

(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
2024年10月31日(31.10.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/225107 A1

(51) 国際特許分類:

C07C 43/11 (2006.01) C10M 105/56 (2006.01)
C07C 43/13 (2006.01) C10M 105/58 (2006.01)
C07C 43/178 (2006.01) C10M 107/38 (2006.01)
C07C 233/18 (2006.01) C10M 107/44 (2006.01)
C07C 255/13 (2006.01) G11B 5/725 (2006.01)
C08G 65/331 (2006.01) G11B 5/84 (2006.01)
C10M 105/54 (2006.01) C10N 40/18 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/015070

(22) 国際出願日: 2024年4月16日(16.04.2024)

(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 2023-074982 2023年4月28日(28.04.2023) JP

(71) 出願人: 株式会社 レゾナック (RESONAC CORPORATION) [JP/JP]; 〒1057325 東京都港区東新橋一丁目9番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 丹治 優(TANJI Yutaka); 〒1057325 東京都港区東新橋一丁目9番1号 株式会社レゾナック内 Tokyo (JP). 嵯峨 康平(SAGA Kohei); 〒1057325 東京都港区東新橋一丁目9番1号 株式会社レゾナック内 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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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))

(54) Title: FLUORINE-CONTAINING ETHER COMPOUND, LUBRICANT FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM, AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 含フッ素エーテル化合物、磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体

(57) Abstract: This fluorine-containing ether compound is represented by the following formula. $R^1-CH_2-R^2[-CH_2-R^3-CH_2-R^2]_x-CH_2-R^4$ (In the formula, x represents an integer of 1 or 2; R^2 represents a perfluoropolyether chain; R^3 is a divalent linking group having 1-4 polar groups; R^1 and R^4 each represent a terminal group which has 1 to 4 polar groups and 1 to 50 carbon atoms; and at least one of R^1 and R^4 is $-O-X-CH(OH)-CH_2OH$ (X is a C2-30 divalent organic group which optionally contains at least one of 1-2 polar groups and 1-3 ether oxygen atoms; and X includes at least one carbon atom that does not bind to either the polar groups or the ether oxygen atoms)).

(57) 要約: 下記式で表される含フッ素エーテル化合物とする。 $R^1-CH_2-R^2[-CH_2-R^3-CH_2-R^2]_x-CH_2-R^4$ (xは1~2。 R^2 はパーフルオロポリエーテル鎖。 R^3 は極性基を1個~4個有する2価の連結基。 R^1 および R^4 は極性基を1個~4個有し、炭素原子数が1~50である末端基。 R^1 および R^4 のうち少なくとも一方は $-O-X-CH(OH)-CH_2OH$ (Xは、1個~2個の極性基および1個~3個のエーテル酸素原子の少なくとも1つを含んでもよい炭素原子数2~30の2価の有機基。Xは、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。))

WO 2024/225107 A1

明 細 書

発明の名称：

含フッ素エーテル化合物、磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体 技術分野

[0001] 本発明は、含フッ素エーテル化合物、磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体に関する。

本願は、2023年4月28日に、日本に出願された特願2023-074982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、基板上に記録層を形成し、記録層上にカーボンなどからなる保護層を形成したものがあある。保護層は、記録層に記録された情報を保護するとともに、磁気ヘッドの摺動性を高める。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、 $-CF_2-$ を含む繰り返し構造を有するフッ素系のポリマーの末端に、水酸基、アミノ基などの極性基を有する化合物を含有するものが提案されている。

[0004] 例えば、特許文献1および特許文献2には、グリセリン構造($-O-CH_2-CH(OH)-CH_2-O-$)の両端にメチレン基($-CH_2-$)が結合した2価の連結基を介して、2つのパーフルオロポリエーテル鎖が結合した骨格を有し、その両末端に、メチレン基を介して、極性基を有する末端基が結合している含フッ素エーテル化合物が開示されている。

[0005] 特許文献3および特許文献4には、メチレン基とメチレン基の水素原子の

1つが水酸基で置換された基（ $-\text{CH}(\text{OH})-$ ）とを含み、水酸基を2つ有する2価の連結基を介して、2つのパーフルオロポリエーテル鎖が結合した骨格を有し、その両末端に、メチレン基を介して極性基を有する有機基である末端基が結合している含フッ素エーテル化合物が開示されている。

