <各種厚み>

非磁性支持体の厚みは、好ましくは3.0～6.0 μm である。

[0057] 磁性層の厚みは、近年求められている高密度記録化の観点からは200 nm以下であることが好ましく、8～200 nmの範囲であることがより好ましく、10～200 nmの範囲であることが更に好ましい。磁性層は少なくとも一層あればよく、磁性層を異なる磁気特性を有する2層以上に分離してもかまわず、公知の重層磁性層に関する構成が適用できる。2層以上に分離する場合の磁性層の厚みとは、これらの層の合計厚みとする。

[0058] 非磁性層の厚みは、例えば0.1～1.5 μm であり、0.1～1.0 μm であることが好ましい。

[0059] バックコート層の厚みは、0.9 μm 以下であることが好ましく、0.1

～0.7 μm の範囲であることが更に好ましい。

[0060] 磁気記録媒体の各層および非磁性支持体の厚みは、公知の膜厚測定法により求めることができる。一例として、例えば、磁気記録媒体の厚み方向の断面を、イオンビーム、ミクロトーム等の公知の手法により露出させた後、露出した断面において透過型電子顕微鏡または走査型電子顕微鏡を用いて断面観察を行う。断面観察において1箇所において求められた厚み、または無作為に抽出した2箇所以上の複数箇所において求められた厚みの算術平均として、各種厚みを求めることができる。または、各層の厚みは、製造条件から算出される設計厚みとして求めてもよい。

[0061] <製造工程>

磁性層、非磁性層またはバックコート層を形成するための組成物を調製する工程は、通常、少なくとも混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要なに応じて設けた混合工程を含むことができる。個々の工程はそれぞれ二段階以上に分かれていてもかまわない。各層形成用組成物の調製に用いられる成分は、どの工程の最初または途中で添加してもかまわない。溶媒としては、塗布型磁気記録媒体の製造に通常用いられる各種溶媒の1種または2種以上を用いることができる。溶媒については、例えば特開2011-216149号公報の段落0153を参照できる。また、個々の成分を2つ以上の工程で分割して添加することもできる。上記磁気記録媒体を製造するためには、従来の公知の製造技術を各種工程において用いることができる。混練工程ではオープンニーダ、連続ニーダ、加圧ニーダ、エクストルーダ等の強い混練力をもつものを使用することが好ましい。これらの混練処理の詳細については特開平1-106338号公報および特開平1-79274号公報を参照できる。分散機は公知のものを使用することができる。分散メディアとしては、各種分散ビーズからなる群から選ばれる1種以上の分散ビーズを用いることができる。このような分散ビーズとしては、高比重の分散ビーズであるジルコニアビーズ、チタニアビーズおよびスチールビーズが好適である。磁性層形成用組成物の調製において分散処理を強化して ε -酸化鉄粉

末の分散性を高めることは、後述する電界印加処理によって、 ε -酸化鉄粉末の粒子の潤滑剤との結合力が強い特定の結晶面を、磁性層表面に対してより平行に配向させ得ることに寄与し得ると本発明者は推察している。分散処理の強化の具体例としては、分散処理時間の長時間化、分散に用いる分散ビーズの小径化、分散処理回数の増加等を挙げることができる。各種分散条件は、使用する分散機に応じて設定することができる。一例として、分散ビーズのビーズ径は0.1～1.0 mmとすることができ、1回の分散処理の処理時間は0.5～10時間とすることができ、分散処理回数は2回以上とすることができる。各層形成用組成物を、塗布工程に付す前に公知の方法によってろ過してもよい。ろ過は、例えばフィルタろ過によって行うことができる。ろ過に用いるフィルタとしては、例えば孔径0.01～3 μ mのフィルタ（例えばガラス繊維製フィルタ、ポリプロピレン製フィルタ等）を用いることができる。

[0062] 磁性層は、磁性層形成用組成物を、非磁性支持体上に直接塗布するか、または非磁性層形成用組成物と逐次もしくは同時に重層塗布することにより形成することができる。各層形成のための塗布の詳細については、特開2010-231843号公報の段落0066を参照できる。

[0063] 塗布工程後には、乾燥処理、磁性層の配向処理、表面平滑化処理（カレンダ処理）等の各種処理を行うことができる。各種処理については、例えば特開2010-24113号公報の段落0052～0057等の公知技術を参照できる。例えば、磁性層形成用組成物の塗布層には、この塗布層が湿潤状態にあるうちに配向処理を施すことができる。配向処理については、特開2010-231843号公報の段落0067の記載をはじめとする各種公知技術を適用することができる。例えば、垂直配向処理は、異極対向磁石を用いる方法等の公知の方法によって行うことができる。配向ゾーンでは、乾燥風の温度、風量および／または配向ゾーンにおける上記塗布層を形成した非磁性支持体の搬送速度によって塗布層の乾燥速度を制御することができる。また、配向ゾーンに搬送する前に塗布層を予備乾燥させてもよい。

[0064] 好ましくは、磁性層形成用組成物の塗布層が湿潤状態にあるうちに、電界印加処理を施すことができる。電界印加処理は、例えば配向処理後に実施することができる。対向する一对の電極の間に磁性層形成用組成物の塗布層を形成した非磁性支持体を搬送させることによって、上記塗布層の表面に対して垂直に電界を印加することができる。電極の配置については、例えば、磁性層側にプラス電極、他方（例えばバックコート層側）にマイナス電極を配置することができる。印加電界強度は、例えば0.2～2.5 kV/mmとすることができ、印加電界強度の値を大きくするほど、強度比（ I_{nt1} / I_{nt2} ）の値は大きくなる傾向がある。本発明者は、電界印加処理を行うことによって、 ε -酸化鉄粉末の粒子の特定の結晶面と結合した潤滑剤が有する官能基を電界により配向させることができると推察している。このことが、潤滑剤と結合した ε -酸化鉄粉末の粒子の特定の結晶面を磁性層表面に対してより平行に配向させることに寄与し得ると本発明者は考えている。

