

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7128158号

(P7128158)

(45)発行日 令和4年8月30日(2022.8.30)

(24)登録日 令和4年8月22日(2022.8.22)

(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 5/735(2006.01)

G 1 1 B 5/735

G 1 1 B 5/738(2006.01)

G 1 1 B 5/738

G 1 1 B 5/706(2006.01)

G 1 1 B 5/706

請求項の数 10 (全33頁)

(21)出願番号 特願2019-149950(P2019-149950)

(22)出願日 令和1年8月19日(2019.8.19)

(65)公開番号 特開2021-34072(P2021-34072A)

(43)公開日 令和3年3月1日(2021.3.1)

審査請求日 令和3年8月30日(2021.8.30)

(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 今井 隆

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士

フイルム株式会社内

(72)発明者 片山 和俊

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 川中 龍太

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記録再生装置

(57)【特許請求の範囲】

【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テープであって、

70 10時間の加熱前後で、50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 1 が0.000以上0.012以下である磁気テープ。

【請求項2】

非磁性支持体の一方の表面側に前記磁性層を有し、他方の表面側に非磁性粉末を含むバックコート層を有し、下記式：

$$2 = a \times [D_a / (D_a + D_b)] + b \times [D_b / (D_a + D_b)]$$

により求められる変化量 2 が、0.000以上0.020以下である、請求項1に記載の磁気テープ；

式中、

D a は、前記非磁性支持体上の前記磁性層側の部分の厚みであり、

a は、前記加熱前後での前記磁性層側の部分の50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量であり、

D b は、前記非磁性支持体上の前記バックコート層側の部分の厚みであり、

b は、前記加熱前後での前記バックコート層側の部分の50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量である。

【請求項3】

前記磁性層側の部分の厚み D a が 0.20 μm 以上0.50 μm 以下であり、かつ

10

20

前記バックコート層側の部分の厚み D_b が $0.20\ \mu\text{m}$ 以上 $1.50\ \mu\text{m}$ 以下である、請求項 2 に記載の磁気テープ。

【請求項 4】

前記磁性層側の部分の厚み D_a が $0.20\ \mu\text{m}$ 以上 $1.00\ \mu\text{m}$ 以下であり、かつ前記バックコート層側の部分の厚み D_b が $0.20\ \mu\text{m}$ 以上 $0.90\ \mu\text{m}$ 以下である、請求項 2 に記載の磁気テープ。

【請求項 5】

前記バックコート層は、無機粉末およびカーボンブラックからなる群から選ばれる 1 種以上の非磁性粉末を含む、請求項 2 ～ 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、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】

前記強磁性粉末は、六方晶フェライト粉末である、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の磁気テープ。

【請求項 8】

前記強磁性粉末は、酸化鉄粉末である、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の磁気テープ。

【請求項 9】

請求項 1 ～ 8 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 10】

請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の磁気テープと、磁気ヘッドと、を含む磁気記録再生装置。

【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記録再生装置に関する。

【背景技術】

【0002】

磁気テープは、通常、非磁性支持体上に磁性層が形成された構成を有する（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 2007 - 48427 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

磁気テープへのデータの記録および再生は、通常、以下のように行われる。磁気テープをリールに巻装させて収容した磁気テープカートリッジを、ドライブと呼ばれる磁気記録再生装置にセットし、ドライブ内で磁気テープの送り出しおよび巻き取りを行うことにより磁気テープを走行させる。走行している磁気テープの表面（磁性層表面）をドライブに備えられた磁気ヘッドと接触させ摺動させることによって、磁性層へのデータの記録および記録されたデータの再生が行われる。

【0005】

上記のような走行中、磁気テープにはテンションが加わるため、磁気テープは応力が印加された状態にある。また、磁気テープカートリッジ内にリールに巻装されて収容された状態で保管されている間も、磁気テープは応力が印加された状態にある。このような使用中および/または保管中の応力印加によって生じ得る磁気テープの変形を抑制することは、データストレージメディアとしての磁気テープの信頼性を高めるうえで望ましい。これ

10

20

30

40

50

は、例えば以下の理由による。磁気テープへのデータの記録は、通常、磁気テープのデータバンドに磁気信号を記録することにより行われる。これにより、データバンドにデータトラックが形成される。一方、記録されたデータの再生時には、ドライブ内で、磁気ヘッドを磁気テープのデータトラックに追従させてデータトラックに記録された磁気信号の読み取りが行われる。ここで、磁気ヘッドがデータトラックに追従する精度が高いほど、再生エラーの発生を抑制することができ、データストレージメディアとしての磁気テープの信頼性を高めることができる。しかし、磁気テープがデータ記録後に大きく変形してしまうと、データの再生時に磁気ヘッドがデータトラックに追従する精度が低下し、再生エラーが発生し易くなってしまう。例えばこのような理由から、使用中および／または保管中の応力印加によって生じ得る磁気テープの変形を抑制することは望ましい。

10

【 0 0 0 6 】

本発明の一態様は、使用中および／または保管中の変形の抑制が可能な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】

【 0 0 0 7 】

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テープであって、

70 10時間の加熱前後で、50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 $\Delta \tan \delta$ が0.000以上0.012以下である磁気テープ、
に関する。

20

【 0 0 0 8 】

一形態では、上記磁気テープは、非磁性支持体の一方の表面側に上記磁性層を有し、他方の表面側に非磁性粉末を含むバックコート層を有し、下記式：

$$2 = a \times [D_a / (D_a + D_b)] + b \times [D_b / (D_a + D_b)]$$

により求められる変化量 $\Delta \tan \delta$ が、0.000以上0.020以下であることができる。

式中、

D_a は、上記非磁性支持体上の上記磁性層側の部分の厚みであり、

a は、上記加熱前後での上記磁性層側の部分の50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量であり、

D_b は、上記非磁性支持体上の上記バックコート層側の部分の厚みであり、

b は、上記加熱前後での上記バックコート層側の部分の50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量である。

30

厚み D_a の単位は、厚み D_b の単位と同じであればよく、例えば μm または nm であることができる。

【 0 0 0 9 】

一形態では、上記磁性層側の部分の厚み D_a は0.20 μm 以上0.50 μm 以下であることができ、上記バックコート層側の部分の厚み D_b が0.20 μm 以上1.50 μm 以下であることができる。

【 0 0 1 0 】

一形態では、上記磁性層側の部分の厚み D_a は0.20 μm 以上1.00 μm 以下であることができ、上記バックコート層側の部分の厚み D_b は0.20 μm 以上0.90 μm 以下であることができる。

40

【 0 0 1 1 】

一形態では、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、非磁性粉末を含む非磁性層を有することができる。

【 0 0 1 2 】

一形態では、上記バックコート層は、無機粉末およびカーボンブラックからなる群から選ばれる1種以上の非磁性粉末を含むことができる。

【 0 0 1 3 】

一形態では、上記強磁性粉末は、六方晶フェライト粉末であることができる。

50

【 0 0 1 4 】

一形態では、上記強磁性粉末は、 - 酸化鉄粉末であることができる。

【 0 0 1 5 】

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。

【 0 0 1 6 】

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

【発明の効果】

【 0 0 1 7 】

本発明の一態様によれば、使用中および／または保管中の変形の抑制が可能な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、かかる磁気テープ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。

10

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 8 】

[磁気テープ]

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テープであって、70 10時間の加熱前後で、50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 $\Delta \tan \delta$ が70 10時間の加熱前後で0.000以上0.012以下である磁気テープに関する。

【 0 0 1 9 】

以下、上記磁気テープについて、更に詳細に説明する。

20

【 0 0 2 0 】

< 損失正接 $\tan \delta$ の変化量 >

上記磁気テープは、70 10時間の加熱前後で、50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 $\Delta \tan \delta$ が0.000以上0.012以下である。上記変化量 $\Delta \tan \delta$ は、以下の方法によって求められる値である。

測定対象の磁気テープの長手方向から、長さ50.0mm、幅3.4mmのサンプルを複数切り出す。1つのサンプル（以下、「加熱ありサンプル」と記載する。）は雰囲気温度70 の熱処理雰囲気中（絶対湿度：0.014kg/kg D.A.（Dry Air）以下）に10時間置いて加熱した後に、他の1つのサンプル（以下、「加熱なしサンプル」と記載する。）は上記加熱を行わずに、それぞれ動的粘弾性測定装置にチャック間距離が10.0mmとなるように固定する。上記熱処理雰囲気の雰囲気温度70 とは、詳しくは、69.5 以上70.4 以下の範囲の温度である。この点は、aおよびbを求める際の加熱についても同様である。各サンプルについて、以下の測定条件にて測定を行い、50 ~ 100 の範囲で0.5 ~ 2.0 の温度間隔で各測定温度において貯蔵弾性率および損失弾性率を求める。詳しくは、測定温度の最低温度は49.5 以上50.4 以下の範囲の温度であり、測定温度の最高温度は99.5 以上100.4 以下の範囲の温度である。測定温度とは、動的粘弾性測定装置内のサンプル近傍の雰囲気温度である。測定中、動的粘弾性測定装置の設定温度は、-20.0 から昇温速度2.0 /分で200.0 まで昇温する。損失正接 $\tan \delta$ は、「 $\tan \delta = \text{損失弾性率} / \text{貯蔵弾性率}$ 」により求められる。動的粘弾性測定装置としては、例えば日立ハイテクサイエンス社製DMS6100を使用することができる。各測定温度について、「（加熱なしサンプルの $\tan \delta$ ） - （加熱ありサンプルの $\tan \delta$ ）」を求め、50 ~ 100 の範囲の各測定温度において求められた「（加熱なしサンプルの $\tan \delta$ ） - （加熱ありサンプルの $\tan \delta$ ）」の最大値を、50 ~ 100 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 $\Delta \tan \delta$ とする。

