-			31712003 317220
(19) Japan Patent Office (JP)	(12) Unexamined Patent	t Application Publication (A)	 (11) Patent Application Number JP-A-2003-317228 (P2003-317228A) (43) Publication Date: November 7, 2003
(51) Int.Cl. G11B 5/735	Identification Code	FI G11B 5/735	Theme Code (Reference) 5D006

Examination Request – Unfiled Claims for Examination 2 OL (Total: 13 Pages)

(21) Application Number: P2002-121324

(22)Application Date: April 23, 2003

1

(54) [Invention Name] Magnetic Recording Medium

(57) [Abstract] (Corrections Included)

Problem to be Solved: Improve durability by preventing damage to the magnetic layer that is caused by a back coat being placed on the opposite surface of a magnetic layer on a non-magnetic substrate.

Solution: On a magnetic recording medium composed of a non-magnetic substrate, with a magnetic layer applied over a non-magnetic layer on one surface, and a back coat on the opposite surface, the opposite layer's surface must have a protrusions of a height and distribution specified below.

Protrusions of 20nm to 40nm: $1.2/\mu$ m² or less.

Protrusions of 40nm to 80nm: $0.4/\mu$ m² or less.

Protrusions of 80nm to 100nm: $0.02/\mu$ m² or less.

Protrusions of over 100nm: None.

(71) Applicant 000002185

Sony Corporation

6-7-35 Kitashinagawa, Shinagawa-ku, Tokyo

(72) Inventor - Futoshi Sasaki

6-7-35 Kitashinagawa, Shinagawa-ku, Tokyo

JPA2003-317228

Sony Corporation

(74) Representative 100067736

Patent Attorney – Akira Koike (2 Additional)

F-Term (Reference) 5D006 CC02 CC03



[Claims]

[Claim 1] Upon a magnetic recording medium comprised of a non-magnetic substrate where upon a non-magnetic layer consisting of non-magnetic powder and binder is formed on one surface, and upon this non-magnetic layer, a magnetic layer consisting of magnetic powder and binder is applied, and a back coat is applied to the opposite surface, upon the above mentioned back coat, the surface has the following protrusion height and distribution specifications:

Protrusions of 20nm to 40nm: $1.2/\mu m^2$

Protrusions of 40nm to 80nm: 0.4/µm²

Protrusions of 80nm to 100nm: 0.02/µm²

Protrusions over 100nm: None.

[Claim 2] The magnetic recording medium described in Claim 1 wherein the above mentioned back coat is comprised of non-magnetic powder and a binder. Said non-magnetic powder consists of carbon black with a mean particle diameter of 10-50nm and carbon black with a mean diameter of 60-100nm.

[Detailed Description of Invention]

[0001][Field of Invention] The present invention relates to magnetic recording mediums such as magnetic tape.

[0002][Prior Art] The widely used method for creating magnetic recording mediums such as magnetic tape and magnetic disks, consists of applying magnetic paint made by combining magnetic powder combined with a binder to a non-magnetic substrate.

[0003] In fields where digital data is extensively handled such as computers, advances in processing technology have led to an increase in the amount of data handled, along with an increase in the importance of the data being handled. In fields such as computers, new read and write systems and associated recording mediums that can store large amounts of data and rapidly transfer data such data are being developed to match the increased data volume being handled.

[0004] For storing data in data processing fields, measurement data for fields of measurement, and image data for imaging a read and write system called helical scan format is used. In helical scanning, a rotating magnetic head is attached to a rotating drum, which then is wrapped in magnetic tape at an angle. The data is stored diagonally across the width of the tape, and is written/read by sliding contact against the head.

[0005] In addition to the system described above, there have been proposals to adopt the "linear format" where a tape is attached in one direction and feeds into a tape feed. Data is recorded or read from a tape by passing it against a fixed magnetic head without wrapping the tape around the head like in helical scanning.

[0006] Because helical scan based read and write systems write and retrieve data through the sliding contact of the entire tape width against the head, these systems can record data onto a magnetic tape from start to finish with a single tape pass. Further, because the speed at which the magnetic tape travels over the magnetic head is slower than linear format systems, the magnetic tape feed is easier to stabilize, leading to more stable data read and write.

[0007] Linear format read and write systems run magnetic tape against the fixed magnetic head multiple times forward and backward at a relative rapid speed. As only the areas of the magnetic tape used to record or retrieve the data makes contact with the magnetic head, the wear and tear placed upon the magnetic head and tape are reduced compared to helical scan format systems.

[0008] Reducing the thickness of the magnetic layers is among the methods proposed to substantially increase the storage capacity of recording mediums used in the read and write systems described above. Achieving thinner magnetic layers upon the non-magnetic substrates that comprise recording mediums reduces self-magnetization data loss during writing and thickness loss in reading effectively improving the electromagnetic conversion properties in high density recording. A major issue involving thinner magnetic layers stems from surface irregularities on the magnetic layer, which causes variation in the distance between the recording medium and the magnetic head, resulting

in spacing loss. The surface of a thin magnetic layer is dependent upon the properties of the non-magnetic layer below - a rough non-magnetic substrate surface means a rough magnetic layer surface which causes spacing loss that degrades electromagnetic conversion properties and causing drop outs on the data being recorded or retrieved. Reduction in durability is also an unavoidable issue when reducing the thinness of magnetic layers formed over non-magnetic substrates.

[0009] For coating type magnetic recording mediums that are comprised of a magnetic layer coating over one non-magnetic substrate surface, a multi-layer coating type of magnetic storage medium which introduces a relatively thick non-magnetic underlayer between the magnetic layer and the substrate. Introduction of the underlayer would eliminate the magnetic layer's dependence on the substrate's surface form and allow flexibility in designing the magnetic layer's surface. Additional functionality added to the non-magnetic underlayer would allow improvements to the durability of magnetic tapes when used in high speed, durability taxing uses such as the high speed sliding contact between a magnetic tape and a fixed magnetic head in a linear format read and write system.

[0010] Further, magnetic recording mediums such as magnetic tapes apply a back coat to the substrate surface opposite to the surface with the magnetic layer in an effort to achieve high reliability. The application of a back coat to the opposite side of the non-magnetic substrate is intended to allow the magnetic tape to run smoothly within the read and write system's tape running system.

[0011] The surface of magnetic recording mediums, particularly the surfaces of back coats on magnetic tapes have minute surface irregularities. The surface irregularities of back coats serve to control the friction between the running magnetic tape and the guide pin with which it comes in sliding contact. The back coat's surface irregularities also serve to reduce electrical resistance and prevent charge build-up, improve the winding characteristics of the tape and prevent disorderly winding while running the tape, support the overall improvement of durability of the magnetic tape, and make improvements to the magnetic tape's shape possible.

[0012] The addition of the back coat to magnetic recording mediums, including magnetic tape, is a technique also considered necessary for magnetic tapes for linear format recording/retrieval systems.

[0013][Problem to be Solved by Invention] When utilizing a multi-layer coating type magnetic tapes such as those described above in read and write systems that utilize a linear format, repeated long-term operational testing resulted in cases of scratch shaped damage to the magnetic layer's surface. Investigation into the causes of this damage revealed that excessively large protrusions on the surface of the back coat applied to the

non-magnetic substrate were responsible. This phenomenon was much more likely to occur with a linear format system than a helical scan format based system. This is believed to be due to differences in the two formats. Increasing the transfer rate of recorded and retrieved data requires increasing the speed of the magnetic tape's running speed. However, in a helical scan format system, the magnetic head rotates against the tape at a high speed, allowing for higher relative velocities and increasing the magnetic tape's effective speed without requiring the actual tape speed to be excessively raised.

[0014] However, since the data transfer speeds of linear format based read and write systems rely solely upon the magnetic tape's speed, compared to helical scan systems described above, such systems require substantially faster running speed from the magnetic tape itself. Further, to secure stable tape running and winding in a linear system employing high magnetic tape speed, it becomes necessary to increase the reel tension of the tape reel against the magnetic tape. As a consequence, any protrusions on the back coat's surface make contact with the magnetic layer when the tape is reeled and wrapped in layers around the tape reel. Due to the more tightly wound tape reel, a particularly large protrusion focuses the tape reel's tension as pressure against the magnetic layer, and as a result damages the magnetic layer. Further, while protrusions on the back coat reduce the friction between the back coat and guide pin that come in contact, the friction between the magnetic layer surface is also reduced. If the friction on the magnetic layer surface is excessively low, the magnetic tape may not wind properly onto the tape reel. This can cause the excessively large protrusions on the back coat surface to rub against the magnetic layer surfaces and cause damage to the magnetic layer.

[0015] Further if there are excessively large protrusions on the back coat surface, the protrusion shape can imprint itself on the magnetic layer during the heat treatment phase of magnetic tape production or during long-term storage wound up around a tape reel, causing electromagnetic transfer properties to fall. In addition, the impressions formed by the protrusion and the surrounding areas on the magnetic layer surface can result in a substantial reduction of the magnetic layer's coating film strength. In fixed head high speed tape systems like linear format systems, areas with weakened coating film strength become more vulnerable to coating film tears in the magnetic layer.

[0016] For these reasons, to improve the quality of magnetic tape used in linear format read and write systems as those described above, it is necessary to create a back coat that reduces protrusion imprinting upon the magnetic layer during long-term storage while preventing damage to the magnetic layer during repeated operations.

[0017] This invention was created to address the needs articulated above, and seeks to provide a magnetic recording mediums such as magnetic tape that are capable of high-speed operations and as a result, provide high speed data transfer.

[0018] Further, this invention seeks to provide highly reliable magnetic recording mediums by increasing the medium's durability through preventing damage to the magnetic layers caused by the non-magnetic back coat on the opposite surface of the non-magnetic substrate.

[0019][Method to Address the Problems] Created to achieve the objectives articulated above, this invention is a magnetic recording medium consisting of a non-magnetic substrate with a magnetic layer of magnetic powder and binder applied over a nonmagnetic layer of non-magnetic powder and binder on one surface, with a non-magnetic back coat applied to the opposite side, and said back coat surface has protrusion sizes and distribution matching the following specifications:

[0020]Protrusions of 20nm to 40nm: 1.2 protrusions per μ m².

Protrusions of 40nm to 80nm: 0.4 protrusions per μ m².

Protrusions of 80nm to 100nm: 0.02 protrusions per μ m².

Protrusions over 100nm: None

[0021] The back coat that forms part of the magnetic recording medium related to this invention is comprised of a binder and non-magnetic powder. The non-magnetic powder consists of carbon black with a mean particle diameter of 10-50nm, and carbon black with a mean particle diameter of 60-100nm.

[0022] By having the back coat meet the specifications listed above, the magnetic recording medium related to this invention reduces the damage that occurs to the magnetic layer surface during repeated operations, and minimizes the amount of structural imprints of the protrusions from the back coat imprinted onto the magnetic layer when wound by methods such as tape reels for long-term storage.

[0023][Description of Embodiments] Embodiments of the invention are explained below.

[0024] The magnetic recording medium 100 shown in figure 1, contains the nonmagnetic substrate 101. Substrate 101 is coated on one surface with an underlayer nonmagnetic coating created by combining the non-magnetic powder, binder, and a solvent, forming the non-magnetic layer 102 coating film, upon which upper magnetic layer 103 is applied using the upper layer coating created by combining magnetic powder, binder, and a solvent. The surface with upper magnetic layer 103, the recording layer is a multilayer coating film layer. [0025] Invention related magnetic recording medium 100 and its non-magnetic substrate 101 is coated on the opposite surface of the surface described above with a back coat coating mixture of carbon black, binder, and solvent to form back coat 104.

[0026] Specific materials used to create upper magnetic layer 103, which forms the recording layer of the magnetic recording medium related to this invention are as follows:

[0027] First, ferromagnetic powder, bonding agents, etc. form the materials for upper magnetic layer 103. The ferromagnetic powder may be any generally used metallic magnetic powders.

[0028] Examples of metallic magnetic powders that can be used to create upper magnetic coating 103 include: Fe, Co, Ni, Fe-Co, Fe-Ni, Fe-Co-Ni, Co-Ni, Fe-Co-B, Fe-Co-Cr-B, Mn-Bi, Mn-Al, Fe-Co-V. Further, the above powders may include components such as Al, Si, Ti, Cr, Mn, Cu, Zn in order to improve the various properties of the powders. Of those listed above, Fe type magnetic powders display excellent electrical properties. In terms of corrosion resistance and despersibility, Fe-Al type alloyed metal powders such as Fe-Al type, Fe-Al-Ca type, Fe-Al-Zn type, Fe-Al-Co type, Fe-Ni-Si-Al-Zn type, Fe-Ni-Si-Al-Zn type, Fe-Ni-Si-Al-Zn type, Fe-Ni-Si-Al-Zn type, are preferred. The form these ferromagnetic powders should take are a mean longitudinal length of 0.5μ m or below, with the preferred range being between 0.01 to 0.04μ m and an ideal range of 0.01 to 0.25μ m with an axial ratio (mean longitudinal length/mean latitudinal length) of 12 µm or below, with those below 10µm being preferred.

[0029] Regardless of the magnetic metal powder selected, a saturation magnetization (σ s)of 70emu/g or above is preferred. When the σ s is below 70emu/g, there is the possibility of failing to achieve sufficient electromagnetic conversion properties. In order to enable read and write from high density recording areas, a BET-method specific surface area of 20-90m²/g is preferred, with 20-m²/g being ideal. A specific surface area within the above listed range causes the ferromagnetic powder's form to become particles, allowing high density recording and making it possible to create magnetic recording mediums with excellent noise characteristics. In addition, while the ferromagnetic powder may be of one particular type, there is no issue with using with using two or more types together.

