

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7086142号

(P7086142)

(45)発行日 令和4年6月17日(2022.6.17)

(24)登録日 令和4年6月9日(2022.6.9)

(51)国際特許分類

F I

G 1 1 B 5/70 (2006.01)

G 1 1 B 5/70

G 1 1 B 5/78 (2006.01)

G 1 1 B 5/78

G 1 1 B 5/738(2006.01)

G 1 1 B 5/738

G 1 1 B 5/735(2006.01)

G 1 1 B 5/735

G 1 1 B 5/84 (2006.01)

G 1 1 B 5/84

C

請求項の数 8 (全29頁)

(21)出願番号 特願2020-122806(P2020-122806)

(22)出願日 令和2年7月17日(2020.7.17)

(62)分割の表示 特願2018-141866(P2018-141866

)の分割

原出願日 平成30年7月27日(2018.7.27)

(65)公開番号 特開2020-173889(P2020-173889
A)

(43)公開日 令和2年10月22日(2020.10.22)

審査請求日 令和3年7月15日(2021.7.15)

(73)特許権者 306037311

富士フイルム株式会社

東京都港区西麻布2丁目2番30号

(74)代理人 110000109

特許業務法人特許事務所サイクス

(72)発明者 笠田 成人

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士

フイルム株式会社内

審査官 中野 和彦

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気テープ、磁気テープカートリッジおよび磁気テープ装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

非磁性支持体上に強磁性粉末を含む磁性層を有し、

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有する磁気テープであって、

前記非磁性層の厚みは0.1 μ m以上1.5 μ m以下であり、前記磁性層の面内方向について測定される屈折率 $N_x y$ と前記磁性層の厚み方向について測定される屈折率 N_z との差分の絶対値 N は0.25以上0.40以下であり、かつ前記磁性層の表面の素地部分において測定される摩擦係数は0.30以下である磁気テープ。

【請求項2】

前記屈折率 $N_x y$ と前記屈折率 N_z との差分、 $N_x y - N_z$ 、は0.25以上0.40以下である、請求項1に記載の磁気テープ。

【請求項3】

前記磁性層の表面の素地部分において測定される摩擦係数は、0.10以上0.30以下である、請求項1または2に記載の磁気テープ。

【請求項4】

前記非磁性層の厚みは、0.1 μ m以上1.0 μ m以下である、請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気テープ。

【請求項5】

前記非磁性層の厚みは、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 以下である、請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気テープ。

【請求項6】

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有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の磁気テープ。

【請求項7】

請求項1～6のいずれか1項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8】

請求項1～6のいずれか1項に記載の磁気テープと、磁気ヘッドと、を含む磁気テープ装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気テープ、磁気テープカートリッジおよび磁気テープ装置に関する。

【背景技術】

【0002】

磁気記録媒体にはテープ状のものとディスク状のものがあり、データバックアップ等のストレージ用途には、テープ状の磁気記録媒体、即ち磁気テープが主に用いられている。磁気テープとしては、強磁性粉末および結合剤を含む磁性層が非磁性支持体上に設けられた構成のもの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】

【文献】特開2005-243162号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

磁気テープは、通常、磁気テープカートリッジ内にリールに巻き取られた状態で収容される。磁気テープへの情報の記録および再生は、通常、磁気テープカートリッジを、ドライブと呼ばれる磁気テープ装置にセットし、磁気テープ装置内で磁気テープを走行させて磁気テープ表面（磁性層表面）と磁気ヘッドとを接触させ摺動させることにより行われる。磁気テープ表面と磁気ヘッドとの摺動を繰り返すと、磁気テープに記録された情報の再生時に再生信号振幅の部分的な低下（「ミッシングパルス（missing pulse）」と呼ばれる。）が発生する頻度が高くなってしまふ場合がある。ミッシングパルスの発生頻度が高くなるほどエラーレートが増加し磁気テープの信頼性は低下してしまう。

【0005】

ところで、近年、磁気テープは、温度および湿度が管理されたデータセンターにおいて使用されることがある。

一方、データセンターでは、コスト低減のために省電力化が求められている。省電力化のためには、データセンターにおける磁気テープの使用環境の管理条件を、現在より緩和できるか、または管理を不要にできることが望ましい。

しかし、使用環境の管理条件を緩和し、または管理を行わないと、磁気テープが、例えば低温高湿環境において使用されることも想定される。そのため、低温高湿環境下で磁気テープ表面と磁気ヘッドとの摺動を繰り返しても、ミッシングパルスの発生頻度が低い磁気テープが望まれる。

【0006】

本発明の一態様は、低温高湿環境下で磁気テープ表面と磁気ヘッドとの摺動を繰り返してもミッシングパルスの発生頻度が低い磁気テープ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】

10

20

30

40

50

本発明の一態様は、

非磁性支持体上に強磁性粉末および結合剤を含む磁性層を有する磁気テープであって、上記磁性層の面内方向について測定される屈折率 $N \times y$ と上記磁性層の厚み方向について測定される屈折率 $N z$ との差分の絶対値 N (以下、「(磁性層の) N 」とも記載する。) は 0.25 以上 0.40 以下であり、かつ

上記磁性層の表面の素地部分において測定される摩擦係数 (以下、「素地摩擦」とも記載する。) は 0.30 以下である磁気テープ、に関する。

【0008】

一態様では、上記屈折率 $N \times y$ と上記屈折率 $N z$ との差分 ($N \times y - N z$) は、 0.25 以上 0.40 以下であることができる。

10

【0009】

一態様では、上記素地摩擦は、 0.10 以上 0.30 以下であることができる。

【0010】

一態様では、上記磁気テープは、上記非磁性支持体と上記磁性層との間に、非磁性粉末および結合剤を含む非磁性層を有することができる。

【0011】

一態様では、上記磁気テープは、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、非磁性粉末および結合剤を含むバックコート層を有することができる。

【0012】

20

本発明の更なる態様は、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。

【0013】

本発明の更なる態様は、上記磁気テープと、磁気ヘッドと、を含む磁気テープ装置に関する。

【発明の効果】

【0014】

本発明の一態様によれば、低温高湿環境下で磁気テープ表面と磁気ヘッドとの摺動を繰り返してもミッシングパルスの発生頻度が低い磁気テープを提供することができる。また、本発明の一態様によれば、上記磁気テープを含む磁気テープカートリッジおよび磁気テープ装置を提供することができる。

30

【発明を実施するための形態】

【0015】

[磁気テープ]

本発明の一態様は、非磁性支持体上に強磁性粉末および結合剤を含む磁性層を有する磁気テープであって、上記磁性層の面内方向について測定される屈折率 $N \times y$ と上記磁性層の厚み方向について測定される屈折率 $N z$ との差分の絶対値 N は 0.25 以上 0.40 以下であり、かつ上記磁性層の表面の素地部分において測定される摩擦係数 (素地摩擦) は 0.30 以下である磁気テープに関する。

【0016】

以下に、 N および素地摩擦の測定方法について説明する。

40

【0017】

本発明および本明細書において、磁性層の面内方向について測定される屈折率 $N \times y$ と磁性層の厚み方向について測定される屈折率 $N z$ との差分の絶対値 N は、以下の方法によって求められる値とする。

磁性層の各方向についての屈折率は、分光エリプソメトリーにより2層モデルを用いて求めるものとする。分光エリプソメトリーにより2層モデルを用いて磁性層の屈折率を求めるためには、磁性層と隣接する部分の屈折率の値が用いられる。以下では、非磁性支持体上に非磁性層と磁性層とがこの順に積層された層構成を有する磁気テープについて、磁性層の屈折率 $N \times y$ および $N z$ を求める場合を例に説明する。ただし、本発明の一態様にかかる磁気テープは、非磁性支持体上に非磁性層を介さずに磁性層が直接積層された層構成

50

の磁気テープであることもできる。かかる構成の磁気テープについては、磁性層と非磁性支持体との2層モデルを用いて、以下の方法と同様に磁性層の各方向についての屈折率を求める。また、以下に記載の入射角度は、垂直入射の場合の入射角度を 0° としたときの入射角度である。

(1) 測定用試料の準備

非磁性支持体の磁性層を有する表面とは反対側の表面上にバックコート層を有する磁気テープについては、磁気テープから切り出した測定用試料のバックコート層を除去した後に測定を行う。バックコート層の除去は、バックコート層を溶媒を用いて溶解する等の公知の方法により行うことができる。溶媒としては、例えばメチルエチルケトンを用いることができる。ただし、バックコート層を除去できる溶媒であればよい。バックコート層除去後の非磁性支持体表面は、エリプソメーターでの測定において、この表面での反射光が検出されないように公知の方法により粗面化する。粗面化は、例えばバックコート層除去後の非磁性支持体表面をサンドペーパーを用いて研磨する方法等によって行うことができる。バックコート層を持たない磁気テープから切り出した測定用試料については、磁性層を有する表面とは反対側の非磁性支持体表面について、粗面化を行う。

また、下記の非磁性層の屈折率測定のためには、更に磁性層を除去して非磁性層表面を露出させる。下記の非磁性支持体の屈折率測定のためには、更に非磁性層も除去して非磁性支持体の磁性層側の表面を露出させる。各層の除去は、バックコート層の除去について記載したように、公知の方法により行うことができる。なお以下に記載の長手方向とは、測定用試料が切り出される前に磁気テープに含まれていたときに、磁気テープの長手方向であった方向をいうものとする。この点は、以下に記載のその他の方向についても、同様である。