30

40

（測定条件）

測定モード：引張り

周波数：1Hz（ヘルツ）

歪振幅：0.1%

50

走査温度： - 2 0 . 0 ~ 2 0 0 . 0

【 0 0 2 1 】

本発明者は鋭意検討を重ねる中で、上記方法により求められる $\tan \delta$ の変化量 1 が、使用中および/または保管中、即ち応力が印加される状態での磁気テープの変形と相関すると考えるに至った。上記加熱前後での $\tan \delta$ の変化量が小さいことは、弾性に比べて粘性流動性が小さいことを意味していると考えられ、このことが応力印加下での経時を伴う力学的な時間変化（変形）を抑制することに寄与すると本発明者は推察している。ただし推察に過ぎず、本発明を限定するものではない。そして本発明者は更に鋭意検討を重ねた結果、磁気テープの粘弾性特性を上記方法により求められる $\tan \delta$ の変化量 1 が 0 . 0 0 0 以上 0 . 0 1 2 以下となるように制御することによって、磁気テープの使用

10

【 0 0 2 2 】

上記磁気テープは、7 0 ~ 1 0 時間の加熱前後で、5 0 ~ 1 0 0 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量 1 が 0 . 0 0 0 以上 0 . 0 1 2 以下である。上記変化量 1 は、走行中および/または保管中の変形を抑制する観点から、0 . 0 1 2 以下であり、かかる変形をより一層抑制する観点から、0 . 0 1 0 以下であることが好ましく、0 . 0 0 8 以下であることがより好ましく、0 . 0 0 6 以下であることが更に好ましく、0 . 0 0 4 以下であることが一層好ましい。上記変化量 1 は、0 . 0 0 0 以上であり、0 . 0 0 0 であることもでき、一形態では、0 . 0 0 1 以上、0 . 0 0 2 以上または 0 . 0 0 3 以上であることもできる。

20

【 0 0 2 3 】

磁気テープの上記変化量 1 は、例えば、非磁性支持体上に設けられる各種層の粘弾性特性を調整することによって制御できる。非磁性支持体の一方の表面側には磁性層が設けられる。非磁性支持体上に直接磁性層を設けることができ、または非磁性支持体と磁性層との間に非磁性粉末を含む非磁性層を設けることができる。また、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設けることもできる。上記変化量 1 を制御する手段の一例としては、非磁性支持体の一方の表面側に磁性層を有し、他方の表面側に非磁性粉末を含むバックコート層を有する磁気テープにおいて、非磁性支持体上の磁性層側の部分およびバックコート層側の部分のそれぞれの粘弾性特性および厚みを考慮して、下記式によって算出される変化量 2 を調整することを挙げることができる。「磁性層側の部分」とは、非磁性支持体の磁性層を有する表面上に設けられた層であり、複数の層が設けられている場合にはそれらの層全体をいう。「バックコート層側の部分」についても同様である。一形態では、非磁性支持体上の磁性層側の部分とバックコート層側の部分について下記式により求められる変化量 2 が、0 . 0 0 0 以上 0 . 0 2 0 以下であることが好ましい。

30

【 0 0 2 4 】

$$2 = a \times [D a / (D a + D b)] + b \times [D b / (D a + D b)]$$

40

【 0 0 2 5 】

上記式中、 $D a$ は、非磁性支持体上の磁性層側の部分の厚みであり、 a は、先に記載したように磁気テープを 7 0 ~ 1 0 時間加熱する加熱前後の非磁性支持体上の磁性層側の部分の 5 0 ~ 1 0 0 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量である。 $D b$ は、非磁性支持体上のバックコート層側の部分の厚みであり、 b は、先に記載したように磁気テープを 7 0 ~ 1 0 時間加熱する加熱前後のバックコート層側の部分の 5 0 ~ 1 0 0 の範囲の測定温度における損失正接 $\tan \delta$ の変化量である。変化量 2 は、0 . 0 1 8 以下であることがより好ましく、0 . 0 1 6 以下であることが更に好ましく、0 . 0 1 4 以下であることが一層好ましく、0 . 0 1 2 以下であることがより一層好ましく、0 . 0 1 0 以下であることが更に一層好ましい。上記変化量 2 は、0 . 0 0 0 以上で

50

あることができ、0.000であることもでき、一形態では、0.001以上、0.002以上または0.003以上であることもできる。

【0026】

変化量 a は、以下の方法によって求められる。

測定対象の磁気テープの長手方向から、長さ50.0mm、幅3.4mmのサンプルを複数切り出す。各サンプルから非磁性支持体上の磁性層側の部分を除去する。または、非磁性支持体上の磁性層側の部分を除去した後に上記のようにサンプルの切り出しを行う。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テープでは磁性層であり、非磁性支持体上に非磁性粉末を含む非磁性層と磁性層とを有する磁気テープでは非磁性層および磁性層である。磁性層側の部分は、溶剤を用いる拭き取り等の公知の方法によって除去することができる。

非磁性支持体上から磁性層側の部分が除去されたサンプルのうちの1つのサンプル（以下、「除去済加熱ありサンプル」と記載する。）は雰囲気温度70の熱処理雰囲気中（絶対湿度：0.014kg/kgD.A.以下）に10時間置いて加熱した後に、50～100の範囲の各測定温度における貯蔵弾性率および損失弾性率を求める。各測定温度について、除去済加熱ありサンプルについて求められた貯蔵弾性率 $E'(T)$ 除去品および損失弾性率 $E''(T)$ 除去品と、同じ磁気テープについて、変化量1を求めるために磁性層側の部分を除去せずに測定に付された加熱ありサンプルについて得られた貯蔵弾性率 $E'(T)$ テープおよび損失弾性率 $E''(T)$ テープから、下記式によって、磁性層側の部分の各測定温度での貯蔵弾性率 $E'(T)$ および損失弾性率 $E''(T)$ を求める。下記式中、「 D テープ」は磁気テープの総厚、即ち磁性層側の部分を除去せずに測定に付された加熱ありサンプルの厚みであり、「 D 除去品」は磁性層側の部分が除去されたサンプルの厚み、即ち磁気テープの磁性層側の部分を除く厚みである。こうして求められた貯蔵弾性率 $E'(T)$ および損失弾性率 $E''(T)$ から、非磁性支持体上の磁性層側の部分について、上記加熱後の各測定温度における損失正接 $\tan \delta$ を、「 $\tan \delta = \text{損失弾性率 } E''(T) / \text{貯蔵弾性率 } E'(T)$ 」として算出する。

【0027】

【数1】

$$\text{非磁性支持体上の磁性層側の部分の貯蔵弾性率 } E'(T) = \frac{E'(T)_{\text{テープ}} \times D_{\text{テープ}} - E'(T)_{\text{除去品}} \times D_{\text{除去品}}}{D_{\text{テープ}} - D_{\text{除去品}}}$$

$$\text{非磁性支持体上の磁性層側の部分の損失弾性率 } E''(T) = \frac{E''(T)_{\text{テープ}} \times D_{\text{テープ}} - E''(T)_{\text{除去品}} \times D_{\text{除去品}}}{D_{\text{テープ}} - D_{\text{除去品}}}$$

【0028】

上記除去済加熱ありサンプルとは別に、非磁性支持体上から磁性層側の部分が除去されたサンプルのうちの他の1つのサンプル（以下、「除去済加熱なしサンプル」と記載する。）について、上記と同様に各測定温度での貯蔵弾性率および損失弾性率を求める。こうして求められた除去済加熱なしサンプルの貯蔵弾性率および損失弾性率と、同じ磁気テープについて、変化量1を求めるために磁性層側の部分を除去せずに測定に付された加熱なしサンプルについて得られた各測定温度における貯蔵弾性率および損失弾性率と、を用いて、除去済加熱ありサンプルについて記載した方法と同様に、非磁性支持体上の磁性層側の部分について、上記加熱なしの各測定温度における損失正接 $\tan \delta$ を算出する。各測定温度について、「（除去済加熱なしサンプルの $\tan \delta$ ）-（除去済加熱ありサンプルの $\tan \delta$ ）」を求め、50～100の範囲の各測定温度において求められた「（除去済加熱なしサンプルの $\tan \delta$ ）-（除去済加熱ありサンプルの $\tan \delta$ ）」の最大値を、50～100の範囲の測定温度における非磁性支持体上の磁性層側の部分の損失正接 $\tan \delta$ の変化量 a とする。

【0029】

また、上記の 2 の算出式中、 D_b は、非磁性支持体上のバックコート層側の部分の厚みであり、 b は、先に記載したように磁気テープを 70 ～ 10 時間加熱する加熱前後のバックコート層側の部分の 50 ～ 100 の範囲の測定温度における損失正接 \tan の変化量である。変化量 b は、非磁性支持体上のバックコート層側の部分を除去したサンプルを使用する点以外は上記の変化量 a を求めるための方法と同様の方法によって求められる。

【0030】

本発明および本明細書における各部分の厚み、非磁性支持体の厚み、各層の厚みおよび磁気テープの総厚は、公知の方法によって求めることができる。例えば、磁性層の厚みは、以下の方法により求められる。磁気テープ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、露出した断面について走査型電子顕微鏡 (SEM; Scanning Electron Microscope) により断面の SEM 画像を取得する。無作為に抽出した 10 箇所について断面の SEM 画像を取得する。こうして取得された 10 画像について、各 SEM 画像の無作為に抽出した 1 箇所において磁性層の厚みを測定する。こうして 10 画像について求められた 10 個の測定値の算術平均として、磁性層の厚みを求めることができる。磁性層の厚みを求める際、磁性層と隣接する部分 (例えば非磁性層) との界面は、特開 2017-33617 号公報の段落 0029 に記載の方法により特定することができる。その他の厚みも、同様に求めることができる。

