

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6496277号
(P6496277)

(45) 発行日 平成31年4月3日 (2019.4.3)

(24) 登録日 平成31年3月15日 (2019.3.15)

(51) Int. Cl.	F 1
G 1 1 B 5/70 (2006.01)	G 1 1 B 5/70
G 1 1 B 5/708 (2006.01)	G 1 1 B 5/708
G 1 1 B 5/78 (2006.01)	G 1 1 B 5/78

請求項の数 11 (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2016-124525 (P2016-124525)	(73) 特許権者	306037311 富士フイルム株式会社
(22) 出願日	平成28年6月23日 (2016.6.23)		東京都港区西麻布2丁目26番30号
(65) 公開番号	特開2017-228330 (P2017-228330A)	(74) 代理人	110000109 特許業務法人特許事務所サイクス
(43) 公開日	平成29年12月28日 (2017.12.28)	(72) 発明者	小沢 栄貴 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内
審査請求日	平成30年8月3日 (2018.8.3)	(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
		(72) 発明者	黒川 拓都 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士フイルム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気テープ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

非磁性支持体上に非磁性粉末および結合剤を含む非磁性層を有し、前記非磁性層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、
 前記非磁性層と前記磁性層との合計厚みは0.60 μm以下であり、
 前記磁性層は、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と、脂肪酸エステルと、を含み、
 前記磁性層の表面において光電子取り出し角10度で行われるX線光電子分光分析により得られるC1sスペクトルにおけるC-Hピーク面積率から算出されるC-H由来C濃度は、45原子%以上であり、
 前記磁気テープを真空加熱する前に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅は、0nm超かつ7.0nm以下であり、
 前記磁気テープを真空加熱した後に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅は、0nm超かつ7.0nm以下であり、かつ
 前記磁気テープを真空加熱した後に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング*S_{a f t e r}*と、前記磁気テープを真空加熱する前に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング*S_{b e f o r e}*との差分、*S_{a f t e r}* - *S_{b e f o r e}*、は、0nm超かつ8.0nm以下である磁気テープ。

【請求項2】

前記C-H由来C濃度は45～80原子%の範囲である、請求項1に記載の磁気テープ。

【請求項 3】

前記 C-H 由来 C 濃度は 60～80 原子%の範囲である、請求項 1 または 2 に記載の磁気テープ。

【請求項 4】

前記差分、S_{a f t e r}-S_{b e f o r e}、は、0 nm 超かつ 7.0 nm 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】

前記差分、S_{a f t e r}-S_{b e f o r e}、は、2.0 nm 以上 7.0 nm 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】

前記磁気テープを真空加熱する前に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅は、0 nm 超かつ 5.0 nm 以下である、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】

前記磁気テープを真空加熱した後に前記磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅は、0 nm 超かつ 5.0 nm 以下である、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】

前記非磁性層と前記磁性層との合計厚みは、0.20 μm 以上 0.60 μm 以下である、請求項 1～7 のいずれか 1 項に記載の磁気テープ。

【請求項 9】

前記磁性層は、非磁性フィラーを含む、請求項 1～8 のいずれか 1 項に記載の磁気テープ。

【請求項 10】

前記非磁性フィラーは、コロイド粒子である、請求項 9 に記載の磁気テープ。

【請求項 11】

前記コロイド粒子は、シリカコロイド粒子である、請求項 10 に記載の磁気テープ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気テープに関する。

【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。磁気テープへの信号の記録および再生は、通常、磁気テープをドライブ内で走行させ磁気テープの磁性層表面と磁気ヘッド（以下、単に「ヘッド」とも記載する。）とを接触させ摺動させることにより行われる。

【0003】

磁気テープの磁性層表面とヘッドとの摺動時の摩擦係数が高い状態で走行を繰り返すと、磁性層表面とヘッドとの貼り付き（以下、単に「貼り付き」とも記載する。）によって走行安定性が低下する現象が発生することがある。かかる現象の発生を抑制するために、例えば特許文献 1 には、磁性層表面における潤滑剤の存在状態を制御することが提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2012-43495 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【0005】

磁気テープへの情報の記録および再生は、ドライブ内で磁気テープを走行させながら行われる。この走行時の走行速度は、通常、ドライブの制御部によって設定速度になるように制御される。しかし実際には、ドライブ内での磁気テープの走行速度は、走行開始から直ちに設定速度になるのではなく、走行初期に設定速度まで加速する期間または走行停止のために減速する期間には、設定値より低速になる。即ち、ドライブ内で磁気テープが走行している期間には、設定速度より低速で走行する加速期間または減速期間と、設定速度で走行する期間（即ち加速期間または減速期間より高速で走行する期間）が含まれる。ドライブ内での磁気テープの走行安定性を向上させるためには、上記いずれの期間においても、磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制することが求められる。

10

【0006】

ところで、磁気テープは、通常、磁気テープカートリッジに収容されて流通され、使用される。磁気テープカートリッジの1巻あたりの記録容量を高めるためには、磁気テープカートリッジ1巻に収められる磁気テープ全長を長くすることが望ましい。そのためには、磁気テープを薄くする（以下、「薄型化」と記載する。）ことが求められる。磁気テープの薄型化のための手段の1つとして、非磁性支持体上に非磁性層と磁性層とをこの順に有する磁気テープについては、非磁性層と磁性層との合計厚みを薄くすることが挙げられる。

【0007】

以上の点を鑑み本発明者らは、非磁性層と磁性層との合計厚みを薄くした磁気テープの走行安定性について検討した。しかるに、かかる検討の中で、非磁性層と磁性層との合計厚みを $0.60\mu\text{m}$ 以下に薄くした磁気テープでは、非磁性層と磁性層との合計厚みが $0.60\mu\text{m}$ 超の磁気テープと比べて、少なくとも上記いずれかの期間において、貼り付きが顕著に発生することにより走行安定性が低下するという、従来知られていなかった現象が発生することが明らかになった。

20

【0008】

そこで本発明の目的は、非磁性層と磁性層との合計厚みが $0.60\mu\text{m}$ 以下の磁気テープであって、走行安定性に優れた磁気テープを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

30

本発明の一態様は、

非磁性支持体上に非磁性粉末および結合剤を含む非磁性層を有し、非磁性層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、

非磁性層と磁性層との合計厚みは $0.60\mu\text{m}$ 以下であり、

磁性層は、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と、脂肪酸エステルと、を含み、

磁性層の表面におい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得られるC1sスペクトルにおけるC-Hピーク面積率から算出されるC-H由来C濃度（以下、「表層部C-H由来C濃度」ともいう。）は、 45% 原子%以上であり、

磁気テープを真空加熱する前に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅（以下、「FWHM_{before}」ともいう。）は、 0nm 超かつ 7.0nm 以下であり、

40

磁気テープを真空加熱した後に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅（以下、「FWHM_{after}」ともいう。）は、 0nm 超かつ 7.0nm 以下であり、かつ

磁気テープを真空加熱した後に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング S_{after} と、磁気テープを真空加熱する前に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング S_{before} との差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）（以下、単に「差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）」ともいう。）は、 0nm 超かつ 8.0nm 以下である磁気テープ、

50

に関する。

【0010】

表層部C-H由来C濃度に関して、表層部C-H由来C濃度を求めるために行われる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、ESCAとも記載する。ESCA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。ESCAによれば、測定対象の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 $\times 3 \times \sin \theta$ 、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ESCAによって行われる分析では、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表面において、光電子取り出し角10度でESCAによって行われる分析によれば、磁性層表面から深さ数nm程度のごく表層部の組成分析を行うことができる。なお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る。

上記のC-H由来C濃度とは、ESCAによって行われ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-H結合を構成している炭素原子Cが占める割合である。上記磁気テープは、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む。脂肪酸および脂肪酸アミドは、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る。これら成分の一種以上を少なくとも磁性層に含む磁気テープの磁性層表面において、光電子取り出し角10度でESCAによって行われる分析により得られるC-H由来C濃度は、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。詳しくは、次の通りである。

ESCAによって行われる分析により得られるX線光電子分光スペクトル（横軸：結合エネルギー、縦軸：強度）の中で、C1sスペクトルは、炭素原子Cの1s軌道のエネルギーピークに関する情報を含んでいる。かかるC1sスペクトルにおいて、結合エネルギー284.6 eV付近に位置するピークが、C-Hピークである。このC-Hピークは、有機化合物のC-H結合の結合エネルギーに由来するピークである。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を含む磁性層のごく表層部では、C-Hピークの主要構成成分が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であると本発明者らは推察している。そのため、上記のC-H由来C濃度を先に記載したように存在量の指標とすることができると本発明者らは考えている。表層部C-H由来C濃度について、詳細は更に後述する。

【0011】

一方、「FWHM_{before}」、「FWHM_{after}」および「差分 (S_{after} - S_{before})」に関して、本発明および本明細書において、磁気テープの「真空加熱」とは、磁気テープを200 Pa以上0.01 MPa以下の圧力かつ70～90℃の雰囲気温度の環境下に24時間保持することにより行われる。