(2) 磁性層の屈折率測定

エリプソメーターを用いて、入射角度を 65° 、 70° および 75° とし、長手方向から磁性層表面に光束径 $300\mu\text{m}$ の入射光を照射することにより、(s偏光とp偏光の位相差)および(s偏光とp偏光の振幅比)を測定する。測定は入射光の波長を $400\sim 700\text{nm}$ の範囲で 1.5nm 刻みで変化させて行い、各波長について測定値を求める。各波長における磁性層の および の測定値、下記方法により求められる各方向における非磁性層の屈折率、ならびに磁性層の厚みを用いて、以下のように2層モデルによって各波長における磁性層の屈折率を求める。

2層モデルの基板である第0層を非磁性層とし、第1層を磁性層とする。空気/磁性層と磁性層/非磁性層の界面の反射のみを考慮し非磁性層の裏面反射の影響はないものと見做して2層モデルを作成する。得られた測定値に最も整合する第1層の屈折率を最小二乗法によってフィッティングにより求める。フィッティングの結果から得られた波長 600nm における値として、長手方向における磁性層の屈折率 N_x 、および長手方向から入射光を入射させて測定した磁性層の厚み方向における屈折率 N_{z1} を求める。

入射光を入射させる方向を磁気テープの幅方向とする点以外は上記と同様として、フィッティングの結果から得られた波長 600nm における値として、幅方向における磁性層の屈折率 N_y 、および幅方向から入射光を入射させて測定した磁性層の厚み方向における屈折率 N_{z2} を求める。

フィッティングは、以下の手法により行う。

一般的に「複素屈折率 $n = n_1 + i n_2$ 」である。ここで、 n_1 は屈折率の実数部であり、 n_2 は消光係数であり、 i は虚数である。複素誘電率 $\epsilon = \epsilon_1 + i \epsilon_2$ (ϵ_1 と ϵ_2 はクラマース・クローニツヒの関係を満たしている)と $n_1^2 = \epsilon_1 - \epsilon_2$ 、 $n_2^2 = \epsilon_2$ の関係にあり、 N_x および N_{z1} 算出の際は、 N_x の複素誘電率を $\epsilon_x = \epsilon_{x1} + i \epsilon_{x2}$ 、 N_{z1} の複素誘電率を $\epsilon_{z1} = \epsilon_{z11} + i \epsilon_{z12}$ とする。

ϵ_{x2} を1つのガウシアンとし、ピーク位置が $5.8\sim 5.1\text{eV}$ 、 ϵ_{z12} が $4\sim 3.5\text{eV}$ の任意の点を出発点とし、測定波長域($400\sim 700\text{nm}$)の外に誘電率にオフセットとなるパラメータを置き、測定値を最小二乗フィッティングすることにより N_x を求める。同様に、 ϵ_{z12} はピーク位置が $3.2\sim 2.9\text{eV}$ 、 ϵ_{x2} が $1.5\sim 1.2\text{eV}$ の任意の

10

20

30

40

50

点を出発点とし、オフセットパラメータを置き、測定値を最小二乗フィッティングすることにより N_{z1} を求める。 N_y および N_{z2} も同様に求める。磁性層の面内方向について測定される屈折率 N_{xy} は、「 $N_{xy} = (N_x + N_y) / 2$ 」として求める。磁性層の厚み方向について測定される屈折率 N_z は、「 $N_z = (N_{z1} + N_{z2}) / 2$ 」として求める。求められた N_{xy} と N_z から、これらの差分の絶対値 N を求める。

(3) 非磁性層の屈折率測定

以下の点を除き、上記方法と同様に非磁性層の波長 600 nm における屈折率（長手方向における屈折率、幅方向における屈折率、長手方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率、および幅方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率）を求める。

入射光の波長は、250 ~ 700 nm の範囲で 1.5 nm 刻みで変化させる。

非磁性層と非磁性支持体の 2 層モデルを用いて、2 層モデルの基板である第 0 層を非磁性支持体とし、第 1 層を非磁性層とする。空気 / 非磁性層と非磁性層 / 非磁性支持体の界面の反射のみを考慮し非磁性支持体の裏面反射の影響はないものと見做して 2 層モデルを作成する。

フィッティングにおいて、複素誘電率の虚部（2）に、7 か所のピーク（0.6 eV、2.3 eV、2.9 eV、3.6 eV、4.6 eV、5.0 eV、6.0 eV）を仮定し、測定波長域（250 ~ 700 nm）の外に誘電率にオフセットとなるパラメータを置く。

(4) 非磁性支持体の屈折率測定

2 層モデルにより非磁性層の屈折率を求めるために用いられる非磁性支持体の波長 600 nm における屈折率（長手方向における屈折率、幅方向における屈折率、長手方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率、および幅方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率）は、以下の点を除き、磁性層の屈折率測定のための上記方法と同様に求める。

2 層モデルを用いず、表面反射のみの 1 層モデルを用いる。

フィッティングは、コーシーモデル（ $n = A + B / \lambda^2$ 、 n は屈折率、 A および B はそれぞれフィッティングにより定まる定数、 λ は波長）により行う。

【0018】

本発明および本明細書において、「磁性層（の）表面」とは、磁気テープの磁性層側表面と同義であり、「素地部分」とは、磁気テープの磁性層の表面において、以下の方法により特定される部分をいうものとする。

原子間力顕微鏡（AFM；Atomic Force Microscope）によって測定された、視野中の凸成分と凹成分の体積が等しくなる面を基準面として定める。基準面から 15 nm 以上の高さの突起を、突起と定義する。そして、かかる突起の数がゼロ個である部分、即ち磁気テープの磁性層表面において基準面から 15 nm 以上の高さの突起が検出されない部分を、素地部分と特定する。

また、素地部分において測定される摩擦係数（素地摩擦）とは、以下の方法により測定される値とする。

素地部分において（測定箇所：磁気テープの長手方向 10 μ m 長）、半径 1 μ m のダイヤモンド製球状圧子を荷重 100 μ N および速度 1 μ m / 秒で 1 回往復させて摩擦力（水平力）および垂直抗力を測定する。ここで測定される摩擦力および垂直抗力は、上記 1 回の往復中に摩擦力および垂直抗力を常時測定して得られるそれぞれの値の算術平均である。以上の測定は、例えば Hysitron 社 TI-950 型トライボインデントにて行うことができる。そして、測定された摩擦力の算術平均および垂直抗力の算術平均から、摩擦係数 μ 値を算出する。なお摩擦係数は、摩擦力（水平力） F （単位：ニュートン（N））と垂直抗力 N （単位：ニュートン（N））から、次式： $F = \mu N$ 、により求められる値である。上記の測定および摩擦係数 μ 値の算出を、磁気テープの磁性層表面で無作為に決定した素地部分の 3 箇所において行い、得られた 3 つの測定値の算術平均を、素地部分において測定される摩擦係数（素地摩擦）とする。

【0019】

10

20

30

40

50

本発明者は、上記磁気テープによれば、低温高湿環境下で磁気テープ表面と磁気ヘッド（以下、単に「ヘッド」とも記載する。）との摺動を繰り返してもミッシングパルスの発生頻度の低減が可能な理由について、以下のように推察している。

磁気テープに記録された情報を再生する際、磁性層表面とヘッドとの摺動において磁性層表面が削れると、発生した削れ屑がヘッドに付着してヘッド付着物となる場合がある。本発明者は、低温高湿環境下でのミッシングパルスの発生原因は、低温高湿環境下では磁性層表面とヘッドとの摺動性が低下する傾向があるため磁性層表面とヘッドとが摺動する際の接触状態が不安定になりやすいことにあり、接触状態が不安定になる原因としてはヘッド付着物の発生が挙げられると推察している。

以上の点に関して、本発明者は、上記方法により求められる N は、磁性層の表層領域における強磁性粉末の存在状態の指標となり得る値と考えている。この N は、磁性層における強磁性粉末の配向状態に加えて、結合剤の存在状態、強磁性粉末の密度分布等の各種要因の影響を受ける値と推察される。そして、各種要因を制御することによって N を 0.25 以上 0.40 以下とした磁性層は、磁性層表面の強度が高くヘッドと摺動しても削れ難いと考えられる。このことが、低温高湿環境下でのヘッドとの摺動時に磁性層表面が削れてヘッド付着物が発生することを抑制することに寄与し、結果的に低温高湿環境下でのミッシングパルスの発生頻度を低減することにつながると本発明者は推察している。

更に、素地摩擦については、本発明者は以下のように推察している。

近年、磁気テープの磁性層に、非磁性粉末を含有させることが広く行われている。かかる非磁性粉末は、通常、磁性層表面から突出して突起を形成することにより各種機能を発揮することができる。一般に磁気テープについて測定される摩擦係数は、そのような突起を含む領域において測定される摩擦係数である。これに対し、素地摩擦とは、上記のように磁気テープの磁性層表面において基準面から 15 nm 以上の高さの突起が検出されない部分、即ち素地部分において測定される。素地部分は、磁性層表面とヘッドとの摺動時にヘッドと接触する頻度は低いと考えられる。しかるに、低頻度であるもののヘッドと接触する素地部分の摩擦係数が高いことは、素地部分とヘッドとの円滑な摺動の妨げになると考えられる。そして素地部分とヘッドとが円滑に摺動できないことは、結果的に磁性層表面とヘッドとの摺動性を低下させることにつながると推察される。これに対し、上記磁気テープにおいて素地摩擦が 0.30 以下であることは、素地部分とヘッドとを円滑に摺動させることに寄与すると考えられる。このことも、低温高湿環境下でのミッシングパルスの発生頻度を低減することにつながると本発明者は推察している。