【0031】

非磁性支持体上の磁性層側の部分の \tan の変化量 a は、例えば、磁性層側の部分に含まれている成分の種類によって制御することができる。一例として、磁性層側の部分に結合剤が含まれる場合、結合剤の種類によって制御することができる。結合剤としてガラス転移温度が高い結合剤を使用することにより、 a の値は小さくなる傾向がある。例えば、非磁性層の結合剤としてガラス転移温度が高い結合剤を使用することにより、 a の値は小さくなる傾向がある。また、バックコート層側の部分の \tan の変化量 b は、例えば、バックコート層側の部分に含まれている成分の種類によって制御することができる。一例として、バックコート層側の部分に結合剤が含まれる場合、結合剤の種類によって制御することができる。結合剤としてガラス転移温度が高い結合剤を使用することにより、 b の値は小さくなる傾向がある。また、バックコート層に含まれる非磁性粉末の種類によっても b の値を制御することができる。この点の詳細は後述する。

上記変化量 2 に関して、非磁性支持体上の両側にそれぞれ設けられている各種層の厚みに占める磁性層側の部分の厚みが厚いほど、即ち「 $D_a / (D_a + D_b)$ 」の値が大きいほど、磁性層側の部分の \tan の変化量 a が 2 に与える影響は大きい。また、非磁性支持体上の両側にそれぞれ設けられている各種層の厚みに占めるバックコート層側の部分の厚みが厚いほど、即ち「 $D_b / (D_a + D_b)$ 」の値が大きいほど、バックコート層側の部分の \tan の変化量 b が 2 に与える影響は大きい。各部分の厚みも考慮して磁性層側の部分およびバックコート層側の部分を構成する成分を選択することによって、上記変化量 2 の値を制御することができる。

【0032】

以下に、上記磁気テープが有する各層の詳細等を更に説明する。

【0033】

<磁性層>

(強磁性粉末)

磁性層は、強磁性粉末を含む。磁性層に含まれる強磁性粉末としては、各種磁気記録媒体の磁性層において用いられる強磁性粉末として公知の強磁性粉末を使用することができる。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は記録密度向上の観点から好ましい。この点から、強磁性粉末の平均粒子サイズは 50 nm 以下であることが好ましく、45 nm 以下であることがより好ましく、40 nm 以下であることが更に好ましく、35 nm 以下であることが一層好ましく、30 nm 以下であることがより一層好ましく、25 nm 以下であることが更に一層好ましく、20 nm 以下であることがなお一層好

10

20

30

40

50

ましい。一方、磁化の安定性の観点からは、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、8 nm以上であることがより好ましく、10 nm以上であることが更に好ましく、15 nm以上であることが一層好ましく、20 nm以上であることがより一層好ましい。

【0034】

六方晶フェライト粉末

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2011-225417号公報の段落0012~0030、特開2011-216149号公報の段落0134~0136、特開2012-204726号公報の段落0013~0030および特開2015-127985号公報の段落0029~0084を参照できる。

10

【0035】

本発明および本明細書において、「六方晶フェライト粉末」とは、X線回折分析によって、主相として六方晶フェライト型の結晶構造が検出される強磁性粉末をいうものとする。主相とは、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帰属する構造をいう。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六方晶フェライト型の結晶構造に帰属される場合、六方晶フェライト型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。X線回折分析によって単一の構造のみが検出された場合には、この検出された構造を主相とする。六方晶フェライト型の結晶構造は、構成原子として、少なくとも鉄原子、二価金属原子および酸素原子を含む。二価金属原子とは、イオンとして二価のカチオンになり得る金属原子であり、ストロンチウム原子、バリウム原子、カルシウム原子等のアルカリ土類金属原子、鉛原子等を挙げることができる。本発明および本明細書において、六方晶ストロンチウムフェライト粉末とは、この粉末に含まれる主な二価金属原子がストロンチウム原子であるものをいい、六方晶バリウムフェライト粉末とは、この粉末に含まれる主な二価金属原子がバリウム原子であるものをいう。主な二価金属原子とは、この粉末に含まれる二価金属原子の中で、原子%基準で最も多くを占める二価金属原子をいうものとする。ただし、上記の二価金属原子には、希土類原子は含まれないものとする。本発明および本明細書における「希土類原子」は、スカンジウム原子(Sc)、イットリウム原子(Y)、およびランタノイド原子からなる群から選択される。ランタノイド原子は、ランタン原子(La)、セリウム原子(Ce)、プラセオジウム原子(Pr)、ネオジウム原子(Nd)、プロメチウム原子(Pm)、サマリウム原子(Sm)、ユウロピウム原子(Eu)、ガドリニウム原子(Gd)、テルビウム原子(Tb)、ジスプロシウム原子(Dy)、ホルミウム原子(Ho)、エルビウム原子(Er)、ツリウム原子(Tm)、イッテルビウム原子(Yb)、およびルテチウム原子(Lu)からなる群から選択される。

20

30

【0036】

以下に、六方晶フェライト粉末の一態様である六方晶ストロンチウムフェライト粉末について、更に詳細に説明する。

【0037】

六方晶ストロンチウムフェライト粉末の活性化体積は、好ましくは800~1500 nm³の範囲である。上記範囲の活性化体積を示す微粒子化された六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、優れた電磁変換特性を発揮する磁気テープの作製のために好適である。六方晶ストロンチウムフェライト粉末の活性化体積は、好ましくは800 nm³以上であり、例えば850 nm³以上であることもできる。また、電磁変換特性の更なる向上の観点から、六方晶ストロンチウムフェライト粉末の活性化体積は、1400 nm³以下であることがより好ましく、1300 nm³以下であることが更に好ましく、1200 nm³以下であることが一層好ましく、1100 nm³以下であることがより一層好ましい。

40

【0038】

「活性化体積」とは、磁化反転の単位であって、粒子の磁気的な大きさを示す指標である。本発明および本明細書に記載の活性化体積および後述の異方性定数Kuは、振動試料

50

型磁束計を用いて保磁力 H_c 測定部の磁場スweep速度 3 分と 30 分とで測定し（測定温度： 23 ± 1 ）、以下の H_c と活性化体積 V との関係式から求められる値である。なお異方性定数 K_u の単位に関して、 $1 \text{ erg/cc} = 1.0 \times 10^{-1} \text{ J/m}^3$ である。

$$H_c = 2 K_u / M_s \{ 1 - [(k T / K_u V) \ln (A t / 0.693)]^{1/2} \}$$
 [上記式中、 K_u : 異方性定数（単位： J/m^3 ）、 M_s : 飽和磁化（単位： kA/m ）、 k : ボルツマン定数、 T : 絶対温度（単位： K ）、 V : 活性化体積（単位： cm^3 ）、 A : スピン歳差周波数（単位： s^{-1} ）、 t : 磁界反転時間（単位： s ）]

【 0039 】

熱揺らぎの低減、換言すれば熱的安定性の向上の指標としては、異方性定数 K_u を上げることができる。六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、好ましくは $1.8 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以上の K_u を有することができ、より好ましくは $2.0 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以上の K_u を有することができる。また、六方晶ストロンチウムフェライト粉末の K_u は、例えば $2.5 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以下であることができる。ただし K_u が高いほど熱的安定性が高いことを意味し好ましいため、上記例示した値に限定されるものではない。

【 0040 】

六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、希土類原子を含んでいてもよく、含まなくてもよい。六方晶ストロンチウムフェライト粉末が希土類原子を含む場合、鉄原子 100 原子% に対して、 $0.5 \sim 5.0$ 原子% の含有率（バルク含有率）で希土類原子を含むことが好ましい。希土類原子を含む六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、一形態では、希土類原子表層部偏在性を有することができる。本発明および本明細書における「希土類原子表層部偏在性」とは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を酸により部分溶解して得られた溶解液中の鉄原子 100 原子% に対する希土類原子含有率（以下、「希土類原子表層部含有率」または希土類原子に関して単に「表層部含有率」と記載する。）が、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を酸により全溶解して得られた溶解液中の鉄原子 100 原子% に対する希土類原子含有率（以下、「希土類原子バルク含有率」または希土類原子に関して単に「バルク含有率」と記載する。）と、

希土類原子表層部含有率 / 希土類原子バルク含有率 > 1.0

の比率を満たすことを意味する。後述の六方晶フェライト粉末の希土類原子含有率とは、希土類原子バルク含有率と同義である。これに対し、酸を用いる部分溶解は六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部を溶解するため、部分溶解により得られる溶解液中の希土類原子含有率とは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部における希土類原子含有率である。希土類原子表層部含有率が、「希土類原子表層部含有率 / 希土類原子バルク含有率 > 1.0 」の比率を満たすことは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子において、希土類原子が表層部に偏在（即ち内部より多く存在）していることを意味する。本発明および本明細書における表層部とは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表面から内部に向かう一部領域を意味する。

【 0041 】

六方晶フェライト粉末が希土類原子を含む場合、希土類原子含有率（バルク含有率）は、鉄原子 100 原子% に対して $0.5 \sim 5.0$ 原子% の範囲であることが好ましい。上記範囲のバルク含有率で希土類原子を含み、かつ六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部に希土類原子が偏在していることは、繰り返し再生における再生出力の低下を抑制することに寄与すると考えられる。これは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末が上記範囲のバルク含有率で希土類原子を含み、かつ六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部に希土類原子が偏在していることにより、異方性定数 K_u を高めることができるためと推察される。異方性定数 K_u は、この値が高いほど、いわゆる熱揺らぎと呼ばれる現象の発生を抑制すること（換言すれば熱的安定性を向上させること）ができる。熱揺らぎの発生が抑制されることにより、繰り返し再生における再生出力の低下を抑制することができる。六方晶ストロンチウムフェライト粉末の粒子表層部に希土類原子が偏在することが、表層部の結晶格子内の鉄（ Fe ）のサイトのスピンを安定

化することに寄与し、これにより異方性定数 K_u が高まるのではないかと推察される。

また、希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末を磁性層の強磁性粉末として用いることは、磁気ヘッドとの摺動によって磁性層表面が削れることを抑制することにも寄与すると推察される。即ち、磁気テープの走行耐久性の向上にも、希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末が寄与し得ると推察される。これは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表面に希土類原子が偏在することが、粒子表面と磁性層に含まれる有機物質（例えば、結合剤および／または添加剤）との相互作用の向上に寄与し、その結果、磁性層の強度が向上するためではないかと推察される。