[0065] 本発明の一態様にかかる磁気記録媒体は、テープ状の磁気記録媒体（磁気テープ）であることができ、ディスク状の磁気記録媒体（磁気ディスク）であることもできる。例えば磁気テープは、通常、磁気テープカートリッジに收容され、磁気テープカートリッジが磁気記録再生装置に装着される。磁気記録媒体には、磁気記録再生装置においてヘッドトラッキングを行うことを可能とするために、公知の方法によってサーボパターンを形成することもできる。「サーボパターンの形成」は、「サーボ信号の記録」ということもできる。以下に、磁気テープを例として、サーボパターンの形成について説明する。

[0066] サーボパターンは、通常、磁気テープの長手方向に沿って形成される。サーボ信号を利用する制御（サーボ制御）の方式としては、タイミングベースサーボ（TBS）、アンプリチュードサーボ、周波数サーボ等が挙げられる。

[0067] ECMA (European Computer Manufacturers Association) —319 (June 2001) に示さ

れる通り、L T O (L i n e a r T a p e - O p e n) 規格に準拠した磁気テープ（一般に「L T Oテープ」と呼ばれる）では、タイミングベースサーボ方式が採用されている。このタイミングベースサーボ方式において、サーボパターンは、互いに非平行な一対の磁気ストライプ（「サーボストライプ」とも呼ばれる）が、磁気テープの長手方向に連続的に複数配置されることによって構成されている。上記のように、サーボパターンが互いに非平行な一対の磁気ストライプにより構成される理由は、サーボパターン上を通過するサーボ信号読み取り素子に、その通過位置を教えるためである。具体的には、上記の一対の磁気ストライプは、その間隔が磁気テープの幅方向に沿って連続的に変化するよう形成されており、サーボ信号読み取り素子はその間隔を読み取ることによって、サーボパターンとサーボ信号読み取り素子との相対位置を知ることができる。この相対位置の情報が、データトラックのトラッキングを可能にする。そのために、サーボパターン上には、通常、磁気テープの幅方向に沿って、複数のサーボトラックが設定されている。

[0068] サーボバンドは、磁気テープの長手方向に連続するサーボ信号により構成される。このサーボバンドは、通常、磁気テープに複数本設けられる。例えば、L T Oテープにおいて、その数は5本である。隣接する2本のサーボバンドに挟まれた領域は、データバンドと呼ばれる。データバンドは、複数のデータトラックで構成されており、各データトラックは、各サーボトラックに対応している。

[0069] また、一形態では、特開2004-318983号公報に示されているように、各サーボバンドには、サーボバンドの番号を示す情報（「サーボバンドID (i d e n t i f i c a t i o n) 」または「UDIM (U n i q u e D a t a B a n d I d e n t i f i c a t i o n M e t h o d) 情報」とも呼ばれる）が埋め込まれている。このサーボバンドIDは、サーボバンド中に複数ある一対のサーボストライプのうち特定のものを、その位置が磁気テープの長手方向に相対的に変位するように、ずらすことによって記録されている。具体的には、複数ある一対のサーボストライプのうちの特

定のもののずらし方を、サーボバンド毎に変えている。これにより、記録されたサーボバンドIDはサーボバンド毎にユニークなものとなるため、一つのサーボバンドをサーボ信号読み取り素子で読み取るだけで、そのサーボバンドを一意に（*uniquely*）特定することができる。

[0070] なお、サーボバンドを一意に特定する方法には、ECMA-319（June 2001）に示されているようなスタッガード方式を用いたものもある。このスタッガード方式では、磁気テープの長手方向に連続的に複数配置された、互いに非平行な一対の磁気ストライプ（サーボストライプ）の群を、サーボバンド毎に磁気テープの長手方向にずらすように記録する。隣接するサーボバンド間における、このずらし方の組み合わせは、磁気テープ全体においてユニークなものとされているため、2つのサーボ信号読み取り素子によりサーボパターンを読み取る際に、サーボバンドを一意に特定することも可能となっている。

[0071] また、各サーボバンドには、ECMA-319（June 2001）に示されている通り、通常、磁気テープの長手方向の位置を示す情報（「LPOS（Longitudinal Position）情報」とも呼ばれる）も埋め込まれている。このLPOS情報も、UDIM情報と同様に、一対のサーボストライプの位置を、磁気テープの長手方向にずらすことによって記録されている。ただし、UDIM情報とは異なり、このLPOS情報では、各サーボバンドに同じ信号が記録されている。

[0072] 上記のUDIM情報およびLPOS情報とは異なる他の情報を、サーボバンドに埋め込むことも可能である。この場合、埋め込まれる情報は、UDIM情報のようにサーボバンド毎に異なるものであってもよいし、LPOS情報のようにすべてのサーボバンドに共通のものであってもよい。

また、サーボバンドに情報を埋め込む方法としては、上記以外の方法を採用することも可能である。例えば、一対のサーボストライプの群の中から、所定の対を間引くことによって、所定のコードを記録するようにしてもよい。

[0073] サーボパターン形成用ヘッドは、サーボライトヘッドと呼ばれる。サーボライトヘッドは、上記一対の磁気ストライプに対応した一対のギャップを、サーボバンドの数だけ有する。通常、各一対のギャップには、それぞれコアとコイルが接続されており、コイルに電流パルスを供給することによって、コアに発生した磁界が、一対のギャップに漏れ磁界を生じさせることができる。サーボパターンの形成の際には、サーボライトヘッド上に磁気テープを走行させながら電流パルスを入力することによって、一対のギャップに対応した磁気パターンを磁気テープに転写させて、サーボパターンを形成することができる。各ギャップの幅は、形成されるサーボパターンの密度に応じて適宜設定することができる。各ギャップの幅は、例えば、 $1\ \mu\text{m}$ 以下、 $1\sim 10\ \mu\text{m}$ 、 $10\ \mu\text{m}$ 以上等に設定可能である。