【0012】

本発明および本明細書において、磁気テープの磁性層表面において光学干渉法により測定されるスペーシングとは、以下の方法により測定される値とする。

磁気テープと透明な板状部材（例えばガラス板等）を、磁気テープの磁性層表面が透明

10

20

30

40

50

な板状部材と対向するように重ね合わせた状態で、磁気テープの磁性層側とは反対側から $5.05 \times 10^4 \text{ N/m}$ (0.5 atm) の圧力で押圧部材を押しつける。この状態で、透明な板状部材を介して磁気テープの磁性層表面に光を照射し（照射領域： $150000 \sim 200000 \mu\text{m}^2$ ）、磁気テープの磁性層表面からの反射光と透明な板状部材の磁気テープ側表面からの反射光との光路差によって発生する干渉光の強度（例えば干渉縞画像のコントラスト）に基づき、磁気テープの磁性層表面と透明な板状部材表面との間のスペーシング（距離）を求める。ここで照射される光は特に限定されるものではない。照射される光が、複数波長の光を含む白色光のように、比較的広範な波長範囲にわたり発光波長を有する光の場合には、透明な板状部材と反射光を受光する受光部との間に、干渉フィルタ等の特定波長または特定波長域以外の光を選択的にカットする機能を有する部材を配置し、反射光の中の一部の波長または一部の波長域の光を選択的に受光部に入射させる。照射させる光が単一の発光ピークを有する光（いわゆる単色光）の場合には、上記の部材は用いなくてもよい。受光部に入射させる光の波長は、一例として、例えば $500 \sim 700 \text{ nm}$ の範囲にあることができる。ただし、受光部に入射させる光の波長は、上記範囲に限定されるものではない。また、透明な板状部材は、この部材を介して磁気テープに光を照射し干渉光が得られる程度に、照射される光を透過する透明性を有する部材であればよい。

10

以上の測定は、例えば Micro Physics 社製 Tape Spacing Analyzer 等の市販のテープスペーシングアナライザー（TSA; Tape Spacing Analyzer）を用いて行うことができる。実施例におけるスペーシング測定は、Micro Physics 社製 Tape Spacing Analyzer を用いて実施した。

20

また、本発明および本明細書におけるスペーシング分布の半値全幅とは、上記スペーシングの測定により得られる干渉縞画像を 300000 ポイントに分割して各ポイントのスペーシング（磁気テープの磁性層表面と透明な板状部材の磁気テープ側表面との間の距離）を求め、これをヒストグラムとし、このヒストグラムをガウス分布でフィッティングしたときの半値全幅（Full Width at Half Maximum; FWHM）である。

また、差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）は、上記 300000 ポイントにおける真空加熱後の最頻値から真空加熱前の最頻値を差し引いた値をいうものとする。

30

「 $\text{FWHM}_{\text{before}}$ 」、「 $\text{FWHM}_{\text{after}}$ 」および「差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）」について、詳細は更に後述する。

【0013】

一態様では、表層部 C-H 由来 C 濃度は、 $45 \sim 80$ 原子% の範囲である。

【0014】

一態様では、表層部 C-H 由来 C 濃度は、 $60 \sim 80$ 原子% の範囲である。

【0015】

一態様では、差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）は、 0 nm 超かつ 7.0 nm 以下である。

【0016】

一態様では、差分（ $S_{\text{after}} - S_{\text{before}}$ ）は、 2.0 nm 以上 7.0 nm 以下である。

40

【0017】

一態様では、 $\text{FWHM}_{\text{before}}$ は、 0 nm 超かつ 5.0 nm 以下である。

【0018】

一態様では、 $\text{FWHM}_{\text{after}}$ は、 0 nm 超かつ 5.0 nm 以下である。

【0019】

一態様では、非磁性層と磁性層との合計厚みは、 $0.20 \mu\text{m}$ 以上 $0.60 \mu\text{m}$ 以下である。

【0020】

50

一態様では、磁性層は、非磁性フィラーを含む。非磁性フィラーとは、非磁性粉末と同義である。本発明および本明細書において、非磁性粉末とは、複数の非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、粒子同士の間を介在している態様も包含される。なお粒子との語が、粉末を表すために用いられることもある。以上の点は、本発明および本明細書における強磁性粉末等の各種粉末についても同様とする。

【0021】

一態様では、上記非磁性フィラーは、コロイド粒子である。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。

【0022】

一態様では、上記コロイド粒子は、シリカコロイド粒子である。

【発明の効果】

【0023】

本発明の一態様によれば、非磁性層と磁性層との合計厚みが0.60μm以下であって、走行安定性に優れた磁気テープを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】磁気テープ製造工程の具体的態様の一例（工程概略図）を示す。

【図2】実施例で用いた振動付与装置の概略構成図である。

【発明を実施するための形態】

【0025】

本発明の一態様は、非磁性支持体上に非磁性粉末および結合剤を含む非磁性層を有し、非磁性層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、非磁性層と磁性層との合計厚みは0.60μm以下であり、磁性層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と脂肪酸エステルとを含み、磁性層の表面において光電子取り出し角10度で行われるX線光電子分光分析により得られるC1sスペクトルにおけるC-Hピーク面積率から算出されるC-H由来C濃度（表層部C-H由来C濃度）は45原子%以上であり、磁気テープを真空加熱する前に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅（FWHM_{before}）は0nm超かつ7.0nm以下であり、磁気テープを真空加熱した後に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅（FWHM_{after}）は0nm超かつ7.0nm以下であり、かつ磁気テープを真空加熱した後に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシングS_{after}と磁気テープを真空加熱する前に磁性層の表面において光学干渉法により測定されるスペーシングS_{before}との差分（S_{after} - S_{before}）は0nm超かつ8.0nm以下である磁気テープに関する。

【0026】

上記磁気テープにおいて、表層部C-H由来C濃度、FWHM_{before}、FWHM_{after}および差分（S_{after} - S_{before}）は、それぞれ上記範囲である。かかる磁気テープが、非磁性層と磁性層との合計厚みが0.60μm以下であるものの、優れた走行安定性を示すことができる理由について、本発明者らは、下記（1）～（3）のように推察している。ただし本発明は、本明細書に記載の本発明者らの推察によって限定されるものではない。

【0027】

（1）以下に、表層部C-H由来C濃度に関する本発明者らの推察を記載する。

先に記載したように、走行安定性向上の観点からは、設定速度より低速で走行する加速期間または減速期間と、設定速度で走行する期間（即ち加速期間または減速期間より高速

10

20

30

40

50

で走行する期間)のいずれの期間においても、磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制することが求められる。本発明者らは、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み、かつ表層部C-H由来C濃度が45原子%以上である上記磁気テープでは、磁性層のごく表層部に、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が、従来の磁気テープよりも多量に存在すると考えている。このように磁性層のごく表層部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が多量に存在することが、主に、加速期間または減速期間における磁性層表面とヘッドとの貼り付き抑制に寄与すると、本発明者らは考えている。なおドライブ内での磁気テープの走行速度(磁気テープとヘッドとの相対速度)は、記録および/または再生に要する時間の短縮化の観点からは、 4 m/sec 以上であることが好ましく、 7 m/sec 以上であることがより好ましい。例えば、走行速度は、 $7\sim 15\text{ m/sec}$ であることができる。ただし、上記範囲に限定されるものではない。

10

【0028】

(2)次に、 $\text{FWHM}_{\text{before}}$ 、 $\text{FWHM}_{\text{after}}$ および差分($\text{S}_{\text{after}} - \text{S}_{\text{before}}$)に関する本発明者らの推察を記載する。

磁気テープへ信号を記録または再生する際には、通常、磁性層表面に存在する突起がヘッドと接触(いわゆる真実接触)するのに対し、磁性層表面の突起より低い部分(以下、「素地部分」と記載する。)は、ヘッドとは接触しないか接触頻度が低い。光学干渉法により測定されるスペーシングは、この素地部分とヘッドとの距離の指標になる値であると、本発明者らは推察している。ただし磁性層に含まれる潤滑剤が磁性層表面に液膜を形成していると、素地部分とヘッドとの間に液膜が存在することにより、液膜の厚み分、スペーシングは狭くなると考えられる。

20

ところで、潤滑剤は、一般に流体潤滑剤と境界潤滑剤とに大別される。上記の脂肪酸および脂肪酸アミドは、境界潤滑剤として機能し得る成分と言われている。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に関する本発明者らの推察は、上記(1)に記載の通りである。これに対し、脂肪酸エステルは、流体潤滑剤として機能し得る成分と言われている。流体潤滑剤は、それ自身が磁性層表面に液膜を形成することにより、磁性層表面を保護する役割を果たすことができると考えられる。本発明者らは、磁性層表面に脂肪酸エステルの液膜が存在することが、磁性層表面を保護し磁性層表面とヘッドとを円滑に摺動させることにつながると考えた。ただし、脂肪酸エステルが磁性層表面に過剰に存在すると、脂肪酸エステルにより磁性層表面とヘッドとの間にメニスカス(液架橋)が形成されて貼り付きの原因になると考えられる。

30

以上の点に関して本発明者らは、脂肪酸エステルが真空加熱により揮発する性質を有する成分であることに着目し、真空加熱後(脂肪酸エステルによって形成された液膜が揮発し除去された状態)と真空加熱前(脂肪酸エステルによって形成された液膜が存在している状態)のスペーシングの差分($\text{S}_{\text{after}} - \text{S}_{\text{before}}$)を、磁性層表面における脂肪酸エステルにより形成される液膜の厚みの指標として採用した。この値が 0 nm 超かつ 8.0 nm 以下となるように磁性層表面に脂肪酸エステルの液膜を存在させることが、磁性層表面とヘッドとを円滑に摺動させつつ貼り付きの発生を抑制することにつながると、本発明者らは推察している。