繰り返し再生における再生出力の低下をより一層抑制する観点および／または走行耐久性の更なる向上の観点からは、希土類原子含有率（バルク含有率）は、 $0.5 \sim 4.5$ 原子%の範囲であることがより好ましく、 $1.0 \sim 4.5$ 原子%の範囲であることが更に好ましく、 $1.5 \sim 4.5$ 原子%の範囲であることが一層好ましい。

【0042】

上記バルク含有率は、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を全溶解して求められる含有率である。なお本発明および本明細書において、特記しない限り、原子について含有率とは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を全溶解して求められるバルク含有率をいうものとする。希土類原子を含む六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、希土類原子として一種の希土類原子のみ含んでもよく、二種以上の希土類原子を含んでもよい。二種以上の希土類原子を含む場合の上記バルク含有率とは、二種以上の希土類原子の合計について求められる。この点は、本発明および本明細書における他の成分についても同様である。即ち、特記しない限り、ある成分は、一種のみ用いてもよく、二種以上用いてもよい。二種以上用いられる場合の含有量または含有率とは、二種以上の合計についていうものとする。

【0043】

六方晶ストロンチウムフェライト粉末が希土類原子を含む場合、含まれる希土類原子は、希土類原子のいずれか一種以上であればよい。繰り返し再生における再生出力の低下をより一層抑制する観点から好ましい希土類原子としては、ネオジム原子、サマリウム原子、イットリウム原子およびジスプロシウム原子を挙げることができ、ネオジム原子、サマリウム原子およびイットリウム原子がより好ましく、ネオジム原子が更に好ましい。

【0044】

希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末において、希土類原子は六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部に偏在していればよく、偏在の程度は限定されるものではない。例えば、希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末について、後述する溶解条件で部分溶解して求められた希土類原子の表層部含有率と後述する溶解条件で全溶解して求められた希土類原子のバルク含有率との比率、「表層部含有率／バルク含有率」は 1.0 超であり、 1.5 以上であることができる。「表層部含有率／バルク含有率」が 1.0 より大きいことは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子において、希土類原子が表層部に偏在（即ち内部より多く存在）していることを意味する。また、後述する溶解条件で部分溶解して求められた希土類原子の表層部含有率と後述する溶解条件で全溶解して求められた希土類原子のバルク含有率との比率、「表層部含有率／バルク含有率」は、例えば、 10.0 以下、 9.0 以下、 8.0 以下、 7.0 以下、 6.0 以下、 5.0 以下、または 4.0 以下であることができる。ただし、希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末において、希土類原子は六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子の表層部に偏在していればよく、上記の「表層部含有率／バルク含有率」は、例示した上限または下限に限定されるものではない。

【0045】

六方晶ストロンチウムフェライト粉末の部分溶解および全溶解について、以下に説明する。粉末として存在している六方晶ストロンチウムフェライト粉末については、部分溶解

10

20

30

40

50

および全溶解する試料粉末は、同一ロットの粉末から採取する。一方、磁気テープの磁性層に含まれている六方晶ストロンチウムフェライト粉末については、磁性層から取り出した六方晶ストロンチウムフェライト粉末の一部を部分溶解に付し、他の一部を全溶解に付す。磁性層からの六方晶ストロンチウムフェライト粉末の取り出しは、例えば、特開 2 0 1 5 - 9 1 7 4 7 号公報の段落 0 0 3 2 に記載の方法によって行うことができる。

上記部分溶解とは、溶解終了時に液中に六方晶ストロンチウムフェライト粉末の残留が目視で確認できる程度に溶解することをいう。例えば、部分溶解により、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を構成する粒子について、粒子全体を 1 0 0 質量%として 1 0 ~ 2 0 質量%の領域を溶解することができる。一方、上記全溶解とは、溶解終了時に液中に六方晶ストロンチウムフェライト粉末の残留が目視で確認されない状態まで溶解することをいう。

10

上記部分溶解および表層部含有率の測定は、例えば、以下の方法により行われる。ただし、下記の試料粉末量等の溶解条件は例示であって、部分溶解および全溶解が可能な溶解条件を任意に採用できる。

試料粉末 1 2 m g および 1 m o l / L 塩酸 1 0 m l を入れた容器（例えばビーカー）を、設定温度 7 0 のホットプレート上で 1 時間保持する。得られた溶解液を 0 . 1 μ m のメンブレンフィルタでろ過する。こうして得られたる液の元素分析を誘導結合プラズマ（ICP；Inductively Coupled Plasma）分析装置によって行う。こうして、鉄原子 1 0 0 原子%に対する希土類原子の表層部含有率を求めることができる。元素分析により複数種の希土類原子が検出された場合には、全希土類原子の合計含有率を、表層部含有率とする。この点は、バルク含有率の測定においても、同様である。

20

一方、上記全溶解およびバルク含有率の測定は、例えば、以下の方法により行われる。

試料粉末 1 2 m g および 4 m o l / L 塩酸 1 0 m l を入れた容器（例えばビーカー）を、設定温度 8 0 のホットプレート上で 3 時間保持する。その後は上記の部分溶解および表層部含有率の測定と同様に行い、鉄原子 1 0 0 原子%に対するバルク含有率を求めることができる。

【 0 0 4 6 】

磁気テープに記録されたデータを再生する際の再生出力を高める観点から、磁気テープに含まれる強磁性粉末の質量磁化 s が高いことは望ましい。この点に関して、希土類原子を含むものの希土類原子表層部偏在性を持たない六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、希土類原子を含まない六方晶ストロンチウムフェライト粉末と比べて s が大きく低下する傾向が見られた。これに対し、そのような s の大きな低下を抑制するうえでも、希土類原子表層部偏在性を有する六方晶ストロンチウムフェライト粉末は好ましいと考えられる。一形態では、六方晶ストロンチウムフェライト粉末の s は、 $45 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以上であることができ、 $47 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以上であることもできる。一方、 s は、ノイズ低減の観点からは、 $80 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以下であることが好ましく、 $60 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以下であることがより好ましい。 s は、振動試料型磁束計等の磁気特性を測定可能な公知の測定装置を用いて測定することができる。本発明および本明細書において、特記しない限り、質量磁化 s は、磁場強度 $1194 \text{ kA} / \text{m}$ (15 kOe) で測定される値とする。

30

40

【 0 0 4 7 】

六方晶フェライト粉末の構成原子の含有率（バルク含有率）に関して、ストロンチウム原子含有率は、鉄原子 1 0 0 原子%に対して、例えば 2 . 0 ~ 1 5 . 0 原子%の範囲であることができる。一形態では、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、この粉末に含まれる二価金属原子がストロンチウム原子のみであることができる。また他の一形態では、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、ストロンチウム原子に加えて一種以上の他の二価金属原子を含むこともできる。例えば、バリウム原子および/またはカルシウム原子を含むことができる。ストロンチウム原子以外の他の二価金属原子が含まれる場合、六方晶ストロンチウムフェライト粉末におけるバリウム原子含有率およびカルシウム原子含有率は、それぞれ、例えば、鉄原子 1 0 0 原子%に対して、0 . 0 5 ~ 5 . 0 原子%の範囲で

50

あることができる。

【 0 0 4 8 】

六方晶フェライトの結晶構造としては、マグネトプランバイト型（「M型」とも呼ばれる。）、W型、Y型およびZ型が知られている。六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、いずれの結晶構造を取るものであってもよい。結晶構造は、X線回折分析によって確認することができる。六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、X線回折分析によって、単一の結晶構造または二種以上の結晶構造が検出されるものであることができる。例えば一形態では、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、X線回折分析によってM型の結晶構造のみが検出されるものであることができる。例えば、M型の六方晶フェライトは、 $\text{AFe}_{12}\text{O}_{19}$ の組成式で表される。ここでAは二価金属原子を表し、六方晶ストロンチウムフェライト粉末がM型である場合、Aはストロンチウム原子（Sr）のみであるか、またはAとして複数の二価金属原子が含まれる場合には、上記の通り原子%基準で最も多くをストロンチウム原子（Sr）が占める。六方晶ストロンチウムフェライト粉末の二価金属原子含有率は、通常、六方晶フェライトの結晶構造の種類により定まるものであり、特に限定されるものではない。鉄原子含有率および酸素原子含有率についても、同様である。六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、少なくとも、鉄原子、ストロンチウム原子および酸素原子を含み、更に希土類原子を含むこともできる。更に、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、これら原子以外の原子を含んでもよく、含まなくてもよい。一例として、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、アルミニウム原子（Al）を含むものであってもよい。アルミニウム原子の含有率は、鉄原子100原子%に対して、例えば0.5～10.0原子%であることができる。繰り返し再生における再生出力低下をより一層抑制する観点からは、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、鉄原子、ストロンチウム原子、酸素原子および希土類原子を含み、これら原子以外の原子の含有率が、鉄原子100原子%に対して、10.0原子%以下であることが好ましく、0～5.0原子%の範囲であることがより好ましく、0原子%であってもよい。即ち、一形態では、六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、鉄原子、ストロンチウム原子、酸素原子および希土類原子以外の原子を含まなくてもよい。上記の原子%で表示される含有率は、六方晶ストロンチウムフェライト粉末を全溶解して求められる各原子の含有率（単位：質量%）を、各原子の原子量を用いて原子%表示の値に換算して求められる。また、本発明および本明細書において、ある原子について「含まない」とは、全溶解してICP分析装置により測定される含有率が0質量%であることをいう。ICP分析装置の検出限界は、通常、質量基準で0.01ppm（parts per million）以下である。上記の「含まない」とは、ICP分析装置の検出限界未満の量で含まれることを包含する意味で用いるものとする。六方晶ストロンチウムフェライト粉末は、一形態では、ビスマス原子（Bi）を含まないものであることができる。