[0030] It is also possible to use hexagonal ferrites such as barium ferrite or iron nitrides as metallic metal powders. The preferred form of barium ferrite should have part of the Fe substituted with, at a minimum, Co and Zn, have a mean particle diameter (the diagonal line length of the hexagonal ferrite plate surface) of 300 to 900 Å, and a diameter to thickness (the diagonal line length of the hexagonal ferrite plate surface divided by its thickness) of 2.0 to 10.0, and a magnetic coercivity of 35 to 120kA/m.

JPA2003-317228

[0031] Materials that make up the magnetic layer in addition to the ferromagnetic powder include additives like: binders, non-magnetic reinforcement agents, lubricating agents, dispersing agents, antistatic agents, hardening agents.

[0032] Examples of binders include: polyvinyl chloride, PVC copolymers, vinyl acetate, vinyl chloride-vinyl acetate copolymers, vinylidene chloride-vinyl acetate copolymers, acrylic acid ester-acrylonitrile copolymers, acrylic acid ester-vinyl chloride-vinyl acetate copolymers, methyl methacrylate-vinyl acetate copolymers, polyvinyl fluoride, vinyl acetate-acrylonitrile copolymers, acrylonitrile butadiene copolymers, polyamide resin, polyvinyl butyral, cellulose derivatives (e.g. cellulose acetate butyrate, cellulose diacetate, cellulose triacetate, cellulose propionate, nitrocellulose), styrene-butadiene copolymers, polyurethane resin, polyester resin, amino resins, and synthetic rubbers. Examples of thermosetting resins or reactive resins include: phenol resin, epoxy resin, polyurathene curing resin, urea formaldehyde resin, melamine resin, alkyd resin, silicone resin, and polyamine resin.

[0033] In order to improve the dispersiveness of the ferromagnetic powders, the above bonding agents may be combined with polar functional groups such as –SO 3M, – OSO3M, –COOM, P=(OM)2, here, the M in the formula represents a hydrogen atom or an alkaline metal such as lithium, potassium, or sodium. Further, for the polar functional groups above there are side chain types that possess –NR₁R₂, –NR₁R₂R₃ +X – as a terminal group, and main chain types with NR₁R₂+X–. Here, R₁R₂R₃ in the formulas represents hydrogen atoms or hydrocarbon groups, while +X– represents halogen element ions or inorganic/organic ions such as fluorine, chlorine, bromine, or iodine. Additionally there are other polar functional groups such as –OH, –SH, –CN, epoxide, etc. The preferred amount of these polar functional groups is 10⁻¹ to 10⁻⁸ mol/g, while ideal amounts fall into the range of 10⁻² to 10⁻⁶.

[0034] These binders may be used alone or combined together. For example, when combining polyurethane and/or polyester with polyvinyl-type resins, a weight ratio of 90:10 to 10:90 is preferred, with 70:30 to 30:70 considered ideal. Further, it is acceptable to use the following resins in the binder together, with each making up less than 50% of the total weight.

[0035] The preferred glass transition temperature for the binder is between 50 to 70°C. When the glass transition temperature is in this range, the binder is able to fill the fine spaces between ferromagnetic powder with good fluidity. By combining a ferromagnetic powder with a pH value of 7 or higher and a binder with a glass transition temperature range of 50 to 70°C, the ferromagnetic powder is well dispersed within the binder. The preferred number average molecular weight of the binder is between 5,000 to 200,000, while the ideal range is between 10,000 to 100,000. Degree of polymerization should be around 50 to 1000.

[0036] The above mentioned resins are used for the binder, and within upper magnetic layer 103, the quantity of binder should be 8 to 50 part by weight per every 100 part by weight of ferromagnetic powder, with the preferred range being between 10 to 25 part by weight.

[0037] For non-magnetic reinforcing agents, aluminum oxide (α , β , γ), chromium oxide, silicon carbide, diamond, garnet, emery, boron nitride, titanium carbide, titanium oxide (rutile, anatase) are examples of materials used to reinforce the durability of the coating film and improve running durability. For static prevention, friction coefficient reduction, and coating film reinforcement of the magnetic layer, materials such as carbon black may be used. The additive amount of non-magnetic reinforcing agents should be between 3 to 20 part by weight for every 100 part by weight of ferromagnetic powder, with the preferred range between 5 to 10 parts by weight.

[0038] Non-magnetic reinforcing particles should have a Mors hardness of 4 or above, with 5 or more preferred, and an ideal hardness of 6 or more. The specific weight for the non-magnetic reinforcing particles should be in the range of 2 to 6, with a preferred range between 3 to 5. The mean primary particle size should be between 0.05 to 0.6 μ m with a preferred range of 0.05 to 0.3 μ m.

[0039] For the lubricating agent, publicly known materials such as silicone oil, aliphatic modified silicone, fluorinated silicone oil, fluorinated ester, polyolefin, polyglycolic, monoglyceride acid ester or diglyceride acid ester or triglyceride acid ester, aliphatic amide, fatty amine groups, olefin oxide may all be used either alone or in combination.

[0040] The lubricating agent may be added to the coating or added to the magnetic layer surface with a later process. When adding aliphatic s or aliphatic acid esters into the coating, the amount of aliphatic added should be between 0.2 to 10% part weight in proportion to the magnetic powder weight, with an ideal range of 0.5 to 5%.

[0041] When aliphatic acids make up less than 0.2% part weight the running properties of the magnetic tape will not be sufficiently improved, while more than 10% may result in excess amounts of aliphatic acid oozing onto the surface of the magnetic layer, resulting in output reductions or even the plasticization of the coating film itself. For aliphatic acid esters, if the additive makes up less than 0.2% part weight, the still durability suffers in particular, while a part weight of over 10% may result in excess amounts of aliphatic acid ester oozing onto the surface of the magnetic layer, resulting in output reductions or even the plasticization film itself. For aliphatic acid ester oozing onto the surface of the magnetic layer, resulting in output reductions or even the plasticization of the coating film itself. Combining the use aliphatic s and aliphatic acid esters is preferred, and in those cases a weight ratio of 10:90 to 90:10 is preferred.

[0042] The multi-layer coating type magnetic recording medium 100 that is part of this invention, may also have running durability improving lubricating agents provided to the magnetic surface layer by the non-magnetic underlayer 102, as described below.

Therefore the amount of lubricating agent and the methods of combining them are not restricted to the methods described above.

[0043] Dispersion agent examples include chemical compounds such as the one described in JP OPI Publication 4-214218/1992. These dispersion agents should be used in 0.5 to 5% weight proportion of the ferromagnetic powder.

[0044] Antistatic agents examples include the surfactant detailed in JP OPI publication 4-214218/1992. The amount of antistatic agent added should be in the range of 0.01 to 40% weight proportion of the binder. For this additive any generally known material may be used without restriction.

[0045] Hardening agents include the use of polyisocyanate. Valid polyisocyanates include an aromatic polyisocyanate such as an adduct of tolylene diisocyanate (TDI) with an active hydrogen compound, or an aliphatic polyisocyanate such as an adduct of hexamethylene diisocyanate (HDMI) with an active hydrogen compound. Preferred weight average molecular weight of between to 100 to 3,000 is preferred.

[0046] The following section describes the non-magnetic underlayer 102.

[0047] Non-magnetic underlayer 102 is created by applying a coating of non-magnetic coating made primarily out of binder and non-magnetic powder.

[0048] Non-magnetic powders that may be used include: α -phase ferric oxide, structured carbon black, monodispersion carbon black, goethite-rutile titanium dioxide, anatase form titanium dioxide, tin (II) oxide, tungsten oxide, silicon dioxide, zinc oxide, chromium oxide, cerium oxide, titanium carbide, BN, α -alumina, β -alumina, γ -alumina, calcium sulfate, barium sulfate, molybdenum sulfide, magnesium carbonate, calcium carbonate, barium carbonate, strontium carbonate, barium titanium oxide. These non-magnetic powders may be surface processed with Si compounds or Al compounds. The Si or Al compounds used for surface processing should be between 0.1 to 10% part weight in proportion to the non-magnetic powder.

[0049] The non-magnetic powders described above may be in needle or sphere form, with a preference for needle form. Using needle form non-magnetic powders improves the surface properties of non-magnetic underlayer 102, and as a result also improves the smoothness of the surface of magnetic upper layer 103. However, the preferred mean longitudinal length, mean latitudinal length, and axis ratio (mean longitudinal length/mean latitudinal length) of the non-magnetic powder should fit the range below: mean longitudinal length of 0.5μ m or less with a preference for 0.3μ m or less, and an ideal of 0.2μ m or less. Mean latitudinal length of 0.1μ m or less with a preference for 0.1μ m or less. Axial ratio of 2 to 20 with a preference for 5 to 10. The specific surface area should be 10 to $250\text{m}^2/\text{g}$, with a preferred range of 30 to $100\text{m}^2/\text{g}$. Using a non-

magnetic powder meeting the above specifications for mean longitudinal length, mean latitudinal length, axial ratio, and specific surface area results in a smooth magnetic upper layer as well.

[0050] These non-magnetic powders may be used alone or in combinations. When combining multiple powders, particular notice must be paid to the particle sizes being combined. To obtain the necessary surface smoothness mean particle size (mean longitudinal length if needle form particles) should be $0.3\mu m$ or below, with a preferred length of $0.2\mu m$ and below. Specific surface area should be between 10 and $250m^2/g$, with a preferred range of 30 to $100m^2/g$.

[0051] The non-magnetic powder in non-magnetic underlayer 102 should total between 50 to 99% of the proportional weight of the entire layer, with a preferred range of 70 to 95% proportional weight. Maintaining non-magnetic particle proportions to this range provides good surface properties for both the non-magnetic underlayer and the magnetic upper layer.

[0052] Any binder specified for use for magnetic upper layer 103 may also be used for the underlayer. The proportion of binder should be between 5 to 150 proportional weight per 100 non-magnetic powder weight, with a preferred range of 10 to 120 proportional weight.

[0053] Additionally, similarly to magnetic upper layer 103, additives such as nonmagnetic reinforcing agents, lubricating agents, dispersion agents, anti-static agents and hardening agents may be added to non-magnetic underlayer 102. As noted earlier, lubricating agents may be applied to the magnetic layer surface as a post-production process.

[0054] The next section describes backing layer 104.

[0055] Backing layer 104 is created by applying a coating of non-magnetic coating primarily made out of binder and non-magnetic powder. Carbon black and graphite are examples of non-magnetic powders making up the backing layer 104 with the aim of preventing static electricity. To obtain the necessary hardness, non-magnetic reinforcing agents may be added to the coating.

[0056] Specific examples of non-magnetic reinforcing agents include: TiO_2 , TiO, ZnO, $CaCO_3$, CaO, SnO_2 , SiO_2 , α -Fe₂O₃, Cr_2O_3 , α -Al₂O₃, ZnS, MoS₂, BaSO₄, CaSO₄, MgCO₃, BN and SiC. Among these materials the preferred materials are carbon black, graphite, ZnO, TiO₂, BaSO₄, CaSO₄, which may be used alone or in combination. There are no restrictions on the particle forms of the non-magnetic powder, and all standard use forms such as spheres, needles, planks, and cubes may be used.

[0057] For this invention the surface protrusions on backing layer 104's surface have the following size and distribution specifications: 20nm to $40nm - 1.2/\mu m^2$, 40nm to $80nm - 0.4/\mu m^2$, 80nm to $100nm - 0.02/\mu m^2$, and no protrusions over 100nm. The carbon black and non-magnetic reinforcing materials sizes have been defined to match these specifications.

[0058] Carbon black may be a combination of fine particle carbon black with a mean particle size of 10 to 50nm, and medium particle carbon black with a mean particle size of 60 to 100nm, or, preferably made up entirely of the fine particle carbon black. Non-magnetic reinforcing materials should have a Mors hardness between 5 and 9 with a mean powder particulate size between 10 to 300nm. If the mean powder particulate size is below 10nm, it becomes difficult to use the powder as a reinforcing material, while at over 300nm it begins to compromise the surface properties.

[0059] Binders and dispersing agents may be any of the resins described for the magnetic upper layer above so long as when used for the backing layer, the surface protrusion distribution satisfies the specifications described in the claim. Combining the use of polyester or polyurethane resin improves durability and running properties, improving the performance as a magnetic recording medium. When considering properties such as thermal and hydrolytic stability, polyester/polyurethane type resins or polycarbonate/polyurethane type resins are preferred.

Combining the use of crosslinking agents like trifunctional isocyanate compounds (specific examples are: the reaction product between 1 mole of trimethylolpropane and 3 moles of tolylene diisocyanate, or isocyanurate produced by the cycloaddition of 3 moles of diisocyanate) can further improve durability.

[0060] Like with the magnetic upper layer, additives such as lubricating agents may be added to the backing layer. Lubricating agents may be applied to the backing layer surface in a post-production treatment process as previously described.

[0061] To use the materials detailed above to form the magnetic upper layer 103, nonmagnetic underlayer 102, and the backing layer 104, a magnetic upper layer coating for magnetic upper layer 103, a non-magnetic underlayer coating for non-magnetic underlayer 102, and a back layer coating for backing layer 104 must each be prepared.

[0062] The magnetic upper layer coating is prepared by first creating a high density magnetic coating by kneading or mixing together the previously described ferromagnetic powder, bonding agent with various additives such as non-magnetic reinforcing agent, lubricating agent, dispersion agent, anti-static agent, and hardening agent in a solvent. The high density magnetic coating is then diluted or dispersed to prepare the final coating.

