

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年9月7日(07.09.2018)



(10) 国際公開番号

WO 2018/159378 A1

(51) 国際特許分類:

G11B 5/725 (2006.01) *C10M 177/00* (2006.01)
C08G 65/00 (2006.01) *G11B 5/84* (2006.01)
C08G 65/329 (2006.01) *C10N 30/00* (2006.01)
C08G 65/332 (2006.01) *C10N 40/18* (2006.01)
C08G 65/333 (2006.01) *C10N 70/00* (2006.01)
C10M 107/38 (2006.01)

(71) 出願人: 昭和電工株式会社 (SHOWA DENKO K.K.) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 富田 浩幸 (TOMITA Hiroyuki); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 服部 寛子 (HATTORI Hiroko); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 福本 直也 (FUKUMOTO Naoya); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 宮坂 隆太 (MIYASAKA Ryuuta); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 伊藤 直子 (ITO Naoko); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番

(21) 国際出願番号: PCT/JP2018/005913

(22) 国際出願日: 2018年2月20日(20.02.2018)

(25) 国際出願の言語: 日本語

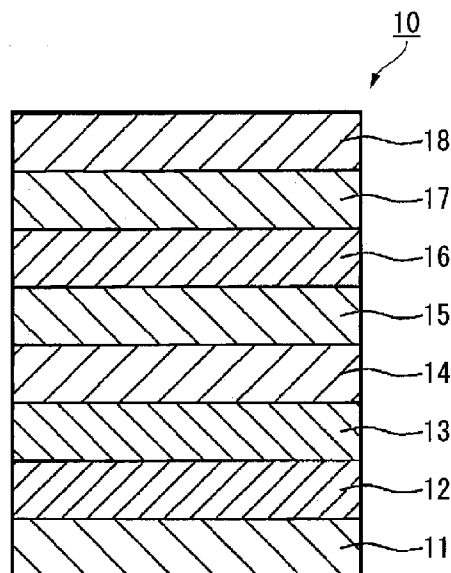
(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2017-039817 2017年3月2日(02.03.2017) JP

(54) Title: LUBRICANT FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM, AND METHOD FOR PRODUCING MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体の製造方法

[図1]



(57) Abstract: Provided is a lubricant for a magnetic recording medium, the lubricant being able to form a lubricating layer having excellent adhesion to a protective layer. The lubricant for a magnetic recording medium contains a fluorinated ether compound in which a group having an ethylenic carbon-carbon double bond is disposed at one or both terminals of a perfluoroalkyl polyether chain. It is preferable for the group having an ethylenic carbon-carbon double bond to be disposed at one terminal of the perfluoroalkyl polyether chain and for a hydroxyl group to be disposed at the other terminal. It is

[続葉有]



WO 2018/159378 A1



9 号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 太田
一朗(OTA Ichiro); 〒1058518 東京都港区芝大
門一丁目 1 3 番 9 号 昭和電工株式会社内
Tokyo (JP). 室伏 克己(MUROFUSHI Katsumi);
〒1058518 東京都港区芝大門一丁目 1 3 番 9
号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 及 川 周, 外 (OIKAWA Shu et al.);
〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁
目 9 番 2 号 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS,
SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

preferable for the lubricant to contain a compound which has one or a plurality of one or more types of functional group selected from among hydroxyl groups, amino groups, amido groups and carboxyl groups at one or both terminals of a perfluoroalkyl polyether chain.

(57) 要約: 保護層との密着性に優れた潤滑層を形成できる磁気記録媒体用潤滑剤を提供する。パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素-炭素二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含む磁気記録媒体用潤滑剤とする。前記パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に前記エチレン性炭素-炭素二重結合を有する基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されていることが好ましい。パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、水酸基、アミノ基、アミド基、カルボキシル基から選ばれ一種以上の官能基を1つまたは複数有する化合物を含むことが好ましい。

明 細 書

発明の名称：

磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体の製造方法に関する。

本願は、2017年3月2日に、日本に出願された特願2017-039817号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 磁気記録再生装置の記録密度を向上させるために、高記録密度に適した磁気記録媒体の開発が進められている。

従来、磁気記録媒体として、基板上に記録層（磁性層）を形成し、記録層上にカーボン等の保護層を形成したものがある。保護層は、記録層に記録された情報を保護するとともに、磁気ヘッドの接触に対する耐摩耗性を高める。しかし、記録層上に保護層を設けただけでは、磁気記録媒体の耐久性は十分に得られない。このため、一般に、保護層の表面に潤滑剤を塗布して潤滑層を形成している。

[0003] 磁気記録媒体の潤滑層を形成する際に用いられる潤滑剤としては、例えば、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖を有するウレア化合物およびウレタン化合物が提案されている（例えば、特許文献1および特許文献2参照）。

[0004] また、特許文献3には、フッ素含有イソシアネートと2-イソシアネートエチルメタクリレートとを反応させて得られるウレタンメタクリレートを含む樹脂組成物を用いる光ファイバー用コーティング剤が記載されている。

[0005] 非特許文献1には、分子の末端が水酸基またはトリフルオロメチル基であるパーフルオロポリエーテル鎖からなる潤滑剤を用いて潤滑層を形成した磁気記録媒体が記載されている。さらに、非特許文献1には、このような磁気記録媒体に紫外線を照射することにより、磁気記録媒体の表面エネルギーが

減少することと、磁気記録媒体の表面に結合する潤滑層の膜厚が増加することとが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開平8－301837号公報

特許文献2：特開平7－138359号公報

特許文献3：特許第3888653号公報

非特許文献

[0007] 非特許文献1：H. Tani et al, INTERMAG2011, EU－09

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、磁気記録媒体の潤滑層においては、磁気記録媒体の耐久性を向上させるために、潤滑層と保護層との密着性をさらに向上させることが要求されていた。

[0009] 本発明は、上記事情を鑑みてなされたものであり、保護層との密着性に優れた潤滑層を形成できる磁気記録媒体用潤滑剤を提供することを課題とする。

また、本発明は、本発明の磁気記録媒体用潤滑剤を用いて、保護層との密着性に優れた潤滑層を形成する磁気記録媒体の製造方法を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた。

その結果、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含む磁気記録媒体用潤滑剤とすればよいことを見出した。

[0011] 上記の磁気記録媒体用潤滑剤を、磁気記録媒体の保護層上に塗布した後、

紫外線を照射してエチレン性炭素－炭素二重結合を反応させて形成した潤滑層は、保護層との密着性に優れる。潤滑層と保護層との優れた密着性は、保護層上に塗布した磁気記録媒体用潤滑剤中の含フッ素エーテル化合物が、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の末端にエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基を有することにより得られるものと推定される。より詳細には、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の末端に配置されたエチレン性炭素－炭素二重結合が、保護層上で紫外線照射エネルギーによって開裂し、保護層と結合したことによる効果であると推定される。

以上の検討結果から、以下に示す本発明を完成するに至った。

[0012] [1] パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素の二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤。

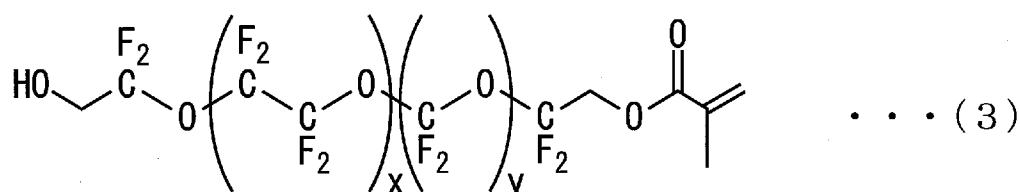
[2] 前記パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に前記エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されている [1] に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[3] 前期エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が（メタ）アクリロイル基である [1] または [2] に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[4] 前期エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が（メタ）アクリロイルオキシ基である [1] または [2] に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[5] 下記式（3）で表される [1] ～ [4] のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[0013] [化1]

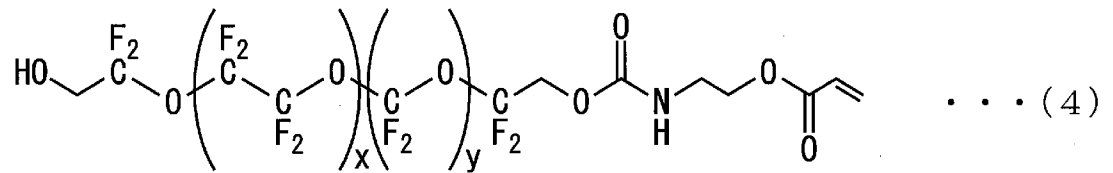


（式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。）

[6] 下記式（4）で表される [1] ～ [4] のいずれかに記載の磁気記録

媒体用潤滑剤。

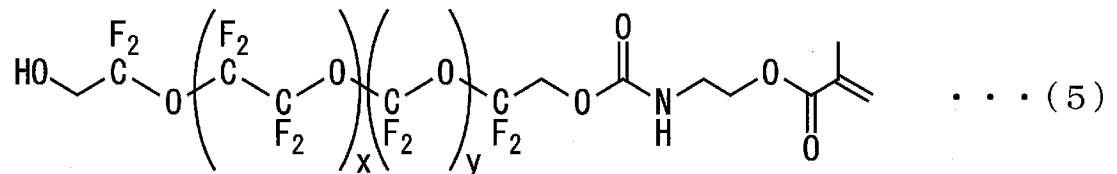
[0014] [化2]



(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[7] 下記式(5)で表される[1]～[4]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