【 0 0 4 9 】

金属粉末

強磁性粉末の好ましい具体例としては、強磁性金属粉末を挙げることができる。強磁性金属粉末の詳細については、例えば特開2011-216149号公報の段落0137～0141および特開2005-251351号公報の段落0009～0023を参照できる。

【 0 0 5 0 】

- 酸化鉄粉末

強磁性粉末の好ましい具体例としては、- 酸化鉄粉末を挙げることができる。本発明および本明細書において、「- 酸化鉄粉末」とは、X線回折分析によって、主相として

- 酸化鉄型の結晶構造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- 酸化鉄型の結晶構造に帰属される場合、- 酸化鉄型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。- 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G

a、Co、Ti、Al、Rh等の置換原子によって置換された - 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。ただし、上記磁気テープの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、ここで挙げた方法に限定されない。

【0051】

- 酸化鉄粉末の活性化体積は、好ましくは $300 \sim 1500 \text{ nm}^3$ の範囲である。上記範囲の活性化体積を示す微粒子化された - 酸化鉄粉末は、優れた電磁変換特性を発揮する磁気テープの作製のために好適である。 - 酸化鉄粉末の活性化体積は、好ましくは 300 nm^3 以上であり、例えば 500 nm^3 以上であることもできる。また、電磁変換特性の更なる向上の観点から、 - 酸化鉄粉末の活性化体積は、 1400 nm^3 以下であることがより好ましく、 1300 nm^3 以下であることが更に好ましく、 1200 nm^3 以下であることが一層好ましく、 1100 nm^3 以下であることがより一層好ましい。

10

【0052】

熱揺らぎの低減、換言すれば熱的安定性の向上の指標としては、異方性定数Kuを上げることができる。 - 酸化鉄粉末は、好ましくは $3.0 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ 以上のKuを有することができ、より好ましくは $8.0 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ 以上のKuを有することができる。また、 - 酸化鉄粉末のKuは、例えば $3.0 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ 以下であることができる。ただしKuが高いほど熱的安定性が高いことを意味し、好ましいため、上記例示した値に限定されるものではない。

20

【0053】

磁気テープに記録されたデータを再生する際の再生出力を高める観点から、磁気テープに含まれる強磁性粉末の質量磁化 s が高いことは望ましい。この点に関して、一形態では、 - 酸化鉄粉末の s は、 $8 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以上であることができ、 $12 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以上であることもできる。一方、 - 酸化鉄粉末の s は、ノイズ低減の観点からは、 $40 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以下であることが好ましく、 $35 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 以下であることがより好ましい。

【0054】

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。

30

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、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-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、粒子同士の間に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。

40

【0055】

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

50

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。

【0056】

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。

10

【0057】

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。

20

【0058】

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。

【0059】

（結合剤）

上記磁気テープは塗布型磁気テープであることができ、磁性層に結合剤を含むことができる。結合剤は、一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。一形態では結合剤によって a および b を調整し得ることは、先に記載した通りである。

30

以上の結合剤については、特開2010-24113号公報の段落0028～0031、特開2004-5795号公報の段落0006～0021等を参照できる。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1.0～80.0質量部の量で使用することができる。非磁性層およびバックコート層の結合剤量については、磁性層の結合剤量に関する記載を、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。

40

GPC装置：HLC-8120（東ソー社製）

50

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

溶離液：テトラヒドロフラン（THF）

【0060】

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。磁性層形成用組成物の硬化剤の含有量は、結合剤100.0質量部に対して例えば0～80.0質量部であることができ、磁性層の強度向上の観点からは50.0～80.0質量部であることができる。この点は、非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物についても同様である。

10

【0061】

（添加剤）

磁性層には、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、磁性層に含まれる添加剤としては、非磁性粉末（例えば無機粉末、カーボンブラック等）、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。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。後述す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。また、磁性層の添加剤については、特開2016-51493号公報の段落0035～0077も参照できる。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。また、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、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等）等が挙げられる。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。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することができる。研磨剤を含む磁性層に研磨剤の分散性を向上す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。

20

30

40

【0062】

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。

【0063】

<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、非磁性支持体表面上に直接磁性層を有していてもよく、非磁性支持体表面上に非磁性粉末を含む非磁性層を介して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、無機粉末でも有機粉末でもよい。また、カーボンブラック等も使用できる。無機粉末としては、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、金属硫化物等の粉末が挙げられる

50

。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。

【0064】

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。

【0065】

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。

【0066】

< 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、非磁性粉末を含むバックコート層を有することもでき、有さないこともできる。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いずれか一方または両方が含有されていることが好ましい。カーボンブラックとしては、例えば、平均粒子サイズが 17 nm 以上 50 nm 以下のカーボンブラック（以下、「微粒子カーボンブラック」と記載する。）を使用することができ、平均粒子サイズが 50 nm 超 300 nm 以下のカーボンブラック（以下、「粗粒子カーボンブラック」と記載する。）を使用することもできる。また、微粒子カーボンブラックと粗粒子カーボンブラックとを併用することもできる。

無機粉末としては、一般に非磁性層に使用される非磁性粉末、一般に磁性層に研磨剤として使用される非磁性粉末等を挙げることができ、中でも - 酸化鉄、 - アルミナ等が好ましい。バックコート層の無機粉末の平均粒子サイズは、例えば 5 ~ 250 nm の範囲であることができる。バックコート層の非磁性粉末として、カーボンブラックと無機粉末とを併用する場合、非磁性粉末の合計量に対する無機粉末の割合が高いほど、非磁性支持体上のバックコート層側の部分の $\tan \delta$ の変化量 b の値は小さくなる傾向がある。一形態では、非磁性粉末の合計量 100.0 質量部に対して、無機粉末が 50.0 質量部超含まれることが好ましく、70.0 ~ 90.0 質量部含まれることがより好ましい。以上のバックコート層の非磁性粉末に関する記載は、一形態では、非磁性層の非磁性粉末についても適用され得る。

【0067】

バックコート層は、結合剤を含むことができ、必要に応じて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。

【0068】

< 非磁性支持体 >

上記磁気テープは、少なくとも非磁性支持体および磁性層を有する。非磁性支持体（以下、単に「支持体」とも記載する。）としては、ポリエチレンナフタレート支持体、ポリアミド支持体、ポリエチレンテレフタレート支持体、ポリアミドイミド支持体等が挙げられる。これら支持体は、市販品として入手可能であるか、または公知の方法により製造す

10

20

30

40

50

ることができる。支持体としては、強度、可撓性等の観点から、ポリエチレンナフタレート支持体、ポリアミド支持体およびポリエチレンテレフタレート支持体が好ましい。ポリエチレンナフタレート支持体とは、少なくともポリエチレンナフタレート層を含む支持体を意味し、単層または二層以上のポリエチレンナフタレート層からなるものとポリエチレンナフタレート層に加えて一層以上の他の層を含むものとが包含される。この点は、他の支持体についても同様である。また、ポリアミドは、芳香族骨格および/または脂肪族骨格を含むものであることができ、芳香族骨格を含むポリアミド（芳香族ポリアミド）が好ましく、アラミドがより好ましい。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。

【0069】

<各種厚み>

非磁性支持体の厚みは、例えば3.00～80.00 μm であり、3.00～20.00 μm であることが好ましく、3.00～10.00 μm であることがより好ましい。

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より最適化することができ、一般には0.01 μm ～0.15 μm であり、高密度記録化の観点から、好ましくは0.02 μm ～0.12 μm であり、更に好ましくは0.03 μm ～0.10 μm 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二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。二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。

【0070】

非磁性支持体上のバックコート層側の部分の厚みD_bは、バックコート層の厚みであることができる。バックコート層の厚みは、一形態では、0.90 μm 以下であることが好ましく、0.70 μm 以下であることがより好ましく、また0.10 μm 以上であることが好ましく、0.20 μm 以上であることがより好ましい。この場合、非磁性支持体上の磁性層側の部分の厚みD_aは、0.15 μm 以上であることが好ましく、0.20 μm 以上であることがより好ましく、また1.00 μm 以下であることが好ましく、0.70 μm 以下であることがより好ましい。ここで、非磁性層の厚みは、0.08 μm 以上であることが好ましく、0.13 μm 以上であることがより好ましく、また0.93 μm 以下であることが好ましく、0.63 μm 以下であることがより好ましい。

また、他の一形態では、バックコート層の厚みは、1.80 μm 以下であることが好ましく、1.50 μm 以下であることがより好ましく、また0.15 μm 以上であることが好ましく、0.20 μm 以上であることがより好ましく、0.90 μm 超であることもでき、1.00 μm 以上であることもできる。この場合、非磁性支持体上の磁性層側の部分の厚みD_aは、0.15 μm 以上であることが好ましく、0.20 μm 以上であることがより好ましく、また0.50 μm 以下であることが好ましく、0.40 μm 以下であることがより好ましい。ここで、非磁性層の厚みは、0.08 μm 以上であることが好ましく、0.13 μm 以上であることがより好ましく、また0.42 μm 以下であることが好ましく、0.33 μm 以下であることがより好ましい。

【0071】

<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。溶剤としては、塗布型磁気記録媒体の製造に通常用いられる各種溶剤の一種または二種以上を用いることができる。溶剤については、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、公知

10

20

30

40

50

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。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。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 . 0 1 ~ 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。

【 0 0 7 2 】

（塗布工程）

磁性層は、磁性層形成用組成物を、非磁性支持体表面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、非磁性支持体の非磁性層および／または磁性層を有する（または非磁性層および／または磁性層が追って設けられる）表面とは反対側の表面に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 2 0 1 0 - 2 3 1 8 4 3 号公報の段落 0 0 6 6 を参照できる。

【 0 0 7 3 】

（その他の工程）

磁気テープの製造のためのその他の各種工程については、公知技術を適用できる。各種工程については、例えば特開 2 0 1 0 - 2 3 1 8 4 3 号公報の段落 0 0 6 7 ~ 0 0 7 0 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（未乾燥）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 2 0 1 0 - 2 4 1 1 3 号公報の段落 0 0 5 2 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。