ただし以上の推察は、本発明を何ら限定するものではない。

【0020】

以下、上記磁気テープについて更に詳細に説明する。以下において、低温高湿環境下でのミッシングパルスの発生頻度を、単に「ミッシングパルスの発生頻度」とも記載する。

【0021】

<磁性層>

(磁性層の N)

上記磁気テープの磁性層の N は、 0.25 以上 0.40 以下である。先に記載したように、 N が 0.25 以上 0.40 以下である磁性層は、磁性層表面の強度が高く、低温高湿環境下でのヘッドとの摺動によって削れ難いと推察される。そのため、 N が上記範囲である磁性層は、低温高湿環境下での磁性層表面とヘッドとの摺動において磁性層表面の削れが生じ難いと考えられる。このことが、低温高湿環境下でのミッシングパルスの発生頻度を低減することに寄与すると推察される。ミッシングパルスの発生頻度をより一層低減する観点からは、 N は 0.25 以上 0.35 以下であることが好ましい。 N を調整するための手段の具体的態様は、後述する。

【0022】

N は、 N_{xy} と N_z との差分の絶対値である。 N_{xy} は磁性層の面内方向について測定される屈折率であり、 N_z は磁性層の厚み方向について測定される屈折率である。一態様では、 $N_{xy} > N_z$ であることができ、他の一態様では $N_{xy} < N_z$ であることができる

10

20

30

40

50

。磁気テープの電磁変換特性の観点からは、 $N \times y > N \times z$ であることが好ましく、したがって $N \times y$ と $N \times z$ との差分($N \times y - N \times z$)が0.25以上0.40以下であることが好ましく、0.25以上0.35以下であることがより好ましい。

【0023】

以上説明した N を調整するための各種手段については後述する。

【0024】

(素地摩擦)

上記磁気テープの素地摩擦は0.30以下であり、素地部分とヘッドとのより円滑な摺動を可能にする観点からは0.28以下であることが好ましく、0.26以下であることがより好ましい。また、素地摩擦は、例えば0.10以上、0.15以上または0.20以上であることができる。ただし、素地部分とヘッドとを円滑に摺動させる観点からは素地摩擦は低いほど好ましいため、上記例示した値を下回ってもよい。

【0025】

先に素地摩擦の測定方法に関して、基準面から15 nm以上の高さの突起を突起と定義した理由は、通常、磁性層表面に存在する突起と認識される突起が、主に基準面から15 nm以上の高さの突起だからである。かかる突起は、例えば研磨剤等の非磁性粉末により磁性層表面に形成されている。これに対し、磁性層表面には、かかる突起により形成された凹凸よりも微視的な凹凸が存在すると考えられる。そして、この微視的な凹凸の形状制御によって素地摩擦を調整することができると推察される。そのための手段の1つとしては、強磁性粉末として平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末を用いることが挙げられる。より詳しくは、平均粒子サイズがより大きな強磁性粉末が凸部となることで素地部分に上記の微視的な凹凸を形成することができ、平均粒子サイズがより大きな強磁性粉末の混合比を高めることにより素地部分における凸部の存在率を高めることができる(または逆に混合比を下げることにより素地部分における凸部の存在率を低下させることができる)と考えられる。かかる手段について、詳細は更に後述する。

また他の手段としては、磁性層表面に基準面から15 nm以上の高さの突起を形成可能な研磨剤等の非磁性粉末に加えて、強磁性粉末より平均粒子サイズの大きな他の非磁性粉末を用いて磁性層を形成することが挙げられる。より詳しくは、上記の他の非磁性粉末が凸部となることで素地部分に上記の微視的な凹凸を形成することができ、かかる非磁性粉末の混合比を高めることにより素地部分における凸部の存在率を高めることができる(または逆に混合比を下げることにより素地部分における凸部の存在率を低下させることができる)と考えられる。かかる手段についても、詳細は更に後述する。

加えて、上記二種の手段を組み合わせることにより、素地摩擦を調整することも可能である。

ただし上記の調整手段は例示であって、素地摩擦を調整可能な任意の手段によって、0.35以下の素地摩擦を実現することができ、そのような態様も本発明に包含される。

【0026】

以下、上記磁気テープの磁性層について、更により詳細に説明する。

【0027】

(強磁性粉末)

上記の通り、素地摩擦の調整手段の1つとしては、強磁性粉末として平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末を用いて磁性層を形成することが挙げられる。この場合、二種以上の強磁性粉末の中で、最も多くの割合で用いる強磁性粉末として、平均粒子サイズの小さいものを使用することが、磁気テープの記録密度向上の観点から好ましい。この点から、平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末を磁性層の強磁性粉末として用いる場合には、最も多くの割合で用いる強磁性粉末として、平均粒子サイズが50 nm以下の強磁性粉末を用いることが好ましく、40 nm以下の強磁性粉末を用いることがより好ましい。一方、磁化の安定性の観点からは、最も多くの割合で用いる強磁性粉末の平均粒子サイズは5 nm以上であることが好ましく、10 nm以上であることがより好ましく、15 nm以上であることが更に好ましい。なお平均粒子サイズが異なる二種以上の強磁性粉末

10

20

30

40

50

を用いずに一種の強磁性粉末を用いる場合には、用いる強磁性粉末の平均粒子サイズは、上記の理由から上記範囲であることが好ましい。

【0028】

これに対し、最も多くの割合で用いる強磁性粉末とともに用いる他の強磁性粉末は、最も多くの割合で用いる強磁性粉末より平均粒子サイズが大きなものであることが好ましい。平均粒子サイズが大きな強磁性粉末により素地部分に形成される凸部によって、素地摩擦を低減することができると考えられるからである。この点から、最も多くの割合で用いる強磁性粉末の平均粒子サイズと、これとともに用いる強磁性粉末の平均粒子サイズは、「(後者の平均粒子サイズ) - (前者の平均粒子サイズ)」として求められる差が、10 ~ 80 nmの範囲であることが好ましく、10 ~ 50 nmの範囲であることがより好ましく、10 ~ 40 nmの範囲であることが更に好ましく、12 ~ 35 nmの範囲であることが一層好ましい。なお最も多くの割合で用いる強磁性粉末とともに用いる強磁性粉末として、平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末を用いることも、もちろん可能である。この場合には、最も多くの割合で用いる強磁性粉末の平均粒子サイズに対して、上記二種以上の強磁性粉末の少なくとも一種の強磁性粉末の平均粒子サイズが上記の差を満たすことが好ましく、より多くの種類の強磁性粉末の平均粒子サイズが上記の差を満たすことがより好ましく、すべての強磁性粉末の平均粒子サイズが上記の差を満たすことが更に好ましい。

10

【0029】

また、平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末については、素地摩擦の制御の観点から、最も多くの割合で用いる強磁性粉末と、他の強磁性粉末(他の強磁性粉末として平均粒子サイズの異なる二種以上を用いる場合にはそれらの合計)との混合比は、質量基準で、前者:後者=90.0:10.0~99.9:0.1の範囲とすることが好ましく、95.0:5.0~99.5:0.5の範囲とすることがより好ましい。

20

【0030】

ここで平均粒子サイズの異なる強磁性粉末とは、平均粒子サイズが異なる強磁性粉末ロット全体またはその一部をいう。このように平均粒子サイズの異なる強磁性粉末を用いて形成された磁気テープの磁性層に含まれる強磁性粉末の個数基準または体積基準の粒度分布を、動的光散乱法、レーザー回折法等の公知の測定方法により測定すると、測定により得られる粒度分布曲線に、通常、最も多くの割合で用いた強磁性粉末の平均粒子サイズまたはその近傍に極大ピークを確認することができる。また、各強磁性粉末の平均粒子サイズまたはその近傍にピークを確認することができる場合もある。したがって、例えば平均粒子サイズが5 ~ 50 nmの強磁性粉末を最も多くの割合で用いて形成された磁気テープの磁性層に含まれる強磁性粉末の粒度分布を測定すると、通常、粒度分布曲線において、粒子サイズ5 ~ 50 nmの範囲に極大ピークを確認することができる。

30

【0031】

上記の他の強磁性粉末の一部を、後述する他の非磁性粉末に置き換えてもよい。

【0032】

本発明および本明細書において、「強磁性粉末」とは、複数の強磁性粒子の集合を意味するものとする。「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、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。以上の点は、本発明および本明細書における非磁性粉末等の各種粉末についても同様とする。本発明および本明細書において、特記しない限り、強磁性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。

40

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

50

鏡としては、例えば日立製透過型電子顕微鏡 H - 9 0 0 0 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 K S - 4 0 0 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、特記しない限り、透過型電子顕微鏡として日立製透過型電子顕微鏡 H - 9 0 0 0 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 K S - 4 0 0 を用いて測定された値である。

【 0 0 3 3 】

粒子サイズ測定のために磁気テープから試料粉末を採取する方法としては、例えば特開 2 0 1 1 - 0 4 8 8 7 8 号公報の段落 0 0 1 5 に記載の方法を採用することができる。

【 0 0 3 4 】

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、

10

（ 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、不特定形等であって、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。

【 0 0 3 5 】

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 5 0 0 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。

20

【 0 0 3 6 】

一態様では、磁性層に含まれる強磁性粉末を構成する強磁性粒子の形状は板状であることができる。以下において、板状の強磁性粒子から構成される強磁性粉末を、板状強磁性粉末と記載する。板状強磁性粉末の平均板状比は、好ましくは 2 . 5 ~ 5 . 0 の範囲であることができる。平均板状比とは、上記の定義（ 2 ）の場合における（最大長径 / 厚みまたは高さ）の算術平均である。平均板状比が大きいほど、配向処理によって、板状強磁性粉末を構成する強磁性粒子の配向状態の均一性が高まり易い傾向があり、N の値は大きくなる傾向がある。