[0074] 磁気テープにサーボパターンを形成する前には、磁気テープに対して、通常、消磁（イレース）処理が施される。このイレース処理は、直流磁石または交流磁石を用いて、磁気テープに一律な磁界を加えることによって行うことができる。イレース処理には、DC（Direct Current）イレースとAC（Alternating Current）イレースとがある。ACイレースは、磁気テープに印加する磁界の方向を反転させながら、その磁界の強度を徐々に下げるによって行われる。一方、DCイレースは、磁気テープに一方向の磁界を加えることによって行われる。DCイレースには、更に2つの方法がある。第一の方法は、磁気テープの長手方向に沿って一方向の磁界を加える、水平DCイレースである。第二の方法は、磁気テープの厚み方向に沿って一方向の磁界を加える、垂直DCイレースである。イレース処理は、磁気テープ全体に対して行ってもよいし、磁気テープのサーボバンド毎に行ってもよい。

[0075] 形成されるサーボパターンの磁界の向きは、イレースの向きに応じて決まる。例えば、磁気テープに水平DCイレースが施されている場合、サーボパターンの形成は、磁界の向きがイレースの向きと反対になるように行われる。これにより、サーボパターンが読み取られて得られるサーボ信号の出力を

、大きくすることができる。なお、特開2012-53940号公報に示されている通り、垂直DCイレースされた磁気テープに、上記ギャップを用いた磁気パターンの転写を行った場合、形成されたサーボパターンが読み取られて得られるサーボ信号は、単極パルス形状となる。一方、水平DCイレースされた磁気テープに、上記ギャップを用いた磁気パターンの転写を行った場合、形成されたサーボパターンが読み取られて得られるサーボ信号は、双極パルス形状となる。

[0076] 磁気テープは、通常、磁気テープカートリッジに收容され、磁気テープカートリッジが磁気記録再生装置に装着される。

[0077] [磁気テープカートリッジ]

本発明の一態様は、テープ状の上記磁気記録媒体（即ち磁気テープ）を含む磁気テープカートリッジに関する。

[0078] 上記磁気テープカートリッジに含まれる磁気テープの詳細は、先に記載した通りである。

[0079] 磁気テープカートリッジでは、一般に、カートリッジ本体内部に磁気テープがリールに巻き取られた状態で收容されている。リールは、カートリッジ本体内部に回転可能に備えられている。磁気テープカートリッジとしては、カートリッジ本体内部にリールを1つ具備する単リール型の磁気テープカートリッジおよびカートリッジ本体内部にリールを2つ具備する双リール型の磁気テープカートリッジが広く用いられている。単リール型の磁気テープカートリッジは、磁気テープへのデータの記録および／または再生のために磁気記録再生装置に装着されると、磁気テープカートリッジから磁気テープが引き出されて磁気記録再生装置側のリールに巻き取られる。磁気テープカートリッジから巻き取りリールまでの磁気テープ搬送経路には、磁気ヘッドが配置されている。磁気テープカートリッジ側のリール（供給リール）と磁気記録再生装置側のリール（巻き取りリール）との間で、磁気テープの送り出しと巻き取りが行われる。この間、磁気ヘッドと磁気テープの磁性層側の表面とが接触し摺動することにより、データの記録および／または再生が行わ

れる。これに対し、双リール型の磁気テープカートリッジは、供給リールと巻き取りリールの両リールが、磁気テープカートリッジ内部に具備されている。上記磁気テープカートリッジは、単リール型および双リール型のいずれの磁気テープカートリッジであってもよい。上記磁気テープカートリッジは、本発明の一態様にかかる磁気テープを含むものであればよく、その他については公知技術を適用することができる。磁気テープカートリッジに収容される磁気テープの全長は、例えば800m以上であることができ、800m～2000m程度の範囲であることもできる。磁気テープカートリッジに収容されるテープ全長が長いことは、磁気テープカートリッジの高容量化の観点から好ましい。

[0080] [磁気記録再生装置]

本発明の一態様は、上記磁気記録媒体を含む磁気記録再生装置に関する。

[0081] 本発明および本明細書において、「磁気記録再生装置」とは、磁気記録媒体へのデータの記録および磁気記録媒体に記録されたデータの再生の少なくとも一方を行うことができる装置を意味するものとする。かかる装置は、一般にドライブと呼ばれる。

上記磁気記録再生装置において、一形態では、磁気記録媒体は取り外し可能な媒体（いわゆる可換媒体）として扱われる。かかる形態においては、例えば、磁気テープを収容した磁気テープカートリッジが磁気記録再生装置に挿入され、取り出される。即ち、一形態では、上記磁気記録再生装置は、上記磁気テープカートリッジを着脱可能に含むことができる。他の一形態では、磁気記録媒体は可換媒体として扱われず、磁気ヘッドと磁気記録媒体とが磁気記録再生装置内に収容されている。かかる形態においては、例えば、磁気ヘッドを備えた磁気記録再生装置内のリールに磁気テープが巻き取られて収容されている。

上記磁気記録再生装置は、例えば、摺動型の磁気記録再生装置であることができる。摺動型の磁気記録再生装置とは、磁気記録媒体へのデータの記録および／または記録されたデータの再生を行う際に磁性層側の表面と磁気ヘ