[0063] The non-magnetic underlayer coating is prepared in a similar manner as the magnetic upper layer coating described above by mixing or kneading together the previously described non-magnetic powder, binder, and various additives together with a solvent, creating a high density non-magnetic coating which is then prepared through dilution or dispersion.

[0064] Backing layer coating coating is prepared in a similar manner as the magnetic upper layer coating described above by mixing or kneading together the previously described carbon black powder, non-magnetic reinforcing agent, binder, and various additives together with a solvent, creating a high density backing coating prepared through dilution or dispersion.

[0065] Organic solvents that are in standard use for this type of magnetic recording medium such as ketone type solvents like acetone, methyl ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, cyclohexanone, alcohol solvents such as methanol, ethanol, propanol, ester type solvents such as methyl acetate, ethyl acetate, butyl acetate, propyl acetate, ethyl lactate, ethylene glycol, ether type solvents such as diethylene glycol diethyl ether, 2ethoxyethanol, tetrahydrofuran, dioxane, aromatic hydrocarbon type solvents such as benzene, toluene, xylene, halohydrocarbons such as dichloromethane, ethylene chloride, carbon tetrachloride, chloroform, chlorobenzene may be used in appropriate mixtures.

[0066] For non-magnetic substrate 101, polyesters such as polyethylene terephthalate, polyolefins such as polypropylene, cellulose derivatives such as cellulose 12 triacetate, and plastics such as polyamide and polycarbonate. The substrate may have either a single or multilayered structure. In addition it may also have surface treatments such as coronoa-discharge treatments applied. The non-magnetic substrate's thickness should be around 30µm and 10mm.

[0067] The next section describes the manufacturing process of the magnetic tape.

[0068] First prepare the magnetic upper layer coating, non-magnetic underlayer coating and backing layer coating as described above. For this process, twin shaft continuous kneaders, multi-stage dilution capable twin shaft continuous kneaders, kneaders, press kneaders, rolling kneaders such as those described in JP OPI Publication 4-214218/1992 may all be used. After, the dispersion is conducted with a device such as a roll mill, bore mill, sand mill (vertical and horizontal), spike mill, pin mill, tower mill, agitor, homogenizer, or ultrasound homogenizer.

[0069] When manufacturing this magnetic tape, the above prepared magnetic and nonmagnetic coatings are applied to the non-magnetic substrate at the same time to form the non-magnetic underlayer and magnetic upper layer. When applying the layered magnetic and non-magnetic coatings at once, a die coater will be used. Die coaters with 2 lip format, 3 lip format, and 4 lip formats may be used. [0070] Generally when forming the non-magnetic underlayer 102 and magnetic upper layer 103 upon non-magnetic substrate 101, one of two methods is used. Wet on dry methods which apply each layer after drying, and the so-called wet-on-wet method which applies magnetic upper layer 103 on top of non-magnetic underlayer 102 is still in a wet state. In manufacturing the magnetic recording medium described above, wet-on-wet multi-layer coating is preferred for reasons involving coating film consistency, adhesion between upper and lower surface, and productivity.

[0071] When forming the backing layer 104 on the opposite surface of non-magnetic substrate 101, the backing coating that forms backing layer 104 is applied to non-magnetic substrate 101. This coating may be applied using known traditional coating methods such as include the use of 1-lip die coaters, gravure coating, blade coating, extrusion coating.

[0072] The order in which the top surface formed of the non-magnetic underlayer 102 and magnetic upper layer 103, and the backing layer 104 on the opposite surface of the non-magnetic substrate 101 is applied is not relevant. Either surface may have their layers applied first, or, if desired, coating devices may be set up on both surfaces of non-magnetic substrate 101 and coated simultaneously.

[0073] As shown in figure 2, this coating film application system consists of the supply roll 1 and the winding roll 2. The fabric material 3 consisting of non-magnetic substrate 101 wound around the supply roll 1 is fed to winding roll 2. Upon the feed path that fabric material 3 runs between supply roll 1 and winding roll 2 are placed the coating device 4, orientation magnet 5, drying device 6, and a calendering device 7 made up of multiple rollers in this order to apply the film coating to the rfabric material 3.

[0074] The coating film formation system shown in figure 2 first uses the coating device 4 to apply the multilayer coating composed of magnetic upper layer and non-magnetic underlayer on one surface of fabric material 3. The coating device 4 used here consists of the underlayer extrusion coater 8 and upper coating extrusion coater 9. These extrusion coaters 8 and 9 are set up as shown in figure 2, with the extrusion slits 8a and 9b on the tips facing the non-magnetic substrate 101, and internal coating pool 8b and 9b. The coating supplied to the coating pools 8b and 9b are then extruded from the coater tip from slits 8a and 9a.

[0075] The fabric material 3 which consists of the non-magnetic substrate 101 which has the coating applied is fed out from supply roll 1. Winding roll 2 winds the material along the tips of coater 8 and 9, where it runs in the direction of arrow A in figure 2 in the order of underlayer extrusion coater 8 to upper layer extrusion coater 9.

[0076] As the fabric material 3 is run along the coaters like in figure 3, the lower layer extrusion coater 8's slit 8a applies the lower coating film layer 10 which will become

non-magnetic underlayer 102, while the upper layer extrusion coater 9's slit 9a applies the upper layer coating over wet lower coating film layer 10 to form the upper coating film layer 11 which will become magnetic upper layer 103. The two coating films are applied in order.

[0077] With the upper coating film layer 11 and lower coating film layer 10 formed on fabric material 3, the material is then run from orientation magnet 5 to dryer 6, then has calendering applied to it by calendering device 7 before being rolled up against winding roll 2.

[0078] Winding roll 2 rolls up fabric material 3 which has had the upper coating film layer 11 and lower coating film layer 10 formed upon its surface, and is then used as a supply roll to apply the backing layer 104 to the opposite surface of non-magnetic substrate 101 by placing it in the supply side of a coating film application system. The coating film application used to apply backing layer 104 replaces the upper layer extrusion coater 8 and lower layer extrusion coater 9 with a backing layer extrusion coater. Using this coating film application system, backing layer 104 is formed in a similar process as the one used to form the upper coating film layer 11 and lower coating film layer 10. Fabric material 3 is fed from supply roll 1 to winding roll 2. The backing layer extrusion coater is placed along the path of the fabric as it runs between roll 1 and roll 2.

The extrusion coater's tip applies the non-magnetic coating made up primarily of binder and non-magnetic powder onto the back surface of fabric material 3, forming the coating film which becomes backing layer 104. Once the coating film that becomes backing layer 104 is applied to the non-magnetic substrate 101, it is then processed by dryer 6, calendering device 7, and is rolled up by winding roll 2.

[0079] While in the description above, the fabric material 3 had lower coating film layer 10 and upper coating film layer 11 applied before having the coating film layer that forms backing layer 104 applied to the opposite surface, the order in which these surfaces are processed does not need to follow the same order, and either surface may have its layers applied first. Further, it's possible to setup the upper coating film layer, lower coating film layer coating film layer coating film extrusion coaters on the same coating film application system and apply all the coatings simultaneously.

[0080] The coating film application described above and shown in figure 3 has separate extrusion coaters in the form of lower coating extrusion coater 8 and upper coating extrusion coater 9, but as shown in figure 4 it is also permissible to use a single extrusion coater 19. In addition, application of the upper coating film layer, lower coating film layer, and backing layer coating film on fabric material 3 can be conducted using an

extrusion coater as in the example above, or alternately, a gravure roll, blade coater, air duct coater, or impregnation coater.

[0081] The coating application system described above and shown in figure 2 is configured with the lower coating layer extrusion coater 8 and upper coating layer extrusion coater 9 placed at some distance apart on the running path of non-magnetic substrate 101. This results in the non-magnetic underlayer coating and the magnetic upper layer coating being applied sequentially. However, it is also possible to configure a coating application system like the example shown in figure 4 so that on a single extrusion coater 19, the extrusion slits 8a and 9a are located next to one another, and applies the lower coating and upper coating simultaneously.

[0082] The single extrusion coater shown in figure 4 is configured as follows. The head consists of the lower layer slit 8a and upper layer slit 9a placed next to one another, and these two slits 8a and 9a are supplied by lower coating reservoir 8b and upper coating reservoir 9b that are placed on the back side of coater 19.

[0083] In the single extrusion coater 19 shown in figure 4, the coating reservoirs 8b and 9b placed inside coater 19, each are supplied with lower layer coating and upper layer coating which are then fed to slit 8a and 9a where they are extruded out the tip of coater 19. Fabric material 3 which has the coating applied to it runs along the tip of coater 19 so that slit 8a then slit 9a apply the coatings by running along the direction of arrow A in figure 4.

[0084] The non-magnetic substrate 101 which is run along the tip of the single extrusion coater 19, when passing the lower layer slit 8a and upper layer slit 9a has the lower layer coating extruded by lower layer slit 8a applied, then on top of this coating, the upper layer coating extruded from upper layer slit 9a is applied, simultaneously forming a 2 layer coating film.

[0085] Note that the single extrusion coater 19 illustrated in figure 4 is meant to replace the lower level coating extrusion coater 8 and upper level coating extrusion coater 9 that forms the coating application system in figure 2. The remaining components of figure 2 may be used as is.

[0086] The calendering device used in the coating application system uses heat resistant rollers made of polyamide or epoxy, and steel rollers alternately, sandwiching the coating roll between them, applying heat and pressure to calender process fabric material 3 which makes up non-magnetic substrate 101. These calendering rollers do not need to be resin and may be replaced with steel calendering rollers.

[0087] Once the fabric material 3 has the non-magnetic underlayer coating and magnetic upper layer coating applied to one surface, and the backing layer coating to the opposite

surface, the fabric roll is placed in an oven to harden process the various coating film layers, then cut into the specific widths to form magnetic tape that serves as a magnetic recording medium.

[0088][Examples] Examples of the invention are described below.

[0089] First, the upper layer coating, that forms magnetic upper layer 103 and the lower layer coating that forms non-magnetic underlayer 102 on one surface of non-magnetic substrate 101 of magnetic recording medium 100 are prepared by having their ingredients measured out according to the composition formulas below, then processed in a kneader and sand mill to knead and disperse.

[0090]<Example 1> Composition of Magnetic Coating for Upper Layer P/B Ratio = 6 Ferromagnetic Powder (BET Method Specific Surface Area: 60m²/g, Coercivity: 18200e) 100 Parts by Weight 4 Parts by Weight Polyurethane Resin Containing Sodium Sulphonate Vinyl Chloride Containing Potassium Sulphonate 16 Parts by Weight Myristic Acid 3 Parts by Weight Carbon Black (Asashi 50) 4 Parts by Weight α -Alumina (mean particle size 0.20 μ m) 5 Parts by Weight **Butyl Stearate** 3 Parts by Weight Heptyl Stearate 3 Parts by Weight Methyl Ethyl Ketone 200 Parts by Weight Toluene 150 Parts by Weight 200 Parts by Weight Cyclohexanone Composition of Non-Magnetic Coating for Lower Layer P/B Ratio = 6 a-Fe2O3 (BET Method Specific Surface Area: 52m²/g) 100 Parts by Weight Polyurethane Resin Containing Sodium Sulphonate 4 Parts by Weight Vinyl Chloride Containing Potassium Sulphonate 16 Parts by Weight Carbon Black (Ketjenblack EC) 8 Parts by Weight α -Alumina (mean particle size 0.20 μ m) 3 Parts by Weight **Butyl Stearate** 3 Parts by Weight Heptyl Stearate 3 Parts by Weight Methyl Ethyl Ketone 100 Parts by Weight Toluene 50 Parts by Weight Cyclohexanone 100 Parts by Weight Further, for the dispersion fluids of both the magnetic and non-magnetic coating, 10 parts by weight of polyisocyanate compound (Nippon Polyurethane Industries product name Coronate L) were added.

[0091] In addition, the backing layer coating was prepared according to the composition described below by measuring out each ingredient, then processed in a kneader and sand mill to knead and disperse.

[0092]Composition of the Backing	
Layer Coating	
Carbon Black Powder (Mean Particle Size: 20nm)	100 Parts by Weight
Polycarbonate Polyurethane (Glass Transition	70 Parts by Weight
Temperature: 55°C)	30 Parts by Weight
Nitrocellulose Resin	5 Parts by Weight
Titanium Oxide (Mean Particle Size: 200nm)	600 Parts by Weight
Methyl Ethyl Ketone	400 Parts by Weight
Toluene	

Further, for the dispersion fluid of the backing layer coating, 10 parts by weight of polyisocyanate compound (Nippon Polyurethane Industries product name Coronate L) were added.

[0093] Using the magnetic coating for the upper layer and non-magnetic coating for the lower layer prepared above, a multilayer surface treatment consisting of a magnetic upper layer with a dried film thickness of 0.2μ m and a non-magnetic underlayer with a dried film thickness of 10.5μ m was applied simultaneously to a polyethylene terephthalate substrate with a thickness of 6.2μ m using the coating application device shown in figure 2. During this process, a random magnetic orientation treatment was applied to the magnetic upper layer before the coat dried. After, the layers were dried to form a multi-layer coating. On the surface opposite of this coating, a backing layer with a dried film thickness of 0.5μ m was applied using the backing layer coating. A wide width material roll was obtained by applying a surface smoothing process using a calendering device with alternating heat resistant resin rollers and steel rollers using the following conditions:

[0094]

Processing Temperature: 65°C

Processing Pressure (Linear Pressure): 40kg/cm

Processing Speed: 150m/minute

The raw material sheet was then baked in an oven set to 60° C for 20 hours to harden, then sliced into $\frac{1}{2}$ inch wide slits to create magnetic tape roll pancakes. The magnetic tape obtained from the pancakes were then installed in a fixed cartridge to create a tape cartridge sample.