30

【 0 0 3 7 】

強磁性粉末の好ましい具体例としては、六方晶フェライト粉末を挙げることができる。六方晶フェライト粉末の詳細については、例えば、特開 2 0 1 1 - 2 2 5 4 1 7 号公報の段落 0 0 1 2 ~ 0 0 3 0 、特開 2 0 1 1 - 2 1 6 1 4 9 号公報の段落 0 1 3 4 ~ 0 1 3 6 、特開 2 0 1 2 - 2 0 4 7 2 6 号公報の段落 0 0 1 3 ~ 0 0 3 0 および特開 2 0 1 5 - 1 2 7 9 8 5 号公報の段落 0 0 2 9 ~ 0 0 8 4 を参照できる。

40

【 0 0 3 8 】

強磁性粉末の好ましい具体例としては、金属粉末を挙げることできる。金属粉末の詳細については、例えば特開 2 0 1 1 - 2 1 6 1 4 9 号公報の段落 0 1 3 7 ~ 0 1 4 1 および特開 2 0 0 5 - 2 5 1 3 5 1 号公報の段落 0 0 0 9 ~ 0 0 2 3 を参照できる。

【 0 0 3 9 】

強磁性粉末の好ましい具体例としては、 γ -酸化鉄粉末を挙げることできる。 γ -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、Fe の一部が Ga、Co、Ti、Al、Rh 等の置換原子によって置換された γ -酸化鉄粉末を製造する方法については、例えば

50

、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。ただし、上記磁性層において強磁性粉末として使用可能な酸化鉄粉末の製造方法は限定されない。

【0040】

磁性層における強磁性粉末の含有量（充填率）は、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。磁性層の強磁性粉末以外の成分は、少なくとも結合剤であり、任意に一種以上の更なる添加剤が含まれ得る。磁性層において強磁性粉末の充填率が高いことは、記録密度向上の観点から好ましい。

10

【0041】

（結合剤、硬化剤）

上記磁気テープは塗布型磁気テープであって、磁性層に結合剤を含む。結合剤とは、一種以上の樹脂である。樹脂はホモポリマーであってもコポリマー（共重合体）であってもよい。磁性層に含まれる結合剤としては、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ル樹脂等から選択したものを単独で用いることができ、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、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0029～0031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。

20

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。測定条件としては、下記条件を挙げることができる。後述の実施例に示す重量平均分子量は、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。

30

GPC装置：HLC-8120（東ソー社製）

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

溶離液：テトラヒドロフラン（THF）

【0042】

一態様では、結合剤として、酸性基を含む結合剤を用いることができる。本発明および本明細書における酸性基とは、水中または水を含む溶媒（水性溶媒）中でH⁺を放出してアニオンに解離可能な基およびその塩の形態を包含する意味で用いるものとする。酸性基の具体例としては、例えば、スルホン酸基、硫酸基、カルボキシ基、リン酸基、それらの塩の形態等を挙げることができる。例えば、スルホン酸基（-SO₃H）の塩の形態とは、-SO₃Mで表され、Mが水中または水性溶媒中でカチオンになり得る原子（例えばアルカリ金属原子等）を表す基を意味する。この点は、上記の各種の基の塩の形態についても同様である。酸性基を含む結合剤の一例としては、例えば、スルホン酸基およびその塩からなる群から選ばれる少なくとも一種の酸性基を含む樹脂（例えばポリウレタン樹脂、塩化ビニル樹脂等）を挙げることができる。ただし、磁性層に含まれる樹脂は、これらの樹脂に限定されるものではない。また、酸性基を含む結合剤において、酸性基含有量は、例えば20～500eq/tonの範囲であることができる。なおeqは当量（equivalent）であり、SI単位に換算不可の単位である。樹脂に含まれる酸性基等の各種官能基の含有量は、官能基の種類に応じて公知の方法で求めることができる。酸性基含有量

40

50

が多い結合剤を使用するほど、Nの値は大きくなる傾向がある。結合剤は、磁性層形成用組成物中に、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ことができ、好ましくは1.0～20.0質量部の量で使用することができる。強磁性粉末に対する結合剤の使用量を多くするほど、Nの値は大きくなる傾向がある。

【0043】

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、一態様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、他の一態様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50.0～80.0質量部の量で使用することができる。

【0044】

（添加剤）

磁性層には、強磁性粉末および結合剤が含まれ、必要に応じて一種以上の添加剤が含まれていてもよい。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、磁性層に含まれ得る添加剤としては、非磁性粉末、潤滑剤、分散剤、分散助剤、防曇剤、帯電防止剤、酸化防止剤、カーボンブラック等を挙げることができる。添加剤は、所望の性質に応じて市販品を適宜選択して使用することができる。例えば、潤滑剤については、特開2016-126817号公報の段落0030～0033、0035および0036を参照できる。非磁性層に潤滑剤が含まれていてもよい。非磁性層に含まれ得る潤滑剤については、特開2016-126817号公報の段落0030、0031、0034、0035および0036を参照できる。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。分散剤は、非磁性層に含まれていてもよい。非磁性層に含まれ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。

【0045】

磁性層には、一種または二種以上の非磁性粉末が含まれることが好ましい。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（以下、「突起形成剤」と記載する。）を挙げることができる。突起形成剤は、磁気テープの磁性層表面の摩擦特性制御に寄与し得る成分である。また、磁性層には、研磨剤として機能することができる非磁性粉末（以下、「研磨剤」と記載する。）が含まれてもよい。上記磁気テープの磁性層には、突起形成剤および研磨剤の少なくとも一方が含まれることが好ましく、両方が含まれることがより好ましい。

【0046】

突起形成剤としては、一般に突起形成剤として使用される各種非磁性粉末を用いることができる。これらは、無機物質の粉末であっても有機物質の粉末であってもよい。一態様では、摩擦特性の均一化の観点からは、突起形成剤の粒度分布は、分布中に複数のピークを有する多分散ではなく、単一ピークを示す単分散であることが好ましい。単分散粒子の入手容易性の点からは、磁性層に含まれる非磁性粉末は無機物質の粉末（無機粉末）であることが好ましい。無機粉末としては、金属酸化物等の無機酸化物、金属炭酸塩、金属硫酸塩、金属窒化物、金属炭化物、金属硫化物等の各粉末を挙げることができ、無機酸化物の粉末であることが好ましい。突起形成剤は、より好ましくはコロイド粒子であり、更に好ましくは無機酸化物コロイド粒子である。また、単分散粒子の入手容易性の観点からは、

10

20

30

40

50

無機酸化物コロイド粒子は、コロイダルシリカ（シリカコロイド粒子）であることがより好ましい。本発明および本明細書において、「コロイド粒子」とは、少なくとも、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、トルエンもしくは酢酸エチル、または上記溶媒の二種以上を任意の混合比で含む混合溶媒の少なくとも1つの有機溶媒100mLあたり1g添加した際に、沈降せず分散しコロイド分散体をもたらすことのできる粒子をいうものとする。コロイド粒子については、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る値とする。また、他の一態様では、突起形成剤は、カーボンブラックであることも好ましい。

【0047】

突起形成剤の平均粒子サイズは、例えば30～300nmであり、好ましくは40～200nmである。

10

【0048】

一方、研磨剤は、好ましくはモース硬度8超の非磁性粉末であり、モース硬度9以上の非磁性粉末であることがより好ましい。なおモース硬度の最大値は、ダイヤモンドの10である。具体的には、アルミナ（ Al_2O_3 ）、炭化ケイ素、ボロンカーバイド（ B_4C ）、 SiO_2 、 TiC 、酸化クロム（ Cr_2O_3 ）、酸化セリウム、酸化ジルコニウム（ ZrO_2 ）、酸化鉄、ダイヤモンド等の各粉末を挙げることができ、中でも - アルミナ等のアルミナ粉末および炭化ケイ素粉末が好ましい。また、研磨剤の粒子サイズに関しては、粒子サイズの指標である比表面積として、例えば $14m^2/g$ 以上、好ましくは $16m^2/g$ 以上、より好ましくは $18m^2/g$ 以上である。また、研磨剤の比表面積は、例えば $40m^2/g$ 以下であることができる。比表面積とは、窒素吸着法（ $BET(Brunauer-Emmett-Teller)$ 1点法とも呼ばれる。）により求められる値である。以下において、かかる方法により求められる比表面積を、 BET 比表面積とも記載する。

20

【0049】

また、突起形成剤および研磨剤が、各機能をより良好に発揮することができるという観点から、磁性層における突起形成剤の含有量は、好ましくは強磁性粉末100.0質量部に対して、1.0～4.0質量部であり、より好ましくは1.5～3.5質量部である。一方、研磨剤については、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。

30

【0050】

研磨剤を含む磁性層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、磁性層形成用組成物における研磨剤の分散性を向上するための分散剤として挙げることができる。

【0051】

更に先に記載したように、素地摩擦を0.30以下に制御するために、以上説明した非磁性粉末に加えて、他の非磁性粉末を用いることもできる。そのような非磁性粉末は、モース硬度8以下であることが好ましく、非磁性層に通常使用される各種の非磁性粉末を用いることができる。詳細については、非磁性層について後述する通りである。より好ましい非磁性粉末としては、ベンガラを挙げることができる。ベンガラのモース硬度は、約6である。