各種工程を経ることによって、長尺状の磁気テープ原反を得ることができる。得られた磁気テープ原反は、公知の裁断機によって、磁気テープカートリッジに巻装すべき磁気テープの幅に裁断（スリット）される。上記の幅は規格にしたがい決定され、通常、1 / 2 インチである。1 インチ = 0 . 0 2 5 4 メートルである。

【 0 0 7 4 】

上記のように製造された磁気テープには、磁気記録再生装置における磁気ヘッドのトラッキング制御、磁気テープの走行速度の制御等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ができる。「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、サーボパターンの形成について説明する。

【 0 0 7 5 】

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）、アンブリチュードサーボ、周波数サーボ等が挙げられる。

【 0 0 7 6 】

ECMA (European Computer Manufacturers Association) 319 に示される通り、LTO (Linear Tape - Open) 規格に準拠した磁気テープ（一般に「LTO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。本発明および本明細書において、「タイミングベースサーボパターン」とは、タイミングベースサーボ方式のサーボシステムにおけるヘッドトラッキングを可能とするサーボパターンをいう。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

10

20

30

40

50

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、上記の一对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に形成されており、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。

【 0 0 7 7 】

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、LTO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。

10

【 0 0 7 8 】

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 (identification)」または「UDIM (Unique Data Band Identification Method) 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对のサーボストライプのうちの特定のものを、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、複数ある一对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。

20

【 0 0 7 9 】

なお、サーボバンドを一意に特定する方法には、ECMA 319に示されているようなスタガード方式を用いたものもある。このスタガード方式では、磁気テープの長手方向に連続的に複数配置された、互いに非平行な一对の磁気ストライプ(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。

30

【 0 0 8 0 】

また、各サーボバンドには、ECMA 319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、一对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。

【 0 0 8 1 】

40

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、一对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。

【 0 0 8 2 】

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、上記一对の磁気ストライプに対応した一对のギャップを、サーボバンドの数だけ有す

50

る。通常、各一对のギャップには、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、一对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、一对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、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、 $1\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上等に設定可能である。

【0083】

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、磁気テープに一樣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ことによって行われる。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。

【0084】

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。

【0085】

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記録再生装置に装着される。

【0086】

[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。

【0087】

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。

【0088】

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。

【0089】

[磁気記録再生装置]

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

【0090】

本発明および本明細書において、「磁気記録再生装置」とは、磁気テープへのデータの記録および磁気テープ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は、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、磁気テープ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表面と磁気ヘッドとが接触し摺動する装置をいう。

【0091】

上記磁気記録再生装置に含まれる磁気ヘッドは、磁気テープ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、磁気テープ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。

【0092】

上記磁気記録再生装置において、磁気テープへのデータの記録および/または磁気テープに記録されたデータの再生は、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。上記磁気記録再生装置は、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。

【0093】

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

10

20

30

40

50

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U D I M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】

【0094】

以下に、本発明を実施例により更に具体的に説明する。ただし本発明は、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」および「%」は、特記しない限り、「質量部」および「質量%」を示す。下記工程および評価は、特記しない限り、23 ± 1 °Cの大気中で行った。

【0095】

[実施例 1]

各層形成用組成物の処方を、下記に示す。

【0096】

< 磁性層形成用組成物の処方 >

(磁性液)

強磁性粉末 (種類 : 後述参照) : 100.0 部

オレイン酸 : 2.0 部

塩化ビニル共重合体 (カネカ社製 MR - 104) : 10.0 部

(重量平均分子量 : 55000、活性水素含有基 (ヒドロキシ基) : 0.33 meq / g、OSO₃K 基 (硫酸基のカリウム塩) : 0.09 meq / g)

SO₃Na 基含有ポリウレタン樹脂 : 4.0 部

(重量平均分子量 : 70000、活性水素含有基 (ヒドロキシ基) : 4 ~ 6 mg KOH / g、SO₃Na 基 (スルホン酸基のナトリウム塩) : 0.07 meq / g)

ポリアルキレンイミン系ポリマー (特開 2016 - 51493 号公報の段落 0115 ~ 0123 に記載の方法により得られた合成品) : 6.0 部

メチルエチルケトン : 150.0 部

シクロヘキサノン : 150.0 部

(研磨剤液)

- アルミナ (BET (Brunauer - Emmett - Teller) 比表面積 19 m² / g) : 6.0 部

SO₃Na 基含有ポリウレタン樹脂 : 0.6 部

(重量平均分子量 70000、SO₃Na 基 : 0.1 meq / g)

2,3 - ジヒドロキシナフタレン : 0.6 部

シクロヘキサノン : 23.0 部

(突起形成剤液)

コロイダルシリカ (平均粒子サイズ 120 nm) : 2.0 部

メチルエチルケトン : 8.0 部

(その他の成分)

ステアリン酸 : 3.0 部

ステアリン酸アミド : 0.3 部

ステアリン酸ブチル : 6.0 部

メチルエチルケトン : 110.0 部

シクロヘキサノン : 110.0 部

ポリイソシアネート (東ソー社製コロネート (登録商標) L) : 3.0 部

【0097】

< 非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物の処方 >

ポリウレタン 1 : 表 1 参照

ポリウレタン 2 : 表 1 参照

10

20

30

40

50

- 酸化鉄（戸田工業社製 DPN - 550RXN）：1000部

Fe_2O_3 ヘマタイト（ベンガラ）

平均粒子サイズ：200nm

長軸長：0.15 μm

BET比表面積：52 m^2/g

pH：6

タップ密度：0.8

DBP（Dibutyl phthalate）吸油量：27～38 $\text{g}/100\text{g}$

表面処理剤： Al_2O_3 、 SiO_2

カーボンブラック（三菱ケミカル社製 #950）：333部

平均粒子サイズ：18nm

BET比表面積：260 m^2/g

DBP吸油量：79 $\text{ml}/100\text{g}$ （粉状）

pH：7.5

フェニルフォスホン酸：40部

ポリイソシアネート（東ソー社製コロネートL）：25部

ブチルステアレート：8部

ステアリン酸：20部

メチルエチルケトン/シクロヘキサノン（8/2（質量比）混合溶剤）：250部

【0098】

<磁性層形成用組成物の調製>

磁性層形成用組成物を、以下の方法によって調製した。

上記磁性液の各種成分をバッチ式縦型サンドミルを用いて24時間分散（ビーズ分散）することにより、磁性液を調製した。分散ビーズとしては、ビーズ径0.5mmのジルコニアビーズを使用した。

研磨剤液は、上記の研磨剤液の各種成分を混合してビーズ径0.3mmのジルコニアビーズとともに横型ビーズミル分散機に入れ、ビーズ体積/（研磨剤液体積+ビーズ体積）が80%になるように調整し、120分間ビーズミル分散処理を行い、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した。こうして研磨剤液を調製した。

調製した磁性液および研磨剤液、ならびに上記の突起形成剤液およびその他の成分をディゾルバー攪拌機に導入し、周速10m/秒で30分間攪拌した後、フロー式超音波分散機により流量7.5kg/分で3パス処理した後に、孔径1 μm のフィルタでろ過して磁性層形成用組成物を調製した。

【0099】

<非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物の調製>

非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物は、上記処方の同じ組成物であり、以下の方法によって調製して使用した。

上記組成物の各種成分を、バッチ式縦型サンドミルによりビーズ径0.1mmのジルコニアビーズを使用して24時間分散し、その後、0.5 μm の平均孔径を有するフィルタを用いてろ過することにより得られた組成物を、非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物として使用した。

【0100】

厚み5.00 μm の二軸延伸芳香族ポリアミド支持体の表面上に、乾燥後の厚みが表1に記載の厚みになるように上記で調製した非磁性層形成用組成物を塗布および乾燥させて非磁性層を形成した後、非磁性層の表面上に乾燥後の厚みが0.07 μm になるように上記で調製した磁性層形成用組成物を塗布して塗布層を形成した。この磁性層形成用組成物の塗布層が湿潤（未乾燥）状態にあるうちに、磁場強度0.3Tの磁場を塗布層の表面に対し垂直方向に印加する垂直配向処理を施し、乾燥させた。その後、この支持体の反対面に乾燥後の厚みが表1に記載の厚みになるように上記で調製したバックコート層形成用組成

10

20

30

40

50

物を塗布し、乾燥させた。こうして磁気テープ原反を作製した。

その後、金属ロールのみから構成されるカレンダで、速度 100 m / 分、線圧 294 kN / m、カレンダロールの表面温度 90 で表面平滑化处理（カレンダ処理）を 1 回行った後、雰囲気温度 70 の環境で 36 時間加熱処理を行った。加熱処理後、1 / 2 インチ幅にスリットし、磁気テープを得た。1 インチ = 0.0254 メートルである。

以上により、実施例 1 の磁気テープを得た。

【0101】

[実施例 2 ~ 27、比較例 1 ~ 4]

各種項目を表 1 に示すように変更した点以外、実施例 1 と同様の方法で実施例 2 ~ 27 および比較例 1 ~ 4 の各磁気テープを作製した。

【0102】

表 1 中、「BaFe」は平均粒子サイズ（平均板径）21 nm の六方晶バリウムフェライト粉末を示す。「SrFe1」および「SrFe2」は六方晶ストロンチウムフェライト粉末を示し、「-酸化鉄」は -酸化鉄粉末を示す。

以下に記載の各種強磁性粉末の活性化体積および異方性定数 K_u は、各強磁性粉末について、振動試料型磁力計（東英工業社製）を用いて、先に記載の方法により求められた値である。

また、質量磁化 s は、振動試料型磁力計（東英工業社製）を用いて磁場強度 15 kOe で測定された値である。

【0103】

[強磁性粉末の作製方法]