[0006] 特許文献5には、3つのパーフルオロポリエーテル鎖が、メチレン基とグリセリン構造を介して結合した骨格を有し、その両側に、メチレン基を介して極性基を有する末端基がそれぞれ結合されている含フッ素エーテル化合物が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：米国特許第10540997号明細書（B）

特許文献2：国際公開第2021/251335号（A）

特許文献3：特許第5743438号公報（B）

特許文献4：特許第6804981号公報（B）

特許文献5：国際公開第2022/215726号（A）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 磁気記録再生装置の大容量化に向けて、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。近年、磁気記録媒体の記録密度向上に向けて、より一層、磁気ヘッドと磁気記録媒体の磁性層との距離を短くし、磁気スペーシング（浮上高さ）を低減することが要求されている。このため、磁気記録媒体における潤滑層の厚みをより薄くすることが求められている。

[0009] しかし、一般的に潤滑層の厚みを薄くすると、磁気記録媒体の耐腐食性が低下する傾向がある。また、磁気ヘッドの浮上量を小さくすると、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が磁気ヘッドに付着するピックアップが発生する場合がある。

[0010] 本発明は、上記事情を鑑みてなされたものであり、優れた耐腐食性を有し

、かつピックアップを抑制できる潤滑層を形成でき、磁気記録媒体用潤滑剤の材料として好適に用いることができる含フッ素エーテル化合物を提供することを目的とする。

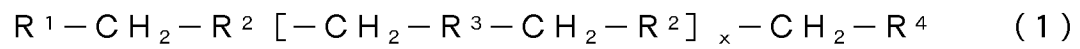
また、本発明は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含み、耐腐食性が良好で、かつピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる磁気記録媒体用潤滑剤を提供することを目的とする。

また、本発明は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層を有する、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高い磁気記録媒体を提供することを目的とする。

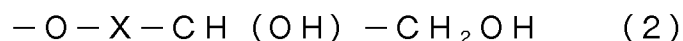
課題を解決するための手段

[0011] 本発明は、以下の態様を含む。

[0012] [1] 下記式(1)で表されることを特徴とする、含フッ素エーテル化合物。



(式(1)中、 x は1～2の整数を表す。 R^2 は、パーフルオロポリエーテル鎖である。($x+1$) 個の R^2 は、一部または全部が同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^3 は、極性基を1個～4個有する2価の連結基である。 x が2である場合、2つの R^3 は同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 は、極性基を1個～4個有し、炭素原子数が1～50である末端基である。 R^1 および R^4 は、同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 のうち少なくとも一方は、下記式(2)で表される末端基である。)

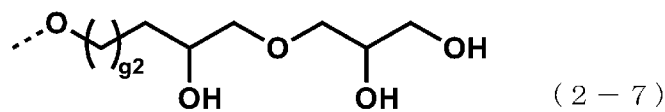
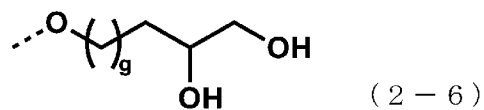
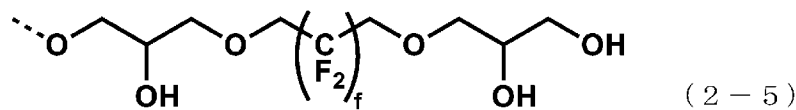
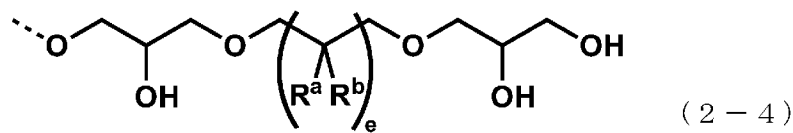
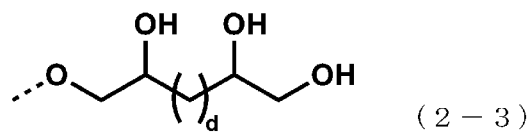
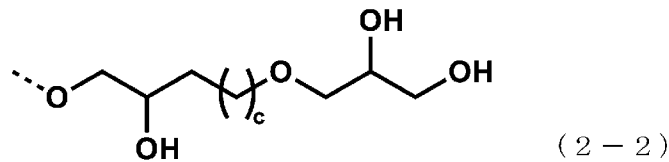
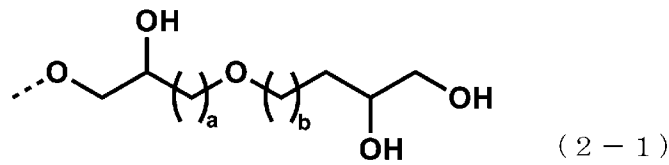