40

【0052】

上記の他の非磁性粉末は、先に記載した、最も多くの割合で用いる強磁性粉末とともに用いる他の強磁性粉末と同様に、強磁性粉末より平均粒子サイズが大きなものであることが好ましい。上記の他の非磁性粉末により素地部分に形成される凸部によって、素地摩擦を低減することができると考えられるからである。この点から、強磁性粉末の平均粒子サイズと、これとともに用いる上記の他の非磁性粉末の平均粒子サイズは、「（後者の平均粒子サイズ）-（前者の平均粒子サイズ）」として求められる差が、10～80nmの範囲であることが好ましく、10～50nmの範囲であることがより好ましい。なお強磁性粉末として平均粒子サイズの異なる二種以上の強磁性粉末を用いる場合には、上記の他の非

50

磁性粉末の平均粒子サイズとの差を算出する強磁性粉末は、二種以上の強磁性粉末の中で、最も多くの割合で用いる強磁性粉末とする。また、上記の他の非磁性粉末として、平均粒子サイズの異なる二種以上の非磁性粉末を用いることも、もちろん可能である。この場合には、強磁性粉末の平均粒子サイズに対して、上記の他の非磁性粉末の二種以上の少なくとも一種の非磁性粉末の平均粒子サイズが上記の差を満たすことが好ましく、より多くの種類の非磁性粉末の平均粒子サイズが上記の差を満たすことがより好ましく、上記の他の非磁性粉末のすべての平均粒子サイズが上記の差を満たすことが更に好ましい。

【 0 0 5 3 】

また、素地摩擦の制御の観点から、強磁性粉末と、上記の他の非磁性粉末（上記の他の非磁性粉末として平均粒子サイズの異なる二種以上を用いる場合にはそれらの合計）との混合比は、質量基準で、前者：後者 = 90 . 0 : 10 . 0 ~ 99 . 9 : 0 . 1 の範囲とすることが好ましく、95 . 0 : 5 . 0 ~ 99 . 5 : 0 . 5 の範囲とすることがより好ましい。

10

【 0 0 5 4 】

< 非磁性層 >

次に非磁性層について説明する。上記磁気テープは、非磁性支持体上に直接磁性層を有していてもよく、非磁性支持体と磁性層との間に非磁性粉末および結合剤を含む非磁性層を有していてもよい。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量（充填率）は、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。

20

【 0 0 5 5 】

非磁性層の結合剤、添加剤等のその他詳細は、非磁性層に関する公知技術が適用できる。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。

【 0 0 5 6 】

上記磁気テープの非磁性層には、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。

30

【 0 0 5 7 】

< 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、ポリアミド、ポリアミドイミド、芳香族ポリア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、加熱処理等を行ってもよい。

40

【 0 0 5 8 】

< バックコート層 >

上記磁気テープは、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、非磁性粉末および結合剤を含むバックコート層を有することもできる。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。バックコート層に含まれる結合剤、任意に含まれ得る各種添加剤については、バックコート層に

50

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 2 0 0 6 - 3 3 1 6 2 5 号公報の段落 0 0 1 8 ~ 0 0 2 0 および米国特許第 7 , 0 2 9 , 7 7 4 号明細書の第 4 欄 6 5 行目 ~ 第 5 欄 3 8 行目の記載を、バックコート層について参照できる。

【 0 0 5 9 】

< 各種厚み >

上記磁気テープにおける非磁性支持体および各層の厚みについて、以下に説明する。

非磁性支持体の厚みは、例えば 3 . 0 ~ 8 0 . 0 μm であり、好ましくは 3 . 0 ~ 5 0 . 0 μm であり、より好ましくは 3 . 0 ~ 1 0 . 0 μm である。

【 0 0 6 0 】

磁性層の厚みは、用いる磁気ヘッドの飽和磁化量、ヘッドギャップ長、記録信号の帯域等に応じて最適化することができる。磁性層の厚みは、一般には 1 0 nm ~ 1 0 0 nm であり、高密度記録化の観点から、好ましくは 2 0 ~ 9 0 nm であり、より好ましくは 3 0 ~ 7 0 nm である。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。

【 0 0 6 1 】

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。

【 0 0 6 2 】

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 であることが更に好ましい。

【 0 0 6 3 】

各層および非磁性支持体の厚みは、磁気テープの厚み方向の断面を、イオンビーム、マイ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走査型透過電子顕微鏡 (S T E M ; S c a n n i n g T r a n s m i s s i o n E l e c t r o n M i c r o s c o p e) により断面観察を行い求めるものとする。厚みの測定方法の具体例については、後述の実施例における厚みの測定方法に関する記載を参照できる。

【 0 0 6 4 】

< 製造工程 >

(各層形成用組成物の調製)

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。個々の工程はそれぞれ 2 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一種または二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 2 0 1 1 - 2 1 6 1 4 9 号公報の段落 0 1 5 3 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してもかまわない。例えば、結合剤を混練工程、分散工程および分散後の粘度調整のための混合工程で分割して投入してもよい。上記磁気テープ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 - 1 0 6 3 3 8 号公報および特開平 1 - 7 9 2 7 4 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。また、強磁性粉末と研磨剤とを別分散することもできる。別分散とは、より詳しくは、研磨剤および溶媒を含む研磨剤液 (但し、強磁性粉末を実質的に含まない) を、強磁性粉末、溶媒および結合剤を含む磁性液と混合する工程を経て磁性層形成用組成物を調製する方法である。上記の「強磁性粉末を実質的に含まない」とは、研磨剤液の構成成分として強磁性粉末を添加しないことを意味するものであって、意図せず混入した不純物として微量の強磁性粉末が存在することは許容されるものとする。 N に関しては、上記磁性液の分散時間を長くする

10

20

30

40

50

ほど、 N の値が大きくなる傾向がある。これは、磁性液の分散時間を長くするほど、磁性層形成用組成物の塗布層における強磁性粉末の分散性が高まり、配向処理によって強磁性粉末を構成する強磁性粒子の配向状態の均一性が高まり易い傾向があるためと考えられる。また、非磁性層形成用組成物の各種成分を混合し分散する際の分散時間を長くするほど、 N の値は大きくなる傾向がある。磁性液の分散時間および非磁性層形成用組成物の分散時間は、 0.25 以上 0.40 以下の N が実現できるように設定すればよい。

各層形成用組成物を調製する任意の段階において、公知の方法によってろ過を行ってもよい。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 $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$ 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。

10

【0065】

（塗布工程）

磁性層は、磁性層形成用組成物を、例えば、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。バックコート層は、バックコート層形成用組成物を、非磁性支持体の磁性層を有する（または磁性層が追って設けられる）側とは反対側に塗布することにより形成することができる。また、各層を形成するための塗布工程は、2段階以上の工程に分けて行うこともできる。例えば一態様では、磁性層形成用組成物を2段階以上の工程に分けて塗布することができる。この場合、2つの段階の塗布工程の間に乾燥処理を施してもよく、施さなくてもよい。また、2つの段階の塗布工程の間に配向処理を施してもよく、施さなくてもよい。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も参照できる。また、各層形成用組成物を塗布した後の乾燥工程については、公知技術を適用できる。磁性層形成用組成物に関しては、磁性層形成用組成物を塗布して形成された塗布層（以下、「磁性層形成用組成物の塗布層」または単に「塗布層」とも記載する。）の乾燥温度を低くするほど、 N の値は大きくなる傾向がある。乾燥温度は、例えば乾燥工程を行う雰囲気温度であることができ、 0.25 以上 0.40 以下の N が実現できるように設定すればよい。

20

【0066】

（その他の工程）

磁気テープ製造のためのその他の各種工程については、特開2010-231843号公報の段落0067～0070を参照できる。

30

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好ましい。 0.25 以上 0.40 以下の N を実現する容易性の観点からは、配向処理は、磁性層形成用組成物の塗布層の表面に対して垂直に磁場が印加されるように磁石を配置して行うこと（即ち垂直配向処理）が好ましい。配向処理時の磁場の強度は、 0.25 以上 0.40 以下の N が実現できるように設定すればよい。また、磁性層形成用組成物の塗布工程を2段階以上の塗布工程により行う場合には、少なくとも最後の塗布工程の後に配向処理を行うことが好ましく、垂直配向処理を行うことがより好ましい。例えば2段階の塗布工程によって磁性層を形成する場合、1段階目の塗布工程の後は配向処理を行うことなく乾燥工程を行い、その後2段階目の塗布工程で形成された塗布層に対して配向処理を施すことができる。配向処理については、特開2010-24113号公報の段落0052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磁気テープ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。

40

また、磁性層形成用組成物の塗布層を乾燥させた後の任意の段階でカレンダー処理を行うことができる。カレンダー処理の条件については、例えば特開2010-231843号公報の段落0026を参照できる。カレンダー温度（カレンダーロールの表面温度）を高くするほど、 N の値は大きくなる傾向がある。カレンダー温度は、 0.25 以上 0.40 以下の

50

Nが実現できるように設定すればよい。

【0067】

以上により、本発明の一態様にかかる磁気テープを得ることができる。磁気テープは、通常、磁気テープカートリッジに収容され、磁気テープカートリッジが磁気テープ装置（一般に「ドライブ」と呼ばれる。）に装着される。磁気テープの磁性層には、ドライブにおいてヘッドトラッキングサーボ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。

【0068】

上記磁気テープによれば、低温高湿環境下で磁気テープ表面と磁気ヘッドとの摺動を繰り返しても、ミッシングパルスの発生頻度を低減することができる。一態様では、低温とは0超～15、高湿とは相対湿度70%～100%であることができる。

【0069】

[磁気テープカートリッジ]

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。

【0070】

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収容されている。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、磁気テープへの情報（磁気信号）の記録および/または再生のために磁気テープ装置（ドライブ）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ドライブ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）とドライブ側のリール（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表面とが接触し摺動することにより、情報の記録および/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。