[0095] This sample was then evaluated on the distribution of protrusions on the backing layer, the surface roughness of the backing layer, dynamic friction of the backing layer, dynamic friction between the backing layer and magnetic layer (interlayer friction), the amount of backing layer protrusion imprinting on the magnetic layer and changes to electromagnetic conversion properties after storage, and running durability testing.

[0096] <Testing Methods> The methodology for the tests described above is detailed below:

[0097] Backing Layer Protrusion Distribution, using an Atomic-force Microscope (AFM; Digital Instruments Nanoscope III), measured a 50 μ m x 50 μ m patch on the backing surface in tapping mode, then conducted image analysis to determine the distribution of protrusion height and calculate the number of protrusions per unit area.

[0098] Backing Layer Protrusion Imprinting on the Magnetic Layer and Changes to Electromagnetic Conversion Properties After Storage Stored the tape cartridge in an environment with a temperature of 60°C, and 55% relative humidity for 4 weeks, then unwound the magnetic tape from the cartridge, examining a 100m length of tape's magnetic layer measured from the outer circumference to check for shape imprints of backing layer protrusions. To test the changes to electromagnetic conversion properties, the attenuation in playback output was measured. Playback output was measured using a fixed head tester equipped with an MR head, and the magnetic tape's output was measured with a tape speed of 4m/sec, a recorded wave length of $0.55\mu m$, recorded frequency of 7.3MHz. The comparison measurement was made using the Example 1 results as 0dB.

[0099] Running Durability Test The running durability test was conducted by attaching the magnetic tape that relates to this invention to an LTO Ultrium1 tape drive (Seagate), and conducting a 48 hour testing of retrieving 100GB of recorded data stored on the magnetic tape in environmental conditions of a temperature of 25°C and 60% relative humidity. After the testing period, the damage state of the magnetic layer surface was observed.

[0100] The Seagate LTO Ultrium1 drive used for this test is shown in figure 5. As shown in figure 5, the drive device 21 consists of two parallel reels (supply reel 22 and winding reel 23), and the magnetic 20 is wrapped between the two reels. The magnetic tape 22 wrapped around supply reel 22 is run toward winding reel 23. On the path magnetic tape 20 travels between the supply reel 22 to winding reel 23, the first guide roller 24,

magnetic head 25, and second guide roller 26 are positioned. On either side of magnetic head 25, the first and second fixed guides 27 and 28 are positioned, and the two guides serve to control the contact pressure and contact status between magnetic tape 20 and magnetic head 25.

[0101] As magnetic tape 20 is installed on the device and run from reel 22 to reel 23, the first and second guide rollers 24, 26, and first and second fixed guides 27 and 28 are used to guide the tape against magnetic head 25. The resultant sliding contact retrieves the data stored on magnetic tape 20.

[0102] Magnetic tape 20 is run against magnetic head 25 so that the surface containing the magnetic layer makes contact with magnetic head 25.

[0103] <Example 2> Next, example 2 for this invention is described. The magnetic recording medium for example 2 is identical to the magnetic recording medium from example 1 except for the addition of 100 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 35nm in the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0104] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample for example 2.

[0105] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0106] <Example 3> This example adds 100 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 70nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0107] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0108] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0109] <Example 4> This example adds 50 parts per weight each of carbon black powders with a mean particle size of 20nm and of 60nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1. [0110] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0111] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0112] [Comparative Examples] Several comparative examples are described below.

[0113] <Comparative Example 1> This example adds 85 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 20nm and 15 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 60nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0114] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0115] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

20

[0116] <Comparative Example 2> This example adds 100 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 80nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0117] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0118] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0119] <Comparative Example 3> This example adds 95 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 35nm and 5 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 270nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1. [0120] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0121] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0122] <Comparative Example 4> This example adds 85 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 20nm and 15 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 150nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0123] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0124] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

[0125] <Comparative Example 5> This example adds 70 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 35nm and 30 parts per weight of carbon black powder with a mean particle size of 90nm to the backing coating. The other coatings preparations remain unchanged from example 1.

[0126] These coating materials are then used to produce a magnetic recording medium with the same process as described in example 1, using the same coating application system, calendering process, and hardening process. This produces a wide fabric material roll, which is then sliced into strips for use as magnetic tape and installed into a fixed size cartridge to produce a tape cartridge sample.

[0124] The sample produced with this process was then tested using the same methods used for Example 1.

<Results and Observations> Table 1 illustrates the evaluation results, while figure 6 charts the backing surface protrusion distribution.

[128] In figure 6, S_1 represents example 1, S_2 example 2, S_3 represents example 3, and S_4 represents example 4, while T_1 is comparative example 1, T_2 is comparative example 2, T_3 is comparative example 3, T_4 is comparative example 4 and T_5 is comparative example 5.

[0129]

[Table 1]

	Carbo	n Black	Back		yer Prot butions	rusion	Ductoria	Changes to Electromagn	Magnet ic	
	Mean Partic le Size (nm)	Conte nt (Parts Per Weig ht)	20n 40n m to m to 40n 80n m m		80n m to 100n m	Over 100n m	Protrusi on Imprint s After Storage	etic Conversion Properties After Storage [dB]	Surface Post Run Durabil ity Testing	
Examp le 1	20	100	1.13	0.19	0	0	None	0	No Damag e	
Examp le 2	35	100	1.12 4	0.22 9	0.00 6	0	None	0	No Damag e	
Examp le 3	70	100	1.18	0.20 4	0.01	0	Slightly	0	No Damag e	
Examp le 4	20 60	50 50	1.09 7	0.26 2	0.01 7	0	None	0	No Damag e	
Comp. Ex 1	20 90	85 15	0.60 8	0.72	0.09 8	0.00 7	Yes	-0.6	Damag ed	
Comp. Ex 2	80	100	1.03 7	0.44 8	0.03 4	0	Yes	-1.4	Damag ed	
Comp. Ex 3	35 270	95 5	1.26 8	0.30 8	0.01 8	0.01 2	Yes	-1.1	Damag ed	
Comp. Ex 4	20 150	85 15	1.15	0.92	0.02 1	0.00 9	Yes	-1.2	Damag ed	
Comp. Ex 5	35 90	35 70 1.08		0.39	0.02 5	0.00 8	Yes	-0.8	Damag ed	

[0130] For examples 1, 2, 3, and 4 where the backing layer used a fine carbon black with a mean particle size of 20 to 70nm, the backing layer's protrusion distribution was: 20 to $40nm - 1.2/\mu m^2$

40 to $80nm-0.4/\mu m^2$

80 to $100 nm - 0.02/\mu m^2$

Over 100nm - None.

In these samples there was almost no sign of backing layer protrusions imprinting on to the magnetic layer after storage, and there was no observable damage after the run durability stress testing.

[0131] By contrast, compared to the examples for this invention described above, the comparison examples 1, 2, 3, 4, and 5 had relatively more protrusions on the backing layer, protrusion imprinting occurred on the magnetic layer after storage, and attenuation of playback output was also confirmed. Further, there was more damage observed to the magnetic surface as a whole after conducting run durability stress testing. These can be attributed to the coarse protrusions on the backing layer surface. As table 1 demonstrates, the comparative examples have a much greater distribution of protrusions of over 40nm on a per unit area basis. This lends support to the idea that an excess number of protrusions over 40nm in height can lead to substantial impacts on the quality of the magnetic tape.

[0132] Based upon the evidence demonstrated above, it was discovered that when the backing layer surface protrusion distribution meets the specifications of:

20 to 40nm $- 1.2/\mu$ m² 40 to 80nm $- 0.4/\mu$ m²

80 to $100nm - 0.02/\mu m^2$

Over 100nm - None.

there is no observable attenuation to playback output due to protrusions on the backing layer surface, and at the same time, the damage to the magnetic surface can be reduced.

[0133][Effects of the Invention] As noted above, this invention allows the production of magnetic recording mediums such as magnetic tape that can withstand high speed operation, and thus higher data transfer speeds. Further, it prevents the damage to the magnetic layer surface that arises from applying a backing layer to the opposite surface of the non-magnetic substrate, and improves durability, resulting in a high reliability magnetic recording medium.

[Simple Description of Figures]

[Figure 1] A cross-section of the magnetic tape which is the magnetic recording medium related to this invention.

[Figure 2] Illustrates a configuration for a coating application system that employs a weton-wet method to form the non-magnetic underlayer and magnetic upper layer. [Figure 3] A cross-section of the extrusion coater that is used in the coating application system shown in Figure 2.

[Figure 4] A cross-section that shows alternative configurations of the extrusion coater that is used in the coating application system shown in Figure 2.

[Figure 5] A plan of the drive device's tape running configuration used to conduct run durability stress tests the magnetic tape which is the magnetic recording medium related to this invention.

[Figure 6] A graph charting the distribution of backing layer protrusions on the magnetic recording medium.

[Legend]

100 Magnetic Recording Medium, 101 Non-Magnetic Substrate, 102 Non-Magnetic Underlayer, 103 Magnetic Upper Layer, 104 Backing Layer.



Declaration of _Tatsu Mu_

- 1. I, Tatsu Mu, residing in Israel, Petach-Tikva hereby certify that I am competent to translate from Japanese into English. My qualifications are as follows:
 - Independent translator since 1997;
 - Over 4000 Japanese Patent translations;
 - Degrees below

1-Graduate from the Waseda University The School of Engineering) Paper: Silica-Alumina Catalysts' activities in organic reactions BA in chemistry

2-Master degree at the School of Public Health at The University of Massachusetts at Amherst in the US

3-PhD candidate and a researcher of Public Health at Department of Human Science, Waseda University

4- BA. (Hons) English Language and Linguistics, University of York. Grade; first 5- Diploma in teaching English as a foreign language, English Language Centre, London. 6- Certificate of teaching English as a foreign language, RSA Cambridge. 1990: Word Processing Stage 1, RSA.

- 2. I hereby certify that I prepared the translation appearing as JP2003317228 and that it is, to the best of my knowledge and belief, a true and accurate English translation of JP2003317228.
- 3. All statements made herein of my own knowledge are true and all statements made on information and belief are believed to be true. I further understand that willful false statements and the like are punishable by fine or imprisonment, or both under Section 1001 of Title 18 of the United States Code. I declare under penalty of perjury that the foregoing is true and correct.

Executed on: 12/4/2016

Pala M Signed:

(12) 公開特許公報(A)

特開2003-317228

(P2003-317228A)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	ΓI	テーマコード(参考)
G 1 1 B	5/735	G 1 1 B	5/735 5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 13 頁)

(21)出願番号	特願 2002-121324(P2002-121324)	(71)出顧人 000002185
		ソニー株式会社
(22)出願日	平成14年4月23日(2002.4.23)	東京都品川区北品川6丁目7番35号
		(72)発明者 佐々木 太
		東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ
		一株式会社内
		(74)代理人 100067736
		弁理士 小池 晃 (外2名)
		Fターム(参考) 5D006 CC02 CC03

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体

(19)日本国特許庁(JP)

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 一方の面に磁性層が設けられた非磁性支持体 の他方の面にバック層を設けることに起因する磁性層の 損傷を防止し、耐久性の向上を図る。

【解決手段】 非磁性支持体の一方の面側に非磁性層が 形成され、この非磁性層上に磁性層が設けられ、非磁性 支持体の他方の面側にバック層が設けられた磁気記録媒 体において、バック層の表面が以下の突起高さ分布とさ れている。20 nm以上、40 nm未満の突起が1.2 個 / µm² 以下、40 n m 以上、80 n m 未満の突起が 0.4個/µm²以下、80nm以上、100nm未満 の突起が0.02個/µm²以下、100nm以上の突 起が存在しない。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性支持体の一方の面側に非磁性粉末 と結合剤からなる非磁性層が形成するとともに上記非磁 性層上に主に磁性粉末と結合剤からなる磁性層が設けら れ、上記非磁性支持体の他方の面側にバック層が設けら れた磁気記録媒体において、

1

上記バック層の表面が以下の突起高さ分布であることを 特徴とする磁気記録媒体。

- 20nm以上、40nm未満の突起が1.2個/µm⁴ 以下、
- 40nm以上、80nm未満の突起が0.4個/µm² 以下、

80nm以上、100nm未満の突起が0.02個/µ m²以下、

100nm以上の突起が存在しない。

【請求項2】 上記バック層は、結合剤と非磁性粉末とからなり、

- 上記非磁性粉末は、平均粒子径が10~50nmのカー ボンブラックと平均粒子径が60~100nmのカーボ ンブラックからなることを特徴とする請求項1記載の磁 20 気記録媒体。
- 【発明の詳細な説明】
- [0001]
- 【発明の属する技術分野】本発明は、磁気テープ等の磁 気記録媒体に関する。
- 【0002】

【従来の技術】従来、磁気テープ、磁気ディスク等の磁 気記録媒体として、磁性粉末を結合剤中に分散させて調 整された磁性塗料を非磁性支持体上に塗布することで磁 性層を形成した所謂塗布型の磁気記録媒体が広く用いら れている。

【0003】デジタルデータを取り扱うコンピュータ等 の情報処理の分野では、情報処理技術の発展に伴い取り 扱うデータ量も増加の一途を辿り、取り扱うデータの重 要度増してきている。コンピュータ等の情報処理の分野 では、取り扱うデータ量の増大に伴い、大量のデータを 記録し、高速にデータ伝送を可能とする記録再生システ ム及びこのシステムの用いられる記録媒体が開発されて いる。

【0004】情報処理の分野で取り扱われるデータや、 計測、測定の分野で取り扱われる測定データ、さらには 画像データを記録するための記録再生システムとして、 回転する磁気ヘッドを取り付けた回転ドラムに磁気テー プを斜めに巻回して走行させ、磁気ヘッドと磁気テープ との相対摺接を図ってデータの記録及び/又は再生を行 うへリカルスキャン方式を採用したものが用いられてい る。