(式(2)中、 X は、1個～2個の極性基および1個～3個のエーテル酸素原子の少なくとも1つを含んでもよい炭素原子数2～30の2価の有機基である。 X は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。)

[0013] [2] 前記式(2)で表される末端基は、下記式(2-1)～(2-7)

のいずれかである、[1]に記載の含フッ素エーテル化合物。

[0014] [化1]



(式(2-1)中、aは1～8の整数を表す。bは1～7の整数を表す。)

(式(2-2)中、cは1～7の整数を表す。)

(式(2-3)中、dは1～6の整数を表す。)

(式(2-4)中、eは1～6の整数を表す。e個の R^a および R^b は、それぞれ独立に水素原子またはメチル基を表す。)

(式(2-5)中、fは1～6の整数を表す。)

(式(2-6)中、gは1～6の整数を表す。)

(式(2-7)中、 g_2 は1～6の整数を表す。)

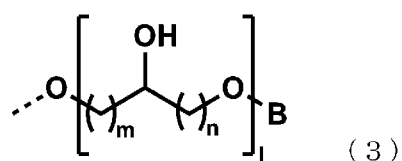
[0015] [3] 前記式(1)中の R^1 および R^4 は、それぞれ独立に前記式(2)で

表される末端基である、[1] または [2] に記載の含フッ素エーテル化合物。

[0016] [4] 前記式(1)中の R^1 および R^4 は同じである、[1]～[3]のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

[0017] [5] 前記式(1)中の R^1 および R^4 の一方は前記式(2)で表される末端基であり、他方は下記式(3)で表され、式(2)には該当しない末端基である、[1] または [2] に記載の含フッ素エーテル化合物。

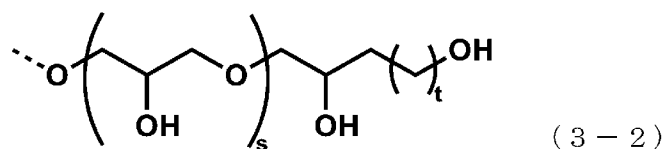
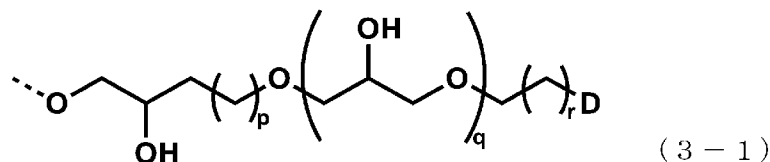
[0018] [化2]



(式(3)中、 l は1～3の整数を表す。 l 個の m は、それぞれ独立に1～6の整数を表す。 l 個の n は、それぞれ独立に1～6の整数を表す。1つの繰り返し単位において、 m および n の少なくとも一方は1である。 B は、極性基を1個のみ有してもよいアルキル基、炭素－炭素不飽和結合を含む有機基、または水素原子を表す。)

[0019] [6] 前記式(1)中の R^1 および R^4 の一方は前記式(2)で表される末端基であり、他方は下記式(3-1)または(3-2)で表される末端基である、[1]、[2] または [5] に記載の含フッ素エーテル化合物。

[0020] [化3]