【0071】

[磁気テープ装置]

本発明の一態様は、上記磁気テープと、磁気ヘッドと、を含む磁気テープ装置に関する。

【0072】

本発明および本明細書において、「磁気テープ装置」とは、磁気テープへの情報の記録および磁気テープに記録された情報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。上記磁気テープ装置は、摺動型の磁気テープ装置であることができる。摺動型の装置とは、磁気テープへの情報の記録および/または記録された情報の再生を行う際に磁性層表面と磁気ヘッドとが接触し摺動する装置をいう。

【0073】

上記磁気テープ装置に含まれる磁気ヘッドは、磁気テープへの情報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、磁気テープに記録された情報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、上記磁気テープ装置は、一態様では、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。他の一態様では、上記磁気テープに含まれる磁気ヘッドは、記録素子と再生素子の両方を1つの磁気ヘッドに備えた構成を有することもできる。再生ヘッドとしては、磁気テープに記録された情報を感度よく読み取ることができる磁気抵抗効果型（MR；Magnetoresistive）

ve) 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、公知の各種MRヘッドを用いることができる。また、情報の記録および/または情報の再生を行う磁気ヘッドには、サーボパターン読み取り素子が含まれていてもよい。または、情報の記録および/または情報の再生を行う磁気ヘッドとは別のヘッドとして、サーボパターン読み取り素子を備えた磁気ヘッド(サーボヘッド)が上記磁気テープ装置に含まれていてもよい。

【0074】

上記磁気テープ装置において、磁気テープへの情報の記録および/または磁気テープに記録された情報の再生は、磁気テープの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り行うことができる。上記磁気テープ装置は、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。

10

【実施例】

【0075】

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態様に限定されるものではない。以下に記載の「部」、「%」の表示は、特に断らない限り、「質量部」、「質量%」を示す。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。

【0076】

[実施例1]

<研磨剤液の調製>

20

アルファ化率約65%、BET(Brunauer-Emmett-Teller)比表面積 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ のアルミナ粉末(住友化学社製HIT-80)100.0部に対し、2,3-ジヒドロキシナフタレン(東京化成社製)を3.0部、 SO_3Na 基含有ポリエステルポリウレタン樹脂(東洋紡社製UR-4800(SO_3Na 基: 0.08 meq/g))の32%溶液(溶媒はメチルエチルケトンとトルエンの混合溶媒)を31.3部、溶媒としてメチルエチルケトンとシクロヘキサノン1:1(質量比)の混合溶媒570.0部を混合し、ジルコニアビーズの存在下で、ペイントシェーカーにより5時間分散させた。分散後、メッシュにより分散液とビーズとを分け、アルミナ分散物を得た。

【0077】

<磁性層形成用組成物の調製>

30

(磁性液)

板状強磁性六方晶バリウムフェライト粉末 100.0部
表1に記載の強磁性粉末(1)および強磁性粉末(2)を表1に記載の処方率で使用
 SO_3Na 基含有ポリエステルポリウレタン樹脂 表1参照
重量平均分子量: 70,000、 SO_3Na 基含有量: 表1参照

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)

上記で調製したアルミナ分散物 6.0部

(シリカゾル(突起形成剤液))

40

コロイダルシリカ(平均粒子サイズ: 100 nm) 2.0部

メチルエチルケトン 1.4部

(その他成分)

ステアリン酸 2.0部

ブチルステアレート 2.0部

ポリイソシアネート(東ソー社製コロネート(登録商標)) 2.5部

(仕上り添加溶媒)

シクロヘキサノン 200.0部

メチルエチルケトン 200.0部

【0078】

50

(調製方法)

上記磁性液の各種成分を、バッチ式縦型サンドミルにおいて分散メディアとしてビーズを用いてビーズ分散することにより、磁性液を調製した。ビーズとしてはジルコニアビーズ（ビーズ径：表1参照）を用いて、表1に記載の時間（磁性液ビーズ分散時間）、ビーズ分散を行った。

こうして得られた磁性液、上記の研磨剤液、シリカゾル、その他成分および仕上げ添加溶媒を混合し5分間ビーズ分散した後、バッチ型超音波装置（20kHz、300W）で0.5分間処理（超音波分散）を行った。その後、0.5μmの孔径を有するフィルタを用いてろ過を行い磁性層形成用組成物を調製した。

【0079】

10

<非磁性層形成用組成物の調製>

下記の非磁性層形成用組成物の各種成分のうち、ステアリン酸、ブチルステアレート、シクロヘキサノンおよびメチルエチルケトンを除いた成分を、バッチ式縦型サンドミルを用いてビーズ分散（分散メディア：ジルコニアビーズ（ビーズ径：0.1mm）、分散時間：表1参照）して分散液を得た。その後、得られた分散液に残りの成分を添加し、ディゾルバー攪拌機により攪拌した。次いで、得られた分散液をフィルタ（孔径0.5μm）を用いてろ過し、非磁性層形成用組成物を調製した。

【0080】

非磁性無機粉末： - 酸化鉄 100.0部

平均粒子サイズ（平均長軸長）：0.15μm

20

平均針状比：7

BET比表面積：52m²/g

カーボンブラック

20.0部

平均粒子サイズ：20nm

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

ステアリン酸

1.0部

ブチルステアレート

1.0部

シクロヘキサノン

300.0部

メチルエチルケトン

300.0部

30

【0081】

<バックコート層形成用組成物の調製>

下記のバックコート層形成用組成物の各種成分のうち、ステアリン酸、ブチルステアレート、ポリイソシアネートおよびシクロヘキサノンを除いた成分をオープンニードにより混練および希釈して混合液を得た。その後、得られた混合液に対して横型ビーズミルにより、ビーズ径1.0mmのジルコニアビーズを用い、ビーズ充填率80体積%およびローター先端周速10m/秒で、1パスあたりの滞留時間を2分とし、12パスの分散処理を行った。その後、得られた分散液に残りの成分を添加し、ディゾルバー攪拌機により攪拌した。次いで、得られた分散液をフィルタ（孔径：1.0μm）を用いてろ過し、バックコート層形成用組成物を調製した。

40

【0082】

非磁性無機粉末： - 酸化鉄 80.0部

平均粒子サイズ（平均長軸長）：0.15μm

平均針状比：7

BET比表面積：52m²/g

カーボンブラック

20.0部

平均粒子サイズ：20nm

塩化ビニル共重合体

13.0部

スルホン酸塩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

50

メチルエチルケトン	1 5 5 . 0 部
ステアリン酸	3 . 0 部
ブチルステアレート	3 . 0 部
ポリイソシアネート	5 . 0 部
シクロヘキサノン	3 5 5 . 0 部

【 0 0 8 3 】

< 磁気テープの作製 >

ポリエチレンナフタレート支持体上に、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て非磁性層を形成した。

10

形成した非磁性層の表面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、表1に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中で異極対向磁石を用いて表1の「磁性層の形成と配向」欄に記載の強度の磁場を塗布層の表面に対して垂直方向に印加して垂直配向処理および乾燥処理を行い、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側の表面上に、バックコート層形成用組成物を塗布し乾燥させた。

その後、金属ロールのみから構成されるカレンダロールを用いて、カレンダ処理速度80 m/min、線圧300 kg/cm (294 kN/m)、および表1に記載のカレンダ温度（カレンダロールの表面温度）の条件下で、表面平滑化处理（カレンダ処理）を行った。

20

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（1インチは0.0254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、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。その後、市販のサーボライターによって磁性層にサーボパターンを形成した。

以上により、実施例1の磁気テープを作製した。

【 0 0 8 4 】

[実施例2、3、6、比較例1～6]

表1に記載の各種項目を表1に記載のように変更した点以外、実施例1と同じ方法により磁気テープを作製した。

30

表1中、「磁性層の形成と配向」欄に「配向処理なし」と記載されている比較例は、磁性層形成用組成物の塗布層について配向処理を行わずに磁気テープを作製した。

【 0 0 8 5 】

[実施例4]

非磁性層形成後、非磁性層の表面上に乾燥後の厚みが25 nmになるように磁性層形成用組成物を塗布して第一の塗布層を形成した。この第一の塗布層を、磁場の印加なしに表1に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中を通過させて第一の磁性層（配向処理なし）を形成した。

その後、第一の磁性層の表面上に乾燥後の厚みが25 nmになるように磁性層形成用組成物を塗布して第二の塗布層を形成した。この第二の塗布層が湿潤状態にあるうちに、表1に示す雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中で異極対向磁石を用いて表1の「磁性層の形成と配向」欄に記載の強度の磁場を第二の塗布層の表面に対して垂直方向に印加して垂直配向処理および乾燥処理を行い、第二の磁性層を形成した。

40

以上のように重層磁性層を形成した点以外、実施例1と同じ方法により磁気テープを作製した。

【 0 0 8 6 】

[実施例5]

強磁性粉末の処方率を表1に記載のように変更した点以外、実施例4と同じ方法で磁気テープを作製した。

【 0 0 8 7 】

50

[比較例 7]

非磁性層形成後、非磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第一の塗布層を形成した。この第一の塗布層が湿潤状態にあるうちに、表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中で異極対向磁石を用いて表 1 の「磁性層の形成と配向」欄に記載の強度の磁場を第一の塗布層の表面に対して垂直方向に印加して垂直配向処理および乾燥処理を行い、第一の磁性層を形成した。

その後、第一の磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第二の塗布層を形成した。この第二の塗布層を、磁場の印加なしに表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中を通過させて第二の磁性層（配向処理なし）を形成した。