【0005】上述したようなデータの記録再生を行う記 磁気ヘット 録再生システムにおいては、磁気テープの始端側で所定 との間に多 のテープ走行路へのローディングを行い、データの記録 50 ができる。

又は再生を行う際には、磁気テープを固定された磁気へ ッドに巻き付けることなく走行させるようにした所謂リ ニア方式を採用したものが提案されている。

【0006】磁気テープを回転する磁気ヘッドに相対摺 接させてデータの記録再生を行うヘリカルスキャン方式 の記録再生システムは、磁気テープの始端部から終端部 までを1回のテープパスで全容量を記録することが可能 であり、磁気テープが回転する磁気ヘッド上を移動する 速度がリニア方式のシステムに比べ遅いため、磁気テー プの走行を容易に安定化させることができ、安定したデ

ータの記録再生を容易に実現できる。 【0007】一方、リニア方式を採用した記録再生シス テムは、固定された磁気ヘッドの対し、磁気テープを正 方向及び反転方向の両方向に複数回、比較的早い速度で 走行させるが、磁気テープは、記録面以外を磁気ヘッド に接触させないため、磁気テープや磁気ヘッドに与える 損傷がヘリカルスキャン方式のシステムに比べ少ない。 【0008】上述したような記録再生システムに用いら れる記録媒体の記録容量の大容量化を図るための手法と して、記録媒体に形成される磁性層の薄膜化が挙げられ る。記録媒体を構成する非磁性支持体上に形成される磁 性層の薄膜化が達成されることにより、データの記録時 の自己減磁損失やデータの再生時の厚み損失を減少させ ることで高密度記録領域での電磁変換特性を効果的に改 善することができるからである。磁性層を薄膜化するこ とによる問題点として、磁性層の表面に発生する凹凸に 起因して、記録媒体と磁気ヘッド間の間隔が変動するス ペーシングロスの問題がある。これは、磁性層を薄膜化 したときに、その表面状態が磁性層を形成した非磁性支 30 持体の表面性に依存するようになることが原因となって 生ずる問題であり、非磁性支持体の表面が粗であれば磁 性層の表面も粗の状態になり、結果としてスペーシング ロスを発生させて電磁変換特性の悪化を引き起こし、記 録再生されるデータのドロップアウトを誘発させる。ま た、非磁性支持体上に形成される磁性層の薄膜化による

耐久性の低下も避けられない問題である。 【0009】非磁性支持体の一方の面に磁性材料を塗布 して磁性層を形成した塗布型の磁気記録媒体では、磁性 層と非磁性支持体の間に比較的厚い下層非磁性層を介在 させる重層塗布型の磁気記録媒体が提案されている。こ の重層塗布型の磁気記録媒体は、下層非磁性層の介在に より磁性層の表面形状が非磁性支持体の表面形状に追従 しなくなり、磁性層表面を自由に設計することができ る。また、上層磁性層のみならず下層非磁性層に種々の 機能を持たせることにより、磁気記録媒体を磁気ヘッド から離間させた状態でデータの記録再生を行うリニア方 式を採用した記録再生システムの特徴である固定された 磁気ヘッドと磁気ヘッド上を高速で走行する磁気テープ との間に発生する摺動に対し、耐久性を向上させること 【0010】また、磁気テープ等の磁気記録媒体にあっては、高信頼性を得る目的で、一方の面に磁性層が設けられた非磁性支持体の他方の面にバック層を設けるようにしている。非磁性支持体の他方の面にバック層を設ける目的は、記録再生システム内のテープ走行系に対し磁気テープを安定して走行させるためである。

【0011】磁気記録媒体、特に磁気テープに設けられ るバック層の表面には、微小な凹凸が形成される。バッ ク層に形成される凹凸は、走行する磁気テープが摺接す るガイドピンとの摩擦を制御する機能を有する。バック 層に形成される凹凸は、他の目的として、電気抵抗を低 くすることによる帯電防止や、巻き特性を良くすること で走行時の乱巻きを防止すること、磁気テープ全体の強 度を向上させるための補助、さらには磁気テープの形状 改善などを実現することが挙げられる。

【0012】磁気テープを含む磁気記録媒体にバック層 を付与することは、リニア方式を採用した記録再生シス テムに使用される磁気テープにおいても必要とされる手 法である。

[0013]

【発明が解決しようとする課題】上述したような重層塗 布型の磁気テープをリニア方式を採用した記録再生シス テムに装着して長時間繰り返し走行試験を行った際に、 磁性層表面にスクラッチ状の損傷が発生する場合があ る。この損傷の発生原因について調査した結果、磁気テ ープを構成する非磁性支持体に設けたバック層の表面に 発生した粗大突起が原因であることが確認された。この 現象は、上述したヘリカルスキャン方式を採用した記録 再生システムに比して発生しやいものであったが、これ は両者のシステムの違いによるものであると考えられ る。記録再生されるデータの転送速度を高速化するため には、磁気テープの走行速度の高速化が挙げられるが、 ヘリカルスキャン方式を採用したシステムでは、磁気へ ッドが高速で回転するため、この回転する磁気ヘッドと 磁気テープとの相対速度により、見かけ上の磁気テープ の走行速度の高速化を図ることができ、実質の磁気テー プの走行速度を過度に挙げる必要はない。 【0014】一方、リニア方式を採用した記録再生シス テムでは、データ転送速度は磁気テープ速度のみに依存

するため、上述したヘリカルスキャン方式のシステムに 40 比べ磁気テープ自体の走行速度の高速化が要求されるこ とになる。更に、リニア方式を採用したシステムでは、 磁気テープの高速化に伴い、安定した走行を得るため、 テープ巻取り手段としてのテープリールに対する磁気テ ープの巻き付けテンションを高めるなどの必要がある。 従って、リニア方式を採用したシステムのテープ走行系 において、磁気テープがテープリールに巻き取られた状 態で磁性層が形成された一方の面とバック層が形成され た他方の面とが重ね合わせられて接触する際、バック層 の表面に粗大な突起が散在していると、特に粗大な突起 50 4

に応力が集中し、この突起が重ね合わせられた磁性層が 形成された面に過度に圧着して磁性層側に損傷を与えて しまう。更に、バック層に突起を設けることにより、相 対摺接するバック層とガイドピンとの間の摩擦を下げる 一方で、磁性層が形成された面に発生する摩擦も低下す る。磁性層が形成された面に発生する摩擦が過度に低く なると、磁気テープをテープリールに巻き取るときに巻 きズレが発生し、バック層表面の粗大突起が磁性層が形 成された面と擦れあうことで磁性層が形成された面に損 傷を与えてしまうことが考えられる

10 傷を与えてしまうことが考えられる。

【0015】また、バック層表面に粗大な突起が過度に 存在する場合、磁気テープの製造時の熱処理工程におい て、若しくはテープリールに巻回された状態で長期間保 存されることにより、その粗大突起の形状が磁性層が形 成された面に転写することで電磁変換特性の低下を招 く。更には、磁性層に形成された粗大な突起に起因する 形状転写部やその近傍部で、磁性層の非磁性支持体に対 する塗膜強度が低下し、特に固定された磁気ヘッド上を 高速で磁気テープを走行させるリニア方式のシステムで 20 は、塗膜強度が低下した部分から磁性層の塗膜破壊が起 こりやすくなる。

【0016】従って、上述したようなリニア方式を採用 した記録再生システムに用いられる磁気テープの品質を 向上させるためには、繰り返し走行において磁性層側に 損傷を与えず、且つ、長期間保存させても、磁性層側に バック層側に存在する突起による形状転写を抑制するよ うなバック層を設ける必要がある。

【0017】本発明は、上述した実情に鑑みて提案され たものであり、高速走行に耐え、データの高速転送を実 30 現可能な磁気テープ等の磁気記録媒体を提供することを 目的とする。

【0018】また、本発明は、一方の面に磁性層が設け られた非磁性支持体の他方の面にバック層を設けること に起因する磁性層の損傷を防止し、耐久性の向上が図れ た高信頼性を有する磁気記録媒体を提供することを目的 とする。

[0019]

【課題を解決するための手段】上述したような目的を達 成するために提案される本発明は、非磁性支持体の一方 の面側に非磁性粉末と結合剤からなる非磁性層が形成す るとともに非磁性層上に主に磁性粉末と結合剤からなる 磁性層が設けられ、非磁性支持体の他方の面側にバック 層が設けられた磁気記録媒体において、バック層の表面 が以下の突起高さ分布の範囲にある磁気記録媒体であ る。

【0020】20nm以上、40nm未満の突起が1. 2個/µm²以下、40nm以上、80nm未満の突起 が0.4個/µm²以下、80nm以上、100nm未 満の突起が0.02個/µm²以下、100nm以上の 突起が存在しない。

【0021】本発明に係る磁気記録媒体を構成するバッ ク層は、結合剤と非磁性粉末とからなり、非磁性粉末 は、平均粒子径が10~50nmのカーボンブラックと 平均粒子径が60~100nmのカーボンブラックから なる。

【0022】本発明に係る磁気記録媒体は、バック層の 表面が上述の条件を満たすことにより、繰り返し走行さ れても磁性層側に与えるダメージが抑制され、テープリ ール等の巻取り手段に巻取り長期間にわたって保存して も、バック層に設けられた突起の磁性層側への形状転写 10 が抑制される。

[0023]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明 する。

【0024】本発明に係る磁気記録媒体100は、図1 に示すように、非磁性支持体101を有し、この非磁性 支持体101の一方の面に非磁性粉末及び結合剤等を溶 剤とともに分散させることで調整された下層用非磁性塗 料が塗布されて下層塗膜としての非磁性層102が形成 され、この非磁性層102上に磁性粉末及び結合剤等を 20 溶剤に分散させることで調整された上層用磁性塗料が塗 布されて上層磁性層103が形成されている。すなわ ち、記録層となる上層磁性層103が形成された側は、 重層塗膜の層とされている。

【0025】本発明に係る磁気記録媒体100は、非磁 性支持体101の上の他方の面に、カーボンブラック及 び結合剤等を溶剤に分散させることで調整されたバック 用塗料が塗布されることによってバック層104が設け られている。

【0026】本発明に係る磁気記録媒体の記録層を構成 する上層磁性層103を形成する具体的な材料として は、以下のものが挙げられる。

【0027】まず、上層磁性層103は、強磁性粉末、 結合剤等により構成されるが、強磁性粉末としては金属 磁性粉末などの従来より用いられている材料の何れもが 使用可能である。

【0028】上層磁性層103を構成する金属磁性粉末 としては、例えば、Fe、Co、Ni、Fe-Co、F e-Ni、Fe-Co-Ni、Co-Ni、Fe-Co - B、Fe - Co - Cr - B、Mn - Bi、Mn - A 1、Fe-Co-V等が挙げられる。更に、これら金属 磁性粉末の種々の特性を改善する目的で、上記金属粉末 に、Al、Si、Ti、Cr、Mn、Cu,Zn等の金 属成分が添加されたものであってもよい。このうち、F e系の磁性粉末は、電気的特性に優れている。耐食性及 び分散性の点では、Fe-Al系、Fe-Al-Ca 系、Fe-Al-Zn系、Fe-Al-Co系、Fe-Ni-Si-Al-Zn系、Fe-Ni-Si-Al-Zn - Mn系等のFe - A1系合金粉末が好ましい。こ れらの強磁性粉末の形状は、平均長軸長が0.5µm以 50 M、P=O(OM)2等の極性官能基が導入されていて

下、好ましくは0.01~0.4µm、更に好ましくは 0.01~0.25µmであり、且つ軸比(平均長軸長 / 平均短軸長)が12µm以下、好ましくは10µm以 下のものがよい。

【0029】いずれの金属磁性粉末においても、飽和磁 化量(s)が70emu/g以上であることが好ましい。

s が 7 0 emu/q未満であると、十分な電磁変換特性が 得られないことがある。高密度記録領域での記録再生を 可能にする点から、BET法による比表面積が20~9 0m² / gであることが好ましく、更には20~40m / g であることがより好ましい。比表面積が、上記の 範囲にあると、強磁性粉末の形状の微粒子化を伴い、高 密度記録が可能となり、ノイズ特性の優れた磁気記録媒 体を得ることが可能だからである。なお、強磁性粉末 は、それぞれ一種を用いることが可能であるが、二種以 上を併用してもかまわない。

【0030】金属磁性粉末としては、バリウムフェライ ト等の六方晶系フェライトや窒化鉄等も使用可能であ る。バリウムフェライトにおいては、Feの一部が少な

くともСо及びZnで置換されたバリウムフェライトで あって、平均粒径 (六方晶系フェライトの板面の対角線 の長さ)が300~900 、板状比(六方晶系フェラ イトの板面の対角線の長さを版厚で除した値)が2.0 ~10.0、保持力が35~120kA/mのものが好 ましい。

【0031】次に、磁性層を構成する強磁性粉以外の材 料として、結合剤、非磁性補強剤、潤滑剤、分散剤、帯 電防止剤、硬化剤等の添加剤等が挙げられる。

【0032】結合剤としては、例えば、塩化ビニル、塩 化ビニル共重合体、酢酸ビニル、塩化ビニル - 酢酸ビニ 30 ル共重合体、塩化ビニル - 塩化ビニリデン共重合体、塩 化ビニル - アクリロニトリル共重合体、アクリル酸エス テル - アクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル - 塩化ビニル - 塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸 エステル - 塩化ビニリデン共重合体、ポリ弗化ビニル、 塩化ビニリデン - アルリロニトリル共重合体、アクリロ ニトリル - ブタジエン共重合体、ポリアミド樹脂、ポリ ビニルブチラール、セルロース誘導体(セルロースアセ テートブチレート、セルロースダイアセテート、セルロ