(式(3-1)中、 p は0～3の整数を表す。 q は0～2の整数を表す。 r は0～5の整数を表す。 p と r の合計値は1～5である。 D は、極性基、ビ

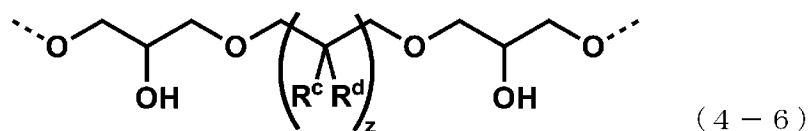
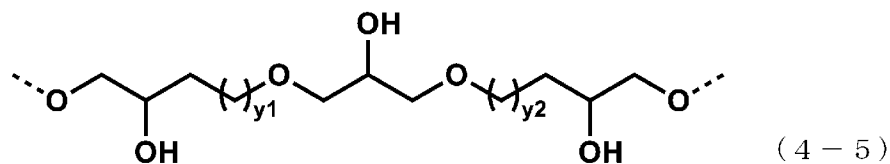
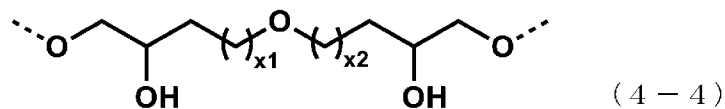
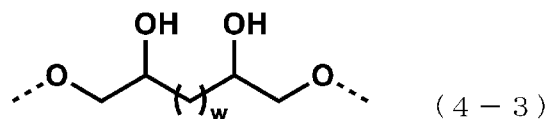
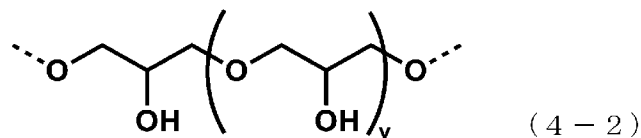
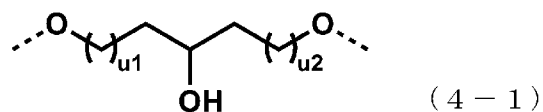
ニル基、エチニル基、または置換基を有してもよいアリール基を表す。)

(式(3-2)中、sは0~2の整数を表す。tは1~5の整数を表す。)

[0021] [7] 前記式(1)中のx個のR³がそれぞれ独立に、水酸基を1個~3個有し、隣接するメチレン基と結合する両方の端部に酸素原子を有する、炭素原子数が3~50である2価の連結基である、[1]~[6]のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

[0022] [8] 前記式(1)中のx個のR³がそれぞれ独立に、下記式(4-1)~(4-6)で表される連結基から選ばれるいずれか1種である、[1]~[7]のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

[0023] [化4]



(式(4-1)中、u₁は0~6の整数を表し、u₂は0~6の整数を表す。ただしu₁とu₂の少なくとも一方は0である。式(4-1)の左側末端の酸素原子は、式(1)中のR¹側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原

子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－２）中、 v は１～２の整数を表す。式（４－２）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－３）中、 w は０～６の整数を表す。式（４－３）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

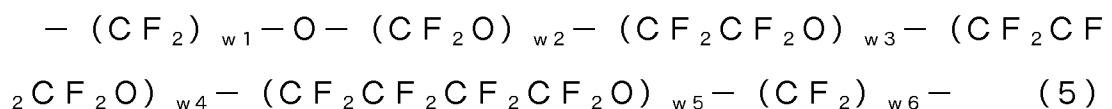
（式（４－４）中、 x_1 は０～５の整数を表し、 x_2 は０～５の整数を表す。ただし x_1 、 x_2 のうち少なくとも一方は１～５の整数である。式（４－４）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－５）中、 y_1 は１～５の整数を表し、 y_2 は１～５の整数を表す。式（４－５）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－６）中、 z は１～６の整数を表す。 z 個の R^c および R^d はそれぞれ独立に水素原子、フッ素原子またはメチル基を表す。式（４－６）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

[0024] [9] 前記式（１）における R^1 の有する極性基と、 R^4 の有する極性基と、 x 個の R^3 の有する極性基との合計数が６～１２である、[1] ～ [8] のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

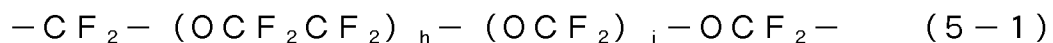
[0025] [1 0] 前記式（１）における $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に、下記式（５）で表されるパーフルオロポリエーテル鎖である、[1] ～ [9] のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。



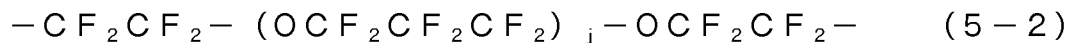
（式（５）中、 w_2 、 w_3 、 w_4 、 w_5 は平均重合度を示し、それぞれ独立