40

【0029】

(3)更に、光学干渉法により測定されるスペーシング分布の半値全幅は、この値が小さいほど、磁性層表面の各部において測定されるスペーシングの値にばらつきが少ないことを意味する。本発明者らは、鋭意検討を重ねた結果、磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制するため、中でも加速期間または減速期間より高速で走行する期間において磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制するためには、磁性層表面に存在する突起の高さの均一性を高め、かつ脂肪酸エステルの液膜の厚みの均一性を高めることにより、磁性層表面とヘッドとの接触状態の均一性を高めることが有効であると考えに至った。

この点に関し、上記のスペーシングの値がばらつく要因は、磁性層表面の突起の高さのばらつきと、脂肪酸エステルによって形成された液膜の厚みのばらつきにあると考えられ

50

る。真空加熱前、即ち磁性層表面に脂肪酸エステル液膜が存在する状態で測定されるスペーシング分布 $FWHM_{before}$ は、突起の高さのばらつきと脂肪酸エステル液膜の厚みのばらつきが大きいほど大きくなり、中でも脂肪酸エステル液膜の厚みのばらつきが大きく影響すると、本発明者らは推察している。これに対し、真空加熱後、即ち磁性層表面から脂肪酸エステル液膜が除去された状態で測定されるスペーシング分布 $FWHM_{after}$ は、突起の高さのばらつきが大きいほど大きくなると本発明者らは考えている。即ち、スペーシング分布 $FWHM_{before}$ および $FWHM_{after}$ がともに小さいほど、磁性層表面の脂肪酸エステル液膜の厚みのばらつきも突起の高さのばらつきも小さいことを意味すると、本発明者らは推察している。そしてスペーシング分布 $FWHM_{before}$ および $FWHM_{after}$ がともに 0 nm 超かつ 7.0 nm 以下となるように、突起の高さおよび脂肪酸エステル液膜の厚みの均一性を高めることにより、磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制することが可能になることが明らかになった。詳しくは、主に磁気テープが加速期間または減速期間より高速で走行する期間における磁性層表面とヘッドとの貼り付きを抑制することが可能になることが、明らかになった。また、 $FWHM_{after}$ を 0 nm 超かつ 7.0 nm 以下とすることは、加速期間または減速期間における磁性層表面とヘッドとの貼り付き抑制にも寄与することも判明した。なお特許文献1にもスペーシングに関する記載がある。ただし、特許文献1には、真空加熱前後のスペーシングおよびスペーシング分布に関する記載もスペーシング分布を制御することを示唆する記載もない。

10

【0030】

20

ただし以上は本発明者らの推察であって、本発明を何ら限定するものではない。

【0031】

以下、上記磁気テープについて、更に詳細に説明する。

【0032】

<表層部C-H由来C濃度>

上記磁気テープの表層部C-H由来C濃度は、 45 原子%以上である。表層部C-H由来C濃度は、磁性層表面とヘッドとの貼り付き（中でも設定速度より低速で走行する加速期間または減速期間における磁性層表面とヘッドとの貼り付き）を更に抑制する観点から、 48 原子%以上であることが好ましく、 50 原子%以上であることが更に好ましく、 55 原子%以上であることが一層好ましく、 60 原子%以上であることがより一層好ましい。表層部C-H由来C濃度の上限は、一例として、例えば、 95 原子%以下、 90 原子%以下、 85 原子%以下、 80 原子%以下、 75 原子%以下、または 70 原子%以下であることができる。ただし、本発明者らの検討によれば、磁性層表面とヘッドとの貼り付き（中でも設定速度より低速で走行する加速期間または減速期間における磁性層表面とヘッドとの貼り付き）をより一層抑制するためには、表層部C-H由来C濃度が高いほど好ましいという傾向が見られた。したがって、表層部C-H由来C濃度の上限は、上記例示した値に限定されるものではない。

30

【0033】

先に記載したように、表層部C-H由来C濃度は、ESCAを用い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表面の任意の位置の $300\mu\text{m} \times 700\mu\text{m}$ の面積の領域とする。ESCAによって行われるワイドスキャン測定（パスエネルギー： 160 eV 、スキャン範囲： $0 \sim 1200\text{ eV}$ 、エネルギー分解能： 1 eV/step ）により定性分析を実施する。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ズキャン測定（パスエネルギー： 80 eV 、エネルギー分解能： 0.1 eV 、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）も算出される。

40

更に、C1sスペクトルを取得する（パスエネルギー： 10 eV 、スキャン範囲： $276 \sim 296\text{ eV}$ 、エネルギー分解能： 0.1 eV/step ）。取得したC1sスペクト

50

ルを、ガウスローレンツ複合関数（ガウス成分70%、ローレンツ成分30%）を用いる非線形最小二乗法によってフィッティング処理し、C1sスペクトルにおけるC-H結合のピークをピーク分離し、分離されたC-HピークのC1sスペクトルに占める割合（ピーク面積率）を算出する。算出されたC-Hピーク面積率を、上記のC濃度に掛けることにより、C-H由来C濃度を算出する。

以上の処理を磁気テープの磁性層表面の異なる位置において3回行って得られた値の算術平均を、表層部C-H由来C濃度とする。また、以上の処理の具体的態様を、後述の実施例に示す。

【0034】

以上説明した表層部C-H由来C濃度を45原子%以上に調整するための好ましい手段としては、詳細を後述するように非磁性層形成工程において冷却工程を実施することを挙げることができる。ただし上記磁気テープは、かかる冷却工程を経て製造されたものに限定されるものではない。

【0035】

<スペーシング分布FWHM_{before}、FWHM_{after}>

上記磁気テープにおいて測定される真空加熱前のスペーシング分布FWHM_{before}、および真空加熱後のスペーシング分布FWHM_{after}は、ともに0nm超かつ7.0nm以下である。この点が、磁性層表面とヘッドとの貼り付き（中でも加速期間または減速期間より高速で走行する期間の磁性層表面とヘッドとの貼り付き）の抑制に寄与すると、本発明者らは推察している。かかる貼り付きをより一層抑制する観点から、FWHM_{before}およびFWHM_{after}は、6.5nm以下であることが好ましく、6.0nm以下であることがより好ましく、5.5nm以下であることが更に好ましく、5.0nm以下であることが一層好ましく、4.5nm以下であることが更に一層好ましい。FWHM_{before}およびFWHM_{after}は、例えば0.5nm以上、1.0nm以上、2.0nm以上、または3.0nm以上であることができる。ただし、値が小さいほど、磁性層表面とヘッドとの貼り付き（中でも加速期間または減速期間より高速で走行する期間の磁性層表面とヘッドとの貼り付き）を抑制する観点から好ましいため、上記の例示した値を下回ってもよい。

真空加熱前のスペーシング分布FWHM_{before}は、主に脂肪酸エステルにより形成された液膜の厚みのばらつきを低減することにより小さくすることができる。具体的な手段の一例は後述する。一方、真空加熱後のスペーシング分布FWHM_{after}は、磁性層表面の突起の高さのばらつきを低減することにより小さくすることができる。そのためには、磁性層に含まれる粉末成分、例えば詳細を後述する非磁性フィラーの磁性層における存在状態を制御することが好ましい。具体的な手段の一例は後述する。

【0036】

<差分(S_{after}-S_{before})>

上記磁気テープにおいて測定される真空加熱前後のスペーシングの差分(S_{after}-S_{before})は、0nm超かつ8.0nm以下である。磁性層表面とヘッドとをより円滑に摺動させる観点から、差分(S_{after}-S_{before})は、0.1nm以上であることが好ましく、1.0nm以上であることがより好ましく、1.5nm以上であることが更に好ましく、2.0nm以上であることが一層好ましい。一方、磁性層表面とヘッドとの貼り付きをより一層抑制する観点からは、差分(S_{after}-S_{before})は、7.5nm以下であることが好ましく、7.0nm以下であることがより好ましく、6.0nm以下であることが更に好ましく、5.0nm以下であることが一層好ましく、4.0nm以下であることがより一層好ましく、3.5nm以下であることが更に一層好ましく、3.0nm以下であることが更に一層好ましい。差分(S_{after}-S_{before})は、磁性層形成用組成物に添加する脂肪酸エステル量によって制御することができる。また、差分(S_{after}-S_{before})は、非磁性層形成用組成物に添加する脂肪酸エステル量によっても制御することができる。非磁性層は、潤滑剤を保持し磁性層に供給する役割を果たすことができ、非磁性層に含まれる脂肪酸エステ

10

20

30

40

50

ルは磁性層に移行し磁性層表面に存在し得るからである。

【0037】

<脂肪酸、脂肪酸アミド>

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。磁性層には、脂肪酸および脂肪酸アミドの一方のみが含まれていてもよく、両方が含まれていてもよい。先に記載したように、これら成分の磁性層のごく表層部における存在量の指標に、表層部C-H由来C濃度がなり得ると本発明者らは考えている。また、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は、非磁性層に含まれていてもよい。非磁性層は脂肪酸、脂肪酸アミド等の潤滑剤を保持し磁性層に供給する役割を果たすことができる。非磁性層に含まれる脂肪酸、脂肪酸アミド等の潤滑剤は、磁性層に移行し磁性層に存在し得る。