40 ールトリアセテート、セルロースプロピオネート、ニト ロセルロースなど)、スチレンブタジエン共重合体、ポ リウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、アミノ樹脂、合成 ゴム等が挙げられる。また、熱硬化性樹脂または反応型 樹脂としては、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウ レタン硬化型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキッ ド樹脂、シリコーン樹脂、ポリアミン樹脂、尿素ホルム アルデヒド樹脂等を挙げることができる。 【0033】これら結合剤には、強磁性粉末の分散性を

向上させる目的で - SO³ M、 - OSO³ M、 - COO

FUJIFILM, Exh. 1005, p.30

30

50

7

もよい。ここで、式中Mは、水素原子あるいは、リチウム、カリウム、ナトリウム等のアルカリ金属である。更に、上記極性官能基としては、 - NR1 R2、 - NR1 R2 R3 + X - の末端基を有する側鎖型のもの、NR1 R2 + X - の末端基を有する側鎖型のもの、NR1 R2 + X - の主鎖型のものがある。ここで、式中R1 R2 R3 は、水素原子あるいは炭化水素基であり、 + X - は弗素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン元素イオンあるいは無機・有機イオンである。また、 - OH、 - S H、 - CN、エポキシ基等の極性官能基もある。これら極性官能基の量は、10⁻¹ ~ 10⁻⁸ mol/gであることが好ましく、10⁻² ~ 10⁻⁶ mol/gであることがより好ましい。

【0034】尚、これらの結合剤は、単独で用いること もできるし、複数の種類を混合して用いることも可能で ある。例えば、ポリウレタン及び/又はポリエステル と、塩化ビニル系樹脂とを混合して用いる場合、その重 量比は90:10~10:90の範囲、好ましくは、7 0:30~30:70の範囲であるのがよい。更に、下 記の樹脂を全結合剤の50重量%以下の使用量で併用す るようにしてもよい。

【0035】結合剤のガラス転移温度は、50~70 が好ましい。ガラス転移温度がこの範囲内となることに より、結合剤は、微細な強磁性粉末間を流動性よく充填 することができる。このように、pH値が7以上の強磁 性粉末とガラス転移温度が50~70 であるような結 合剤とを用いることにより、強磁性粉末は、結合剤中に 良好に分散されることとなる。結合剤は、数平均分子量 が5000~2000000のものが好ましく、更に好ま しくは10000~10000であり、この重合度が 約50~1000程度のものである。

【0036】結合剤としては、以上のような樹脂が用いられるが、これら結合剤の上層磁性層103への混合量は、強磁性粉末100重量部に対して8~50重量部が適当であり、10~25重量部であるものが好ましい。 【0037】非磁性補強剤としては、塗膜強度を補足し 走行耐久性を向上させる目的として、酸化アルミニウム (、、)、酸化クロム、炭化珪素、ダイヤモン ド、ガーネット、エメリー、窒化ホウ素、チタンカーバ イト、炭化珪素、炭化チタン、酸化チタン(ルチル、ア ナターゼ)等が挙げられ、また、磁性層の帯電防止、摩40 擦係数低減、塗膜強度向上などを目的とした、カーボン ブラック等を挙げることができる。この非磁性補強粒子の添加量は、強磁性粉末100重量部に対して、3~2 0重量部、好ましくは5~10重量部とするのが適当である。

【0038】非磁性補強粒子は、モース硬度が4以上、 好ましくは5以上、さらに好ましくは6以上がよい。更 に、非磁性補強粒子は、比重が2~6の範囲、好ましく は3~5の範囲がよい。更にまた、非磁性補強粒子は、 平均一次粒子が0.05~0.6µm、好ましくは0. 05~0.3µmであるのがよい。

【0039】潤滑剤としては、シリコーンオイル、脂肪酸変性シリコーン、フッ素含有シリコーン、フッ素含有 エステル、ポリオレフィン、ポリグリコール、モノ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはトリ脂肪酸エ ステル、脂肪酸アミド、脂肪族アミン、オレフィンオキ サイド等など公知のものは全て使用でき、これらは、単独あるいは混合して使用してもよい。

【0040】潤滑剤は塗料中に添加してもよく、後工程 10 により磁性層表面に付与させてもよい。特に脂肪酸や脂 防酸エステルを塗料中に添加する場合、脂肪酸の添加量 は、磁性粉末に対して0.2~10重量%であるのが好 ましく、更には、0.5~5重量%であるのが好まし い。

【0041】脂肪酸の添加量が0.2重量%未満である 場合には、磁気テープの走行性が十分に改善されず、ま た、10重量%を超えると脂肪酸が磁性層の表面に過剰 に染み出すことで出力低下や塗膜自体の可塑化を生じる 虞がある。脂肪酸エステルの添加量が0.2重量%未満 である場合には、特にスチル耐久性が不足する。また、

10重量%を超えると脂肪酸エステルが磁性層の表面に 過剰に染み出すことで出力低下や塗膜の可塑化を生じる 虞がある。これらは、併用することが好ましく、その場 合、脂肪酸と脂肪酸エステルの比率は重量比で10:9 0~90:10が好ましい。

【0042】本発明における重層塗布型の磁気記録媒体 100においては、走行耐久性に寄与する磁性層表面の 有効な潤滑剤量は、後述する下層非磁性層102側から の供給に委ねることも可能であるため、上層磁性層10 3への潤滑剤添加量や潤滑剤の併用の仕方は、この限り でない。

【0043】分散剤としては特開平4-214218号 公報に記載されるような化合物が使用できる。これらの 分散剤は、磁性粉末に対して0.5~5重量%の範囲で 用いるのが適当である。

【0044】帯電防止剤としては、特開平4-2142 18号公報に記載されるような界面活性剤が使用でき る。これらの帯電防止剤の添加量は、結合剤に対して 0.01~40重量%の範囲とするのがよい。これら添 加剤としては、従来公知の材料がいずれも使用可能であ

- り、何ら限定されるものではない。 【0045】硬化剤には、ポリイソシアネート等が使用 される。ポリイソシアネートとしては、例えばトリレン ジイソシアネート(TDI)と活性水素化合物との付加体 等の芳香族ポリイソシアネートや、ヘキサメチレンジイ ソシアネート(HMDI)と活性水素化合物との付加体等の 脂肪族ポリイソシアネートが挙げられる。これらポリイ ソシアネートの重量平均分子量は、100~3000の 範囲であることが望ましい。
- 【0046】次に、下層非磁性層102について説明す FUJIFILM, Exh. 1005, p.31

る。

【0047】下層非磁性層102は、結合剤と非磁性粉 末とを主体とする非磁性塗料を塗布することにより形成 される。

【0048】非磁性粉末としては、針状 酸化鉄、スト ラクチャー構造を持つカーボンブラック、単分散型カー ボンブラック、ゲータイトルチル型酸化チタン、アナタ ーゼ型酸化チタン、酸化錫、酸化タングステン、酸化珪 素、酸化亜鉛、酸化クロム、酸化セリウム、チタンカー バイト、BN、 - アルミナ、 - アルミナ、 - アル ミナ、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二硫化モリブデ ン、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウ ム、炭酸ストロンチウム、チタン酸バリウム等を挙げる ことができる。これらの非磁性粉末は、Si化合物やA 1化合物等によって表面処理されていても良い。表面処 理はSiやA1等の含有量が非磁性粉末に対して0.1 ~10重量%となるように行うのが好ましい。

【0049】上述の非磁性粉末の形状は、針状であって も球状であってもよく、好ましくは針状であった方がよ い。針状の非磁性粉末を使用することにより、下層非磁 性層102の表面性が向上し、その結果、この上に積層 される上層磁性層103の表面も平滑なものになる。但 し、非磁性粉末の平均長軸径、平均短軸径及び軸比(長 軸径 / 短軸径)は以下の範囲であるのがよい。即ち、非 磁性粉末の平均長軸径は0.5µm以下、好ましくは 0.3µm以下望ましくは0.2µm以下であるのがよ い。また、平均短軸径は0.1µm以下、好ましくは 0.06µm以下であるのがよい。軸比は2~20、好 ましくは5~10が適当である。また、比表面積は、1 $0 \sim 250 \text{ m}^2$ /g、好ましくは30 ~ 100 m² であ るのがよい。以上のような平均長軸径、平均短軸径、軸 比及び比表面積を有する非磁性粉末を使用するとその上 に積層される上層磁性層の表面も良好な状態になる。 【0050】これらの非磁性粉末は、単独で用いること もできるし、複数の種類を併用してもよい。併用する場 合は、併用する粒子のサイズに留意する必要があり、塗 布後の表面平滑性を確保するためには、平均粒子サイズ (針状粒子ならば、平均長軸長)が0.3 µm以下望ま しくは0.2 µm以下であることが好ましい。また、比

表面積は、10~250m²/g、好ましくは30~1 00m²/gであることが望ましい。 【0051】非磁性粉末の下層非磁性層102への混合

量は、当該非磁性層を構成する全成分の合計量に対し て、50~99重量%、好ましくは、70~95重量% とするのが適当である。非磁性粉末の混合量をこの範囲 とすることで、下層非磁性層そして上層磁性層の表面性 が良好なものになる。

【0052】結合剤としては、上層磁性層103を構成 する材料として例示した樹脂がいずれも使用可能であ る。結合剤の混合量は、非磁性粉末100重量部に対し

50

て5~150重量部、好ましくは10~120重量部と するのがよい。

【0053】また、下層非磁性層102には、上層磁性 層103と同様に非磁性補強剤、潤滑剤、分散剤、帯電 防止剤、硬化剤等の添加剤を添加してもよい。潤滑剤に 関しては、前述したように後工程で磁性層表面に付与さ せることも可能である。

【0054】次にバック層104について説明する。

【0055】バック層104は結合剤と非磁性粉末とを 10 主体とする非磁性塗料を塗布することにより形成され

る。バック層104は、主に非磁性粉末としては主に帯 電防止を目的として、カーボンブラック、グラファイト が挙げられ、所定の強度を得るための添加剤として非磁 性補強剤を挙げることができる。

【0056】非磁性補強剤として具体的には、Ti O²、TiO、ZnO、CaCO³、CaO、Sn O²、SiO²、 - Fe²O³、Cr²O³、 - A l²O³、ZnS、MoS²、BaSO⁴、CaS O⁴、MgCO³、BN及びSiCなどが挙げられる。

これらの非磁性粉末のなかでも、カーボンブラック、グ 20 ラファイト、ZnO、TiO2、BaSO4、CaSO 4 をこの中の一種類あるいはその組み合わせで使用する ことが好ましい。非磁性粉末の粒子の形状についても制 限はなく、球状、針状、板状、サイコロ状など通常用い られている種々の形状のものを用いることができる。 【0057】本発明においては、バック層104の表面 に形成される突起分布が次の条件、すなわち、20nm 以上、40nm未満の突起が1.2個/µm²であり、 40 n m 以上、80 n m 未満の突起が0.4個/µm⁶ であり、80nm以上、100nm未満の突起が0.0 30 2個 / µm² であり、100 n m以上の突起が存在しな いことを満たすようにするため、使用するカーボンブラ ックや非磁性補強材のサイズを規定した。

【0058】即ち、カーボンブラックにおいては、平均 粒子サイズが10~50nmの微粒子カーボンブラック と平均粒子サイズが60~100nmの中粒径カーボン ブラックを併用して使用することが好ましく、微粒子カ ーボンブラックを単独で使用するのが更に好ましい。非 磁性補強材としては、モース硬度が5~9であり、平均

40 粉体サイズが10~300nmであるものが好ましい。 平均粉体サイズが10nmより小さい場合、補強剤としての効果が得られにくくなり、また、300nmより大きいと表面性を損なう場合がある。

【0059】結合剤、分散剤としては、バック層の表面 状態として、請求項に記載される範囲の突起分布が得ら れる条件を満足するものであれば上層磁性層で例示した 樹脂がいずれも使用可能である。なかでも、ポリエステ ル、またはポリウレタン樹脂を併用して用いることによ って耐久性および走行性が向上し、磁気記録媒体として の性能が発揮されている。熱分解、加水分解安定性等を

考慮すると、ポリエステルポリウレタン系樹脂、さらに はポリカーボネートポリウレタン系樹脂が特に好まし い。また、架橋剤として、3官能イソシアネート化合 物、例えばトリメチロールプロパン1モルとトリレンジ イソシアネート3モルとの反応生成物、あるいはジイソ シアネート3モルの環状付加重合物であるイソシアヌレ ート等を併用すれば、耐久性等をさらに向上させること ができる。

【0060】また、バック層には、上層磁性層と同様に 潤滑剤等の添加剤を添加してもよい。潤滑剤に関して は、前述したように後工程でバック層表面に付与させる ことも可能である。

【0061】以上のような材料を用いて、上層磁性層1 03、下層非磁性層102、バック層104を形成する には、上層磁性層103を構成する上層用磁性塗料、下 層非磁性層102を構成する下層用非磁性塗料、バック 層104を構成するバック層塗料をそれぞれ調整する。

【0062】上層用磁性塗料は、先に例示した、強磁性 粉末、結合剤、非磁性補強剤、潤滑剤、分散剤、帯電防 止剤、硬化剤等の各種添加剤を溶媒とともに混練、若し20 くは混合して高濃度磁性塗料を調整した後、この高濃度 磁性塗料を希釈、分散させることで調整される。