ッドとが接触し摺動する装置をいう。

[0082] 上記磁気記録再生装置は磁気ヘッドを含むことができる。磁気ヘッドは、磁気記録媒体へのデータの記録を行うことができる記録ヘッドであることができ、磁気記録媒体に記録されたデータの再生を行うことができる再生ヘッドであることもできる。また、上記磁気記録再生装置は、一形態では、別々の磁気ヘッドとして、記録ヘッドと再生ヘッドの両方を含むことができる。他の一形態では、上記磁気記録再生装置に含まれる磁気ヘッドは、データの記録のための素子（記録素子）とデータの再生のための素子（再生素子）の両方を1つの磁気ヘッドに備えた構成を有することもできる。以下において、データの記録のための素子および再生のための素子を、「データ用素子」と総称する。再生ヘッドとしては、磁気テープに記録されたデータを感度よく読み取ることができる磁気抵抗効果型（MR ; Magnetoresistive）素子を再生素子として含む磁気ヘッド（MRヘッド）が好ましい。MRヘッドとしては、AMR（Anisotropic Magnetoresistive）ヘッド、GMR（Giant Magnetoresistive）ヘッド、TMR（Tunnel Magnetoresistive）ヘッド等の公知の各種MRヘッドを用いることができる。また、データの記録および／またはデータの再生を行う磁気ヘッドには、サーボ信号読み取り素子が含まれていてもよい。または、データの記録および／またはデータの再生を行う磁気ヘッドとは別のヘッドとして、サーボ信号読み取り素子を備えた磁気ヘッド（サーボヘッド）が上記磁気記録再生装置に含まれていてもよい。例えば、データの記録および／または記録されたデータの再生を行う磁気ヘッド（以下、「記録再生ヘッド」とも呼ぶ）は、サーボ信号読み取り素子を2つ含むことができ、2つのサーボ信号読み取り素子のそれぞれが、隣接する2つのサーボバンドを同時に読み取ることができる。2つのサーボ信号読み取り素子の間に、1つまたは複数のデータ用素子を配置することができる。

[0083] 上記磁気記録再生装置において、磁気記録媒体へのデータの記録および／

または磁気記録媒体に記録されたデータの再生は、例えば、磁気記録媒体の磁性層側の表面と磁気ヘッドとを接触させて摺動させることにより行うことができる。上記磁気記録再生装置は、本発明の一態様にかかる磁気記録媒体を含むものであればよく、その他については公知技術を適用することができる。

[0084] 例えば、データの記録および／または記録されたデータの再生の際には、まず、サーボ信号を用いたトラッキングが行われる。すなわち、サーボ信号読み取り素子を所定のサーボトラックに追従させることによって、データ用素子が、目的とするデータトラック上を通過するように制御される。データトラックの移動は、サーボ信号読み取り素子が読み取るサーボトラックを、テープ幅方向に変更することにより行われる。

また、記録再生ヘッドは、他のデータバンドに対する記録および／または再生を行うことも可能である。その際には、先に記載したUDIM情報を利用してサーボ信号読み取り素子を所定のサーボバンドに移動させ、そのサーボバンドに対するトラッキングを開始すればよい。

実施例

[0085] 以下に、本発明を実施例に基づき説明する。但し、本発明は実施例に示す実施形態に限定されるものではない。以下に記載の「部」、「%」は、特に断らない限り、「質量部」、「質量%」を示す。「eq」は、当量（equivalent）であり、SI単位に換算不可の単位である。また、以下に記載の工程および評価は、特記しない限り、雰囲気温度23℃±1℃の環境において行った。

[0086] [実施例1]

<強磁性粉末No. 1の作製>

純水90gに、硝酸鉄(III)9水和物（添加量：表1中「硝酸Fe量」）、硝酸ガリウム(III)8水和物（添加量：表1中「硝酸Ga量」）、硝酸コバルト(II)6水和物（添加量：表1中「硝酸Co量」）、硫酸チタン(IV)（添加量：表1中「硫酸Ti量」）、およびポリビニルピロ

リドン（PVP）16.7 gを溶解させたものを、マグネチックスターラーを用いて攪拌しながら、大気雰囲気中、雰囲気温度25℃の条件下で、濃度25%のアンモニア水溶液44.0 gを添加し、雰囲気温度25℃の温度条件のまま2時間攪拌した。得られた溶液に、クエン酸11 gを純水100 gに溶解させて得たクエン酸水溶液を加え、1時間攪拌した。攪拌後に沈殿した粉末を遠心分離によって採集し、純水で洗浄し、炉内温度80℃の加熱炉内で乾燥させた。

乾燥させた粉末に純水8900 gを加えて再度粉末を水に分散させて分散液を得た。得られた分散液を液温50℃に昇温し、攪拌しながら濃度25%アンモニア水溶液を440 g滴下した。50℃の温度を保ったまま1時間攪拌した後、テトラエトキシシラン（TEOS）160 mLを滴下し、24時間攪拌した。得られた反応溶液に、硫酸アンモニウム500 gを加え、沈殿した粉末を遠心分離によって採集し、純水で洗浄し、炉内温度80℃の加熱炉内で24時間乾燥させ、強磁性粉末の前駆体を得た。

得られた強磁性粉末の前駆体を、大気雰囲気下、表1に記載の炉内温度の加熱炉内に装填し、4時間の熱処理を施した。

熱処理後の粉末を、4 mol/Lの水酸化ナトリウム（NaOH）水溶液中に投入し、液温を75℃に維持して24時間攪拌して、被膜除去工程を実施した。

その後、遠心分離処理により、被膜除去工程後の強磁性粉末を採集し、純水で洗浄を行い、炉内温度95℃の加熱炉内で乾燥させた。乾燥後、アブソリュートミル（大阪ケミカル株式会社製ABS-W）にて、表1に記載の条件でミル粉碎工程を実施した。