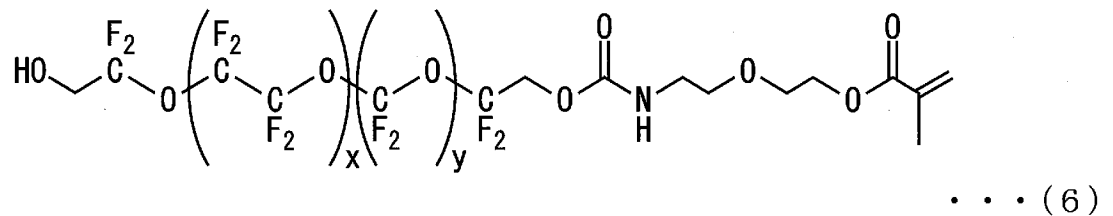
[0015] [化3]



(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[8] 下記式(6)で表される[1]～[4]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[0016] [化4]

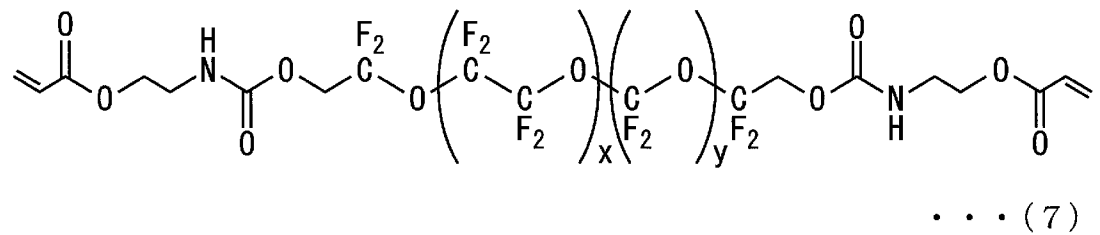


(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[9] 下記式(7)で表される[1]～[4]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[0017]

[化5]



(式中、 x および y はそれぞれ1～30の整数を表す。)

[0018] [10] 第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、水酸基、アミノ基、アミド基、カルボキシル基から選ばれる一種以上の官能基を1つまたは複数有する第2化合物をさらに含む[1]～[9]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[11] 前記含フッ素エーテル化合物は、前記パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、前記エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とが、ウレタン結合を介して結合している[1]～[10]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[0019] [12] 保護層上に潤滑層を形成する潤滑層形成工程を有し、前記潤滑層形成工程が[1]～[11]のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を前記保護層上に塗布した後、紫外線を照射する工程を有することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

発明の効果

[0020] 本発明の磁気記録媒体用潤滑剤は、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含む。このため、磁気記録媒体用潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を保護層上に塗布し、紫外線を照射することにより、保護層との密着性に優れた磁気記録媒体用の潤滑層が得られる。また、このようにして得られた潤滑層は、磁気ヘッドと保護層との摩擦力を低減させるため、磁気記録媒体の耐久性を向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]本発明の磁気記録媒体の製造方法により製造した磁気記録媒体の一実施形態を示した概略断面図である。

発明を実施するための形態

[0022] 以下、本発明の磁気記録媒体の製造方法および磁気記録媒体用潤滑剤について詳細に説明する。なお、本発明は、以下に示す実施形態のみに限定されるものではない。

[0023] [磁気記録媒体用潤滑剤]

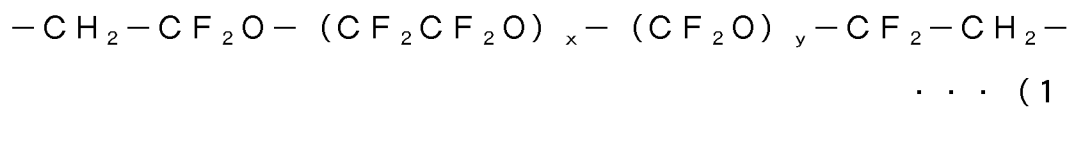
(第1実施形態)

本実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤（以下、「潤滑剤」と略記する場合がある。）は、含フッ素エーテル化合物を含む。

「含フッ素エーテル化合物」

本実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤に用いる含フッ素エーテル化合物は、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されているものである。

[0024] パーフルオロアルキルポリエーテル鎖は、下記一般式（1）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖であることが好ましい。



（式（1）中、 x は1～30の整数を表し、 y は0～30の整数を表す。繰り返し単位である $-(CF_2CF_2O)-$ と $-(CF_2O)-$ との配列順序に特に制限はない。）

[0025] 一般式（1）中の x および y が上記範囲内であると、保護層上に塗布しやすい潤滑剤が得られる。しかも、このような潤滑剤を保護層上に塗布し、紫外線を照射して形成した潤滑層は、保護層の表面を被覆して保護層と磁気ヘッドとの摩擦力を低減でき、より一層保護層の耐摩耗性を向上させることができる。上記一般式（1）中の x は3～20の整数であることがより好ましく、 y は0～20の整数であることがより好ましい。

- [0026] 含フッ素エーテル化合物のパーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基としては、例えば、（メタ）アクリロイル基、（メタ）アクリロイルオキシ基、クロトニル基、アリル基、ビニル基、マレイミド基などが挙げられる。これらのエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基の中でも特に、紫外線硬化性の優れた潤滑剤が得られるため（メタ）アクリロイル基が好ましい。
- [0027] なお、本明細書において「（メタ）アクリロイル」とは、アクリロイルまたはメタクリロイルを意味する。
- [0028] 含フッ素エーテル化合物としては、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端にエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されていることが好ましい。このような含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、これを塗布し、紫外線を照射することで、より保護層との密着性および耐摩耗性に優れた潤滑層を形成できる。
- [0029] パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されている場合、両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基は、同じであってもよいし、異なってもよい。両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が同じである場合、含フッ素エーテル化合物の製造が容易であるため好ましい。
- [0030] 含フッ素エーテル化合物において、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方または両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とは、直接またはアルキレン基等により間接的にウレタン結合を介して結合していることが好ましい。このような含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、これを塗布して紫外線を照射して得られる潤滑層が、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着（ピックアップ）を抑制できるものとなる。例えば、アクリロイルオキシエチルイソシアナートと末端に水酸基を有するパーフルオロアルキルポリエーテルとを反応させて得られる化合物は、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が、ウレタン結合を介してパーフルオロア

ルキルポリエーテル鎖と結合しているものとなる。

[0031] さらに、含フッ素エーテル化合物においては、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端にエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置され、他方の末端に水酸基が配置され、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖とエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とがウレタン結合を介して結合していることが好ましい。この場合、これを塗布して紫外線を照射して得られる潤滑層において、含フッ素エーテル化合物中のウレタン結合と、他の含フッ素エーテル化合物中の他方の末端に配置された水酸基とが、水素結合を形成する。その結果、潤滑層の潤滑性が向上するとともに、潤滑層と保護層との密着性が向上するため、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着（ピックアップ）が効果的に抑制される。

[0032] パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方または両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とがウレタン結合を介して結合している場合、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とウレタン結合とは下記一般式（２）で示される連結基を介して結合していることが好ましい。このような含フッ素エーテル化合物は、これを塗布して紫外線を照射して潤滑層を形成することで、より一層保護層との密着性に優れた潤滑層が得られる。

[0033] $-(CH_2CH_2O)_t-$. . . (2)

（式（２）中、 t は 1 ～ 4 の整数を表す。）

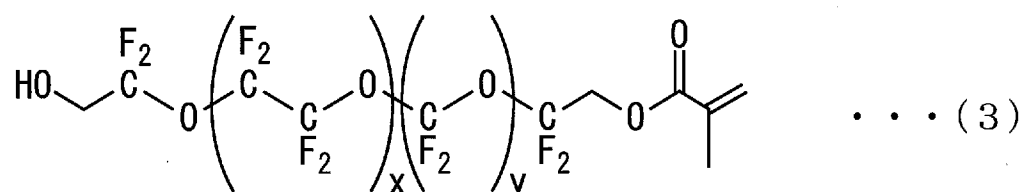
[0034] 一般式（２）中の t が上記範囲内であると、保護層上に塗布しやすい潤滑剤が得られる。しかも、一般式（２）中の t が上記範囲内であると、分子量が小さくなり、二重結合当量（分子量／二重結合の数）が小さくなることから、より一層保護層との密着性に優れた潤滑層を形成できる潤滑剤が得られる。上記一般式（２）中の t は 1 または 2 であることがより好ましい。

[0035] 含フッ素エーテル化合物において、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖が、一般式（１）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖である場合、一般式（１）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その

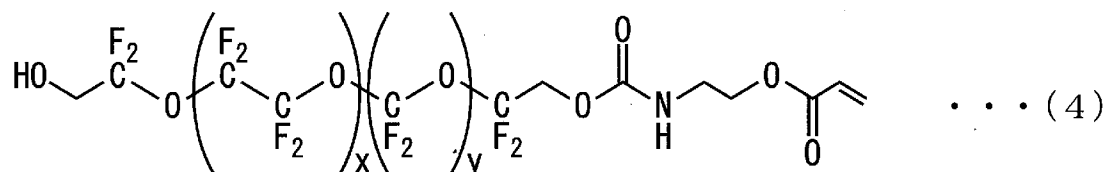
一方または両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とは、エーテル結合（－Ｏ－）を介して直接結合していてもよい。この場合、潤滑層形成用溶液に用いられる溶媒に対する溶解性に優れた含フッ素エーテル化合物となる。このため、潤滑層形成用溶液中の含フッ素エーテル化合物濃度が調整しやすいという効果が得られる。

[0036] 本実施形態の潤滑剤に含まれる含フッ素エーテル化合物は、一般式（３）～（７）で示される化合物であることが好ましい。（式（３）～（７）中、 x および y は一般式（１）と同じである。）