< 六方晶ストロンチウムフェライト粉末の作製方法 1 >

表 1 に示す「SrFe1」は、以下の方法により作製された六方晶ストロンチウムフェライト粉末である。

SrCO₃ を 1707 g、H₃BO₃ を 687 g、Fe₂O₃ を 1120 g、Al(OH)₃ を 45 g、BaCO₃ を 24 g、CaCO₃ を 13 g、および Nd₂O₃ を 235 g 秤量し、ミキサーにて混合し原料混合物を得た。

得られた原料混合物を、白金ルツボで熔融温度 1390 で熔融し、融液を攪拌しつつ白金ルツボの底に設けた出湯口を加熱し、融液を約 6 g / 秒で棒状に出湯させた。出湯液を水冷双ローラーで圧延急冷して非晶質体を作製した。

作製した非晶質体 280 g を電気炉に仕込み、昇温速度 3.5 / 分にて 635（結晶化温度）まで昇温し、同温度で 5 時間保持して六方晶ストロンチウムフェライト粒子を析出（結晶化）させた。

次いで六方晶ストロンチウムフェライト粒子を含む上記で得られた結晶化物を乳鉢で粗粉碎し、ガラス瓶に粒径 1 mm のジルコニアビーズ 1000 g と濃度 1 % の酢酸水溶液を 800 mL 加えてペイントシェーカーにて 3 時間分散処理を行った。その後、得られた分散液をビーズと分離させステンレスピーカーに入れた。分散液を液温 100 で 3 時間静置させてガラス成分の溶解処理を行った後、遠心分離器で沈澱させてデカンテーションを繰り返して洗浄し、炉内温度 110 の加熱炉内で 6 時間乾燥させて六方晶ストロンチウムフェライト粉末を得た。

上記で得られた六方晶ストロンチウムフェライト粉末（表 1 中、「SrFe1」）の平均粒子サイズは 18 nm、活性化体積は 902 nm³、異方性定数 K_u は 2.2×10^5 J / m³、質量磁化 s は 49 A · m² / kg であった。

上記で得られた六方晶ストロンチウムフェライト粉末から試料粉末を 12 mg 採取し、この試料粉末を先に例示した溶解条件によって部分溶解して得られたる液の元素分析を ICP 分析装置によって行い、ネオジム原子の表層部含有率を求めた。

別途、上記で得られた六方晶ストロンチウムフェライト粉末から試料粉末を 12 mg 採取し、この試料粉末を先に例示した溶解条件によって全溶解して得られたる液の元素分析を ICP 分析装置によって行い、ネオジム原子のバルク含有率を求めた。

上記で得られた六方晶ストロンチウムフェライト粉末の鉄原子 100 原子 % に対するネ

10

20

30

40

50

オジウム原子の含有率（バルク含有率）は、2.9原子%であった。また、ネオジウム原子の表層部含有率は8.0原子%であった。表層部含有率とバルク含有率との比率、「表層部含有率/バルク含有率」は2.8であり、ネオジウム原子が粒子の表層に偏在していることが確認された。

【0104】

上記で得られた粉末が六方晶フェライトの結晶構造を示すことは、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すること（X線回折分析）により確認した。上記で得られた粉末は、マグネトブランバイト型（M型）の六方晶フェライトの結晶構造を示した。また、X線回折分析により検出された結晶相は、マグネトブランバイト型の単一相であった。

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

【0105】

<六方晶ストロンチウムフェライト粉末の作製方法2>

表1に示す「SrFe2」は、以下の方法により作製された六方晶ストロンチウムフェライト粉末である。

SrCO₃を1725g、H₃BO₃を666g、Fe₂O₃を1332g、Al(OH)₃を52g、CaCO₃を34g、BaCO₃を141g秤量し、ミキサーにて混合し原料混合物を得た。

得られた原料混合物を、白金ルツボで熔融温度1380℃で溶解し、融液を攪拌しつつ白金ルツボの底に設けた出湯口を加熱し、融液を約6g/秒で棒状に出湯させた。出湯液を水冷双ロールで急冷圧延して非晶質体を作製した。

得られた非晶質体280gを電気炉に仕込み、645℃（結晶化温度）まで昇温し、同温度で5時間保持し六方晶ストロンチウムフェライト粒子を析出（結晶化）させた。

次いで六方晶ストロンチウムフェライト粒子を含む上記で得られた結晶化物を乳鉢で粗粉碎し、ガラス瓶に粒径1mmのジルコニアビーズ1000gと濃度1%の酢酸水溶液を800mL加えてペイントシェーカーにて3時間分散処理を行った。その後、得られた分散液をビーズと分離させステンレスピーカーに入れた。分散液を液温100℃で3時間静置させてガラス成分の溶解処理を行った後、遠心分離器で沈澱させてデカンテーションを繰り返して洗浄し、炉内温度110℃の加熱炉内で6時間乾燥させて六方晶ストロンチウムフェライト粉末を得た。

得られた六方晶ストロンチウムフェライト粉末（表1中、「SrFe2」）の平均粒子サイズは19nm、活性化体積は1102nm³、異方性定数Kuは2.0×10⁵J/m³、質量磁化率sは50A・m²/kgであった。

【0106】

<-酸化鉄粉末の作製方法>

表1に示す「-酸化鉄」は、以下の方法により作製された-酸化鉄粉末である。

純水90gに、硝酸鉄（III）9水和物8.3g、硝酸ガリウム（III）8水和物1.3g、硝酸コバルト（II）6水和物190mg、硫酸チタン（IV）150mg、およびポリビニルピロリドン（PVP）1.5g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4.0g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1gを純水9gに溶解させて得たクエン酸水溶液を加え、

1 時間撈拌した。撈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 800 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、撈拌しながら濃度 25 % アンモニア水溶液を 40 g 滴下した。50 の温度を保ったまま 1 時間撈拌した後、テトラエトキシシラン (TEOS) 14 mL を滴下し、24 時間撈拌した。得られた反応溶液に、硫酸アンモニウム 50 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、炉内温度 1000 の加熱炉内に装填し、4 時間の加熱処理を施した。

10

加熱処理した強磁性粉末の前駆体を、4 mol / L の水酸化ナトリウム (NaOH) 水溶液中に投入し、液温を 70 に維持して 24 時間撈拌することにより、加熱処理した強磁性粉末の前駆体から不純物であるケイ酸化合物を除去した。

その後、遠心分離処理により、ケイ酸化合物を除去した強磁性粉末を採集し、純水で洗浄を行い、強磁性粉末を得た。

得られた強磁性粉末の組成を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) により確認したところ、Ga、Co および Ti 置換型 - 酸化鉄 (- Ga_{0.28}Co_{0.05}Ti_{0.05}Fe_{1.62}O₃) であった。また、先に六方晶ストロンチウムフェライト粉末の作製方法 1 について記載した条件と同様の条件で X 線回折分析を行い、X 線回折パターンのピークから、得られた強磁性粉末が、相および 相の結晶構造を含まない、相の単相の結晶構造 (- 酸化鉄型の結晶構造) を有することを確認した。

20

得られた - 酸化鉄粉末 (表 1 中、「 - 酸化鉄」) の平均粒子サイズは 12 nm、活性化体積は 746 nm³、異方性定数 Ku は 1.2 × 10⁵ J / m³、質量磁化 s は 16 A · m² / kg であった。

【0107】

[ポリウレタン樹脂の調製方法]

< ポリウレタン 1 の調製方法 >

表 1 中、ポリウレタン 1 は、以下の方法によって調製されたポリウレタン樹脂である。

30

2 - アミノエタンスルホン酸 100 部 (富士フイルム和光純薬社製)、水酸化カリウム 44.8 部 (富士フイルム和光純薬社製: 試薬特級) を水 300 部に添加して混合し、この混合物を加熱して温度 45 として 30 分撈拌した。撈拌後の混合物にブチルグリシジルエーテル 208.1 部 (日油社製) を添加した後、混合物を 70 に昇温し、更に 4 時間撈拌した。この混合物にトルエン 400 部を添加し 10 分撈拌した後、静置して下層を分取した。得られた下層をエバポレーターを用いて濃縮乾固し、スルホン塩酸ポリオールの乾固物を 338 部得た。

上記で得たスルホン塩酸ポリオール 100 部、ブレンマー GLM (日油社製) 466.3 部、トリシクロデカンジメタノール (東京化成社製) 667.9 部、BPX-1000 (東京化成社製) 779.4 部、p - メトキシフェノール (富士フイルム和光純薬社製) 4 部をシクロヘキサノン (東京化成社製) 4065 部に添加して混合し、得られた混合物を 50 に昇温して完溶させた。ネオスタン U-600 (日東化成社製) 4 部および 4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート (東京化成社製) 2051.4 部を添加して混合し、この混合物を加熱して温度 50 として 4 時間撈拌した後、混合物の温度を 100 に昇温して更に 4 時間撈拌した。撈拌後の混合物にシクロヘキサノン 5400 部を添加した後、室温に冷却してポリエーテルポリウレタン (ポリウレタン 1) の濃度 30 質量% の樹脂溶液を得た。ポリウレタン 1 の平均分子量は、数平均分子量 (Mn) = 2.1 万、重量平均分子量 (Mw) = 5.1 万であった。

40

【0108】

< ポリウレタン 2 の調製方法 >

50

特開 2 0 0 4 - 5 7 9 5 号公報の合成例 1 に記載の方法によってポリウレタン 2 の溶液を得た。

【 0 1 0 9 】

ポリウレタン 1 のガラス転移温度は 5 6 、ポリウレタン 2 のガラス転移温度は 1 5 0 である。ガラス転移温度は、動的粘弾性測定 of 損失弾性率の極大点の温度である。上記樹脂溶液をそれぞれ乾燥後の膜の厚みが 3 0 μm となるようにフィルム形成用支持体上に塗布し、雰囲気温度 1 2 0 の雰囲気中 2 時間乾燥させた後にフィルム形成用支持体上から剥離して樹脂フィルムを得た。得られた樹脂フィルムについて、動的粘弾性測定装置として日立ハイテックスサイエンス社製 D M S 6 1 0 0 を用いて動的粘弾性測定を行い、ポリウレタン 1 およびポリウレタン 2 のガラス転移温度を求めた。動的粘弾性測定は、上記樹脂フィルムから切り出した幅 3 . 4 m m の試験片を、動的粘弾性測定装置にチャック間距離が 1 0 . 0 m m となるように固定し、以下条件にて実施した。