以上の工程を経て得られた強磁性粉末No. 1について、高周波誘導結合プラズマ発光分光分析（ICP-OES; Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry）を行い組成を確認したところ、表1に記載の組成を有する置換型 ϵ -酸化鉄であることが確認された。組成について表1に記載の値は

、組成式： $A^1_x A^2_y A^3_z Fe_{(2-x-y-z)} O_3$ における各元素の数（ $(2-x-y-z)$ 、 x 、 y 、 z ）である。また、CuK α 線を電圧45kVかつ強度40mAの条件で走査し、下記条件でX線回折パターンを測定し（X線回折分析）、X線回折パターンのピークから、得られた強磁性粉末が α 相および γ 相の結晶構造を含まない、 ε 相の単相の結晶構造（ ε -酸化鉄の結晶構造）を有することを確認した。

PANalytical X'Pert Pro回折計、PIXcel検出器

入射ビームおよび回折ビームのSollierスリット：0.017ラジアン

分散スリットの固定角：1/4度

マスク：10mm

散乱防止スリット：1/4度

測定モード：連続

1段階あたりの測定時間：3秒

測定速度：毎秒0.017度

測定ステップ：0.05度

[0087] <磁気テープの作製>

<<磁性層形成用組成物>>

（磁性液）

ε -酸化鉄粉末（表1記載の強磁性粉末）：100.0部

スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂：15.0部

シクロヘキサノン：150.0部

メチルエチルケトン：150.0部

（研磨剤液）

α -アルミナ（平均粒子サイズ：110nm）：9.0部

塩化ビニル共重合体（カネカ社製MR110）：0.7部

シクロヘキサノン：20.0部

(突起形成剤液)

コロイダルシリカ (平均粒子サイズ 100 nm) : 1.3 部

メチルエチルケトン : 9.0 部

シクロヘキサノン : 6.0 部

(その他の成分)

潤滑剤 : 種類および量について表 1 参照

ポリイソシアネート (東ソー社製コロネート) : 2.5 部

(仕上げ添加溶媒)

シクロヘキサノン : 180.0 部

メチルエチルケトン : 180.0 部

[0088] <<非磁性層形成用組成物>>

非磁性無機粉末 (α -酸化鉄) : 80.0 部

(平均粒子サイズ : 0.15 μ m、平均針状比 : 7、BET (Brunauer-Emmett-Teller) 比表面積 : 52 m²/g)

カーボンブラック (平均粒子サイズ : 20 nm) : 20.0 部

電子線硬化型塩化ビニル共重合体 : 13.0 部

電子線硬化型ポリウレタン樹脂 : 6.0 部

フェニルホスホン酸 : 3.0 部

シクロヘキサノン : 140.0 部

メチルエチルケトン : 170.0 部

ブチルステアレート : 4.0 部

ステアリン酸 : 1.0 部

[0089] <バックコート層形成用組成物>

非磁性無機粉末 (α -酸化鉄) : 80.0 部

(平均粒子サイズ : 0.15 μ m、平均針状比 : 7、BET 比表面積 : 52 m²/g)

カーボンブラック (平均粒子サイズ : 20 nm) : 20.0 部

カーボンブラック (平均粒子サイズ : 100 nm) : 3.0 部

塩化ビニル共重合体：13.0部

スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂：6.0部

フェニルホスホン酸：3.0部

シクロヘキサノン：140.0部

メチルエチルケトン：170.0部

ステアリン酸：3.0部

ポリイソシアネート（東ソー社製コロネート）：5.0部

メチルエチルケトン：400.0部

[0090] <<各層形成用組成物の調製>>

磁性層形成用組成物は、以下の方法によって調製した。

上記磁性液の各種成分を分散させて磁性液を調製した。分散処理は、バッチ式縦型サンドミルを用いて、1パス目および2パス目の分散処理条件を表1に記載の条件として実施した。分散ビーズとしてはジルコニアビーズを使用した。

上記研磨剤液の各種成分を混合した後、ビーズ径1mmのジルコニアビーズとともに縦型サンドミル分散機に入れ、研磨剤液体積とビーズ体積との合計に対するビーズ体積の割合が60%になるように調整し、180分間サンドミル分散処理を行った。サンドミル分散処理後の液を取り出し、フロー式の超音波分散ろ過装置を用いて、超音波分散ろ過処理を施すことにより、研磨剤液を調製した。

磁性液、研磨剤液、突起形成剤液、その他の成分および仕上げ添加溶媒をディゾルバー攪拌機に導入し、周速10m/秒で30分間攪拌した。その後、フロー式超音波分散機により流量7.5kg/分でパス回数2回で処理を行った後に、1.0μmの孔径のフィルタで1回ろ過して磁性層形成用組成物を調製した。

[0091] 非磁性層形成用組成物は以下の方法によって調製した。

潤滑剤（ブチルステアレートおよびステアリン酸）を除く上記成分をオープンニーダにより混練および希釈処理した後、横型ビーズミル分散機により

分散処理を実施した。その後、潤滑剤（ブチルステアレートおよびステアリン酸）を添加して、ディゾルバー攪拌機にて攪拌および混合処理を施して非磁性層形成用組成物を調製した。

[0092] バックコート層形成用組成物は以下の方法によって調製した。

潤滑剤（ステアリン酸）、ポリイソシアネートおよびメチルエチルケトン（400.0部）を除く上記成分をオープンニードにより混練および希釈処理した後、横型ビーズミル分散機により分散処理を実施した。その後、潤滑剤（ステアリン酸）、ポリイソシアネートおよびメチルエチルケトン（400.0部）を添加して、ディゾルバー攪拌機にて攪拌および混合処理を施し、バックコート層形成用組成物を調製した。