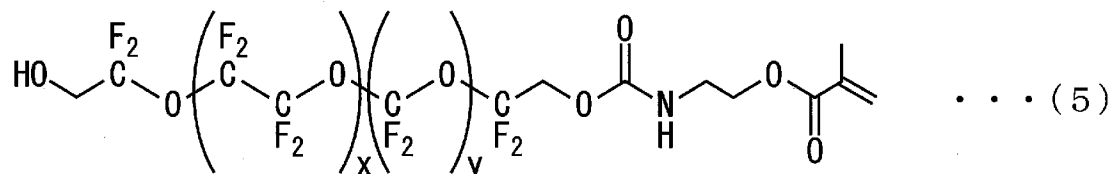
[0037] [化6]



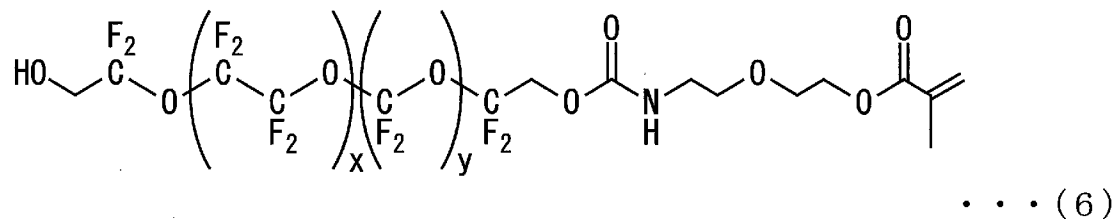
[0038] [化7]



[0039] [化8]

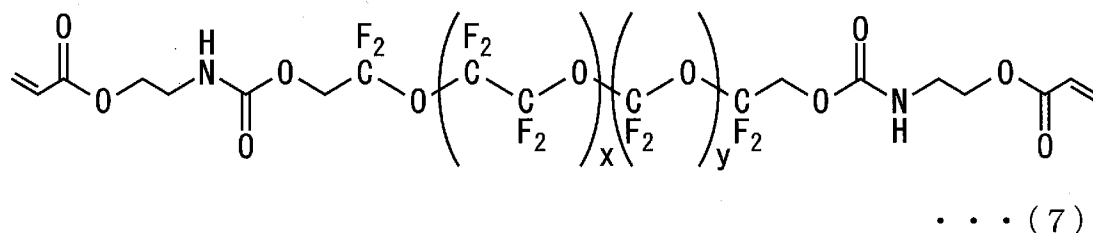


[0040] [化9]



[0041]

[化10]



[0042] 一般式(3)～(7)で示される含フッ素エーテル化合物は、一般式(1)で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基として(メタ)アクリロイル基を有する。

一般式(3)～(6)で示される含フッ素エーテル化合物は、一般式(1)で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基として(メタ)アクリロイル基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されたものである。

また、一般式(7)で示される含フッ素エーテル化合物は、一般式(1)で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖の両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基としてアクリロイル基が配置されたものである。

[0043] 一般式(4)～(7)で示される含フッ素エーテル化合物は、一般式(1)で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方または両方の末端に配置されている(メタ)アクリロイル基とが、ウレタン結合を介して結合している。

また、一般式(4)～(7)で示される含フッ素エーテル化合物では、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基である(メタ)アクリロイル基とウレタン結合とが、上記一般式(2)で示される連結基を介して結合している。

一般式(3)で示される含フッ素エーテル化合物は、一般式(1)で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方の末端に配置されているメタアクリロイル基とが、エーテル結合を介して結合している。

[0044] 含フッ素エーテル化合物は、数平均分子量が500～10000の範囲内であることが好ましく、500～2000であることがより好ましい。数平均分子量が500以上であると、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤が蒸散しにくいものとなる。このため、潤滑剤が蒸散して磁気ヘッドに移着することを防止できる。また、数平均分子量が10000以下であると、含フッ素エーテル化合物の粘度が適正なものとなる。よって、この含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液が調製しやすくなるとともに、これを塗布することによって容易に厚みの薄い潤滑層を形成できる。含フッ素エーテル化合物の数平均分子量は、溶媒で希釈して潤滑層形成用溶液を調製する際に扱いやすい粘度となるため、2000以下であることがより好ましい。

[0045] 含フッ素エーテル化合物の数平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）により求めることができる。GPCの測定条件は、以下の通りである。

カラム：Shodex製 KF803

溶離液：フッ素系溶剤（商品名：アサヒクリンAK-225、旭硝子社製）／アセトン＝4／1（v／v）

流速：1 mL／min

検出器：ELSD（蒸発光散乱検出器）

[0046] 本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、二種以上の化合物を反応させることにより得られる。本実施形態の含フッ素エーテル化合物の合成方法は、特に限定されるものではなく、従来公知の合成方法を用いて製造できる。

[0047] （第2実施形態）

本実施形態の潤滑剤は、含フッ素エーテル化合物の他に、潤滑剤としての他の化合物（以下、「第2化合物」という。）を含むものである。

「第2化合物」

第2化合物は、本実施形態の潤滑剤を用いて形成した潤滑層で被覆されている保護層の耐摩耗性を向上させるものであることが好ましい。このような

第2化合物としては、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖（以下第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖）の一方または両方の末端に、官能基を1つまたは複数有する化合物が挙げられる。

[0048] 第2化合物の第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖は、下記一般式（8）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖であることが好ましい。この場合、潤滑剤を保護層上に塗布し、紫外線を照射して形成した潤滑層は、保護層の表面を被覆して保護層と磁気ヘッドとの摩擦力を低減する。その結果、より優れた耐摩耗性を有する保護層となる。

[0049]
$$-CH_2-CF_2O-(CF_2CF_2O)_a-(CF_2O)_b-CF_2-CH_2-$$

$$\cdots (8)$$

（式（8）中、aは1～30の整数を表し、bは0～30の整数を表す。繰り返し単位である $-(CF_2CF_2O)-$ と $-(CF_2O)-$ との配列順序に特に制限はない。）

[0050] 一般式（8）中のaおよびbが上記範囲である場合、保護層上に塗布しやすい潤滑剤が得られる。しかも、潤滑剤を保護層上に塗布し、紫外線を照射して形成した潤滑層は、より優れた耐摩耗性を有するものとなる。上記一般式（8）中のaは3～20の整数であることがより好ましく、bは3～20の整数であることがより好ましい。

[0051] 本実施形態の潤滑剤が第2化合物を含む場合、第2化合物の第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、上記の含フッ素エーテル化合物のパーフルオロアルキルポリエーテル鎖とは、同じであってもよいし、異なってもよい。

[0052] 第2化合物において、第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に配置されている官能基としては、水酸基、アミノ基、アミド基、カルボキシル基から選ばれる一種以上の官能基が挙げられ、これらの中でも保護層との水素結合が形成しやすい水酸基が好ましい。

また、第2化合物において、第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に配置されている上記官能基の数は、1つであっても

よいし、2つ以上であってもよいが、1つであることが好ましい。第2化合物の末端に配置されている上記官能基の数が1つである場合、保護層との水素結合を形成する第2化合物の分子数を多くすることができ、潤滑層における耐摩耗性をより向上させることができる。

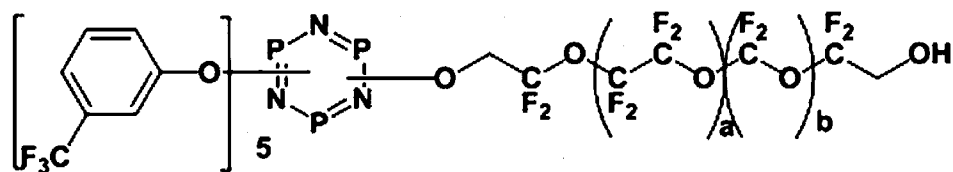
[0053] 第2化合物の第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の両方の末端に、水酸基、アミノ基、アミド基、カルボキシル基から選ばれる一種以上の官能基が配置されている場合、両方の末端に配置されている官能基は、同じであってもよいし、異なってもよい。両方の末端に配置されている官能基が同じである場合、第2化合物の製造が容易であるため好ましい。

[0054] 第2化合物は、第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に、水酸基、アミノ基、アミド基（ RCONH- ）、カルボキシル基から選ばれる一種以上の官能基が配置され、他方の末端に他の官能基が配置されているものであってもよい。他の官能基としては、例えば、フェニル基、 p -トリフルオロメチルフェニル基、 p -メトキシフェニル基、ナフチル基、4-トリフルオロメチルナフチル、6-トリフルオロメチルナフチル、4-シクロペンタジエン基、フタルイミド基、スクシンイミド基などが挙げられる。これらの他の官能基の中でも特に、保護層との相互作用が期待できるため、フェニル基、 p -メトキシフェニル基、 p -トリフルオロメチルフェニル基が好ましい。

[0055] 第2化合物において、第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖が、一般式（8）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖である場合、一般式（8）で示されるパーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方または両方の末端に配置されている官能基とは、エーテル結合を介して結合していてもよい。この場合、官能基の回転に自由度を持たせることができ、保護層と相互作用し、潤滑剤の密着性を良くする効果が得られる。

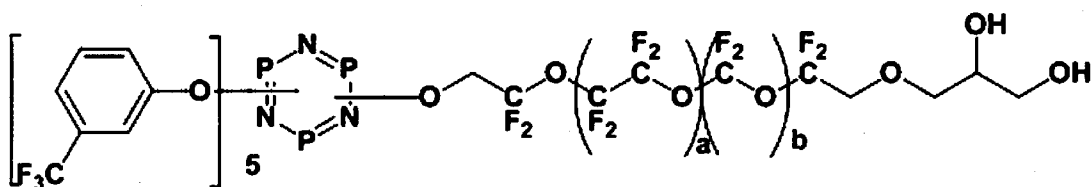
[0056] 本実施形態の潤滑剤に含まれる第2化合物は、下記一般式（9）または一般式（10）で示される化合物であることが好ましい。（式（9）および（10）中、 a および b は一般式（8）と同じである。）