10

【0038】

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

脂肪酸アミドとしては、例示した上記各種脂肪酸のアミド、具体的には、例えば、ラウリン酸アミド、ミリスチン酸アミド、パルミチン酸アミド、ステアリン酸アミド等を挙げることができる。

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

20

【0039】

脂肪酸量は、磁性層形成用組成物における含有量として、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0.1～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。磁性層形成用組成物に二種以上の異なる脂肪酸を添加する場合、含有量とは、それら二種以上の異なる脂肪酸の合計含有量をいうものとする。この点は、他の成分についても同様である。また、本発明および本明細書において、特記しない限り、記載されている成分は、一種のみ用いてもよく二種以上用いてもよい。

30

磁性層形成用組成物中の脂肪酸アミド含有量は、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0～3.0質量部であり、好ましくは0.1～3.0質量部であり、より好ましくは0.1～1.0質量部である。

【0040】

一方、非磁性層形成用組成物中の脂肪酸含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば1.0～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。また、非磁性層形成用組成物中の脂肪酸アミド含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0～3.0質量部であり、好ましくは0.1～3.0質量部であり、より好ましくは0.1～1.0質量部である。

【0041】

<脂肪酸エステル>

上記磁気テープは、磁性層に脂肪酸エステルを含む。脂肪酸エステルと上記スペーシングおよびスペーシング分布に関する本発明者らの推察は、先に記載した通りである。脂肪酸エステルは、磁性層に一種のみ含まれていてもよく、二種以上含まれていてもよい。また、脂肪酸エステルは、非磁性層に含まれていてもよく、含まれなくてもよい。

脂肪酸エステルとしては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ベヘン酸、エルカ酸、エライジン酸等のエステルを挙げることができる。具体例としては、例えば、ミリスチン酸ブチル、パルミチン酸ブチル、ステアリン酸ブチル（ブチルステアレート）、ネオペンチルグリコールジオレエート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンジステアレート、ソルビタントリ

50

ステアレート、オレイン酸オレイル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸イソトリデシル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸イソオクチル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸ブトキシエチル等を挙げることができる。

磁性層形成用組成物における脂肪酸エステル含有量は、強磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0.1～10.0質量部であり、好ましくは1.0～7.0質量部である。

また、非磁性層形成用組成物における脂肪酸エステル含有量は、非磁性粉末100.0質量部あたり、例えば0～10.0質量部であり、好ましくは0.1～8.0質量部である。

【0042】

以下、上記磁気テープの磁性層、非磁性層等について、更により詳細に説明する。

10

【0043】

<磁性層>

(強磁性粉末)

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通常用いられる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、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、強磁性粉末としては、平均粒子サイズが50nm以下の強磁性粉末を用いることが好ましい。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10nm以上であることが好ましい。

【0044】

20

強磁性粉末の好ましい具体例としては、強磁性六方晶フェライト粉末を挙げることができる。強磁性六方晶フェライト粉末の平均粒子サイズは、記録密度向上と磁化の安定性の観点から、10nm以上50nm以下であることが好ましく、20nm以上50nm以下であることがより好ましい。強磁性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、および特開2012-204726号公報の段落0013～0030を参照できる。

【0045】

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にもできる。強磁性金属粉末の平均粒子サイズは、記録密度向上と磁化の安定性の観点から、10nm以上50nm以下であることが好ましく、20nm以上50nm以下であることがより好ましい。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。

30

【0046】

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。

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。

40

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の測定は、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を用いて行った。

【0047】

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

50

開 2 0 1 1 - 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 4 8】

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

【0 0 4 9】

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り、平均板状比とは、（最大長径／厚みまたは高さ）の算術平均である。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 5 0】

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 5 0 ～ 9 0 質量％の範囲であり、より好ましくは 6 0 ～ 9 0 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、脂肪酸エステル、ならびに脂肪酸および脂肪酸アミドからなる群から選択される成分の一種以上であり、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。

【0 0 5 1】

（結合剤）

30

上記磁気テープは、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。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。以上の結合剤については、特開 2 0 1 0 - 2 4 1 1 3 号公報の段落 0 0 2 8 ～ 0 0 3 1 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 2 0 1 1 - 4 8 8 7 8 号公報の段落 0 0 4 4 ～ 0 0 4 5 を参照できる。

40

また、上記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。硬化剤とは、１分子中に少なくとも１つ、好ましくは２つ以上の架橋性官能基を有する化合物である。硬化剤としては、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 2 0 1 1 - 2 1 6 1 4 9 号公報の段落 0 1 2 4 ～ 0 1 2 5 を参照できる。硬化剤は、結合剤 1 0 0 . 0 質量部に対して例えば 0 ～ 8 0 . 0 質量部、磁性層等の各層の強度向上の観点からは好ましくは 5 0 . 0 ～ 8 0 . 0 質量部の量で使用することができる。

50

【0052】

(その他成分)

磁性層には、必要に応じて添加剤を加えることができる。磁性層は、一種以上の非磁性フィラーを含むことが好ましい。非磁性フィラーとしては、主に磁性層表面の突起制御のために添加される非磁性フィラー（以下、「突起形成剤」ともいう。）と、磁性層表面に研磨性を付与する研磨剤として添加される非磁性フィラーが挙げられる。磁性層は、少なくとも突起形成剤を含むことが好ましく、突起形成剤と研磨剤を含むことがより好ましい。

【0053】

突起形成剤として機能し得る非磁性フィラーは、無機粉末であっても有機粉末であってもよく、無機粉末が好ましい。また、カーボンブラックも好ましい。カーボンブラックとしては、平均粒子サイズ（平均一次粒子サイズ）が20nm以上のものが好ましく、30nm以上のものがより好ましい。また、カーボンブラックの平均粒子サイズは、150nm以下であることが好ましく、100nm以下であることがより好ましい。

10

【0054】

無機粉末としては、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を挙げることができ、具体例としては、 α -アルミナ、 β -アルミナ、 γ -アルミナ、 θ -アルミナ、二酸化珪素等の珪素酸化物、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 α -酸化鉄、ゲータイト、コランダム、窒化珪素、チタンカーバイド、二酸化チタン、酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化タングステン、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二硫化モリブデン等の無機物質またはこれらの二種以上の複合無機物質の粉末を挙げることができる。無機酸化物粉末がより好ましく、珪素酸化物粉末が更に好ましい。

20

【0055】

突起形成剤として機能し得る非磁性フィラーは、電磁変換特性の一層の向上の観点からは、粒子サイズの均一性が高いことが好ましい。粒子サイズの均一性が高い粒子の入手容易性の観点から、非磁性フィラーはコロイド粒子であることが好ましい。磁性層に含まれる非磁性フィラーがコロイド粒子であることは、磁性層の形成に用いた非磁性フィラーが入手可能であれば、かかる非磁性フィラーが、先に記載したコロイド粒子の定義に当てはまる性質を有するかを評価すればよい。または、磁性層から取り出した非磁性フィラーが、先に記載したコロイド粒子の定義に当てはまる性質を有するかを評価することもできる。磁性層からの非磁性フィラーの取り出しは、例えば、以下の方法で行うことができる。

30

1. 磁性層を約1g削り取る。削り取りは、例えば、かみそり刃等により行うことができる。

2. 削り取って得られた磁性層試料を、ナスフラスコ等の容器に入れ、この容器にテトラヒドロフランを100ml添加する。なおテトラヒドロフランは、安定剤を添加し市販されているものと安定剤無添加で市販されているものがある。ここでは、安定剤無添加のテトラヒドロフランを用いる。以下に記載の洗浄に用いるテトラヒドロフランについても、同様である。

3. 上記容器に還流管を取り付けて、水温60℃の湯浴において90分間加熱する。加熱後の容器内の内容物をろ紙によりろ過後、ろ紙上に残った固形分を数回テトラヒドロフランで洗浄し、洗浄後の固形分をビーカー等の容器に移す。この容器に4N（4mol/L）塩酸水溶液を添加して溶解せずに残った残渣をフィルタろ過により取り出す。フィルタとしては、孔径が0.05 μ mより小さいものを用いる。例えば、クロマトグラフィー分析用に使用されるメンブレンフィルタ（例えば、メルク社製のMFミリポア）を用いることができる。フィルタろ過により取り出した残渣は、数回、純水で洗浄後、乾燥させる。

40

上記操作により強磁性粉末および有機物（結合剤等）が溶解され、非磁性フィラーが残渣として回収される。

以上の工程により、磁性層から非磁性フィラーを取り出すことができる。こうして取り

50

出した非磁性フィラーの中に、複数種の非磁性フィラーが含まれている場合には、密度の違いによって複数種の非磁性フィラーを分別することができる。

【0056】

好ましいコロイド粒子としては、無機酸化物コロイド粒子を挙げることができる。無機酸化物コロイド粒子としては、先に記載した無機酸化物のコロイド粒子を挙げることができる、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2 \cdot \text{CeO}_2$ 、 $\text{SnO}_2 \cdot \text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_2$ 、 $\text{TiO}_2 \cdot \text{CeO}_2 \cdot \text{SiO}_2$ 等の複合無機酸化物コロイド粒子を挙げることができる。好ましいものとしては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 Fe_2O_3 等の無機酸化物コロイド粒子を挙げることができ、シリカコロイド粒子（コロイダルシリカ）が特に好ましい。ところで、一般的なコロイド粒子は表面が親水性であるため水を分散媒とするコロイド溶液の作製に適する。例えば一般的な合成法により得られるコロイダルシリカは、表面が分極した酸素原子（ O^{2-} ）で覆われているため水中で水を吸着してヒドロキシル基を形成して安定化している。しかしこれら粒子は、磁性層形成用組成物に通常用いられる有機溶媒中では、コロイド状態で存在することは困難である。これに対し、本発明および本明細書におけるコロイド粒子は、先に記載した有機溶媒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。かかるコロイド粒子は、表面処理により表面を疎水化する等の公知の方法により調製することができる。そのような疎水化処理の詳細については、例えば特開平5-269365号公報、特開平5-287213号公報、特開2007-63117号公報等に記載されている。

