

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 6 部門第 4 区分

【発行日】平成 29 年 5 月 25 日 (2017.5.25)

【公開番号】特開 2016-126805 (P2016-126805A)

【公開日】平成 28 年 7 月 11 日 (2016.7.11)

【年通号数】公開・登録公報 2016-041

【出願番号】特願 2014-265723 (P2014-265723)

【国際特許分類】

G 1 1 B 5/71 (2006.01)

G 1 1 B 5/706 (2006.01)

G 1 1 B 5/78 (2006.01)

G 1 1 B 5/842 (2006.01)

【F I】

G 1 1 B 5/71

G 1 1 B 5/706

G 1 1 B 5/78

G 1 1 B 5/842 Z

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 4 月 4 日 (2017.4.4)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 4】

上記磁気テープは、脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上が、少なくとも磁性層に含まれている。これら成分は、それぞれ磁気テープにおいて潤滑剤として機能することのできる成分であり、磁気テープの耐擦り傷性向上に寄与する成分であると本発明者らは考えている。

しかし、本発明者らは、これら成分が先に記載したドロップアウト発生の要因になっているのではないかと推察した。これら成分が磁性層や非磁性層を軟化することにより磁気テープの磁性層側表面に反対側の表面（非磁性支持体表面または後述するバックコート層表面）の粗さが転写される、いわゆるバック面写りが発生しやすくなることで、ドロップアウトが発生しやすくなるのではないかと考えたものである。

そこで、磁気テープにおける脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上の含有量を、磁性層側表面抽出量が 15.0 mg/m^2 以下となるように減量したところ、ドロップアウトの発生を抑制することは可能となった。しかるにドロップアウトの発生を抑制すべく単に上記成分を減量するのみでは、耐擦り傷性が低下してしまうというトレードオフの関係があり、耐擦り傷性の向上とドロップアウトの低減をともに達成することは依然として困難であった。

そこで本発明者らは更に鋭意検討を重ねた結果、磁気テープの磁性層側表面にて光電子取り出し角 10° で行われる X 線光電子分光分析により求められる C 濃度（C 濃度（ 10° ））が 50 原子% 以上となるように脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上の存在状態を制御することにより、トレードオフの関係を克服し、耐擦り傷性の向上とドロップアウトの低減をともに達成することが可能になることを新たに見出した。この点について更に以下に説明する。

X 線光電子分光分析は、一般に ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) または XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) とも呼ばれる分析法である。以

下において、X線光電子分光分析を、E S C Aとも記載する。E S C Aは、測定対象試料表面にX線を照射すると光電子が放出されることを利用する分析法であり、測定対象試料の表層部の分析法として広く用いられている。E S C Aによれば、測定対象試料表面における分析により取得されるX線光電子分光スペクトルを用いて定性分析および定量分析を行うことができる。試料表面から分析位置までの深さ（以下、「検出深さ」とも記載する。）と光電子取り出し角（take-off angle）との間には、一般に次の式：検出深さ＝電子の平均自由行程 $\times 3 \times \sin$ 、が成立する。式中、検出深さは、X線光電子分光スペクトルを構成する光電子の95%が発生する深さであり、 θ は光電子取り出し角である。上記の式から、光電子取り出し角が小さいほど試料表面からの深さが浅い部分が分析でき、光電子取り出し角が大きいほど深い部分が分析できることがわかる。そして光電子取り出し角10度でのE S C Aによる分析では、通常、試料表面から深さ数nm程度のごく表層部が分析位置になる。したがって、磁気テープの磁性層側の表面にて光電子取り出し角10度で行われるE S C Aによる分析によれば、磁性層側の表面から深さ数nm程度のごく表層部の組成分析を行うことができる。

一方、X線光電子分光分析により求められるC濃度とは、E S C Aによる定性分析により検出される全元素の合計（原子基準）100原子%に対して、C 1 sスペクトルのピーク面積から検出される炭素原子Cが占める割合である。上記磁気テープは、脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上を少なくとも磁性層に含む。これら成分の一種以上を磁性層に含む磁気テープにおいて、光電子取り出し角10度でのE S C Aによる分析により得られるC濃度（10度）は、磁性層のごく表層部における上記成分（脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上）の存在量の指標になるものであると、本発明者らは考えている。