[0057] [化11]



... (9)

[0058] [化12]



... (10)

[0059] 第2化合物は、数平均分子量が500～10000の範囲内であることが好ましく、500～2000であることがより好ましい。数平均分子量が500以上であると、第2化合物を含む潤滑剤が蒸散しにくいものとなる。このため、潤滑剤が蒸散して磁気ヘッドに移着することを防止できる。また、数平均分子量が10000以下であると、第2化合物の粘度が適正なものとなる。よって、第2化合物を含む潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液が調製しやすくなるとともに、これを塗布することによって容易に厚みの薄い潤滑層を形成できる。第2化合物の数平均分子量は、扱いやすい粘度の粘着剤となるため、2000以下であることが好ましい。

第2化合物の数平均分子量は、上述した含フッ素エーテル化合物の数平均分子量と同様にして求めることができる。

[0060] 第2化合物の製造方法は、特に限定されるものではなく、従来公知の製造方法を用いて製造できる。

[0061] 「第2実施形態の潤滑剤の組成」

本実施形態の潤滑剤が、上記の含フッ素エーテル化合物と第2化合物とからなるものであり、潤滑剤中の上記含フッ素エーテル化合物の含有量が30質量%以上であることが好ましく、70質量%以上であることがより好まし

い。

[0062] 本実施形態の潤滑剤において、含フッ素エーテル化合物として、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、その一方または両方の末端に配置されているエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基とが、ウレタン結合を介して結合しているものを含むことが好ましい。また、第2化合物として、第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に水酸基が配置されているものを含むことが好ましい。この場合、本実施形態の潤滑剤を用いて形成した潤滑層において、含フッ素エーテル化合物のウレタン結合と、第2化合物の水酸基とが、水素結合する。その結果、保護層の潤滑性が向上するとともに、潤滑層と保護層との密着性が向上し、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着（ピックアップ）が効果的に抑制される。

[0063] 本実施形態の潤滑剤は、上記の含フッ素エーテル化合物と、第2化合物の他に、必要に応じて、上記の含フッ素エーテル化合物および第2化合物とは異なる別の化合物を含むものであってもよい。

本実施形態の潤滑剤が、上記の含フッ素エーテル化合物の他に、第2化合物とは異なる別の化合物を含む場合、本実施形態の潤滑剤中の上記含フッ素エーテル化合物（または含フッ素エーテル化合物と第2化合物との合計）の含有量は、30質量%以上であることが好ましく、70質量%以上であることがより好ましい。

[0064] 本発明の第1実施形態及び第2実施形態の潤滑剤は、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含む。このため、潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を保護層上に塗布し、紫外線を照射することにより、保護層との密着性に優れた磁気記録媒体用の潤滑層が得られる。また、このようにして得られた潤滑層は、磁気ヘッドと保護層との摩擦力を低減させるため、磁気記録媒体の耐久性を向上させることができる。

[0065] [磁気記録媒体の製造方法]

図1は、本発明の磁気記録媒体の製造方法により製造した磁気記録媒体の

一実施形態を示した概略断面図である。

図 1 に示す磁気記録媒体 10 は、基板 11 上に、付着層 12 と、軟磁性層 13 と、第 1 下地層 14 と、第 2 下地層 15 と、磁性層 16 と、保護層 17 と、潤滑層 18 とが順次設けられた構造をなしている。

[0066] 「基板」

基板 11 としては、例えば、Al もしくは Al 合金などの金属または合金材料からなる基体上に、NiP または NiP 合金からなる膜が形成された非磁性基板等を用いることができる。

また、基板 11 としては、ガラス、セラミックス、シリコン、シリコンカーバイド、カーボン、樹脂などの非金属材料からなる非磁性基板を用いてもよいし、これらの非金属材料からなる基体上に NiP または NiP 合金の膜を形成した非磁性基板を用いてもよい。

[0067] 「付着層」

付着層 12 は、基板 11 と、付着層 12 上に設けられる軟磁性層 13 とを接して配置した場合に、基板 11 の腐食の進行を防止する。

付着層 12 の材料は、例えば、Cr、Cr 合金、Ti、Ti 合金等から適宜選択できる。付着層 12 は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

[0068] 「軟磁性層」

軟磁性層 13 は、第 1 軟磁性膜と、Ru 膜からなる中間層と、第 2 軟磁性膜とが順に積層された構造を有していることが好ましい。すなわち、軟磁性層 13 は、2 層の軟磁性膜の間に Ru 膜からなる中間層を挟み込むことによって、中間層の上下の軟磁性膜がアンチ・フェロ・カップリング (AFC) 結合した構造を有していることが好ましい。軟磁性層 13 が AFC 結合した構造を有していると、外部からの磁界に対しての耐性、並びに、垂直磁気記録特有の問題である WATE (Wide Area Track Erasure) 現象に対しての耐性を高めることができる。

[0069] 第 1 軟磁性膜および第 2 軟磁性膜は、CoFe 合金からなる膜であること

が好ましい。

第1軟磁性膜および第2軟磁性膜がC o F e合金からなる膜である場合、高い飽和磁束密度 B_s (1.4 (T)以上)を実現できる。

また、第1軟磁性膜および第2軟磁性膜に使用されるC o F e合金には、Z r、T a、N bの何れかを添加することが好ましい。これにより、第1軟磁性膜および第2軟磁性膜の非晶質化が促進され、第1下地層（シード層）の配向性を向上させることが可能になるとともに、磁気ヘッドの浮上量を低減することが可能となる。

軟磁性層13は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

[0070] 「第1下地層」

第1下地層14は、その上に設けられる第2下地層15および磁性層16の配向や結晶サイズを制御するための層である。第1下地層14は、磁気ヘッドから発生する磁束の基板面に対する垂直方向成分を大きくするとともに、磁性層16の磁化の方向をより強固に基板11と垂直な方向に固定するために設けられている。

第1下地層14は、N i W合金からなる層であることが好ましい。第1下地層14がN i W合金からなる層である場合、必要に応じてN i W合金にB、M n、R u、P t、M o、T aなどの他の元素を添加してもよい。

第1下地層14は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

[0071] 「第2下地層」

第2下地層15は、磁性層16の配向が良好になるように制御する層である。第2下地層15は、R uまたはR u合金からなる層であることが好ましい。

第2下地層15は、1層からなる層であってもよいし、複数層から構成されていてもよい。第2下地層15が複数層からなる場合、全ての層が同じ材料から構成されていてもよいし、少なくとも一層が異なる材料から構成されていてもよい。

第2下地層15は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

[0072] 「磁性層」

磁性層 16 は、磁化容易軸が基板面に対して垂直または水平方向を向いた磁性膜からなる。磁性層 16 は、Co と Pt を含む層であり、さらに SNR 特性を改善するために、酸化物や、Cr、B、Cu、Ta、Zr 等を含む層であってもよい。

磁性層 16 に含有される酸化物としては、SiO₂、SiO、Cr₂O₃、CoO、Ta₂O₃、TiO₂ 等が挙げられる。

[0073] 磁性層 16 は、1 層から構成されていてもよいし、組成の異なる材料からなる複数の磁性層から構成されていてもよい。

例えば、磁性層 16 が、第 1 磁性層と第 2 磁性層と第 3 磁性層の 3 層からなる場合、第 1 磁性層は、Co、Cr、Pt を含み、さらに酸化物を含んだ材料からなるグラニューラ構造であることが好ましい。第 1 磁性層に含有される酸化物としては、例えば、Cr、Si、Ta、Al、Ti、Mg、Co 等の酸化物を用いることが好ましい。その中でも、特に、TiO₂、Cr₂O₃、SiO₂ 等を好適に用いることができる。また、第 1 磁性層は、酸化物を 2 種類以上添加した複合酸化物からなることが好ましい。その中でも、特に、Cr₂O₃-SiO₂、Cr₂O₃-TiO₂、SiO₂-TiO₂ 等を好適に用いることができる。

[0074] 第 1 磁性層は、Co、Cr、Pt、酸化物の他に、B、Ta、Mo、Cu、Nd、W、Nb、Sm、Tb、Ru、Re の中から選ばれる 1 種類以上の元素を含むことができる。

上記元素を 1 種類以上含むことにより、磁性粒子の微細化を促進、または結晶性や配向性を向上させることができ、より高密度記録に適した記録再生特性、熱揺らぎ特性を得ることができる。

[0075] 第 2 磁性層には、第 1 磁性層と同様の材料を用いることができる。第 2 磁性層は、グラニューラ構造であることが好ましい。

第 3 磁性層は、Co、Cr、Pt を含み、酸化物を含まない材料からなる非グラニューラ構造であることが好ましい。第 3 磁性層は、Co、Cr、P

tの他に、B、Ta、Mo、Cu、Nd、W、Nb、Sm、Tb、Ru、Re、Mnの中から選ばれる1種類以上の元素を含むことができる。第3磁性層がCo、Cr、Ptの他に上記元素を含むことにより、磁性粒子の微細化を促進、または結晶性や配向性を向上させることができ、より高密度記録に適した記録再生特性および熱揺らぎ特性が得られる。

[0076] 磁性層16が複数の磁性層で形成されている場合、隣接する磁性層の間には、非磁性層を設けることが好ましい。磁性層16が、第1磁性層と第2磁性層と第3磁性層の3層からなる場合、第1磁性層と第2磁性層との間と、第2磁性層と第3磁性層との間に、非磁性層を設けることが好ましい。