【0057】

好ましいコロイド粒子であるシリカコロイド粒子（コロイダルシリカ）については、製造方法は、一般的に、水ガラス法とゾルゲル法の二種類が知られている。水ガラス法とは、原料に珪酸ソーダ（珪酸ナトリウム、いわゆる水ガラス）を用いて、これをイオン交換させることで活性珪酸を発生させ、そこで粒子成長させる方法である。一方、ゾルゲル法は、テトラアルコキシシランを原料として用い、塩基性触媒下で加水分解させるのと同時に粒子成長させる方法である。上記非磁性フィラーとしてシリカコロイド粒子を用いる場合、シリカコロイド粒子は、いずれの製造方法で製造されたものであってもよい。

【0058】

突起形成剤として機能し得る非磁性フィラーの平均粒子サイズは、50～200nmの範囲であることが好ましく、50～150nmの範囲であることがより好ましい。

【0059】

突起形成剤として機能し得る非磁性フィラーの磁性層における含有量は、強磁性粉末100.0質量部に対して、1.0～4.0質量部であることが好ましく、1.5～3.5質量部であることがより好ましい。

【0060】

一方、研磨剤として機能し得る非磁性フィラーは、無機粉末であっても有機粉末であってもよく、無機粉末が好ましい。研磨剤として機能し得る非磁性粉末としては、磁性層の研磨剤として通常使用される物質であるアルミナ（ 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、ダイヤモンド等の粉末を挙げることができ、中でも α -アルミナ等のアルミナおよび炭化ケイ素の粉末が好ましい。研磨剤として機能し得る非磁性フィラーの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質量部の範囲であり、より好ましくは3.0～15.0質量部の範囲であり、更に好ましくは4.0～10.0質量部の範囲である。研磨剤として機能し得る非磁性フィラーの平均粒子サイズは、例えば30～300nmの範囲であり、好ましくは50～200nmの範囲である。

【0061】

磁性層には、更に、分散剤、分散助剤、防黴剤、帯電防止剤、酸化防止剤等の各種添加剤の一種以上が任意の量で含まれていてもよい。添加剤は、所望の性質に応じて市販品を

適宜選択して使用することができる。

【0062】

以上説明した磁性層は、非磁性支持体上に形成された非磁性層上に設けられる。非磁性層および非磁性支持体の詳細については、後述する。

【0063】

<非磁性層>

上記磁気テープは、非磁性支持体と磁性層との間に、非磁性粉末と結合剤を含む非磁性層を有する。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。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。

10

【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。

20

【0065】

本発明における非磁性層には、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10mT以下であるか、保磁力が7.96kA/m(100Oe)以下であるか、または、残留磁束密度が10mT以下であり、かつ保磁力が7.96kA/m(100Oe)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側とは反対側に、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。バックコート層に含まれる結合剤および任意に含まれ得る各種添加剤については、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ができる。

30

【0067】

<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（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、およびポリアミドが好ましい。これらの支持体には、あらかじめコロナ放電、プラズマ処理、易接着処理、熱処理等を行ってもよい。

40

【0068】

<各種厚み>

上記磁気テープは、磁性層と非磁性層との合計厚みが、磁気テープの薄型化の観点から、0.60μm以下であり、好ましくは0.50μm以下である。また、磁性層と非磁性層との合計厚みは、例えば0.10μm以上、または0.20μm以上であることができる。

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は、非磁性支持体の厚みは、好ましくは3.00～4.50μmである。

50

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 $0.01\mu\text{m}\sim 0.15\mu\text{m}$ であり、高密度記録化の観点から、好ましくは $0.02\mu\text{m}\sim 0.12\mu\text{m}$ であり、更に好ましくは $0.03\mu\text{m}\sim 0.10\mu\text{m}$ 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。

非磁性層の厚みは、例えば $0.10\sim 0.55\mu\text{m}$ であり、 $0.10\sim 0.50\mu\text{m}$ であることが好ましい。

バックコート層の厚みは、 $0.90\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.10\sim 0.70\mu\text{m}$ の範囲であることが更に好ましい。

また、磁気テープの総厚は、磁気テープカートリッジ1巻あたりの記録容量向上の観点から、 $6.00\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $5.70\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $5.50\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましい。一方、磁気テープの取り扱いの容易性（ハンドリング性）等の観点からは、磁気テープの総厚は $1.00\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。

【0069】

磁気テープの各層および非磁性支持体の厚みは、公知の膜厚測定法により求めることができる。一例として、例えば、磁気テープの厚み方向の断面を、イオンビーム、マイクロ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電子顕微鏡を用いて断面観察を行う。断面観察において厚み方向の1箇所において求められた厚み、または無作為に抽出した2箇所以上の複数箇所、例えば2箇所、において求められた厚みの算術平均として、各種厚みを求めることができる。または、各層の厚みは、製造条件から算出される設計厚みとして求めてもよい。

【0070】

<製造方法>

（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は、先に説明した各種成分とともに、通常、溶媒を含む。溶媒としては、塗布型磁気記録媒体を製造するために一般に使用される各種有機溶媒を用いることができる。中でも、塗布型磁気記録媒体に通常使用される結合剤の溶解性の観点からは、各層形成用組成物には、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロン、テトラヒドロフラン等のケトン溶媒の一種以上が含まれることが好ましい。なお各層形成用組成物における溶媒量は特に限定されるものではなく、通常の塗布型磁気記録媒体の各層形成用組成物と同様にすることができる。また、各層形成用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。本発明で用いられる全ての原料は、どの工程の最初または途中で添加してもかまわない。また、個々の原料を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。磁気テープの製造工程では、従来の公知の製造技術の一部の工程とし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ニーダを使用することが好ましい。これらの混練処理の詳細については特開平1-106338号公報および特開平1-79274号公報に記載されている。また、各層形成用組成物を分散させるために、ガラスビーズおよび／またはその他のビーズを用いることができる。このような分散ビーズとしては、高比重の分散ビーズであるジルコニアビーズ、チタニアビーズ、およびスチールビーズが好適である。これら分散ビーズは、ビーズ径と充填率を最適化して用いることが好ましい。分散機は公知のものを使用することができる。

【0071】

(塗布工程、冷却工程、加熱乾燥工程)

磁性層は、磁性層形成用組成物を、非磁性層形成用組成物と逐次または同時に重層塗布することにより形成することができる。各層形成のための塗布の詳細については、特開 2010-231843 号公報の段落 0066 を参照できる。

【0072】

好ましい一態様では、上記磁気テープは、逐次重層塗布により製造することができる。逐次重層塗布を行う製造工程は、好ましくは次のように実施することができる。非磁性層を、非磁性層形成用組成物を非磁性支持体上に塗布することにより塗布層を形成する塗布工程、形成した塗布層を加熱処理により乾燥させる加熱乾燥工程を経て形成する。そして形成された非磁性層上に磁性層形成用組成物を塗布することにより塗布層を形成する塗布工程、形成した塗布層を加熱処理により乾燥させる加熱乾燥工程を経て、磁性層を形成する。

10

【0073】

かかる逐次重層塗布を行う製造方法において、非磁性層形成工程を、塗布工程において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む非磁性層形成用組成物を用いて行い、かつ塗布工程と加熱乾燥工程との間に、塗布層を冷却する冷却工程を行うことは、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磁気テープにおいて、表層部 C-H 由来 C 濃度を 45 原子%以上に調整するために好ましい。これは、理由は明らかではないが、加熱乾燥工程前に非磁性層形成用組成物の塗布層を冷却することにより、加熱乾燥工程における溶媒揮発時に上記成分（脂肪酸および／または脂肪酸アミド）が非磁性層表面に移行しやすくなるためではないかと、本発明者らは推察している。ただし推察に過ぎず、本発明を何ら限定するものではない。

20

【0074】

また、磁性層形成工程では、強磁性粉末、結合剤および溶媒を含む磁性層形成用組成物を非磁性層上に塗布することにより塗布層を形成する塗布工程を行い、形成された塗布層を加熱処理により乾燥させる加熱乾燥工程を行うことができる。なお上記磁気テープは、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と脂肪酸エステルとを、少なくとも磁性層に含む。かかる磁気テープを製造するために、磁性層形成用組成物が、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と脂肪酸エステルとを含むことが好ましい。ただし、磁性層形成用組成物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と脂肪酸エステルとが含まれることは必須ではない。非磁性層形成用組成物に含まれていたこれら成分が非磁性層表面に移行した後に、この非磁性層上に磁性層形成用組成物を塗布して磁性層を形成することにより、これら成分を含む磁性層を形成することができると考えられるためである。

30

【0075】

更に、好ましい製造方法としては、磁性層表面における脂肪酸エステルにより形成された液膜の厚みの均一性向上のために、磁性層に振動を加える製造方法を挙げることができる。振動を加えることにより、磁性層表面の脂肪酸エステルにより形成された液膜が流動し、液膜の厚みの均一性が向上されると、本発明者らは推察している。