10

以上のように重層磁性層を形成した点以外、比較例 2 と同じ方法により磁気テープを作製した。

【 0088 】

[比較例 8]

非磁性層形成後、非磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第一の塗布層を形成した。この第一の塗布層が湿潤状態にあるうちに、表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中で異極対向磁石を用いて表 1 の「磁性層の形成と配向」欄に記載の強度の磁場を第一の塗布層の表面に対して垂直方向に印加して垂直配向処理および乾燥処理を行い、第一の磁性層を形成した。

その後、第一の磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第二の塗布層を形成した。この第二の塗布層を、磁場の印加なしに表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中を通過させて第二の磁性層（配向処理なし）を形成した。

20

以上のように重層磁性層を形成した点および強磁性粉末の処方率を表 1 に記載のように変更した点以外、比較例 6 と同じ方法により磁気テープを作製した。

【 0089 】

[比較例 9]

非磁性層形成後、非磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第一の塗布層を形成した。この第一の塗布層を磁場の印加なしに表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中を通過させて第一の磁性層（配向処理なし）を形成した。

30

その後、第一の磁性層の表面上に乾燥後の厚みが 25 nm になるように磁性層形成用組成物を塗布して第二の塗布層を形成した。この第二の塗布層が湿潤状態にあるうちに、表 1 に記載の雰囲気温度（磁性層乾燥温度）の雰囲気中で異極対向磁石を用いて表 1 の「磁性層の形成と配向」欄に記載の強度の磁場を第二の塗布層の表面に対して垂直方向に印加して垂直配向処理および乾燥処理を行い、第二の磁性層を形成した。

以上のように重層磁性層を形成した点以外、比較例 1 と同じ方法により磁気テープを作製した。

【 0090 】

表 1 に記載の強磁性粉末の処方率とは、強磁性粉末全量 100.0 質量部に対する各強磁性粉末の質量基準の含有率である。表 1 に記載の強磁性粉末の平均粒子サイズは、先に記載した方法によって平均粒子サイズを測定した値である。表 1 に記載の強磁性粉末は、いずれも先に記載の方法により測定された平均板状比が 2.5 ~ 5.0 の範囲の板状強磁性六方晶バリウムフェライト粉末であった。

40

【 0091 】

[測定方法]

(1) 素地摩擦

まず、測定対象の磁性層表面に予めレーザーマーカで罫書きをいれ、そこから一定距離（約 100 μm ）離れた部分の原子間力顕微鏡（AFM; Atomic Force Microscope）画像を測定した。測定は、視野面積を 7 μm \times 7 μm として行った。

50

このとき、後述するように同一箇所の走査型電子顕微鏡（SEM；Scanning Electron Microscope）画像を撮りやすいように、カンチレバーを硬いもの（単結晶シリコン）に変えて、AFM上で罫書きを入れた。こうして測定したAFM画像から、基準面から15nm以上の高さにある突起を全て抽出した。そして突起が存在しないと判定された箇所を素地部分と特定し、Hysitron社TI-950型トライポインデントを用いて先に記載した方法により素地摩擦を測定した。

更に、AFM画像を測定したところと同一箇所のSEM画像を測定して成分マップを取得し、抽出した基準面から15nm以上の高さの突起がアルミナまたはコロイダルシリカにより形成された突起であることを確認した。また、各実施例および比較例では、上記SEMを用いた成分マップにおいて、素地部分にアルミナおよびコロイダルシリカは確認されなかった。

10

【0092】

（2）非磁性支持体および各層の厚み

作製した各磁気テープの磁性層、非磁性層、非磁性支持体およびバックコート層の厚みを以下の方法によって測定した。測定の結果、いずれの磁気テープにおいても、磁性層の厚みは50nm、非磁性層の厚みは0.7μm、非磁性支持体の厚みは5.0μm、バックコート層の厚みは0.5μmであった。

ここで測定された磁性層、非磁性層および非磁性支持体の厚みを、以下の屈折率の算出のために用いた。

（i）断面観察用試料の作製

20

特開2016-177851号公報の段落0193～0194に記載の方法にしたがい、磁気テープの磁性層側表面からバックコート層側表面までの厚み方向の全領域を含む断面観察用試料を作製した。

（ii）厚み測定

作製した試料をSTEM観察し、STEM像を撮像した。このSTEM像は、加速電圧300kVおよび撮像倍率450000倍で撮像したSTEM-HAADF（High-Angle Annular Dark Field）像であり、1画像に、磁気テープの磁性層側表面からバックコート層側表面までの厚み方向の全領域が含まれるように撮像した。こうして得られたSTEM像において、磁性層表面を表す線分の両端を結ぶ直線を、磁気テープの磁性層側表面を表す基準線として定めた。上記の線分の両端を結ぶ直線とは、例えば、STEM像を、断面観察用試料の磁性層側が画像の上方に位置しバックコート層側が下方に位置するように撮像した場合には、STEM像の画像（形状は長方形または正方形）の左辺と上記線分との交点とSTEM像の右辺と上記線分との交点とを結ぶ直線である。同様に磁性層と非磁性層との界面を表す基準線、非磁性層と非磁性支持体との界面を表す基準線、非磁性支持体とバックコート層との界面を表す基準線、磁気テープのバックコート層側表面を表す基準線を定めた。

30

磁性層の厚みは、磁気テープの磁性層側表面を表す基準線上の無作為に選んだ1箇所から、磁性層と非磁性層との界面を表す基準線までの最短距離として求めた。同様に、非磁性層、非磁性支持体およびバックコート層の厚みを求めた。

【0093】

40

（3）磁性層の N

以下では、エリプソメーターとしてウーラム社製M-2000Uを使用した。2層モデルまたは1層モデルの作成およびフィッティングは、解析ソフトとしてウーラム社製WVAS E32を使用して行った。

（i）非磁性支持体の屈折率測定

各磁気テープから測定用試料を切り出した。未使用の布にメチルエチルケトンを染み込ませ、この布を用いて測定用試料のバックコート層をふき取り除去して非磁性支持体表面を露出させた後、露出した表面の反射光がこの後に行われるエリプソメーターでの測定において検出されないように、この表面をサンドペーパーにより粗面化した。

その後、未使用の布にメチルエチルケトンを染み込ませ、この布を用いて測定用試料の磁

50

性層および非磁性層をふき取り除去した後、シリコンウェハー表面と粗面化した表面とを静電気を利用して貼り付けることにより、測定用試料を、磁性層および非磁性層を除去して露出した非磁性支持体表面（以下、「非磁性支持体の磁性層側表面」と記載する。）を上方に向けてシリコンウェハー上に配置した。

エリプソメーターを用いて、このシリコンウェハー上の測定用試料の非磁性支持体の磁性層側表面に先に記載したように入射光を入射させて および を測定した。得られた測定値および上記（２）で求めた非磁性支持体の厚みを用いて、先に記載した方法によって非磁性支持体の屈折率（長手方向における屈折率、幅方向における屈折率、長手方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率、および幅方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率）を求めた。

10

（ i i ）非磁性層の屈折率測定

各磁気テープから測定用試料を切り出した。未使用の布にメチルエチルケトンを染み込ませ、この布を用いて測定用試料のバックコート層をふき取り除去して非磁性支持体表面を露出させた後、露出した表面の反射光がこの後に行われる分光エリプソメーターでの測定において検出されないように、この表面をサンドペーパーにより粗面化した。

その後、未使用の布にメチルエチルケトンを染み込ませ、この布を用いて測定用試料の磁性層表面を軽くふき取り磁性層を除去して非磁性層表面を露出させた後、上記（ i ）と同様にシリコンウェハー上に測定用試料を配置した。

このシリコンウェハー上の測定用試料の非磁性層表面について、エリプソメーターを用いて測定を行い、分光エリプソメトリーにより、先に記載した方法によって非磁性層の屈折率（長手方向における屈折率、幅方向における屈折率、長手方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率、および幅方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率）を求めた。

20

（ i i i ）磁性層の屈折率測定

各磁気テープから測定用試料を切り出した。未使用の布にメチルエチルケトンを染み込ませ、この布を用いて測定用試料のバックコート層をふき取り除去して非磁性支持体表面を露出させた後、露出した表面の反射光がこの後に行われる分光エリプソメーターでの測定において検出されないように、この表面をサンドペーパーにより粗面化した。

その後、測定用試料を、上記（ i ）と同様にシリコンウェハー上に測定用試料を配置した。

このシリコンウェハー上の測定用試料の磁性層表面について、エリプソメーターを用いて測定を行い、分光エリプソメトリーにより、先に記載した方法によって磁性層の屈折率（長手方向における屈折率 N_x 、幅方向における屈折率 N_y 、長手方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率 N_{z1} 、および幅方向から入射光を入射させて測定される厚み方向における屈折率 N_{z2} ）を求めた。求められた値から、 N_{xy} 、 N_z を求め、更にこれらの差分の絶対値 N を求めた。実施例および比較例のいずれの磁気テープについても、求められた N_{xy} は、 N_z より大きな値（即ち $N_{xy} > N_z$ ）であった。