隣接する磁性層間に非磁性層を適度な厚みで設けることで、個々の膜の磁化反転が容易になり、磁性粒子全体の磁化反転の分散を小さくすることができる。S/N比をより向上させることができる。

[0077] 磁性層16の隣接する磁性層間に設けられる非磁性層は、例えば、Ru、Ru合金、CoCr合金、CoCrX1合金（X1は、Pt、Ta、Zr、Re、Ru、Cu、Nb、Ni、Mn、Ge、Si、O、N、W、Mo、Ti、V、Zr、Bの中から選ばれる1種または2種以上の元素を表す。）等を好適に用いることができる。

[0078] 磁性層16の隣接する磁性層間に設けられる非磁性層には、酸化物、金属窒化物、または金属炭化物を含んだ合金材料を使用することが好ましい。具体的には、酸化物として、例えば、SiO₂、Al₂O₃、Ta₂O₅、Cr₂O₃、MgO、Y₂O₃、TiO₂等を用いることができる。金属窒化物として、例えば、AlN、Si₃N₄、Ta₃N₄、Cr₃N₄等を用いることができる。金属炭化物として、例えば、TaC、BC、SiC等を用いることができる。

非磁性層は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

[0079] 磁性層16は、より高い記録密度を実現するために、磁化容易軸が基板面に対して垂直方向を向いた垂直磁気記録の磁性層であることが好ましいが、面内磁気記録であってもよい。

磁性層16は、蒸着法、イオンビームスパッタ法、マグネトロンスパッタ

法等、従来の公知のいかなる方法によって形成してもよいが、通常、スパッタリング法により形成される。

[0080] 「保護層」

保護層 17 は、磁性層 16 を保護するための層である。保護層 17 は、一層から構成されていてもよいし、複数層から構成されていてもよい。保護層 17 は、炭素または炭化ケイ素からなる層であることが好ましい。特に、保護層 17 の最表面が窒素を含む炭素からなる層である場合、潤滑層との結合力が高くなり、優れた耐久性が得られるため好ましい。

保護層 17 の成膜方法としては、カーボンを含むターゲット材を用いるスパッタ法や、エチレンやトルエン等の炭化水素原料を用いる CVD（化学蒸着法）法、IBD（イオンビーム蒸着）法等を用いることができる。

[0081] 「潤滑層」

潤滑層 18 は、磁気記録媒体 10 の汚染を防止するとともに、磁気記録媒体 10 上を摺動する磁気記録再生装置の磁気ヘッドの摩擦力を低減させて、磁気記録媒体 10 の耐久性を向上させる層である。

潤滑層 18 は、図 1 に示すように、保護層 17 上に接して形成される。潤滑層 18 は、保護層 17 上に、上述した第 1 実施形態の潤滑剤又は第 2 実施形態の潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射することにより形成されたものである。

[0082] 保護層 17 が炭素で形成されている場合、保護層 17 に含まれる炭素原子と潤滑層 18 との結合力が高くなり、優れた耐久性が得られる。

潤滑層 18 は、潤滑層 18 の下に配置されている保護層 17 の最表面が、窒素を含む炭素からなる層である場合、保護層 17 に含まれる含フッ素エーテル化合物とより一層高い結合力で結合される。その結果、磁気記録媒体 10 の表面の汚染を効果的に防止できる。

[0083] 潤滑層 18 の平均膜厚は、特に限定されないが、0.5 nm (5 Å) ~ 3 nm (30 Å) であることが好ましく、0.5 nm (5 Å) ~ 2 nm (20 Å) であることがより好ましい。

潤滑層 18 の平均膜厚が 0.5 nm 以上であると、潤滑層 18 がアイランド状または網目状とならずに均一の膜厚で形成される。このため、潤滑層 18 によって、保護層 17 の表面を高い被覆率で被覆できる。また、潤滑層 18 の平均膜厚を 3 nm 以下にすることで、磁気ヘッドの浮上量を十分小さくして、磁気記録媒体 10 の記録密度を高くすることができる。

[0084] 「潤滑層の形成方法」

潤滑層 18 は、例えば、基板 11 上に保護層 17 までの各層が形成された製造途中の磁気記録媒体を用意し、保護層 17 上に潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射する方法により形成する。

[0085] 潤滑層形成用溶液は、上述の実施形態の潤滑剤を必要に応じて溶媒で希釈して、塗布方法に適した粘度および濃度とすることにより得られる。

潤滑層形成用溶液に用いられる溶媒としては、潤滑剤を溶解させることができるものであれば良く、例えば、2-プロパノール、メタノール、エタノールなどのアルコール系溶媒；アサヒクリン（登録商標）AK225（旭硝子）、バートレル（登録商標）XF（三井・デュポンフロロケミカル）、Novec（登録商標）HFE7100（3M）、Novec（登録商標）HFE7200（3M）、ソルブ55（ソルベックス）などのフッ素系溶媒などを1種または2種以上用いることができる。これらの溶媒の中でも特に、適度な溶解度を持つため、アサヒクリンAK225（旭硝子）、バートレルXF（三井・デュポンフロロケミカル）、NovecHFE7200（3M）などのフッ素系溶媒を用いることが好ましい。

[0086] 潤滑層形成用溶液の塗布方法は、特に限定されないが、例えば、スピコート法やディップ法等が挙げられる。

ディップ法を用いる場合、例えば、以下に示す方法を用いることができる。まず、ディップコート装置の浸漬槽に入れられた潤滑層形成用溶液中に、保護層 17 までの各層が形成された基板 11 を浸漬する。次いで、浸漬槽から基板 11 を所定の速度で引き上げる。

このことにより、潤滑層形成用溶液を基板 11 の保護層 17 上の表面に塗布

する。

ディップ法を用いることで、潤滑層形成用溶液を保護層 17 の表面に均一に塗布することができ、保護層 17 上に均一な膜厚で潤滑層 18 を形成できる。

[0087] 保護層 17 上に潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射する方法は、所定のエネルギーを得られるものであれば特に限定されるものではなく、例えば、低圧水銀ランプを用いる方法により行うことができる。

また、保護層 17 上に潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射する前に、必要に応じて、潤滑層形成用溶液中に含まれる溶媒を除去するための熱処理を行ってもよい。

[0088] 本実施形態では、保護層 17 上に潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射すると、潤滑層形成用溶液に含まれる含フッ素エーテル化合物中のエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が開裂して、保護層 17 と結合する。このことにより、保護層との密着性に優れた潤滑層が得られると推定される。

[0089] 潤滑層と保護層との密着性をより一層向上させるために、保護層 17 上に塗布した潤滑層形成用溶液に照射する紫外線照射エネルギー量は、含フッ素エーテル化合物中のエチレン性炭素－炭素二重結合を有する基を開裂させて、潤滑層と保護層 17 とを結合させるための所定のエネルギー量とする。所定のエネルギー量は、潤滑層と保護層との密着性が十分に得られる範囲内であることが好ましい。所定のエネルギー量は、潤滑層形成用溶液の組成、形成する潤滑層の厚み、必要とされる保護層との密着性などに応じて適宜決定することが好ましい。具体的には、形成する潤滑層と保護層との密着性と、種々の紫外線照射エネルギー量との関係を、以下の方法によりあらかじめ確認し、上記の所定のエネルギー量を求めることが好ましい。例えば、結合率が 65% 以上となる紫外線照射エネルギー量を、所定のエネルギー量とすることができる。所定のエネルギー量を規定する際に用いる結合率は、65% 以上に限定されるものではなく、磁気記録媒体の用途などに応じて適宜設定

できる。

[0090] (所定のエネルギー量の規定方法)

(1) 溶媒への浸漬時間の設定

磁気記録媒体に潤滑層を形成し、同じ大きさのエネルギーで紫外線を照射した基板を複数作製する。紫外線照射済みの複数の基板を、それぞれ種々の時間溶媒に浸漬させ、以下に示す結合率が略一定となる浸漬時間範囲を調べる。そして、得られた浸漬時間範囲内に、以下の(2)の実験の浸漬時間を設定する。当浸漬時間は、前記の範囲内であれば限定されないが、なるべく短い方が実施の効率がよいため最短の時間の2倍程度とするのがよい。なお、長時間溶媒に浸漬させても結合率が一定とならない場合、基板に照射する紫外線のエネルギーを増やして再度同様の実験を行う。

[0091] 「結合率」

$$\text{結合率} = (B / A) \times 100 (\%)$$

上記の式において、Aは紫外線照射前の潤滑層の膜厚、Bは溶媒に浸漬させた後の潤滑層の膜厚である。

[0092] (2) 所定のエネルギー量の規定

磁気記録媒体に潤滑層を形成し、種々のエネルギーで紫外線を照射した基板を作製する。紫外線照射済みの基板を(1)で設定した浸漬時間溶媒に浸漬させ、結合率が65%以上となる紫外線照射エネルギーを、所定のエネルギー量(J/枚)とする。

[0093] 本実施形態の磁気記録媒体10は、基板11上に、少なくとも磁性層16と、保護層17と、潤滑層18とが順次設けられたものである。本実施形態の磁気記録媒体10では、保護層17上に、本実施形態の潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を塗布した後、紫外線を照射することにより形成された潤滑層18が形成されている。この潤滑層18は、保護層17との密着性に優れ、磁気ヘッドと保護層18との摩擦力を低減させることができる。このため、耐久性に優れた磁気記録媒体10となる。