40

即ち、上記磁気テープは、磁性層を、磁性層形成用組成物を非磁性層形成用組成物と逐次または同時に塗布して乾燥させることにより形成し、形成した磁性層に振動を加えること（振動付与）を含む製造方法により製造することができる。振動付与手段は特に限定されるものではない。例えば、磁性層を形成した非磁性支持体の磁性層とは反対側の面を、振動付与ユニットと接触させることにより、磁性層に振動を加えることができる。磁性層を形成した非磁性支持体を振動付与ユニットと接触させながら走行させてもよい。振動付与ユニットは、例えば、内部に超音波振動子を備えることにより、このユニットと接触した物品に振動を加えることができる。超音波振動子の振動周波数、強度、および／または振動付与ユニットとの接触時間によって、磁性層に加える振動を調整することができる。例えば接触時間は、磁性層を形成した非磁性支持体の振動付与ユニットとの接触中の走行

50

速度によって調整することができる。これらの振動付与条件は特に限定されるものではなく、先に記載したスペーシング分布、特に、真空加熱前のスペーシング分布 $FWHM_{before}$ を制御できるように設定すればよい。振動付与条件の設定のために実製造前に予備実験を行い、条件を最適化することもできる。

【0076】

また、真空加熱後のスペーシング分布 $FWHM_{after}$ は、磁性層形成用組成物の分散条件を強化する（例えば分散回数を増やす、分散時間を延ばす等）、および／または、ろ過条件を強化する（例えばろ過に用いるフィルタとして孔径の小さいフィルタを用いる、フィルタろ過回数を増やす等）ことによって、小さくなる傾向がある。これらによって、磁性層形成用組成物に含まれる粉末成分、中でも先に記載した突起形成剤として機能し得る非磁性フィラーの分散性および／または粒子サイズの均一性が向上されることにより、磁性層表面に存在する突起の高さの均一性が向上されるためと、本発明者らは推察している。分散条件および／またはろ過条件も、実製造前に予備実験を行い最適化することもできる。

10

【0077】

更に、非磁性フィラーとしてカーボンブラックを含む磁性層を有する磁気テープについては、カーボンブラックの分散性を向上させるための分散剤を磁性層成分として用いることは、真空加熱後のスペーシング分布 $FWHM_{after}$ を小さくするために有効である。例えば一例として、カーボンブラックの分散剤としては、有機三級アミンを挙げることができる。有機三級アミンについては、特開2013-049832号公報の段落0011～0018および0021を参照できる。上記有機三級アミンは、より好ましくはトリアルキルアミンである。トリアルキルアミンが有するアルキル基は、好ましくは炭素数1～18のアルキル基である。トリアルキルアミンが有する3つのアルキル基は、同一であっても異なってもよい。アルキル基の詳細については、特開2013-049832号公報の段落0015～0016を参照できる。トリアルキルアミンとしては、トリオクチルアミンが特に好ましい。

20

【0078】

以下、上記磁気テープの製造方法の具体的態様を、図1に基づき説明する。ただし本発明は、下記具体的態様に限定されるものではない。

【0079】

図1は、非磁性支持体の一方の面に非磁性層と磁性層とをこの順に有し、他方の面にバックコート層を有する磁気テープを製造する工程の具体的態様を示す工程概略図である。図1に示す態様では、非磁性支持体（長尺フィルム）を、送り出し部から送り出し巻き取り部で巻き取る操作を連続的にを行い、かつ図1に示されている各部または各ゾーンにおいて塗布、乾燥、配向等の各種処理を行うことにより、走行する非磁性支持体上の一方の面に非磁性層および磁性層を逐次重層塗布により形成し、他方の面にバックコート層を形成することができる。冷却ゾーンを含む点および磁性層に振動を付与するための振動付与部を含む点以外は、塗布型磁気記録媒体の製造のために通常行われる製造工程と同様にすることができる。

30

【0080】

送り出し部から送り出された非磁性支持体上には、第一の塗布部において、非磁性層形成用組成物の塗布が行われる（非磁性層形成用組成物の塗布工程）。上記の通り、非磁性層形成用組成物は、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含むことが好ましい。また、非磁性層形成用組成物が脂肪酸エステルを含むことも好ましい。

40

【0081】

上記塗布工程後、冷却ゾーンにおいて、塗布工程で形成された非磁性層形成用組成物の塗布層が冷却される（冷却工程）。例えば、上記塗布層を形成した非磁性支持体を冷却雰囲気中に通過させることにより、冷却工程を行うことができる。冷却雰囲気の雰囲気温度は、好ましくは -10°C ～ 0°C の範囲とすることができ、より好ましくは -5°C ～ 0°C の

50

範囲とすることができる。冷却工程を行う時間（例えば、塗布層の任意の部分が冷却ゾーンに搬入されてから搬出されるまでの時間（以下において、「滞在時間」ともいう。））は特に限定されるものではない。長くするほど表層部C-H由来C濃度が高まる傾向があるため、45原子%以上の表層部C-H由来C濃度が実現できるように必要に応じて予備実験を行う等して調整することが好ましい。冷却工程では、冷却した気体を塗布層表面に吹き付けてもよい。

【0082】

冷却ゾーンの後、第一の加熱処理ゾーンでは、冷却工程後の塗布層を加熱することにより、塗布層を乾燥させる（加熱乾燥工程）。加熱乾燥処理は、冷却工程後の塗布層を有する非磁性支持体を加熱雰囲気中に通過させることにより行うことができる。ここでの加熱雰囲気は、例えば60～140℃程度である。ただし、溶媒を揮発させて塗布層を乾燥させることができる温度とすればよく、上記範囲の雰囲気温度に限定されるものではない。また任意に、加熱した気体を塗布層表面に吹き付けてもよい。以上の点は、後述する第二の加熱処理ゾーンにおける加熱乾燥工程および第三の加熱処理ゾーンにおける加熱乾燥工程についても、同様である。また、非磁性層形成用組成物の処方に応じて、加熱乾燥工程の後に、非磁性層を硬化するための硬化処理を行ってもよい。例えば、電子線硬化型樹脂を含む非磁性層形成用組成物を用いる場合には、硬化処理として電子線照射を行うことができる。以上の点は、磁性層等の他の層の形成においても同様である。

【0083】

次に、第二の塗布部において、第一の加熱処理ゾーンにて加熱乾燥工程を行い形成された非磁性層上に、磁性層形成用組成物が塗布される（磁性層形成用組成物の塗布工程）。磁性層形成用組成物は、脂肪酸エステルを含むことが好ましい。また、磁性層形成用組成物が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むことも好ましい。

【0084】

その後、必要に応じて任意に、磁性層形成用組成物の塗布層が湿潤状態にあるうちに、配向ゾーンにおいて塗布層中の強磁性粉末の配向処理が行われる。配向処理については、特開2010-231843号公報の段落0067を参照できる。任意に行われる配向処理後に、塗布層は、第二の加熱処理ゾーンにおいて加熱乾燥工程に付される。

【0085】

次いで、加熱乾燥工程により乾燥させた磁性層に、振動付与部において振動を付与する。振動付与について、詳細は先に記載した通りである。

【0086】

次いで、第三の塗布部において、非磁性支持体の非磁性層および磁性層が形成された面とは反対側の面に、バックコート層形成用組成物が塗布されて塗布層が形成される（バックコート層形成用組成物の塗布工程）。その後、第三の加熱処理ゾーンにおいて、上記塗布層を加熱処理し乾燥させる。

【0087】

以上の工程により、非磁性支持体の一方の面に非磁性層および磁性層をこの順に有し、他方の面にバックコート層を有する磁気テープを得ることができる。

【0088】

上記磁気テープを製造するためには、塗布型磁気記録媒体の製造のための公知の各種処理を行うことができる。例えば、各種処理については、特開2010-231843号公報の段落0068～0069を参照できる。

【0089】

以上、好ましい製造方法の一態様を説明した。ただし、上記磁気テープは、かかる製造方法によって製造されたものに限定されるものではない。

【0090】

以上説明した本発明の一態様にかかる磁気テープは、非磁性層と磁性層との合計厚みが0.60μm以下であり、優れた走行安定性を示すことができる。

【実施例】

【0091】

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」を示す。

【0092】

[実施例1]

<磁性層形成用組成物>

(磁性液)

強磁性六方晶バリウムフェライト粉末：100.0部 10

(保磁力Hc：2100Oe(168kA/m)、平均粒子サイズ：25nm)

スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂：15.0部

シクロヘキサノン：150.0部

メチルエチルケトン：150.0部

(研磨剤液)

α-アルミナ(平均粒子サイズ：110nm)：9.0部

塩化ビニル共重合体(日本ゼオン製MR110)：0.7部

シクロヘキサノン：20.0部

(シリカゾル)

ゾルゲル法により調製されたコロイダルシリカ(平均粒子サイズ：120nm)：3.5部 20

メチルエチルケトン：8.2部(その他成分)

ブチルステアレート：1.0部

ステアリン酸：1.0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)：2.5部

(仕上げ添加溶媒)