30

【 0 0 9 4 】

（ 4 ）垂直方向角型比（ S Q ; S q u a r e n e s s R a t i o ）

磁気テープの垂直方向角型比とは、磁気テープの垂直方向において測定される角型比である。角型比に関して記載する「垂直方向」とは、磁性層表面と直交する方向をいう。実施例および比較例の各磁気テープについて、振動試料型磁束計（東英工業社製）を用いて、 23 ± 1 の測定温度において、磁気テープに外部磁場を最大外部磁場 1194 kA/m （ 15 kOe ）かつスキャン速度 4.8 kA/m/秒 （ 600 Oe/秒 ）の条件で掃引して垂直方向角型比を求めた。測定値は反磁界補正後の値であり、振動試料型磁束計のサンプルプローブの磁化をバックグラウンドノイズとして差し引いた値として得るものとする。一態様では、磁気テープの垂直方向角型比は 0.60 以上 1.00 以下であることが好ましく、 0.65 以上 1.00 以下であることがより好ましい。また、一態様では、磁気テープの垂直方向角型比は、例えば 0.90 以下、 0.85 以下、または 0.80 以下であることもでき、これらの値を上回ることもできる。

40

【 0 0 9 5 】

50

[ミッシングパルス発生頻度]

以下の評価は、温度 13℃ かつ相対湿度 80% の低温高湿環境下で行った。

実施例および比較例の各磁気テープ（磁気テープ全長 500m）を収容した磁気テープカートリッジを、IBM 社製 LTO - G6（Linear Tape - Open Generation 6）ドライブにセットした。その後、上記ドライブにおいて、磁気テープカートリッジ内の磁気テープを、テンション 0.6N、走行速度 8m/秒で、上記ドライブの磁気ヘッドと磁性層表面とを接触させ摺動させながら 1500 往復走行させた。

上記走行後の磁気テープカートリッジを上記ドライブから取り出し、別のドライブ（IBM 社製 LTO - G6 ドライブ）にセットし、磁気テープを走行させて磁気ヘッドと磁性層表面とを接触させ摺動させながら情報の記録および再生を行った。走行中の再生信号を外部 AD（Analog / Digital）変換装置に取り込み、再生信号振幅が平均（全トラックでの測定値の平均）に対して 70% 以上低下した信号をミッシングパルスとして、その発生頻度（発生回数）を磁気テープ全長で除して、磁気テープの単位長さ当たり（1m 当たり）のミッシングパルス発生頻度（単位：回/m）として求めた。ミッシングパルス発生頻度が 5.0 回/m 以下であれば、実用上、信頼性の高い磁気テープと判断することができる。

【 0096 】

以上の結果を、表 1（表 1 - 1 ~ 表 1 - 4）に示す。

【 0097 】

10

20

30

40

50

【 表 1 - 1 】

		実施例1	実施例2	実施例3
強磁性粉末(1)	平均粒子サイズ (nm)	22	22	22
	処方率	99.0%	99.0%	99.0%
強磁性粉末(2)	平均粒子サイズ (nm)	60	60	60
	処方率	1.0%	1.0%	1.0%
磁性液ビーズ分散時間		50時間	50時間	50時間
磁性液分散 ビーズ径		0.1mm	0.1mm	0.1mm
磁性液 ポリウレタン樹脂のSO ₃ Na基含有量		330 eq/ton	330 eq/ton	330 eq/ton
磁性液 SO ₃ Na基含有ポリウレタン樹脂含有量		15.0部	15.0部	15.0部
非磁性層形成組成物分散時間		24時間	24時間	24時間
磁性層乾燥温度		50℃	50℃	50℃
カレンダー温度		100℃	100℃	100℃
磁性層の形成と配向		垂直配向	垂直配向	垂直配向
		0.5T	0.5T	0.5T
結果	垂直方向角型比 (SQ)	0.66	0.66	0.66
	ΔN	0.30	0.30	0.30
	素地摩擦	0.30	0.28	0.30
	ミッシングパルス発生頻度 (回/m)	3.0	3.0	2.0

【表 1 - 2】

		実施例4	実施例5	実施例6
強磁性粉末(1)	平均粒子サイズ (nm)	22	22	22
	処方率	99.0%	98.5%	99.0%
強磁性粉末(2)	平均粒子サイズ (nm)	60	60	60
	処方率	1.0%	1.5%	1.0%
磁性液ビーズ分散時間		50時間	50時間	50時間
磁性液分散 ビーズ径		0.1mm	0.1mm	0.1mm
磁性液 ポリウレタン樹脂のSO ₃ Na基含有量		330 eq/ton	330 eq/ton	330 eq/ton
磁性液 SO ₃ Na基含有ポリウレタン樹脂含有量		15.0部	15.0部	15.0部
非磁性層形成用組成物分散時間		24時間	24時間	24時間
磁性層乾燥温度		50℃	50℃	50℃
カレンダー温度		100℃	100℃	100℃
磁性層の形成と配向		第二の磁性層:垂直配向0.5T /第一の磁性層:配向処理なし	第二の磁性層:垂直配向0.5T /第一の磁性層:配向処理なし	垂直配向 0.2T
結果	垂直方向角型比 (SQ)	0.60	0.60	0.60
	ΔN	0.35	0.35	0.25
	素地摩擦	0.28	0.20	0.28
	ミッシングパルス発生頻度 (回/m)	2.0	1.0	3.0

【 0 0 9 9 】

10

20

30

40

50

【表 1 - 3】

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
強磁性粉末(1)	平均粒子サイズ (nm)	22	22	22	22	22	22
	処方率	100%	100%	100%	99.0%	100%	99.0%
強磁性粉末(2)	平均粒子サイズ (nm)	-	-	-	60	-	60
	処方率	-	-	-	1.0%	-	1.0%
磁性液ビーズ分散時間		6時間	50時間	6時間	6時間	50時間	96時間
磁性液分散 ビーズ径		1.0mm	0.1mm	1.0mm	1.0mm	0.1mm	0.1mm
磁性液 ポリブレン樹脂のSO ₃ Na基含有量		60 eq/ton	330 eq/ton	60 eq/ton	60 eq/ton	330 eq/ton	330 eq/ton
磁性液 SO ₃ Na基含有ポリブレン樹脂含有量		25.0部	15.0部	25.0部	25.0部	15.0部	10.0部
非磁性層形成用組成物分散時間		3時間	24時間	3時間	3時間	24時間	48時間
磁性層乾燥温度		70℃	50℃	70℃	70℃	50℃	30℃
カレンダー温度		80℃	100℃	80℃	80℃	100℃	110℃
磁性層の形成と配向		配向処理なし	垂直配向	垂直配向	垂直配向	配向処理なし	垂直配向
結果	垂直方向角型比 (SQ)	0.50	0.66	0.55	0.55	0.53	0.5T
	ΔN	0.10	0.30	0.20	0.20	0.20	0.80
	素地摩擦	0.48	0.40	0.45	0.30	0.45	0.45
	ミッシングパルス発生頻度 (回/m)	10.0	10.0	10.0	8.0	10.0	7.0

【 0 1 0 0 】

10

20

30

40

50

【表 1 - 4】

強磁性粉末(1)	平均粒子サイズ (nm)	比較例7 22	比較例8 22	比較例9 22
	処方率	100%	100%	100%
強磁性粉末(2)	平均粒子サイズ (nm)	-	-	-
	処方率	-	-	-
磁性液ビーズ分散時間	50時間	50時間	96時間	6時間
磁性液分散 ビーズ径	0.1mm	0.1mm	0.1mm	1.0mm
磁性液 ポリウレタン樹脂のSO ₃ Na基含有量	330 eq/ton	330 eq/ton	330 eq/ton	60 eq/ton
磁性液 SO ₃ Na基含有ポリウレタン樹脂含有量	15.0部	15.0部	10.0部	25.0部
非磁性層形成用組成物分散時間	24時間	24時間	48時間	3時間
磁性層乾燥温度	50℃	50℃	30℃	70℃
カレンダー温度	100℃	100℃	110℃	80℃
磁性層の形成と配向	第二の磁性層:配向処理なし /第一の磁性層:垂直配向0.5T	第二の磁性層:配向処理なし /第一の磁性層:垂直配向0.5T	第二の磁性層:配向処理なし /第一の磁性層:垂直配向0.5T	第二の磁性層:垂直配向0.5T /第一の磁性層:配向処理なし
	垂直方向角型比 (SQ)	0.60	0.66	0.53
結果	ΔN	0.20	0.20	0.20
	素地摩擦	0.45	0.45	0.40
	ミッシングパルス発生頻度 (回/m)	10.0	12.0	9.0

【0101】

表1に示す結果から、磁性層の N および素地摩擦がそれぞれ先に記載した範囲である実施例1～6の磁気テープでは、比較例1～9の磁気テープと比べて、低温高湿環境下で磁気テープ表面（磁性層表面）と磁気ヘッドとの摺動を繰り返してもミッシングパルス発生頻度が低いことが確認できる。

なお一般に、角型比は磁性層における強磁性粉末の存在状態の指標として知られている。ただし、表1に示すように、垂直方向角型比が同じ磁気テープであっても N は相違している（例えば実施例1～3と比較例8）。このことは、N は、磁性層における強磁性粉末の存在状態に加えて他の要因の影響も受ける値であることを示していると本発明者は考

10

20

30

40

50

えている。

【産業上の利用可能性】

【0102】

本発明の一態様は、データストレージ用磁気テープ等の各種磁気テープの技術分野において有用である。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 2 0 1 7 - 0 4 1 2 9 6 (J P , A)
 特開 2 0 1 6 - 0 7 1 9 1 2 (J P , A)
 特開平 0 8 - 1 0 2 0 4 1 (J P , A)
 特開 2 0 2 0 - 0 1 7 3 2 9 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
- | | |
|---------|-----------|
| G 1 1 B | 5 / 7 0 |
| G 1 1 B | 5 / 7 8 |
| G 1 1 B | 5 / 7 3 8 |
| G 1 1 B | 5 / 7 3 5 |
| G 1 1 B | 5 / 8 4 |