実施例

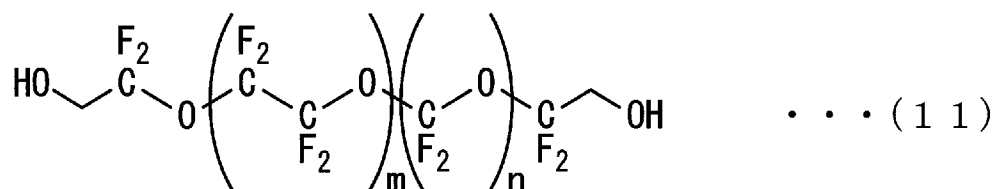
[0094] 以下、実施例および比較例により本発明をさらに具体的に説明する。なお、本発明は、以下の実施例のみに限定されない。

「合成例 1」

以下に示す方法により、一般式 (3) で示される含フッ化エーテル化合物を合成した。

窒素ガス雰囲気下で 50 mL のナスフラスコに、下記一般式 (11) で示されるフルオロポリエーテル (Solvay Solexis 社製 Fomblin (登録商標) ZDOL 2000S、数平均分子量 2000、分子量分布 1.1) 7 g (3.5 mmol) を入れ、溶媒としてジクロロメタン 14 mL と 1, 1, 1, 3, 3-ペンタフルオロプロパン (ソルベックス社製ソルブ 55) 21 mL とを投入し、均一になるまで攪拌した。

[0095] [化13]



[0096] (式 (11) 中、m は 1 ~ 30 を表し、n は 0 ~ 30 を表す。繰り返し単位である (CF₂CF₂O) と (CF₂O) との配列順序に特に制限はない。)

[0097] そこに、トリエチルアミン (東京化成工業社製) 350 mg (3.5 mmol) とメチルメタクリロイルクロリド (東京化成工業社製) 460 mg (4.4 mmol) を加え、室温で 6 時間攪拌し、反応させた。その後、反応生成物を純水で分液洗浄し、溶媒を留去した。

[0098] 続いて、以下に示す方法により、反応生成物に含まれる不純物を除去した。反応生成物の入れられたナスフラスコに、n-ヘキサンを 10 mL 加え、反応生成物を攪拌洗浄して静置し、n-ヘキサン相をデカンテーションにより取り除く操作を、3 回繰り返し行って反応生成物中の反応残渣を取り除いた。その後、減圧下で n-ヘキサンを留去し、一般式 (3) で示される化合物 a を約 7 g 得た。

[0099] 得られた化合物 a の¹H-NMR および¹⁹F-NMR 測定を行い、以下の結果より構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.87 (3H), 3.80~4.00 (2H), 4.42~4.60 (2H), 4.78~5.01 (1H), 5.60~5.70 (1H), 5.95~6.03 (1H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -91.02~-88.48 (42F), -83.38~-81.30 (2F), -80.63~-78.65 (2F), -55.67~-51.35 (20F)

[0100] 「合成例 2」

以下に示す方法により、一般式 (4) に示される含フッ化エーテル化合物を合成した。

窒素ガス雰囲気下で 50 mL のナスフラスコに、合成例 1 と同じフルオロポリエーテルと合成例 1 と同じ溶媒を合成例 1 と同量投入し、均一になるまで攪拌した。

そこに、ジラウリン酸ジブチル錫を 0.02 g 加え、ウレタン化剤として 2-アクリロイルオキシエチルイソシアネート (昭和電工社製 カレンズ A O I (登録商標)) 530 mg (3.76 mmol) を室温にて滴下し、FT-IR 分析 (フーリエ変換赤外分光分析) 法によりイソシアネート基由来ピーク (2300 cm⁻¹) の消失を確認した。その後、減圧下で溶媒を留去した。

続いて、合成例 1 と同様にして不純物を除去し、一般式 (4) で示される化合物 b を約 7 g 得た。

[0101] 得られた化合物 b の¹H-NMR および¹⁹F-NMR 測定を行い、以下の結果より構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 3.40~3.55 (2H), 3.80~4.00 (2H), 4.14~4.30 (2H), 4.42~4.60 (2H), 4.80~5.00 (1H), 5.80~5.92 (1H), 6.00~6.18 (1H), 6.28~6.42 (1H), 6

. 55 ~ 6. 73 (1H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -91. 00 ~ -88. 49 (42F), -83. 39 ~ -81. 32 (2F), -80. 62 ~ -78. 62 (2F), -55. 65 ~ -51. 37 (20F)

[0102] 「合成例3」

以下に示す方法により、一般式(5)に示される含フッ化エーテル化合物を合成した。

ウレタン化剤として、2-メタクリロイルオキシエチルイソシアネート(昭和電工社製

カレンズMOI(登録商標)) 586mgを用いたこと以外は、合成例2と同様にして一般式(5)で示される化合物cを約7g得た。

[0103] 得られた化合物cの ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果より構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1. 85 (3H), 3. 46 ~ 3. 55 (2H), 3. 78 ~ 4. 00 (2H), 4. 15 ~ 4. 52 (4H), 4. 80 ~ 5. 03 (1H), 5. 60 ~ 5. 70 (1H), 5. 95 ~ 6. 03 (1H), 6. 60 ~ 6. 78 (1H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -91. 00 ~ -88. 50 (42F), -83. 40 ~ -81. 30 (2F), -80. 60 ~ -78. 60 (2F), -55. 65 ~ -51. 35 (20F)

[0104] 「合成例4」

以下に示す方法により、一般式(6)に示される含フッ化エーテル化合物を合成した。

ウレタン化剤として、2-メタクリロイルオキシエチルオキシエチルイソシアネート(昭和電工製 カレンズMOI-EG(登録商標)) 540mgを用いたこと以外は、合成例2と同様にして一般式(6)で示される化合物dを約7g得た。

[0105] 得られた化合物dの ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結

果より構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.83 (3H), 3.46~3.55 (2H), 3.55~4.40 (8H), 4.42~4.52 (2H), 4.80~5.00 (1H), 5.60~5.70 (1H), 5.95~6.05 (1H), 6.60~6.75 (1H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = -91.00~-88.50 (42F), -83.40~-81.30 (2F), -80.60~-78.60 (2F), -55.65~-51.35 (20F)

[0106] 「合成例5」

以下に示す方法により、一般式(7)に示される含フッ化エーテル化合物を合成した。

ウレタン化剤の使用量を1.06gに変えたこと以外は、合成例2と同様にして一般式(7)で示される化合物eを約7g得た。

[0107] 得られた化合物eの $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果より構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 3.40~3.55 (4H), 4.14~4.30 (4H), 4.42~4.60 (4H), 5.80~5.92 (2H), 6.00~6.18 (2H), 6.28~6.42 (2H), 6.55~6.73 (2H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = -91.00~-88.49 (42F), -80.62~-78.62 (4F), -55.65~-51.37 (20F)

[0108] 「比較合成例1」

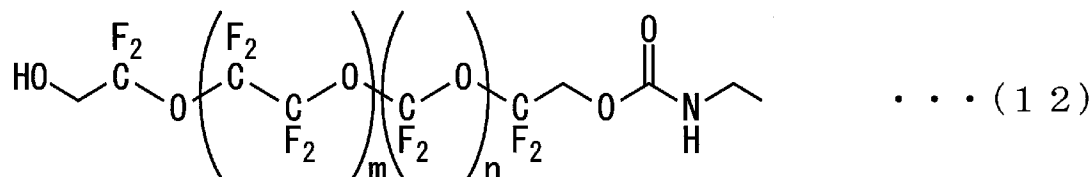
合成例1~合成例5の化合物a~化合物eの合成に使用した一般式(11)で示されるフルオロポリエーテルを化合物fとした。

[0109] 「比較合成例2」

以下に示す方法により、下記一般式(12)に示される含フッ化エーテル化合物(化合物g)を合成した。

ウレタン化剤として、イソシアン酸エチル（東京化成工業社製）300mgを用いたこと以外は、合成例2と同様にして一般式（12）で示される化合物gを約7g得た。

[0110] [化14]



（式（12）中、mおよびnは一般式（11）と同じである。）

[0111] 得られた化合物gの ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果より構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.32 (3H), 3.60 (2H), 3.78~4.00 (2H), 4.47~4.57 (2H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -91.00~-88.50 (42F), -83.40~-81.30 (2F), -80.60~-78.60 (2F), -55.65~-51.35 (20F)

[0112] 「実施例1~5、比較例1、2」

「磁気記録媒体の製造」

以下に示す方法により、合成例1~5、比較合成例1、2の化合物a~gを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を調製し、これを用いて磁気記録媒体の保護層上に潤滑層を形成し、実施例1~5、比較例1、2の磁気記録媒体を得た。

[0113] まず、直径65mmの基板上に、付着層と軟磁性層と第1下地層と第2下地層と磁性層と保護層とを順次設けた磁気記録媒体を用意した。保護層は、最表面が窒素を含む炭素からなるものとした。

また、化合物a~gをそれぞれフッ素系溶媒であるバートレル（登録商標）XF（商品名、三井デュボンフロロケミカル社製）に溶解し、保護層上に

塗布した時の膜厚が $10\text{ \AA} \sim 15\text{ \AA}$ になるようにバートレルXFで希釈し、潤滑層形成用溶液とした。

[0114] 次いで、保護層までの各層の形成された磁気記録媒体の保護層上に、ディップ法により、潤滑層形成用溶液を塗布した。なお、ディップ法は、浸漬速度 10 mm/sec 、浸漬時間 30 sec 、引き上げ速度 1.2 mm/sec の条件で行った。

その後、潤滑層形成用溶液を塗布した磁気記録媒体を、 120°C の恒温槽に入れ、 10 分間加熱して潤滑層形成用溶液中の溶媒を除去し、保護層上に潤滑層を形成した。

[0115] このようにして形成した潤滑層の膜厚を、FT-IR（商品名：Nicolet iS50、Thermo Fisher Scientific社製）を用いて測定した。その結果を表1に示す。