10

(測定条件)

測定モード：引張り

周波数：1 H z (ヘルツ)

歪振幅：0 . 1 %

走査温度：- 2 0 . 0 ~ 2 0 0 . 0

昇温速度：2 . 0 / 分

【 0 1 1 0 】

非磁性層形成用組成物およびバックコート層形成用組成物の調製には、上記で得られた樹脂溶液を使用した。表 1 中の結合剤量は、樹脂溶液中のポリウレタン 1 またはポリウレタン 2 の量 (固形分量) である。

20

【 0 1 1 1 】

[各種物性の測定方法]

(1) 各種厚み

実施例および比較例の各磁気テープから以下に記載の方法により断面観察用試料を作製した。S E M 観察のための S E M としては、電界放射型走査型電子顕微鏡 (F E (F i e l d E m i s s i o n) - S E M) である日立製作所製 F E - S E M S 4 8 0 0 を使用した。

(i) 磁気テープの幅方向 1 0 m m \times 長手方向 1 0 m m のサイズの試料を剃刀を用いて切り出した。

30

切り出した試料の磁性層表面に保護膜を形成して保護膜付試料を得た。保護膜の形成は、以下の方法により行った。

上記試料の磁性層表面に、スパッタリングにより白金 (P t) 膜 (厚み 3 0 n m) を形成した。白金膜のスパッタリングは、下記条件で行った。

(白金膜のスパッタリング条件)

ターゲット：P t

スパッタリング装置のチャンバー内真空度：7 P a 以下

電流値：1 5 m A

上記で作製した白金膜付試料に、更に厚み 1 0 0 ~ 1 5 0 n m のカーボン膜を形成した。カーボン膜の形成は、下記 (i i) で用いる F I B (集束イオンビーム) 装置に備えられた、ガリウムイオン (G a $^{+}$) ビームを用いる C V D (C h e m i c a l v a p o r d e p o s i t i o n) 機構により行った。

40

(i i) 上記 (i) で作製した保護膜付試料に対し、F I B 装置によりガリウムイオン (G a $^{+}$) ビームを用いる F I B 加工を行い磁気テープの断面を露出させた。F I B 加工における加速電圧は 3 0 k V、プローブ電流は 1 3 0 0 p A とした。

こうして露出させた断面観察用試料を S E M 観察し、断面の S E M 画像を取得した。S E M 画像は、作製した断面観察用試料の無作為に選択した 1 0 箇所において、合計 1 0 画像取得した。各 S E M 画像は、加速電圧 5 k V、撮像倍率 2 万倍および縦 9 6 0 画素 (p i x e l) \times 横 1 2 8 0 画素で撮像される二次電子像として取得した。磁性層と非磁性層

50

との界面は、特開 2 0 1 7 - 3 3 6 1 7 号公報の段落 0 0 2 9 に記載の方法により特定した。非磁性層と非磁性支持体との界面およびバックコート層と非磁性支持体との界面は、S E M 画像を目視することにより特定した。各 S E M 画像上の任意の位置 1 箇所において、磁性層と非磁性層との界面と磁気テープの磁性層側最表面との厚み方向の間隔を測定し、1 0 画像について得られた値の算術平均を磁性層の厚みとした。各 S E M 画像上の任意の位置 1 箇所において、非磁性層の磁性層との界面と非磁性支持体との界面との厚み方向の間隔を測定し、1 0 画像について得られた値の算術平均を非磁性層の厚みとした。各 S E M 画像上の任意の位置 1 箇所において、磁気テープのバックコート層側最表面とバックコート層と非磁性支持体との界面との厚み方向の間隔を測定し、1 0 画像について得られた値の算術平均をバックコート層の厚みとした。各 S E M 画像上の任意の位置 1 箇所において、非磁性支持体とバックコート層との界面と非磁性層との界面との厚み方向の間隔を測定し、1 0 画像について得られた値の算術平均を非磁性支持体の厚みとした。

10

【 0 1 1 2 】

(2) 変化量 1、変化量 2

実施例および比較例の各磁気テープについて、動的粘弾性測定装置として日立ハイテクサイエンス社製 D M S 6 1 0 0 を使用して、先に記載した方法によって、変化量 1 および変化量 2 を求めた。測定温度は、最低温度を 4 9 . 9 とし、4 9 . 9 、5 1 . 4 、5 2 . 8 、、、と 0 . 5 ~ 2 . 0 の温度間隔で測定温度を設定し、最高温度を 1 0 0 . 4 とした

【 0 1 1 3 】

20

[評価方法 (テープ変形)]

雰囲気温度 3 5 、相対湿度 5 0 % の評価環境において、評価装置として日立ハイテクサイエンス社製 T M A / S S 6 1 0 0 を用いて、以下の方法によってテープ変形を評価した。

実施例および比較例の各磁気テープの長手方向から、長さ 1 5 . 0 m m、幅 5 . 0 m m のサンプルを切り出し、チャック間距離が 1 0 . 0 m m となるように上記評価装置にサンプルを固定し、2 段階で長手方向に荷重を加えた。第一段階：3 9 . 2 m N で 2 時間、第二段階：3 9 2 m N で 2 0 時間とした。サンプル長 (長手方向の長さ) を、第一段階終了間際と第二段階終了後にそれぞれ測定した。第一段階終了間際 (3 0 秒以内) のサンプル長をサンプル長 1、第二段階終了後のサンプル長をサンプル長 2 として、テープ変形量を、「テープ変形量 = (サンプル長 2) - (サンプル長 1) 」として求めた。テープ変形量および上記サンプル長の単位は、 μ m である。

30

【 0 1 1 4 】

以上の結果を、表 1 (表 1 - 1 ~ 表 1 - 3) に示す。

【 0 1 1 5 】

40

50

【表 1 - 1】

強磁性粉末 バックコート層、非磁性層の結合剤量 (単位:部)	実施例1		実施例2		実施例3		比較例1		実施例4		実施例5		実施例6	
	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe
厚み (単位: μm)	-	300	300	300	500	800	300	300	-	300	300	300	500	800
	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
変化量 $\Delta 1$ (磁気テープ) 変化量 $\Delta 2$	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13
	0.000	0.005	0.012	0.012	0.012	0.015	0.015	0.001	0.001	0.004	0.004	0.010	0.014	0.014
テープ変形量 (単位: μm)	0.000	0.011	0.020	0.020	0.032	0.032	0.032	0.001	0.001	0.008	0.008	0.016	0.026	0.026
	9.0	9.5	10.0	10.0	13.3	13.3	8.8	8.8	9.0	9.0	9.5	12.5	12.5	12.5

【 0 1 1 6 】

10

20

30

40

50

【表 1 - 2】

強磁性粉末 バックコート層、非磁性層の結合剤量 (単位: 部)	実施例7	実施例8	実施例9	比較例3	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	実施例17
	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe
ポリウレタン1 バックコート層の部分(バックコート層) 厚み (単位: μm)	—	300	500	800	—	300	500	800	300	300	500	800
	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
	1.00	1.00	1.00	1.00	0.50	0.50	0.50	0.50	0.20	0.20	0.20	0.20
変化量 $\Delta 1$ (磁気テープ) 変化量 $\Delta 2$ テープ変形量 (単位: μm)	0.93	0.93	0.93	0.93	0.43	0.43	0.43	0.43	0.13	0.13	0.13	0.13
	0.000	0.006	0.012	0.016	0.000	0.003	0.008	0.011	0.001	0.002	0.004	0.005
	0.000	0.010	0.020	0.030	0.000	0.007	0.013	0.020	0.001	0.003	0.006	0.009
	8.9	9.5	9.8	13.0	8.6	9.2	9.4	11.5	7.9	8.0	8.2	8.7

【 0 1 1 7 】

10

20

30

40

50

【表 1 - 3】

強磁性粉末	実施例18	実施例19	実施例20	比較例4	実施例21	実施例22	実施例23	実施例24	実施例25	実施例26	実施例27
バックコート層、非磁性層の結合剤量	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	BaFe	SrFe1	SrFe2	ε-酸化鉄
バックコート層、非磁性層の結合剤量	300	300	500	800	300	300	500	800	300	300	300
(単位:部)	300	300	300	800	300	300	300	800	300	300	300
厚み	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
(単位:μm)	1.00	1.00	1.00	1.00	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
磁性層側の部分	0.93	0.93	0.93	0.93	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43
非磁性層	0.001	0.004	0.010	0.013	0.000	0.003	0.006	0.008	0.000	0.001	0.000
変化量Δ1(磁気テープ)	0.001	0.008	0.016	0.024	0.000	0.006	0.010	0.015	0.001	0.000	0.001
変化量Δ2	8.7	9.0	9.4	12.0	8.1	8.3	8.3	8.8	8.9	8.8	9.0
テープ変形量 (単位:μm)											

【0118】

表1に示すように、変形量 1 が 0.000 以上 0.012 以下である実施例 1 ~ 27 の磁気テープは、比較例 1 ~ 4 の磁気テープと比べて、上記評価方法により求められたテープ変形量が小さい。上記評価方法により求められたテープ変形量が小さいほど、走行中および/または保管中、即ち応力が印加された状態での変形が抑制されているといえることができる。

【産業上の利用可能性】

【0119】

本発明の一態様は、データバックアップ、アーカイブ等の各種データストレージの技術

10

20

30

40

50

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 0 9 - 0 8 7 4 4 3 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 9 / 0 0 3 5 7 8 (W O , A 1)
特開平 0 3 - 2 4 2 8 2 6 (J P , A)
特開 2 0 0 4 - 0 0 5 7 9 5 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
G 1 1 B 5 / 6 2 - 5 / 8 2