【0063】下層用非磁性塗料は、上層用磁性塗料同様 に、先に例示した、非磁性粉末、結合剤及び各種添加剤 を溶媒とともに混練、若しくは混合して高濃度非磁性塗 料を調整した後、この高濃度非磁性塗料を希釈、分散さ せることで調整される。

【0064】バック層塗料は、上層用磁性塗料同様に、 先に例示したカーボンブラック粉末と非磁性補強剤、結 合剤及び各種添加剤を溶媒とともに混練、若しくは混合 30 して高濃度バック塗料を調整した後、この高濃度バック 塗料を希釈、分散させることで調整される。

【0065】この塗料化する際に使用する溶媒として は、この種の磁気記録媒体で通常用いられている有機溶 媒が使用可能であり、例えば、アセトン、メチルエチル ケトン、メチルイソプチルケトン、シクロヘキサノン等 のケトン系溶媒、メタノール、エタノール、プロパノー ル等のアルコール系溶媒、酢酸メチル、酢酸エチル、酢 酸ブチル、酢酸プロピル、乳酸エチル、エチレングリコ ールアセテート等のエステル系溶媒、ジエチレングリコ ールジメチルエーテル、2-エトキシエタノール、テト ラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル系溶媒、ベン ゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒、 メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭 素、クロロホルム、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化 水素系溶媒等が挙げられ、これらを適宣混合して使用す る。

【0066】一方、非磁性支持体101としては、例え は、 ば、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル類、 両面 ポリプロピレン等のポリオレフィン類、セルローストリ 50 る。

アセテート等のセルロース誘導体、ポリアミド、アラミ ド樹脂等のプラスチック等が挙げられる。これらの非磁 性支持体101は、単層構造であっても多層構造であっ てもよい。また、例えば、コロナ放電処理等の表面処理 が施されていてもよい。また、非磁性支持体の厚みは、 30µm~10mm程度がよい。 【0067】次に、本発明の磁気テープ製造方法につい

て説明する。

【0068】先ず、上述したように上層用磁性塗料、下 10 層用非磁性塗料、バック層用塗料を作製する。このと

- き、磁性粉末及び結合剤等は、連続二軸混練機、多段階 で希釈可能な連続二軸混練機、ニーダー、加圧ニーダ ー、ロールニーダー等、例えば特開平4-214218 号公報に記載されている混練機が何れも使用可能であ る。その後、塗料作製工程においても、分散工程におい て、ロールミル、ボールミル、横型サンドミル、縦型サ ンドミル、スパイクミル、ピンミル、タワーミル、アジ ター、ホモジナイザー、超音波分散機等を用いて分散さ れる。
- 0 【0069】この磁気テープを製造する際には、上述したように作製された磁性塗料、非磁性塗料を非磁性支持体上同時に重層塗布することにより下層非磁性層及び上層磁性層を形成する。非磁性塗料及び磁性塗料を非磁性支持体上に同時に重層塗布する際には、例えば、ダイコーターが用いられる。ダイコーターのリップ構成としては、2リップ方式、3リップ方式、4リップ方式等を挙げることができる。

【0070】一般に、非磁性支持体101上に下層非磁 性層102及び上層磁性層103を形成する場合、一層 ずつ塗布乾燥を行う方式であるいわゆるウエット・オン ・ドライ塗布方式と、乾燥されていない湿潤状態にある 下層非磁性層102の上に上層磁性層103を重ねて塗 布する方式であるいわゆるウエット・オン・ウエット塗 布方式とがある。上述した磁気記録媒体を製造する際に は、塗膜の均質性、上下界面の接着性、生産性の観点か らウエット・オン・ウエット重層塗布方式による同時湿 潤重層塗布を行うのが好ましい。

【0071】非磁性支持体101の他方の面にバック層 104を形成する際には、バック層104を構成するバ ック塗料を非磁性支持体101上に塗布する。この塗布 方式としては、1リップ方式のダイコーターによるも の、グラビア塗布方式、ブレード塗布方式、塗料押しだ し方式等の従来公知の何れの塗布方式をも用いることが できる。

【0072】非磁性支持体101の一方の面上に形成される上層磁性層103及び下層非磁性層102と、非磁性支持体101の他方の面に形成されるバック層104 は、何れを先に塗布してもよく、非磁性支持体101の両面に塗布装置を設け、同時に塗布することも可能であ 【0073】即ち、この塗膜形成システムは、図2に示 すように、供給ロール1と巻取りロール2を備え、供給 ロール1に巻回された非磁性支持体101の原反材料3 が供給ロール1から巻取ロール2に向かって繰り出し走 行される。供給ロール1から巻取りロール2に向かって 原反材料3が走行する走行路に沿って、原反材料3上に 塗膜を形成するため塗布装置4、配向用磁石5、乾燥機 6、複数のロールからなるカレンダー装置7がこの順に 配列されている。

【0074】図2に示すような構成を備えた塗膜形成シ 10 ステムは、先ず塗布装置4を用いて原反材料3の一方の 面に上層用磁性塗料及び下層用非磁性塗料が重層塗布さ れる。ここで用いられる塗布装置4は、下層用塗料を塗 布するための下層塗料用押し出しコーター8と、上層塗 料を塗布するための上層塗料用押出しコーター9を備え ている。これら押し出しコーター8,9は、図2に示す ように、非磁性支持体101に対向する先端部に塗料が 押し出されるスリット部8a,9aが形成され、内部に 塗料が供給される塗料溜まり8b,9bが設けられてい る。塗料溜まり8b,9bに供給された塗料は、スリッ 20 ト部8a,9aを介してコーター先端部に押し出され る。

【0075】一方、塗料が塗布される非磁性支持体10 1を構成する原反材料3は、供給ロール1から繰り出さ れ、巻取りロール2によって巻取り操作されることによ り、各押出しコーター8,9の先端部に沿って、下層用 押し出しコーター8から上層用押し出しコーター9に向 かって図2中矢印A方向に走行される。

【0076】このように走行される原反材料3の表面に は、図3のように下層用押し出しコーター8のスリット 部8aから押し出された下層塗料が塗布されて下層非磁 性層102となる下層塗膜10が形成され、上層用押し 出しコーター9のスリット部9aから押し出された上層 塗料が湿潤状態の下層塗膜10上に塗布されて上層磁性 層103となる上層塗膜11が形成される。すなわち、 原反材料3の一方の面には、2層の塗膜が逐次形成され る。

【0077】上層塗膜11と下層塗膜10が形成された 原反材料3は、配向用磁石5から乾燥器6に向かって走 行された後、カレンダー装置7に送り込まれてカレンダ 40 ー処理が施された後巻取りロール2に巻き取られる。

【0078】上層塗膜11と下層塗膜10が形成された 原反材料3を巻き取った巻取りロールは、供給ロールと して用いられ、非磁性支持体101の他方の面にバック 層104を形成するための塗膜形成システムの供給側に 装着される。バック層104を形成するために用いられ 塗膜形成システムは、上層用押し出しコーター8及び下 層用押し出しコーター9に換えてバック層用押し出しコ ーターが取り付けられる。この塗膜形成システムを用い てバック層104を形成する場合も、上述した上層塗膜50

11と下層塗膜10を形成する場合と同様に、原反材料
 3を供給ロール1から繰り出し巻取りロール2によって
 巻取り操作することにより、バック層用押出しコーターの先端部に沿って走行させることにより、結合剤と非磁
 性粉末とを主体とする非磁性塗料が塗布され、バック層
 104を構成する塗膜が形成される。バック層用押し出
 しコーターにより、バック層104を構成する塗膜が形
 成された非磁性支持体101は、乾燥機6、カレンダーロール装置7を経由して巻取りロール2に巻き取られ
 3。

14

【0079】上述の説明では、原反材料3の一方の面に 下層塗膜10及び上層塗膜11を形成した後、他方の面 にバック層104を構成する塗膜を形成するようにして いるが、この形成順はいずれが先でもよく、また、同一 の塗膜形成システム内に上層塗膜、下層塗膜、バック層 用の塗膜を形成する押し出しコーターを設け、一連の工 程で同時に形成されるようにしてもよい。

【0080】上述した塗膜形成システムは、図3に示す ように、下層用塗料用押し出しコーター8及び上層用押 し出しコーター9をそれぞれ独立に設けているが、これ ら押し出しコーター8,9は、図4に示すように一体化 型の押し出しコーター19を用いてもよい、更に、原反 材料3上に、上層塗膜、下層塗膜及びバック層を構成す る塗膜を形成する塗料を塗布するためには、上述したよ うな押し出しコーターの他、グラビアロール、ブレード コーター、エアドクターコーター、含浸コーター等を用 いることができる。

【0081】上述した図2に示す塗膜形成システムで は、下層用塗料用押し出しコーター8及び上層用押し出 しコーター9を非磁性支持体101を構成する原反材料

30 しコーター9を非磁性支持体101を構成する原反材料 3の走行方向に離間して配置しているので、下層用非磁 性塗料と上層用磁性塗料が逐次的に塗布されるが、図4 に示すようなスリット部8a,9aが近接して設けられ た一体化型の押し出しコーター19を用いることによ り、下層用塗料、上層用塗料を同時に塗布するようにし てもよい。

【0082】即ち、図4に示す一体型の押し出しコータ - 19は、塗料が押し出される下層用スリット部8a及 び上層用スリット部9aが先端部に近接して形成され、

) これらスリット部8a,9aの背面側のコーター19の 内部に各々の塗料が供給される下層用塗料溜まり8b、 上層用塗料溜まり9bが設けられている。

【0083】図4に示す一体型の押し出しコーター19 は、コーター19の内部に形成された塗料溜まり8b, 9bにそれぞれ供給された下層用塗料、上層用塗料がス リット部8a,9aを介してコーター19の先端部に押 し出される。一方、塗料が塗布される原反材料3は、押 し出しコーター19の先端部に沿って下層用スリット部 8aから上層用スリット部9aに向かって図4中矢印A 方向に走行される。

*ル装置は、樹脂ロールに換えてスチールロールを用いる

【0087】上述したように原反材料3の一方の面に下

層用非磁性塗料と上層用磁性塗料が塗布され、他方の面

にバック層を構成する塗料が塗布された原反ロールは、

オーブンに投入し各塗料層の硬化処理が行われた後、所 定の幅に裁断され、磁気記録媒体としての磁気テープが

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。

【0089】まず、下記の組成に準じて、磁気記録媒体

100の非磁性支持体101の一方の面に設けられる上

層磁性層103を形成する上層用磁性塗料、及び下層塗

膜としての非磁性層102を形成する下層用非磁性塗料

の各成分を計量し、それぞれニーダー及びサンドミルを

用いて混練分散することで上層用磁性塗料、下層用非磁

15 ГШГ —

【0084】一体型の押し出しコーター19の先端部に 沿って走行される非磁性支持体101には、下層用スリ ット部8a及び上層用スリット部9aを通過する際に、 下層用スリット部8aから押し出された下層用塗料が塗 布され、この下層用塗料の上に、上層用スリット部9a から押し出された上層用塗料が塗布され、2層の塗膜が 同時に形成される。

【0085】なお、図4に示す一体型の押し出しコータ -19は、図2に示す塗膜形成システムの下層用塗料用 押し出しコータ-8及び上層用押し出しコーター9に換 10 えて設置されるものであり、図2に示す他の構成はその まま利用できる。

【0086】塗膜形成システムに用いられるカレンダー ロール装置は、ポリアミド、エポキシ等の耐熱性樹脂ロ ールスチールロールを交互に設置し、その間に塗布ロー ルを挟み、圧力と温度を与えながら非磁性支持体101 を構成する原反材料3を走行させてカレンダー処理を行っているが、このカレンダー処理を行うカレンダーロー*

性塗料を調整した。 【0090】

形成される。 【0088】

ようにしてもよい。

るか、このカレノター処理を付つカレンタ <実施例1>

上層用磁性塗料の組成

P/B比=6

強磁性鉄粉末

(BET法による比表面積:60m2/g、保磁力:18200e)

		100重量部
スルホン酸ナトリウム基含有ポリウ	レタン樹脂	4 重量部
スルホン酸カリウム基含有塩化ビニ	ル樹脂	16重量部
ミリスチン酸		3重量部
カーボンブラック 旭50		4 重量部
- アルミナ(平均粒子サイズ0.	20µm)	5重量部
ブチルステアレート		3重量部
ヘプチルステアレート		3重量部
メチルエチルケトン		200重量部
トルエン		150重量部
シクロヘキサノン		200重量部
下層用非磁性塗料の組成		
P/B比=6		
- F e 2 O 3		
(BET法による比表面積52m~	/g)	100重量部
スルホン酸ナトリウム基含有ポリウ	レタン樹脂	4重量部
スルホン酸カリウム基含有塩化ビニ	ル樹脂	16重量部
カーボンブラック(ケッチェンブラ	ックEC)	8重量部
- アルミナ(平均粒子サイズ0.	20µm)	3重量部
ブチルステアレート		3重量部
ヘプチルステアレート		3重量部
メチルエチルケトン		100重量部
トルエン		50重量部
シクロヘキサノン		100重量部
び下層非磁性塗料の分散液にはポ	【0091】また、	下記の組成に準じて
物(日本ポリウレタン社制商只夕	判の夕成公を計量し	

更に、上層磁性塗料及び下層非磁性塗料の分散液にはポ リイソシアネート化合物(日本ポリウレタン社製商品名 コロネートL)を10重量部添加した。 【0091】また、下記の組成に準じて、バック層用塗 料の各成分を計量し、それぞれニーダー及びボールミル

50 を用いて混練分散することでバック層塗料を調整した。

[0092]