[0116] 次に、磁気記録媒体に形成された潤滑層に紫外線を照射した。紫外線の照射は、低圧水銀ランプSUV-110S（セン特殊光源社製）を用いて行った。実施例1では、磁気記録媒体1枚あたりの紫外線照射エネルギー量が、上述した（所定のエネルギー量の規定方法）により求めた所定のエネルギー量（ 10 J ）となるように、紫外線を照射した。実施例2～5、比較例1、2においては、磁気記録媒体1枚あたりの紫外線照射エネルギーが、実施例1の所定のエネルギー量（ 10 J ）となるように紫外線を照射した。

以上の工程により、保護層上に紫外線を照射した潤滑層が形成された実施例1～5、比較例1、2の磁気記録媒体を得た。

[0117] 次に、実施例1～5、比較例1、2の磁気記録媒体について、以下に示す方法により、紫外線を照射した潤滑層と保護層との密着性を評価した。

[0118] （紫外線を照射した潤滑層と保護層との密着性試験）

紫外線を照射した潤滑層の形成された磁気記録媒体を、以下に示す方法により洗浄し、洗浄後の潤滑層の膜厚を、紫外線照射前に行った潤滑層の膜厚の測定と同じ方法で測定した。

[0119] 磁気記録媒体の洗浄は、潤滑層の形成された磁気記録媒体を、潤滑剤を含

まない溶媒に10分間浸漬後、引き上げる方法により行った。なお、浸漬速度は10mm/sec、引き上げ速度は1.2mm/secの条件で行った。

磁気記録媒体の洗浄は、紫外線の照射された潤滑層を有する磁気記録媒体を複数作製し、溶媒として、バートレルを用いた洗浄と、エタノールを用いた洗浄の2種類の洗浄を行った。

[0120] その後、紫外線照射前の潤滑層の膜厚をA、洗浄後（溶媒浸漬後）の潤滑層の膜厚をBとし、AとBとの比（ $(B/A) \times 100 (\%)$ ）から潤滑剤の結合率を算出し、以下の基準により評価した。その結果を表1に示す。

表1において「VBR (Vertrel Bonded Ratio)」はバートレルを用いて洗浄した場合の評価結果であり、「EBR (Ethanol Bonded Ratio)」はエタノールを用いて洗浄した場合の評価結果である。

[0121] (基準)

◎；結合率が65%以上。

○；結合率が30%以上65%未満。

×；結合率が30%未満。

[0122]

[表1]

	化合物	膜厚 (Å)	VBR	EBR
実施例1	a	10	◎	○
実施例2	b	10	◎	○
実施例3	c	10	◎	○
実施例4	d	11	◎	○
実施例5	e	11	◎	○
比較例1	f	10	○	×
比較例2	g	10	×	×

[0123] 表1に示すように、合成例1～5の化合物a～eを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した実施例1～5の潤滑層の評価は、バートレルを用いて洗浄した場合◎であり、エタノールを用いて洗浄した場合○であり、保護層との密着性に優れていることが分かった。

これに対し、比較合成例1の化合物fを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した比較例1の潤滑層の評価は、バートレルを用いて洗浄した場合○であったが、エタノールを用いて洗浄した場合×であり、保護層との密着性が不十分であった。また、比較合成例2の化合物gを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した比較例2の潤滑層の評価は、バートレルを用いて洗浄した場合もエタノールを用いて洗浄した場合も×であり、保護層との密着性が不十分であった。

[0124] 次に、実施例1および実施例2の磁気記録媒体について、以下に示す方法により、紫外線を照射していない潤滑層と保護層との密着性を評価した。

[0125] (紫外線を照射していない潤滑層と保護層との密着性試験)

紫外線を照射する前の潤滑層の形成された磁気記録媒体を、上記の紫外線

を照射した潤滑層と保護層との密着性試験と同様にして洗浄した。その後、洗浄後の潤滑層の膜厚を、紫外線照射前に行った潤滑層の膜厚の測定と同じ方法で測定し、潤滑剤の結合率を算出して、以下の基準により評価した。その結果を表2に示す。

表2において「VBR」はバートルを用いて洗浄した場合の評価結果であり、「EBR」はエタノールを用いて洗浄した場合の評価結果である。

[0126] (基準)

◎；結合率が65%以上。

○；結合率が30%以上65%未満。

×；結合率が30%未満。

[0127] [表2]

	化合物	膜厚 (Å)	VBR	EBR
実施例1	a	10	○	×
実施例2	b	10	○	×

[0128] 表1および表2に示すように、合成例1の化合物aを潤滑剤として含む実施例1の潤滑層形成用溶液、および合成例2の化合物bを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した実施例2の潤滑層では、紫外線の照射により潤滑層と保護層との密着性が向上することが分かった。

[0129] 「実施例6～実施例15、比較例3～比較例6」

以下に示す方法により、合成例1～5、比較合成例1、2の化合物a～gと、以下に示す第2化合物とを含み、潤滑剤中の第2化合物の含有量が30質量%である潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を用いたこと以外は、上記の実施例1の磁気記録媒体と同様にして、保護層上に紫外線を照射した潤滑層が形成された実施例6～実施例15、比較例3～比較例6の磁気記録媒体を得た。

[0130] 第2化合物としては、一般式(9)で示される化合物h (MORESCO

社製 MORESCO PHOSFAROL A20H) または一般式 (10) で示される化合物 i (MORESCO 社製 MORESCO PHOSFAROL ADOH) を用いた。

[0131] 「実施例 16」

化合物 b を潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いたこと以外は、上記の実施例 1 の磁気記録媒体と同様にして、保護層上に紫外線を照射した潤滑層が形成された実施例 16 の磁気記録媒体を得た。

[0132] 「比較例 7」

化合物 f を潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いたこと以外は、上記の実施例 1 の磁気記録媒体と同様にして、保護層上に紫外線を照射した潤滑層が形成された比較例 7 の磁気記録媒体を得た。

[0133] このようにして得られた実施例 6～実施例 16、比較例 3～比較例 7 の磁気記録媒体を用いて、下記に示す方法により、ピックアップ抑制効果と耐摩耗性とを調べた。その結果を表 4 に示す。

また、実施例 6～実施例 16、比較例 3～比較例 7 の磁気記録媒体を製造する際に、実施例 1 と同様の方法を用いて、紫外線照射前の潤滑層の膜厚を測定した。その結果を表 4 に示す。

[0134] (ピックアップ抑制試験)

スピンドルに磁気記録媒体および磁気ヘッドを装着し、常温減圧下 (約 250 torr) で 10 分間磁気ヘッドを定点浮上させた。その後、磁気ヘッドの磁気記録媒体と相対する面を、ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) 分析装置を用いて分析し、フッ素由来のピークの強度 (信号強度) から磁気ヘッドへの潤滑剤の付着量を表 3 に示す基準により評価した。その結果を表 4 に示す。

[0135]

[表3]

	ESCA 信号強度 (a. u.)	
◎	500以下	ヘッドに潤滑剤の付着がなく、信号強度変化がない。
○	500超～1000	ヘッドに僅かな潤滑剤が付着するが、信号強度小さい。
△	1000超～2000	ヘッドに少量の潤滑剤が付着し、信号強度が中ぐらい。
×	2000超	ヘッドに多量の潤滑剤が付着、信号強度が大きい。

[0136] (耐摩耗性試験)

ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機を用い、接触子として直径 2 mm のアルミナの球を用い、荷重 40 g f、摺動速度 0.25 m/sec で摺動させて、潤滑層の表面の摩擦係数を測定し、摩擦係数が急激に増大するまでの時間を測定した。摩擦係数が急激に増大するまでの時間は、各実施例および比較例の潤滑層について 4 回ずつ測定し、その平均値（時間）を潤滑剤塗膜の耐摩耗性の指標とした。

[0137] なお、摩擦係数が急激に増大するまでの時間は、以下に示す理由により、潤滑層の耐摩耗性の指標として用いることができる。磁気記録媒体の潤滑層は、磁気記録媒体を使用することにより摩耗が進行し、潤滑層が無くなると、接触子と保護層とが直接接触して、摩擦係数が急激に増大するためである。

[0138]

[表4]

	化合物	第2化合物	膜厚(Å)	ピックアップ	耐摩耗性*(sec)
実施例6	a	h	12	○	490
実施例7	a	i	12	○	520
実施例8	b	h	11	◎	830
実施例9	b	i	12	◎	890
実施例10	c	h	10	◎	780
実施例11	c	i	11	◎	850
実施例12	d	h	11	◎	790
実施例13	d	i	12	◎	870
実施例14	e	h	11	◎	500
実施例15	e	i	10	◎	565
実施例16	b	—	11	○	450
比較例3	f	h	11	×	300
比較例4	f	i	12	×	380
比較例5	g	h	10	△	320
比較例6	g	i	11	×	360
比較例7	f	—	11	×	200

*摩擦係数増大までの時間

[0139] 表4に示すように、化合物a～eを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した実施例6～16の潤滑層は、化合物f、gを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した比較例3～比較例7の潤滑層と比較して、摩擦係数が急激に増大するまでの時間が長く、耐摩耗性に優れていることが分かった。特に、パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に(メタ)アクリロイル基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されたものであって、ウレタン結合を有する化合物b～dと第2化合物とを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した実施例8～13の潤滑層は、摩擦係数が急激に増大するまでの時間が長く、耐摩耗性に優れていることが分か

った。

[0140] また、実施例 6 ～ 16 の潤滑層は、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着量が少なく、比較例 3 ～ 比較例 7 の潤滑層と比較して、優れたピックアップ抑制効果を有することが分かった。

特に、ウレタン結合を有する化合物 b ～ e と第 2 化合物とを潤滑剤として含む潤滑層形成用溶液を用いて形成した実施例 8 ～ 15 の潤滑層は、優れたピックアップ抑制効果を有することが分かった。