シクロヘキサノン：180.0部

メチルエチルケトン：180.0部

【0093】

<非磁性層形成用組成物> 30

非磁性無機粉末(α-酸化鉄)：80.0部

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

カーボンブラック(平均粒子サイズ：20nm)：20.0部

電子線硬化型塩化ビニル共重合体：13.0部

電子線硬化型ポリウレタン樹脂：6.0部

フェニルホスホン酸：3.0部

シクロヘキサノン：140.0部

メチルエチルケトン：170.0部 40

ブチルステアレート：表5参照

ステアリン酸：表5参照

【0094】

<バックコート層形成用組成物>

非磁性無機粉末(α-酸化鉄)：80.0部

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

カーボンブラック(平均粒子サイズ：20nm)：20.0部

カーボンブラック(平均粒子サイズ：100nm)：3.0部

塩化ビニル共重合体：13.0部 50

スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂：6．0部

フェニルホスホン酸：3．0部

シクロヘキサノン：140．0部

メチルエチルケトン：170．0部

ステアリン酸：3．0部

ポリイソシアネート（日本ポリウレタン社製コロネート）：5．0部

メチルエチルケトン：400．0部

【0095】

<各層形成用組成物の調製>

磁性層形成用組成物は、以下の方法によって調製した。

上記磁性液をオープンニードにより混練および希釈処理した後、横型ビーズミル分散機により、ビーズ径0．5mmのジルコニア（ ZrO_2 ）ビーズ（以下、「Zrビーズ」と記載する）を用い、ビーズ充填率80体積％、ローター先端周速10m／秒で、1パス滞留時間を2分とし、12パスの分散処理を行った。

研磨剤液は、上記成分を混合した後、ビーズ径1mmのZrビーズとともに縦型サンドミル分散機に入れ、ビーズ体積／（研磨剤液体積＋ビーズ体積）が60％になるように調整し、180分間サンド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。

磁性液、シリカゾルおよび研磨剤液と、その他の成分および仕上げ添加溶媒をディゾルバー攪拌機に導入し、周速10m／秒で30分間攪拌した。その後、フロー式超音波分散機により流量7．5kg／分で表5に示すパス回数で処理を行った後に、表5に示す孔径のフィルタで表5に示す回数ろ過して磁性層形成用組成物を調製した。

【0096】

非磁性層形成用組成物は以下の方法によって調製した。

潤滑剤（ブチルステアレートおよびステアリン酸）を除く上記成分をオープンニードにより混練および希釈処理した後、横型ビーズミル分散機により分散処理を実施した。その後、潤滑剤（ブチルステアレートおよびステアリン酸）を添加して、ディゾルバー攪拌機にて攪拌および混合処理を施して非磁性層形成用組成物を調製した。

【0097】

バックコート層形成用組成物は以下の方法によって作製した。

潤滑剤（ステアリン酸）、ポリイソシアネートおよびメチルエチルケトン（400．0部）を除く上記成分をオープンニードにより混練および希釈処理した後、横型ビーズミル分散機により分散処理を実施した。その後、潤滑剤（ステアリン酸）、ポリイソシアネートおよびメチルエチルケトン（400．0部）を添加して、ディゾルバー攪拌機にて攪拌および混合処理を施し、バックコート層形成用組成物を調製した。

【0098】

<磁気テープの作製>

図1に示す具体的態様に準じて磁気テープを作製した。詳しくは、次の通りとした。

表5に示す厚みのポリエチレンナフタレート支持体を送り出し部から送りだし、一方の表面に、第一の塗布部において乾燥後の厚みが表5に示す厚みになるように非磁性層形成用組成物を塗布して塗布層を形成した。形成した塗布層が湿潤状態にあるうちに雰囲気温度0℃に調整した冷却ゾーンに表5に示す滞在時間で通過させて冷却工程を行い、その後、雰囲気温度100℃の第一の加熱処理ゾーンを通過させ加熱乾燥工程を行い乾燥させた後、125kVの加速電圧で40kGy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。

その後、第二の塗布部において、形成した非磁性層上に乾燥後の厚みが表5に示す厚みになるように磁性層形成用組成物を塗布し塗布層を形成し、第二の加熱処理ゾーン（雰囲気温度100℃）にて乾燥させて磁性層を形成した。

その後、磁性層を形成した支持体を、図2に示す振動付与装置に、磁性層を形成した表面とは反対側の表面が振動付与ユニットと接するように設置し、磁性層を形成した支持体

(図2中、符号101)を搬送速度0.5m/秒で搬送させて磁性層に振動を加えた。図2中、符号102はガイドローラ(符号102は2つのガイドローラの一方に付した)、符号103は振動付与装置(超音波振動子を含む振動付与ユニット)、矢印は搬送方向を示す。磁性層を形成した支持体の任意の箇所が振動付与ユニットとの接触を開始してから接触が終了するまでの時間を振動付与時間として、表5に示す。使用した振動付与ユニットは内部に超音波振動子を備えている。超音波振動子の振動周波数および強度を表5に示す値として振動付与を行った。

その後、第三の塗布部において、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乾燥後の厚みが表5に示す厚みになるように塗布して塗布層を形成し、形成した塗布層を第三の加熱処理ゾーン(雰囲気温度100℃)にて乾燥させた。

その後、金属ロールのみから構成されるカレンダーロールを用いて、カレンダー処理速度80m/min、線圧300kg/cm(294kN/m)、およびカレンダーロールの表面温度95℃にて、表面平滑化処理(カレンダー処理)を行った。

その後、雰囲気温度70℃の環境で36時間熱処理を行った。熱処理後、1/2インチ(0.0127メートル)幅にスリットし、スリット品の送り出しおよび巻き取り装置を持った装置に不織布とカミソリブレードが磁性層表面に押し当たるように取り付けられたテープクリーニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行った。

以上により、磁気テープを作製した。

【0099】

[実施例2～5、比較例1～11]

表5に示すように非磁性層形成用組成物の処方および/または製造条件を変更した点以外、実施例1と同様の方法で磁気テープを作製した。振動付与時間は、磁性層形成用組成物の塗布層を形成した支持体の搬送速度を変えることにより調整した。

表5中、冷却ゾーン滞在時間の欄に「未実施」と記載されている比較例では、冷却ゾーンを含まない製造工程により磁気テープを作製した。

表5中、超音波振動付与条件の欄に「無し」と記載されている比較例では、振動付与部を含まない製造工程により磁気テープを作製した。

【0100】

作製した磁気テープの各層および非磁性支持体の厚みを、以下の方法により求めた。形成した各層および非磁性支持体の厚みが表5に示す厚みであることが確認された。

磁気テープの厚み方向の断面を、イオンビームにより露出させた後、露出した断面において走査型電子顕微鏡によって断面観察を行う。断面観察において厚み方向の2箇所において求められた厚みの算術平均として、各種厚みを求めた。

【0101】

以上により作製した実施例1～5および比較例1～11の各磁気テープを、以下の評価に付した。

【0102】

[磁気テープの物性評価方法]

<1. 真空加熱前後のスペーシング分布FWHM_{before}、FWHM_{after}>

TSA(Tape Spacing Analyzer(Micro Physics社製))を用いて、以下の方法により、真空加熱前後のスペーシング分布FWHM_{before}およびFWHM_{after}を求めた。

磁気テープの磁性層表面上に、TSAに備えられたガラス板を配置した状態で、押圧部材としてTSAに備えられているウレタン製の半球を用いて、この半球を磁気テープのバックコート層表面に、 $5.05 \times 10^4 \text{ N/m}$ (0.5atm)の圧力で押しつけた。この状態で、TSAに備えられているストロボスコープから白色光を、ガラス板を通して磁気テープの磁性層表面の一定領域($150000 \sim 200000 \mu\text{m}^2$)に照射し、得られる反射光を、干渉フィルタ(波長633nmの光を選択的に透過するフィルタ)を通してCCD(Charge-Coupled Device)で受光することで、この領域

10

20

30

40

50

の凹凸で生じた干渉縞画像を得た。

この画像を300000ポイントに分割して各ポイントのガラス板の磁気テープ側の表面から磁気テープの磁性層表面までの距離（スペーシング）を求めこれをヒストグラムとし、ヒストグラムをガウス分布でフィッティングしたときの半値全幅をスペーシング分布の半値全幅とした。

真空加熱は、磁気テープを、200 Pa以上0.01 MPa以下の真空度の内部雰囲気温度70～90℃の真空定温乾燥機に24時間保存することにより行った。

【0103】

<2. 差分 ($S_{after} - S_{before}$)>

上記1. で得た真空加熱後のヒストグラムの最頻値から、真空加熱前のヒストグラムの最頻値を差し引いて、差分 ($S_{after} - S_{before}$) とした。

【0104】

<3. 表層部C-H由来C濃度>

以下の方法により、磁気テープの磁性層表面（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、分析結果から表層部C-H由来C濃度を算出した。

【0105】

（分析および算出方法）

下記（1）～（3）の測定は、いずれも表1に示す測定条件にて行った。

【0106】

【表1】

装置	島津製作所製 AXIS-ULTRA
励起 X線源	単色化 Al-Kα 線 （出力：15 kV、20 mA）
Analyzer mode	Spectrum
Lens mode	Hybrid （分析面積：300 μm x 700 μm）
帯電補正用中和電子銃 (Charge neutraliser)	ON（使用）
光電子取り出し角 (take-off angle)	10 deg. （検出器と試料表面の角度）