バック層塗料の組成

17

カーボンブラック粉末(平均粒子サイズ:20nm) 100重量部 ポリカーボネートポリウレタン(ガラス転移温度55)) 70重量部 ニトロセルロース樹脂 30重量部 酸化チタン(平均粒子サイズ: 200 n m) 5 重量部 メチルエチルケトン トルエン

40

更に、バック層塗料の分散液にはポリイソシアネート化 合物(日本ポリウレタン社製商品名コロネートL)を1 0 重量部添加した。 【0093】上述のように調整した上層用磁性塗料と下

層用非磁性塗料及びバック層塗料を、図2に示す塗布装 置を用いて厚さ6.2µmのポリエチレンテレフタレー ト上に乾燥膜厚0.2µmの上層磁性層、10.5µm の下層非磁性層を同時重層塗布した。この際、上層磁性 塗膜には塗膜が未乾燥状態である間にランダム的に磁場 配向処理を施した。その後、乾燥して重層塗膜を形成し た。この重層塗膜を得た側とは反対側の面にバック層塗 料を塗布し、乾燥塗布厚0.5µmのバック層を形成し 20 た。その後、耐熱性樹脂ロールとスチールロールを交互 に設置されたカレンダー装置を用いた表面平滑処理を以 下の条件で行うことで、広幅の原反ロールを得た。 [0094]

処理温度 :65 処理圧(線圧力) : 40kg/cm :150m/分 処理谏度

このようにして得られた原反ロールは、60のオーブ ンに20時間放置することで硬化処理を行い、その後、 1/2インチ幅にスリットすることで、磁気テープの巻 30 回体であるパンケーキを作製した。パンケーキから得た 磁気テープを所定のカートリッジに組み込んでテープカ ートリッジを形成してサンプルとした。

【0095】このサンプルについてはバック層の突起分 布、バック層表面粗度、バック層動摩擦、バック層と磁 性層間の動摩擦(層間摩擦)、保存後における磁性層へ のバック層突起の転写量、及び電磁変換特性、走行耐久 性試験について評価を行った。

【0096】<評価方法>以下に、上述した測定方法に ついて説明する。

【0097】バック層の突起分布

原子間力顕微鏡(AFM;デジタルインスツルメンツ社 製nanoscopealll)を使用し、タッピングモードでバッ ク表面を50µm×50µmの範囲で測定した後、画像 解析することにより、突起高さ分布を求め単位面積当た りの突起個数を計算した。

【0098】保存後における磁性層へのバック層突起の 転写量、及び電磁変換特性

テープカートリッジを温度60、相対湿度55%の環

600重量部 400重量部 巻き出し、外周から100m内の磁性層表面を観察し、 10 バック層突起による形状転写の有無について調査した。 また、保存前後の電磁変換特性として再生出力の減衰量 について測定した。再生出力はMRヘッドが搭載された 固定ヘッドテスターを使用し、磁気テープ送り速度を4 m / 秒、記録波長0.55 µ m、記録周波数7.3 M H zの再生出力を測定した。測定値は実施例1の結果を0 d Bとして相対比較を行った。 【0099】走行耐久性試験 走行耐久試験は、本発明に係る磁気記録媒体である磁気 テープをLTO UItrium1ドライブ(米Seagate社製)に装着 し、温度25、相対湿度60%の環境下において、磁 気テープに記録された100GBの記録データを再生す る試験を48時間行った。この走行試験後に磁性層表面 のダメージ状態を観察した。 【0100】ここで用いたLT0 Ultrium1ドライブ装置を 図5に示す。このドライブ装置21は、図5に示すよう に、並列して配置された供給リール22と巻取りリール 23を備え、供給リール22と巻取りリール23間に亘 って磁気テープ20が巻回されている。供給リール22 に巻回された磁気テープ22は、供給リール22から繰 り出され、巻取りリール23に向かって走行されて巻取 リリール23に巻き取られる。供給リール22から巻取 リリール23に至る磁気テープ20の走行路中には、供 給リール22から巻取りリール23側に向かって、第1 のガイドローラ24、磁気ヘッド25、第2のガイドロ ーラ26が配されている。磁気ヘッド25の両側には、 第1及び第2の固定ガイド27,28が設けられてい る。第1及び第2の固定ガイド27,28は、走行する 磁気テープ20の磁気ヘッド25に対する接触圧若しく は接触状態を制御するものである。 【0101】このように構成されたドライブ装置21に 装着された磁気テープ20は、供給リール22から繰り

出されて巻取りリール23に向かって走行し、その走行 路中に配設した第1及び第2のガイドローラ24,26 及び第1及び第2の固定ガイド27,28にガイドされ て磁気ヘッド25に摺接することにより、この磁気テー プ20に記録された記録データの再生が行われる。 【0102】なお、磁気テープ20は、磁性層が形成さ れた面が磁気ヘッド25に摺接するように走行される。 【0103】<実施例2>次に、本発明の実施例2を説 境に4週間放置した後、カートリッジから磁気テープを 50 明する。実施例2の磁気記録媒体は、バック層用塗料と

して、平均粒子サイズが35nmのカーボンブラック粉 末を100重量部使用する以外には実施例1と同様にバ ック層用塗料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁 性塗料は実施例1と同様に調整した。

【0104】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工 程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反ロ ールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所 定のテープカートリッジに組み込みサンプルとした。

【0105】このようにして得られたサンプルについ て、実施例1と同様の測定を行った。

【0106】<実施例3>バック層用塗料として、平均 粒子サイズが70nmのカーボンブラック粉末を100 重量部使用する以外には実施例1と同様にバック層用塗 料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗料は実 施例1と同様に調整した。

【0107】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて、塗布 工程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反 ロールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして 20 所定のテープカートリッジに組み込みサンプルとした。 【0108】このようにして得られたサンプルについ て、実施例1と同様の測定を行った。

【0109】<実施例4>バック層用塗料として、平均 粒子サイズが20nmのカーボンブラック粉末を50重 量部と60nmのカーボンブラック粉末を50重量部を 併用する以外には実施例1と同様にバック層用塗料を調 整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗料も実施例1 と同様に調整した。

【0110】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて、塗布 工程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反 ロールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして 所定のテープカートリッジに組み込みサンプルとした。 【0111】このようにして得られたサンプルについ て、実施例1と同様の測定を行った。

【0112】[比較例]以下、いくつかの比較例につい て説明する。

【0113】< 比較例1>比較例1は、バック層用塗料 として、平均粒子サイズが20nmのカーボンプラック 粉末を85重量部と90nmのカーボンブラック粉末を 15重量部を併用する以外には実施例1と同様にバック 層用塗料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗 料は実施例1と同様に調整した。

【0114】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工 程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反ロ ールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所 定のテープカートリッジに組み込みサンプルとした。 【0115】このようにして得られたサンプルについ て、実施例1と同様の測定を行い評価を行った。

【0116】<比較例2>比較例2は、バック層用塗料 として、平均粒子サイズが80nmのカーボンブラック 粉末を100重量部とする以外には実施例1と同様にバ ック層用塗料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁 性塗料は実施例1と同様に調整した。

【0117】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工 程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反口

ールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所定のテープカートリッジに組み込みサンプルとした。
 【0118】このようにして得られたサンプルについて、実施例1と同様の測定を行った。

【0119】<比較例3>バック層用塗料として、平均 粒子サイズが35nmのカーボンブラック粉末を95重 量部と270nmのカーボンブラック粉末を5重量部を 併用する以外には実施例1と同様にバック層用塗料を調 整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗料は実施例1 と同様に調整した。

【0120】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工 程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反ロ ールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所 定のカートリッジに組み込みサンプルとした。 【0121】このようにして得られたサンプルついて、

実施例1と同様の測定を行った。

【0122】 < 比較例4>比較例4は、バック層用塗料 として、平均粒子サイズが20nmのカーボンブラック 粉末を85重量部と150nmのカーボンブラック粉末 を15重量部を併用する以外には実施例1と同様にバッ

30 を15重量部を併用する以外には実施例1と同様にバック層用塗料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗料は実施例1と同様に調整した。
 【0123】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反ロールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所定のカートリッジに組み込みサンプルとした。

【0124】このようにして得られたサンプルついて、 実施例1と同様の測定を行った。

40 【0125】<比較例5>比較例5は、バック層用塗料 として、平均粒子サイズが35nmのカーボンブラック 粉末を70重量部と90nmのカーボンブラック粉末を 30重量部を併用する以外には実施例1と同様にバック 層用塗料を調整した。上層用磁性塗料、下層用非磁性塗 料は実施例1と同様に調整した。

【0126】これら塗料は、実施例1の磁気記録媒体を 製造するために用いた塗膜形成システムを用いて塗布工 程、カレンダー工程、硬化工程を経た後、広幅の原反ロ ールを作製し、スリット工程を経て磁気テープとして所 50 定のカートリッジに組み込みサンプルとした。

【0127】このようにして得られたサンプルついて、 実施例1と同様の測定を行った。

<結果及び考察>表1に評価結果を、図6にバック層表 面突起分布を表したグラフを示す。

【0128】なお、図6において、S1は実施例1を示

す、S2 は実施例2を示し、S3 は実施例3を示し、S*

* 4 は実施例4を示す。また、図6において、T1 は比較 例1を示し、T2は比較例2を示し、T3は比較例3を 示し、T₄は比較例4を示し、T₅は比較例5を示す。 [0129]

【表1】

2																							
	走行試験後 の 一般性面状態			優無し	何年!	困害し	(場無し	傷無し			傷発生		复怒生		场先任		傷発生		10 ACT 200 11	惕充任			
	保存後の 唐酸変換特 住			<u>+</u>	[dB]	0	C	> <	0	0			-0.0		- 4		- 1.1		-1.2		00	Ω.υ-	
	保存後の		¥			無し		無し 値かれて有り		無し		有9			有9			有9			有力	有り	
			100nmE/ F	100nm以上 [0	0	C	>	0		0.007	100.0	-	0	0.019	1	0000	0.009		0 008	222	
	バック層突起分布		80m以上 100nm未満			0	0.006	0.012		0.017		0.098			0.034	0.018	0.018		0.021		0.025		
5			40nm以上 80nm以 ⊢	80nm+#m		61.0	0.229	0.204	0.000	707.0		0.72			U.448	0.308		0.02	42.0		0.39		
			20nmUX L	400m未谱	1 19	01-1	1.124	1.18	1 007	100.1		0.608		1 037	100.1	1.268		5	}		1.08	•	
	ラック		合有量	[[[]]][]]][]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]]	001	001	100	100	50	20	20	85	15	100	22-	95	5	85	15		D/	30	
	カーボンブラック		平均粒径	[mm]	20	25	00	70	20	60 		20	06	80	ļ	35	270	20	150		cc CC	06	
~					実施例1	宝祐 何 ワ	1.46 M14	美胞例3	実施例4		LL-## 751 ;	トロモズ [91] I		比較例2	サ素面に	1+C#X 1/13		比較例1		上載価に			

【0130】バック層に平均粒子サイズが20~70n mの微粒子カーボンブラックを使用した実施例1、2、 3、4では、バック層の突起分布が、20~40 nmの ものが1.2個/µm²以下、40nm以上、80nm 未満の突起が0.4個/µm²以下、80nm以上、1 00nm未満の突起が0.02個/µm²以下であり、 100 n m 以上の突起が存在しなかった。これらのサン プルにおいては、保存後における磁性層へのバック突起 50 るダメージが観察された。これらは、バック層表面の粗

転写がほとんど見られず、走行耐久性後の磁性面にはダ メージが観察されなかった。

【0131】 一方、比較例1、2、3、4、5において は、本発明の上記各実施例に比べ全体的に突起数が多 く、保存後における磁性層へのバック突起転写が発生 し、保存後の再生出力の低下が確認された。また、走行 耐久性後の磁性面には面全体にわたってバック突起によ

FUJIFILM, Exh. 1005, p.38

大突起が原因であり、表1に示すように、40nm以上の単位面積当たりの突起が実施例に比べ多く存在するような分布であると、この影響を受けやすいものと考えられる。

【0132】以上より、バック層の表面の突起分布とし て、20~40nmのものが1.2個/µm²以下、4 0nm以上、80nm未満の突起が0.4個/µm²以 下、80nm以上、100nm未満の突起が0.02個 /µm²以下であり、100nm以上の突起が存在しな いようなバック層を有するサンプルにおいては、バック 層表面の突起による保存後の再生出力の低下がなく、且 つ、走行試験後の磁性層表面の損傷を抑制できることが 分かった。

【0133】

【発明の効果】上述したように、本発明は、高速走行に 耐え、データの高速転送を実現可能な磁気テープ等の磁 気記録媒体を提供することができ、更に、一方の面に磁 性層が設けられた非磁性支持体の他方の面にバック層を 設けることに起因する磁性層の損傷を防止し、耐久性の 向上が図れた高信頼性を有する磁気記録媒体を提供する*20

【図1】



【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る磁気記録媒体である磁気テープを 示す断面図である。

【図2】ウェット・オン・ウェット塗布方式で下層非磁 性層、上層磁性層を形成するための塗膜形成システムを 示す摸式図である。

【図3】図2に示す塗膜形成システムに用いられる押し 出しコーターを示す断面図である。

10 【図4】図2に示す塗膜形成システムに用いられる押し 出しコーターの他の例を示す断面図である。

【図5】本発明に係る磁気記録媒体である磁気テープの 走行試験に使用したドライブ装置のテープ走行系を示す 平面図である。

【図6】磁気記録媒体に形成されたバック層の突起分布 を表すグラフである。

【符号の説明】

【図2】

100 磁気記録媒体、101 非磁性支持体、1 02 下層磁性層、103 上層磁性層、104 バ ック層





【図4】