[0093] <<磁気テープの作製>>

厚み5.0 μm の二軸延伸ポリエチレンナフタレート製支持体の表面上に、乾燥後の厚みが1.0 μm になるように非磁性層形成用組成物を塗布し乾燥させた後、125 kVの加速電圧で40 kGyのエネルギーとなるように電子線を照射した。その上に乾燥後の厚みが50 nmになるように磁性層形成用組成物を塗布して塗布層を形成した。この塗布層が湿潤状態にあるうちに、配向ゾーンにおいて磁界強度0.6 Tの磁界を上記塗布層の表面に対して垂直方向に印加し垂直配向処理を行った。その直後に、上記塗布層側に配置したプラス電極と反対側に配置したマイナス電極とによって、表1に示す電界強度の電界を上記塗布層の表面に対して垂直に印加した後、乾燥させて磁性層を形成した。その後、上記支持体の非磁性層および磁性層を形成した表面とは反対の表面に乾燥後の厚みが0.5 μm になるようにバックコート層形成用組成物を塗布し乾燥させてバックコート層を形成した。

その後、金属ロールのみから構成されるカレンダーロールを用いて、カレンダー処理速度80 m/分、線圧300 kg/cm（294 kN/m）、およびカレンダーロールの表面温度110℃にて、表面平滑化処理（カレンダー処理）を行った。

その後、雰囲気温度70℃の環境で36時間熱処理を行った。熱処理後、

1 / 2 インチ (0.0127メートル) 幅にスリットし、スリット品の送り出しおよび巻き取り装置を持った装置に不織布とカミソリブレードが磁性層表面に押し当たるように取り付けられたテープクリーニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行った後、磁気テープの磁性層を消磁した状態で、サーボライターに搭載されたサーボライトヘッドによって、L T O (L i n e a r T a p e - O p e n) U l t r i u m フォーマットにしたがう配置および形状のサーボパターンを磁性層に形成した。こうして、磁性層に、L T O U l t r i u m フォーマットにしたがう配置でデータバンド、サーボバンド、およびガイドバンドを有し、かつサーボバンド上に L T O U l t r i u m フォーマットにしたがう配置および形状のサーボパターンを有する磁気テープを得た。

[0094] [実施例 2 ~ 12、比較例 1 ~ 6]

表 1 に示す項目を表 1 に示すように変更した点以外、実施例 1 について記載した方法で強磁性粉末の作製および磁気テープの作製を行った。強磁性粉末 N o. 8 について、表 1 中の「硝酸 A l 量」は、硝酸アルミニウム (111) 9 水和物の量を示す。表 1 中、電界強度の欄に「0.0」と表記されている比較例については、磁気テープの作製時、電界印加処理は実施しなかった。

表 1 中の強磁性粉末 N o. 2 ~ 12 についても I C P - O E S を行い組成を確認したところ、N o. 2 ~ 8、10 ~ 12 については表 1 に記載の組成を有する置換型 ϵ -酸化鉄であることが確認され、N o. 9 については無置換型 ϵ -酸化鉄であることが確認された。また、C u K α 線を電圧 45 k V かつ強度 40 m A の条件で走査し、先に記載の条件で X 線回折パターンを測定し (X 線回折分析)、X 線回折パターンのピークから、得られた強磁性粉末が、いずれも α 相および γ 相の結晶構造を含まない、 ϵ 相の単相の結晶構造 (ϵ -酸化鉄の結晶構造) を有することを確認した。

[0095] 上記強磁性粉末の平均粒子サイズを、透過型電子顕微鏡として日立製透過型電子顕微鏡 H - 9000 型を使用し、画像解析ソフトとしてカールツァイ

ス製画像解析ソフトKS-400を使用して、先に記載の方法によって求めた。求められた平均粒子サイズを強磁性粉末サイズとして表1に示す。

[0096] [評価方法]

＜強度比 (I_{nt1} / I_{nt2})＞

作製した磁気テープから、テープ試料を切り出した。

切り出したテープ試料について、薄膜X線回折装置（リガク社製SmartLab）を用いて磁性層表面にX線を入射させて、先に記載した方法によりIn-Plane XRDを行った。In-Plane XRDにより得られたX線回折スペクトルから、 I_{nt1} および I_{nt2} を求め、求められた値から強度比 (I_{nt1} / I_{nt2}) を算出した。

[0097] ＜摩擦評価＞

作製した磁気テープから、テープ長50mのテープ試料を切り出した。

雰囲気温度が $32^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ であり相対湿度が80%である環境下にて、IBM社製LTO（登録商標）G6（Linear Tape-Open Generation 6）ドライブから取り外した磁気記録再生ヘッド（以下、単に「ヘッド」と記載する）をテープ走行系に取り付けた。このテープ走行系において、上記テープ試料を、テープ長手方向に0.6N（ニュートン）のテンションをかけながら、送り出しロールから送り出し、10m/秒で走行させ、巻き取りロールへ巻き取る方法で、10000サイクル走行させた。上記ヘッドに歪みゲージを取付け、磁性層表面とヘッドとの摺動時に得られる電圧値をモニターし、所定の電圧値を超えると貼り付きと判断した。ここで、磁気テープの一方の端部を基準として他方の端部に向かう方向を内側と呼び、磁気テープ端部から内側に向かって5mの位置～10mの位置の長さ5mの領域を加速領域と定義する。磁気テープの一方の端部側の加速領域と他方の端部側の加速領域の合計10m長の領域について、貼り付き回数をカウントした。10000サイクル走行の間、貼り付きが5回以内であれば、今後の厳しいニーズに対応し得る性能を有すると評価できる。

[0098] 以上の結果を表1（表1-1～表1-3）に示す。

[0099] [表1-1]