そして、C濃度（10度）が50原子%以上の磁気テープは、走行を繰り返しても擦り傷の発生が少なく、優れた耐擦り傷性を示すことができることが、本発明者らの検討の結果、明らかとなった。これは、少なくとも磁性層に脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分の一種以上を含み、かつ上記C濃度（10度）が50原子%以上の上記磁気テープは、先に記載したように脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選ばれる成分量が減量されているにもかかわらず、これら成分が、磁性層のごく表層部に従来の磁気テープよりも多量に存在するからではないかと、本発明者らは考えている。これに対し、例えば前述の特許文献1には、磁性層表面に潤滑剤を塗布（オーバーコート）することにより磁性層表面上に潤滑剤層を形成することが記載されているが、本発明者らの検討によれば、オーバーコートされた潤滑剤が磁性層内部に浸透するためか、特許文献1に記載の技術では、C濃度（10度）が50原子%以上の磁気テープを得ることは困難であった。

以上が、上記磁気テープが、繰り返し走行における擦り傷の発生を低減することができ、かつ信号読み取り時のドロップアウトの発生を低減することができる理由についての本発明者らによる推察である。ただし上記は推察に過ぎず、本発明を何ら限定するものではない。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

< E S C Aによる分析により求められるC濃度 >

上記磁気テープのC濃度（10度）は、50原子%以上である。C濃度（10度）が50原子%以上であれば、優れた耐擦り傷性を得ることができる。なお本発明者らの検討によれば、C濃度（10度）が50原子%以上の範囲内であれば、その値が高くなっても優れた耐擦り傷性を得ることができる。したがって、この点からは、C濃度（10度）の上限は限定されるものではない。一例として、例えば上限は、95原子%以下、90原子%以下、85原子%以下、または80原子%以下であることができる。他方、本発明者らの

検討によれば、C濃度(10度)が80原子%以下であることが、磁性層側の表面の平滑性の高い磁気テープを得る観点からは好ましい。この点からは、C濃度(10度)は、80原子%以下であることが好ましい。より好ましくは70原子%以下、更に好ましくは65原子%以下である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

先に記載したように、C濃度(10度)は、光電子取り出し角10度で行われるESCAによる分析により求められる値である。分析を行う領域は、磁気テープの磁性層側表面の任意の位置の300 μ m \times 700 μ mの領域とする。ESCAによるワイドスキャン測定(パスエネルギー:160eV、スキャン範囲:0~1200eV、エネルギー分解能:1eV/step)により定性分析を行う。次いで、定性分析により検出された全元素のスペクトルをナロースキャン測定(パスエネルギー:80eV、エネルギー分解能:0.1eV、スキャン範囲:測定するスペクトルの全体が入るように元素毎に設定。)により求める。こうして得られた各スペクトルにおけるピーク面積から、各元素の原子濃度(atomic concentration、単位:原子%)を算出する。ここでC1sスペクトルのピーク面積から炭素原子の原子濃度(C濃度)が算出される。また、C濃度(90度)は、光電子取り出し角が90度である点を除き、上記と同様に求められる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0054】

上記芳香族炭化水素化合物に含まれるフェノール性ヒドロキシル基は、1つであってもよく、2つ、3つ、またはそれ以上であってもよい。芳香族炭化水素化合物が有する芳香環がナフタレン環の場合には、2つまたはそれ以上のフェノール性ヒドロキシル基が含まれることが好ましく、2つ含まれることがより好ましい。そのような化合物としては、特開2013-229090号公報の一般式(1)で表されるナフタレン環含有化合物を挙げることができる。特開2013-229090号公報の一般式(1)で表されるナフタレン環含有化合物の詳細については、同公報段落0028~0030を参照できる。一方、芳香環としてベンゼン環を含む芳香族炭化水素化合物は、フェノール性ヒドロキシル基を1つ以上含むことが好ましく、1つまたは2つ含むことがより好ましい。そのような化合物としては、特開2013-229090号公報の一般式(2)で表されるベンゼン環含有化合物を挙げることができる。特開2013-229090号公報の一般式(2)で表されるベンゼン環含有化合物の詳細については、同公報段落0032~0034を参照できる。