また、化合物 b と第 2 化合物とを含む実施例 8 および実施例 9 では、化合物 b を含み第 2 化合物を含まない実施例 16 と比較して、耐摩耗性に優れているとともに優れたピックアップ抑制効果を有することが分かった。

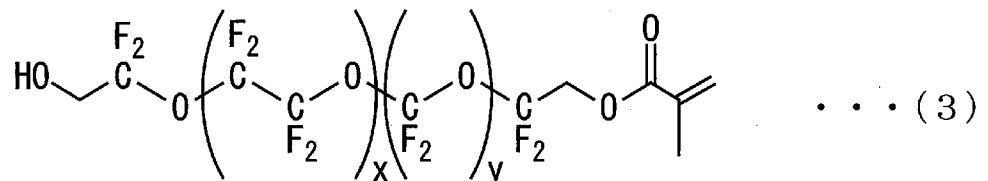
符号の説明

[0141] 10・・・磁気記録媒体、11・・・基板、12・・・付着層、13・・・軟磁性層、
14・・・第1下地層、15・・・第2下地層、16・・・磁性層、17・・・保護層、
18・・・潤滑層。

請求の範囲

- [請求項1] パーフフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置されている含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項2] 前記パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方の末端に前記エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が配置され、他方の末端に水酸基が配置されている請求項1に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項3] 前記エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が（メタ）アクリロイル基である請求項1または2に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項4] 前記エチレン性炭素－炭素二重結合を有する基が（メタ）アクリロイルオキシ基である請求項1または2に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項5] 下記式（3）で表される請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

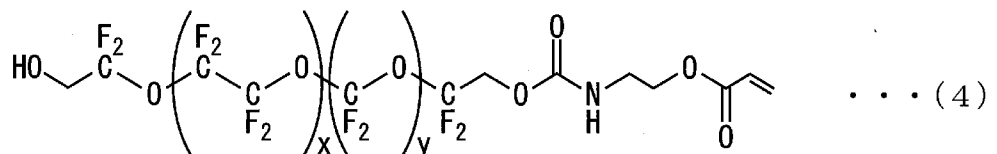
[化1]



(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

- [請求項6] 下記式（4）で表される請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[化2]

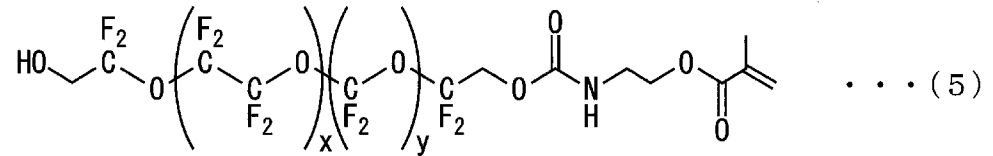


(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

- [請求項7] 下記式（5）で表される請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気

記録媒体用潤滑剤。

[化3]

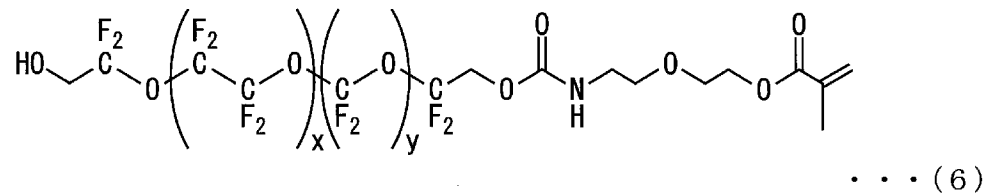


(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[請求項8]

下記式(6)で表される請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[化4]

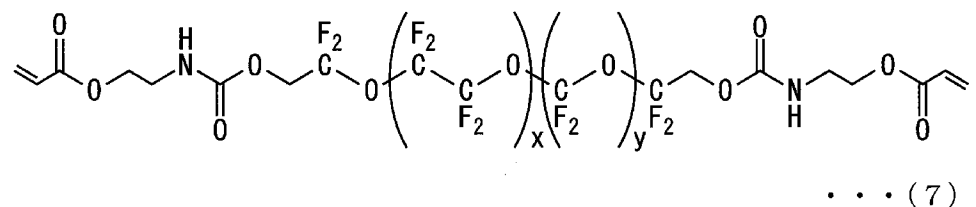


(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[請求項9]

下記式(7)で表される請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[化5]



(式中、xおよびyはそれぞれ1～30の整数を表す。)

[請求項10]

第2パーフルオロアルキルポリエーテル鎖の一方または両方の末端に、水酸基、アミノ基、アミド基、カルボキシ基から選ばれる一種以上の官能基を1つまたは複数有する第2化合物をさらに含む請求項1～9のいずれか1項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[請求項11]

前記含フッ素エーテル化合物は、前記パーフルオロアルキルポリエーテル鎖と、前記エチレン性炭素-炭素二重結合を有する基とが、ウ

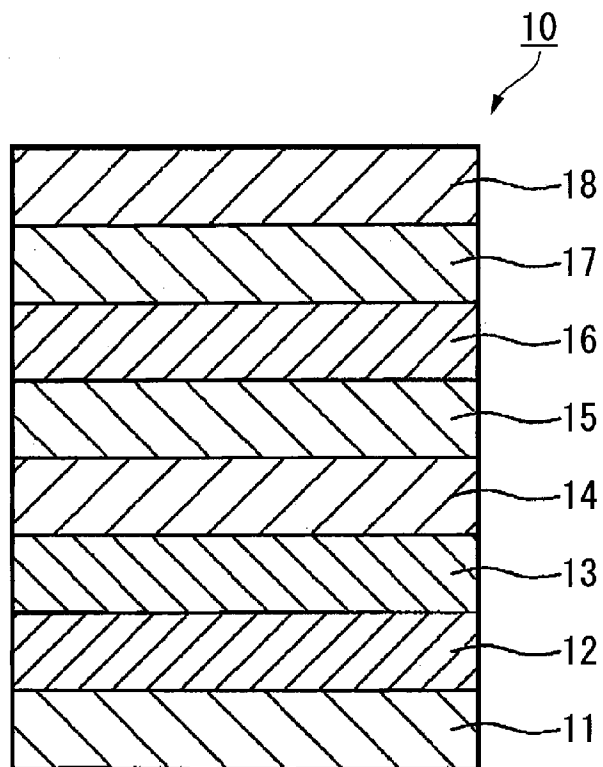
レタン結合を介して結合している請求項 1 ～ 1 0 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。

[請求項12]

保護層上に潤滑層を形成する潤滑層形成工程を有し、

前記潤滑層形成工程が、請求項 1 ～ 1 1 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体用潤滑剤を含む潤滑層形成用溶液を前記保護層上に塗布した後、紫外線を照射する工程を有することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/005913

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G11B5/725(2006.01)i, C08G65/00(2006.01)i, C08G65/329(2006.01)i,
C08G65/332(2006.01)i, C08G65/333(2006.01)i, C10M107/38(2006.01)i,
C10M177/00(2006.01)i, G11B5/84(2006.01)i, C10N30/00(2006.01)n,
C10N40/18(2006.01)n, C10N70/00(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. G11B5/725, C08G65/00, C08G65/329, C08G65/332, C08G65/333,
C10M107/38, C10M177/00, G11B5/84, C10N30/00, C10N40/18, C10N70/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-055310 A (SONY CORP.) 26 February 2003, claims 1-4 (Family: none)	1-12
A	JP 2001-131372 A (DAIKIN INDUSTRIES, LTD.) 15 May 2001, claim 1, paragraph [0008] (Family: none)	1-12
A	JP 2004-300369 A (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO., LTD.) 28 October 2004, claim 1 (Family: none)	1-12



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
15 May 2018 (15.05.2018)

Date of mailing of the international search report
29 May 2018 (29.05.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/005913

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-335967 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 28 November 2003, paragraphs [0033]-[0035] (Family: none)	1-12
A	JP 2009-513348 A (E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 02 April 2009, claims 25-28 & US 2007/0102021 A1, claims 25-28 & US 2007/0100009 A1 & US 2007/0100010 A1 & US 2007/0100011 A1 & US 2007/0105738 A1 & EP 2497821 A2	1-12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G11B5/725(2006.01)i, C08G65/00(2006.01)i, C08G65/329(2006.01)i, C08G65/332(2006.01)i, C08G65/333(2006.01)i, C10M107/38(2006.01)i, C10M177/00(2006.01)i, G11B5/84(2006.01)i, C10N30/00(2006.01)n, C10N40/18(2006.01)n, C10N70/00(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G11B5/725, C08G65/00, C08G65/329, C08G65/332, C08G65/333, C10M107/38, C10M177/00, G11B5/84, C10N30/00, C10N40/18, C10N70/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 8 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 8 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 8 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2003-055310 A (ソニー株式会社) 2003.02.26, 請求項 1-4 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 2001-131372 A (ダイキン工業株式会社) 2001.05.15, 請求項 1, 段落 0008 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 2004-300369 A (松下電器産業株式会社) 2004.10.28, 請求項 1 (ファミリーなし)	1-12

☑ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 5 . 0 5 . 2 0 1 8

国際調査報告の発送日

2 9 . 0 5 . 2 0 1 8

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中野 和彦

5 C

3 5 6 4

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 4 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2003-335967 A (信越化学工業株式会社) 2003. 11. 28, 段落 0033-0035 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 2009-513348 A (イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・アン ド・カンパニー) 2009. 04. 02, 請求項 25-28 & US 2007/0102021 A1, 請求項 25-28 & US 2007/0100009 A1 & US 2007/0100010 A1 & US 2007/0100011 A1 & US 2007/0105738 A1 & EP 2497821 A2	1-12