焼結材料	焼結材料組成No.	単位	実施例1				実施例2				実施例3				実施例4				実施例5				実施例6			
			1				2				2				3				3				4			
焼結材料組成	焼結材料組成No.	g	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2
	焼結材料組成No.	g	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4
	焼結材料組成No.	g	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	焼結材料組成No.	g	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1
	焼結材料組成No.	g	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7
焼結材料組成	組成	-	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti	Fe:Ga:Co:Ti
	組成	℃	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	組成	rpm	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000	5000
	組成	分	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	組成	分	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
焼結材料組成	組成	mm	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5
	組成	部	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	組成	部	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	組成	mm	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	組成	時間	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
焼結材料組成	組成	mm	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	組成	時間	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	組成	mm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	組成	時間	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	組成	mm	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6
焼結材料組成	組成	時間	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	組成	mm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	組成	時間	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	組成	mm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	組成	時間	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3

[0100]

[表1-2]

強磁性粉末	強磁性粉末No.	単位	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12
	原料	—	5	6	7	8	9	1
	磁性Fe層	g	92.2	103.0	89.4	92.8	113.8	92.2
	磁性Co層	g	14.4	7.7	22.1	0.0	0.0	14.4
	磁性Al層	g	0.0	0.0	0.0	13.0	0.0	0.0
	磁性Co層	g	2.1	0.8	0.0	2.1	0.0	2.1
	磁性Ti層	g	1.7	0.7	0.0	1.7	0.0	1.7
	組成	—	Fe:Ga:Co:Ti 1.62:0.28:0.05:0.05	Fe:Ga:Co:Ti 1.81:0.15:0.02:0.02	Fe:Ga:Co:Ti 1.57:0.43:0.0	Fe:Al:Co:Ti 1.63:0.27:0.05:0.05	Fe:Ga:Co:Ti 2.00:0.00	Fe:Ga:Co:Ti 1.62:0.28:0.05:0.05
	熱処理炉内温度	℃	980	1000	1000	1000	1000	1000
	粉砕1回目	rpm	5000	5000	5000	5000	5000	5000
磁性層形成用 組成物中の 潤滑剤	粉砕2回目	rpm	2	2	2	2	2	2
	粉砕3回目	rpm	10000	10000	10000	10000	10000	10000
	強磁性粉末サイズ	μm	1	1	1	1	1	1
	スチロール樹脂	部	9.8	11.7	11.5	11.5	11.4	11.5
	ブチルメタクリレート	部	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	スチロール樹脂	部	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	分散剤	部	—	—	—	—	—	—
	1パス目	mm	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	2パス目	mm	3	3	3	3	3	3
	3パス目	mm	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
電界印加処理 評価結果	電界印加処理	時間	3	3	3	3	3	3
	電界強度	kV/mm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	評価結果	—	3.3	3.7	4.0	3.2	4.1	3.4
総量		回	1	1	1	1	1	1

[0101]

[表1-3]

磁気テープ	磁気テープNo.	単位	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
磁気テープ	原料	g	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2	92.2
	磁性Co層	g	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4
	磁性Al層	g	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	磁性Co層	g	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1
	磁性Al層	g	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7
磁気テープ	組成	Fe:Ga:Co:Ti	1.62:0.28:0.05:0.05	1.62:0.28:0.05:0.05	1.62:0.28:0.05:0.05	1.62:0.28:0.05:0.05	1.62:0.28:0.05:0.05	1.62:0.28:0.05:0.05
	熱処理条件	温度	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	回転1回	rpm	5000	5000	1000	1000	5000	5000
	回転2回	rpm	2	2	1	1	4	1
	回転3回	rpm	10000	10000	1	1	10000	10000
磁気テープ	磁性層の厚さ	nm	11.5	11.5	11.7	11.7	9.8	11.7
	磁性層の厚さ	nm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	磁性層の厚さ	nm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	磁性層の厚さ	nm	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	磁性層の厚さ	nm	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
磁気テープ	磁性層の厚さ	nm	3	3	3	3	6	2
	磁性層の厚さ	nm	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	磁性層の厚さ	nm	3	3	3	3	6	2
	磁性層の厚さ	nm	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	磁性層の厚さ	nm	0.7	0.8	0.8	0.7	6.7	0.9
磁気テープ	磁性層の厚さ	nm	24	23	25	35	15	15
	磁性層の厚さ	nm	24	23	25	35	15	15
	磁性層の厚さ	nm	24	23	25	35	15	15
	磁性層の厚さ	nm	24	23	25	35	15	15
	磁性層の厚さ	nm	24	23	25	35	15	15

[0102] 表1に示す結果から、実施例の磁気テープにおいて、比較例の磁気テープと比べて、磁性層表面と磁気ヘッドとの摺動時の摩擦が抑制されていることが確認できる。

産業上の利用可能性

[0103] 本発明の一態様は、データストレージ用途において有用である。

請求の範囲

- [請求項1] 非磁性支持体と、強磁性粉末を含む磁性層と、を有する磁気記録媒体であって、
前記強磁性粉末は ε -酸化鉄粉末であり、
 In-Plane 法を用いた前記磁性層の X 線回折分析により求められる回折強度の強度比、 I_{nt1} / I_{nt2} 、が 1.0 以上 6.5 以下であり、
前記 I_{nt1} は、回折角 $2\theta_x$ が 29.0° 以上 31.0° 以下の範囲における回折強度の最大値であり、
前記 I_{nt2} は、回折角 $2\theta_x$ が 36.3° 以上 37.5° 以下の範囲における回折強度の最大値である、磁気記録媒体。
- [請求項2] 前記強度比は 1.5 以上 6.0 以下である、請求項 1 に記載の磁気記録媒体。
- [請求項3] 前記強度比は 3.0 以上 5.5 以下である、請求項 1 または 2 に記載の磁気記録媒体。
- [請求項4] 前記 ε -酸化鉄粉末はコバルト元素を含む、請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体。
- [請求項5] 前記 ε -酸化鉄粉末は、ガリウム元素およびアルミニウム元素からなる群から選択される元素を更に含む、請求項 4 に記載の磁気記録媒体。
- [請求項6] 前記 ε -酸化鉄粉末は、チタン元素を更に含む、請求項 4 または 5 に記載の磁気記録媒体。
- [請求項7] 前記非磁性支持体と前記磁性層との間に非磁性粉末を含む非磁性層を更に有する、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体。
- [請求項8] 前記非磁性支持体の前記磁性層を有する表面側とは反対の表面側に非磁性粉末を含むバックコート層を更に有する、請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体。
- [請求項9] 磁気テープである、請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒

体。

[請求項10] 請求項9に記載の磁気テープを含む磁気テープカートリッジ。

[請求項11] 請求項1～9のいずれか1項に記載の磁気記録媒体を含む磁気記録再生装置。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/007649

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>G11B 5/70</i> (2006.01)i; <i>G11B 5/706</i> (2006.01)i; <i>G11B 5/735</i> (2006.01)i; <i>G11B 5/738</i> (2006.01)i; <i>G11B 5/78</i> (2006.01)i; <i>G11B 23/107</i> (2006.01)i FI: G11B5/70; G11B5/706; G11B5/738; G11B5/735; G11B5/78; G11B23/107 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC																	
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G11B5/70; G11B5/706; G11B5/735; G11B5/738; G11B5/78; G11B23/107 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022 Published registered utility model applications of Japan 1994-2022 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)																	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>JP 2016-130208 A (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.) 21 July 2016 (2016-07-21) paragraphs [0073], [0078], fig. 2, 8</td> <td>1-11</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2018-110168 A (THE NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 12 July 2018 (2018-07-12) paragraphs [0069]-[0099], fig. 2, 4, 6, 8-10</td> <td>1-11</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2020-140748 A (FUJIFILM CORP.) 03 September 2020 (2020-09-03) paragraphs [0160]-[0167]</td> <td>1-11</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>WO 2017/094752 A1 (UNIVERSITY OF TOKYO) 08 June 2017 (2017-06-08) fig. 5</td> <td>1-11</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	JP 2016-130208 A (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.) 21 July 2016 (2016-07-21) paragraphs [0073], [0078], fig. 2, 8	1-11	A	JP 2018-110168 A (THE NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 12 July 2018 (2018-07-12) paragraphs [0069]-[0099], fig. 2, 4, 6, 8-10	1-11	A	JP 2020-140748 A (FUJIFILM CORP.) 03 September 2020 (2020-09-03) paragraphs [0160]-[0167]	1-11	A	WO 2017/094752 A1 (UNIVERSITY OF TOKYO) 08 June 2017 (2017-06-08) fig. 5	1-11
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.															
A	JP 2016-130208 A (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.) 21 July 2016 (2016-07-21) paragraphs [0073], [0078], fig. 2, 8	1-11															
A	JP 2018-110168 A (THE NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 12 July 2018 (2018-07-12) paragraphs [0069]-[0099], fig. 2, 4, 6, 8-10	1-11															
A	JP 2020-140748 A (FUJIFILM CORP.) 03 September 2020 (2020-09-03) paragraphs [0160]-[0167]	1-11															
A	WO 2017/094752 A1 (UNIVERSITY OF TOKYO) 08 June 2017 (2017-06-08) fig. 5	1-11															
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.																	
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family																	
Date of the actual completion of the international search 22 April 2022		Date of mailing of the international search report 17 May 2022															
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.															

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/007649

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2016-130208	A	21 July 2016	US 2018/0005737 A1 paragraphs [0121], [0128], fig. 2, 8	
JP	2018-110168	A	12 July 2018	(Family: none)	
JP	2020-140748	A	03 September 2020	US 2020/0279582 A1 paragraphs [0404]-[0431] CN 111627469 A	
WO	2017/094752	A1	08 June 2017	US 2018/0366151 A1 fig. 5 EP 3385951 A1 CN 108475513 A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） G11B 5/70(2006.01)i; G11B 5/706(2006.01)i; G11B 5/735(2006.01)i; G11B 5/738(2006.01)i; G11B 5/78(2006.01)i; G11B 23/107(2006.01)i FI: G11B5/70; G11B5/706; G11B5/738; G11B5/735; G11B5/78; G11B23/107		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） G11B5/70; G11B5/706; G11B5/735; G11B5/738; G11B5/78; G11B23/107 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2022年 日本国実用新案登録公報 1996-2022年 日本国登録実用新案公報 1994-2022年 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2016-130208 A (DOWAエレクトロニクス株式会社) 21.07.2016 (2016-07-21) 段落0073, 0078, 図2, 8	1-11
A	JP 2018-110168 A (国立研究開発法人産業技術総合研究所) 12.07.2018 (2018-07-12) 段落0069-0099, 図2, 4, 6, 8-10	1-11
A	JP 2020-140748 A (富士フイルム株式会社) 03.09.2020 (2020-09-03) 段落0160-0167	1-11
A	WO 2017/094752 A1 (国立大学法人 東京大学) 08.06.2017 (2017-06-08) 図5	1-11
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 22.04.2022		国際調査報告の発送日 17.05.2022
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 中野 和彦 5C 3564 電話番号 03-3581-1101 内線 3541

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2022/007649

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2016-130208	A	21.07.2016	US 2018/0005737 A1 段落0121, 0128, 図2, 8	
JP	2018-110168	A	12.07.2018	(ファミリーなし)	
JP	2020-140748	A	03.09.2020	US 2020/0279582 A1 段落0404-0431	
				CN 111627469 A	
WO	2017/094752	A1	08.06.2017	US 2018/0366151 A1 図5	
				EP 3385951 A1	
				CN 108475513 A	