フェノール性ヒドロキシル基を有する芳香族炭化水素化合物は、1種または2種以上を用いることができる。使用量は、研磨剤100.0質量部に対して、例えば2.0~20.0質量部程度とすることが好ましい。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0086

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0086】

2. 磁性層形成用組成物処方

(磁性液)

強磁性粉末 1 0 0 . 0 部

強磁性六方晶バリウムフェライト粉末または強磁性金属粉末(表5参照)

SO₃Na基含有ポリウレタン樹脂 1 4 . 0 部

重量平均分子量: 70,000、SO₃Na基: 0.2 meq/g

シクロヘキサノン 1 5 0 . 0 部

メチルエチルケトン 1 5 0 . 0 部

(研磨剤液)

上記1.で調製したアルミナ分散物 6 . 0 部

(シリカゾル)

コロイダルシリカ(平均粒子サイズ120nm) 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

ステアリン酸アミド 0 . 2 部

ブチルステアレート 2 . 0 部

ポリイソシアネート(日本ポリウレタン社製コロネート(登録商標)) 2 . 5 部

(仕上げ添加溶媒)

シクロヘキサノン 2 0 0 . 0 部

メチルエチルケトン 2 0 0 . 0 部

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0094

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0094】

2. C濃度(10度)、C濃度(90度)

以下の方法により、実施例、比較例の磁気テープの磁性層側表面(測定領域: 300 μm × 700 μm)においてESCA装置を用いてX線光電子分光分析を行い、分析結果からC濃度(10度)およびC濃度(90度)を算出した。算出された値を、表5に示す。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0102

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0102】

(2) 磁性層形成用組成物に含まれる成分、および非磁性層形成用組成物に含まれ磁気テープにおいて非磁性層から磁性層へ移行し磁性層中に存在し得る成分の中で、溶媒を除く有機化合物は、ステアリン酸、ステアリン酸アミド、ブチルステアレート、2,3-ジヒドロキシナフタレン、ポリウレタン樹脂である。これら成分の中で、ブチルステアレートは、上述の通り、上記(1)の結果から、C濃度(10度)には影響を及ぼさないと判断することができる。

次に、以下の方法により、C濃度(10度)への2,3-ジヒドロキシナフタレンおよびポリウレタン樹脂の影響を確認した。

実施例1で用いた2,3-ジヒドロキシナフタレンおよびポリウレタン樹脂について、上記と同様の方法により光電子取り出し角10度でC1sスペクトルを取得し、取得したスペクトルについて先に記載した処理により結合エネルギー286 eV付近に位置するピークおよびC-Hピークをそれぞれピーク分離した。分離した各ピークがC1sスペクトルに占める割合(ピーク面積率)を算出し、結合エネルギー286 eV付近に位置するピークとC-Hピークとのピーク面積比を算出した。

次いで、実施例 1 で光電子取り出し角 10 度で取得した C 1 s スペクトルにおいて、先に記載した処理により結合エネルギー 286 eV 付近に位置するピークをピーク分離した。2, 3 - ジヒドロキシナフタレンおよびポリウレタン樹脂は、C 1 s スペクトルにおいて、結合エネルギー 286 eV 付近に位置するピークを有するのに対し、脂肪酸（ステアリン酸）および脂肪酸アミド（ステアリン酸アミド）は、上記位置にピークを有さない。したがって、実施例 1 で光電子取り出し角 10 度にて取得した C 1 s スペクトルにおける結合エネルギー 286 eV 付近に位置するピークは、2, 3 - ジヒドロキシナフタレンおよびポリウレタン樹脂に由来すると判断することができる。そこで、このピークを利用し、実施例 1 について求めた C 濃度（10 度）への 2, 3 - ジヒドロキシナフタレンおよびポリウレタン樹脂の寄与分を算出したところ 20 % 以下であった。この結果から、C 濃度（10 度）の多くが、脂肪酸（ステアリン酸）および脂肪酸アミド（ステアリン酸アミド）に由来すると判断することができる。

以上の結果から、C 濃度（10 度）が、脂肪酸および脂肪酸アミドの存在量の指標になり得ることが実証された。なお C 濃度（90 度）についても、同様の確認を行ったところ、同様に C 濃度（90 度）の多くが、脂肪酸（ステアリン酸）および脂肪酸アミド（脂肪酸アミド）に由来すると判断することができた。