【0107】

（1）ワイドスキャン測定

磁気テープの磁性層表面においてESCA装置によりワイドスキャン測定（測定条件：表2参照）を行い、検出された元素の種類を調べた（定性分析）。

【0108】

【表2】

スキャン範囲 (scan range)	パスエネルギー (Pass Energy)	エネルギー分解能 (Step)	取り込み時間 (Dwell)	積算回数 (Sweeps)
0～1200 eV	160 eV	1 eV/step	100 ms/step	5

【0109】

（2）ナローズキャン測定

上記（1）で検出された全元素について、ナローズキャン測定（測定条件：表3参照）を行った。装置付属のデータ処理用ソフトウェア（Vision 2. 2. 6）を用いて、各元素のピーク面積から検出された各元素の原子濃度（単位：原子%）を算出した。ここでC濃度も算出した。

【0110】

【表3】

スペクトル ^{注1)}	スキャン範囲 (scan range)	パスエネルギー (Pass Energy)	エネルギー分解能 (Step)	取込み時間 (Dwell)	積算回数 (Sweeps) ^{注2)}
C1s	276～296 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
Cl2p	190～212 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
N1s	390～410 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
O1s	521～541 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
Fe2p	700～740 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
Ba3d	765～815 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
Al2p	64 ～84 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
Y3d	148～168 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
P2p	120～140 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
Zr3d	171～191 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
Bi4f	151～171 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	3
Sn3d	477～502 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
Si2p	90～110 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5
S2p	153～173 eV	80 eV	0.1 eV/step	100 ms/step	5

注1) 表3に示すスペクトル(元素種)は例示であり、(1)の定性分析で表3に示されていない元素が検出された場合には、検出された元素のスペクトルの全体が入るスキャン範囲で同様のナローズキャン測定を行う。

注2) S/N比(Signal-to-Noise ratio)が良好であったスペクトルは積算回数3回で測定した。ただし、全スペクトルについて積算回数5回としても定量結果に影響はない。

【0111】

(3) C1s スペクトルの取得

表4に記載の測定条件にてC1s スペクトルを取得した。取得したC1s スペクトルについて、装置付属のデータ処理用ソフトウェア(Vision 2. 2. 6)を用いて試料帯電に起因するシフト(物理シフト)の補正を行った後、同ソフトウェアを用いてC1s スペクトルのフィッティング処理(ピーク分離)を実施した。ピーク分離にはガウスローレンツ複合関数(ガウス成分70%、ローレンツ成分30%)を用い、非線形最小二乗法によりC1s スペクトルのフィッティングを行い、C1s スペクトルに占めるC-Hピークの割合(ピーク面積率)を算出した。算出されたC-Hピーク面積率を、上記(2)で求めたC濃度に掛けることにより、C-H由来C濃度を算出した。

【0112】

【表4】

スペクトル	スキャン範囲 (scan range)	パスエネルギー (Pass Energy)	エネルギー分解能 (Step)	取込み時間 (Dwell)	積算回数 (Sweeps)
C1s	276～296 eV	10 eV	0.1 eV/step	200 ms/step	20

【0113】

以上の処理を磁気テープの磁性層表面の異なる位置において3回行い、得られた値の算術平均を表層部C-H由来C濃度とした。

【0114】

[磁気テープの性能評価方法]

<貼り付き発生回数>

IBM社製LTO(登録商標)G6(Linear Tape-Open Gener

10

20

30

40

50

a t i o n 6) ドライブから取り外した磁気ヘッド(以下、「ヘッド」と記載する。)を、歪みゲージを取り付けた状態でテープ走行系に設置した。

上記テープ走行系における走行時、磁気テープ上の領域は、送り出しロールから5mまでの領域(加速領域)、巻き取りロールから5mまでの領域(減速領域)、および加速領域と減速領域の間にある高速領域の3つの領域に大別できる。加速領域および減速領域では磁気テープの走行速度は設定速度より低速であるのに対し、高速領域では磁気テープはほぼ設定速度で走行する。設定速度は、10m/secとした。

雰囲気温度40℃±1℃、相対湿度80%の環境下において、上記テープ走行系において、テープ長50mの磁気テープを、0.6Nのテンションをかけながら送り出しロールから送り出して巻き取りロールへ巻き取る方法で10000サイクル繰り返し走行させた。上記繰り返し走行中、上記ヘッドを磁性層表面と常時接触させ、上記ヘッドに取り付けられた歪みゲージによって、上記繰り返し走行中に得られる電圧値をモニターし、モニターされた電圧値から換算される荷重が1.5Nを超えると貼り付きと判断し、加速領域および高速領域における貼り付き発生回数を求めた。

10

上記環境は相対湿度が80%であり、一般に高湿度環境と呼ばれる環境であって、これより相対湿度が低い低湿度環境と比べて、水分の影響によって貼り付きがより発生し易い傾向がある。かかる環境下において、上記条件によって評価される貼り付き回数が、加速領域および高速領域においてそれぞれ5回以下であれば、走行安定性に対する今後の厳しいニーズに対応し得る性能を有すると評価することができる。

【0115】

20

以上の結果を、表5に示す。

【0116】

【表 5】

非磁性層形成用組成物	アクリルアレート含有量	単位	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7	比較例8	比較例9	比較例10	比較例11	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
	スララン酸含有量	部	4.0	4.0	4.0	4.0	8.0	4.0	4.0	4.0	4.0	10.0	0.0	4.0	4.0	2.0	8.0	4.0
製造条件	超音波駆動付与条件	秒	無し	無し	無し	無し	無し	無し	0.5 30 100	0.5 30 100	無し	0.5 30 30 100	0.5 30 30 100	0.5 30 30 100	3.0 30 30 100	3.0 30 30 100	0.5 30 30 100	3.0 30 30 100
	磁性層化剤用組成物	回	2	2	2	2	2	2	2	1	2	2	2	2	30	2	2	30
	調製条件	回	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	5	1	1	5
	冷卻ソーシ	μm	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.5	1.0	1.0	0.5
	磁性層	秒	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	180.0	5.0	5.0	180.0
	非磁性層	μm	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
	非磁性支持体	μm	1.00	0.70	0.50	0.10	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.10
	バウコート層	μm	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30	4.30
	非磁性層+磁性層	μm	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60
	物性	合計増み	μm	1.10	0.80	0.60	0.20	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.20
性能	FWHMbefore	nm	6.0	4.2	3.2	1.0	6.0	3.2	3.2	3.2	3.2	8.2	0	3.1	2.9	1.5	6.2	3.1
	FWHMafter	nm	8.7	8.8	8.5	8.6	8.6	8.6	6.8	6.7	8.6	6.7	6.7	6.8	4.1	7.0	4.1	3.9
	CH-由来C濃度	原子%	35	35	35	35	35	38	35	55	55	55	55	55	70	50	58	65
	耐付着発生回数	回	0	1	15	13	14	14	14	10*	10*	10*	評価不可	3	0	4	1	3
	加減領域	回	0	2	30	30	25	28	28	30	30	30	30	4	0	5	3	2

*走行停止になるまでの貼り付き発生回数

表5に示す比較例同士の対比から、非磁性層と磁性層との合計厚みが $0.60\mu\text{m}$ 超の場合（比較例1および2）と比べて、非磁性層と磁性層との合計厚みが $0.60\mu\text{m}$ 以下の場合（比較例3～10）には、高速領域および／または加速領域において貼り付きが顕著に発生することが確認された。

なお比較例11の磁気テープの評価では、ヘッドとの接触により磁性層表面が削れて発生した削れ屑の影響によって、高速領域において磁気テープを走行させることができず走行が停止してしまった。そのため、比較例11の磁気テープについて、高速領域での貼り付き発生回数を評価することができなかった。比較例11の磁気テープについて、表5には、上記の削れ屑の影響によって走行停止するまでの加速領域における貼り付き発生回数を示した。

10

一方、比較例4および比較例10の磁気テープの評価では、加速領域において磁性層表面とヘッドとの貼り付きにより磁気テープの走行が停止してしまったため、加速領域における貼り付き発生回数を評価することができなかった。比較例4および比較例10の磁気テープについて、表5には、走行が停止するまでの高速領域における貼り付き発生回数を示した。

これに対し、実施例1～5の磁気テープは、高速領域および加速領域の両領域において、貼り付き発生回数が少ないか、貼り付きが発生せずに、優れた走行安定性を示した。

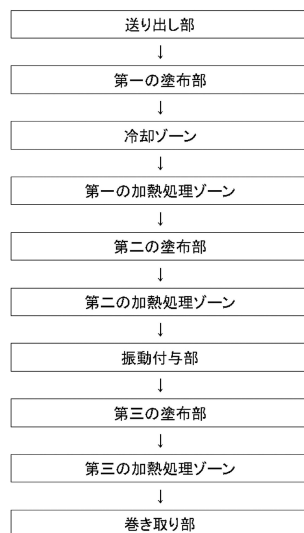
【産業上の利用可能性】

【0118】

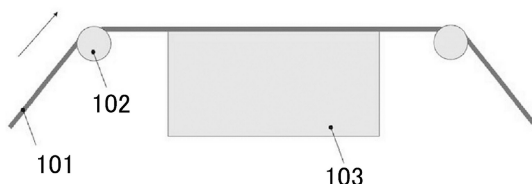
本発明は、バックアップテープ等の磁気テープの技術分野において有用である。

20

【図1】



【図2】



フロントページの続き

審査官 斎藤 眞

(56)参考文献 特開2012-043495 (JP, A)
特開2016-071912 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G11B 5/62-5/858