に0～20を表す。ただし、 w_2 、 w_3 、 w_4 、 w_5 の全てが同時に0になることはない。 w_1 、 w_6 は、 CF_2 の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～3を表す。式(5)における繰り返し単位である (CF_2O) 、 (CF_2CF_2O) 、 $(CF_2CF_2CF_2O)$ 、 $(CF_2CF_2CF_2CF_2O)$ の配列順序には、特に制限はない。)

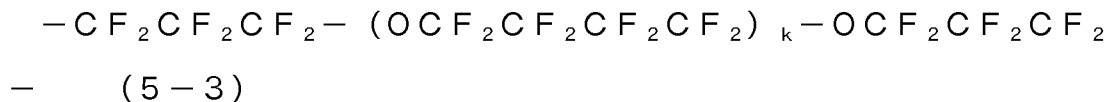
[0026] [11] 前記式(1)における $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に、下記式(5-1)～(5-4)で表されるパーフルオロポリエーテル鎖から選ばれるいずれか1種である、[1]～[10]のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。



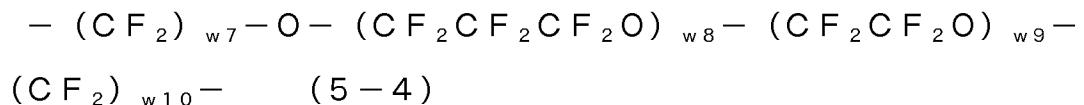
(式(5-1)中、 h および i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。)



(式(5-2)中、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。)



(式(5-3)中、 k は平均重合度を示し、1～10を表す。)



(式(5-4)中、 w_8 、 w_9 は平均重合度を示し、それぞれ独立に1～20を表す。 w_7 、 w_{10} は、 CF_2 の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～2を表す。)

[0027] [12] 数平均分子量は500～10000の範囲内である、[1]～[11]のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

[13] [1]～[12]のいずれかに記載の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。

[0028] [14] 基板上に、少なくとも磁性層と、保護層と、潤滑層とが順次設けられた磁気記録媒体であって、

前記潤滑層は、[1]～[12]のいずれかに記載の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。

[15] 前記潤滑層の平均膜厚は、0.5nm～2.0nmである、[14]に記載の磁気記録媒体。

発明の効果

[0029] 本発明の含フッ素エーテル化合物は、上記式(1)で表される化合物であるので、磁気記録媒体用潤滑剤の材料として好適である。

本発明の磁気記録媒体用潤滑剤は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含むため、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる。

[0030] 本発明の磁気記録媒体は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層を有する。このため、本発明の磁気記録媒体は、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果が高く、信頼性および耐久性に優れる。また、本発明の磁気記録媒体は、耐腐食性が良好で、ピックアップの抑制された潤滑層を有するため、潤滑層の厚みを薄くでき、磁気ヘッドの浮上量をより一層小さくできる。

図面の簡単な説明

[0031] [図1]本発明の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

[0032] 本発明者らは、上記課題を解決するために、以下に示すように、鋭意検討した。

従来、保護層の表面に塗布される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。）の材料として、水酸基などの極性基を有する含フッ素エーテル化合物が、好ましく用いられている。

[0033] 極性基を有する含フッ素エーテル化合物としては、鎖状構造の末端に、複数の極性基を有する末端基が配置されているものがある。また、含フッ素エーテル化合物として、複数のパーフルオロポリエーテル鎖を有し、隣接するパーフルオロポリエーテル鎖間に極性基を有する連結基が配置されているも

のがある。

しかしながら、極性基を有する従来の含フッ素エーテル化合物を用いて、保護層上に厚みの薄い潤滑層を形成した場合、以下に示すように、耐腐食性が良好で、かつピックアップ抑制効果の高い潤滑層を実現することは困難であった。

[0034] すなわち、含フッ素エーテル化合物中の極性基は、保護層上の活性点と結合して、潤滑層の保護層に対する密着性を向上させる。潤滑層の保護層に対する密着性が不足すると、保護層に対する潤滑層の被覆状態が不十分となり、腐食の原因となる水が保護層に取り込まれやすくなり、十分な耐腐食性が得られない。また、潤滑層の保護層に対する密着性が不足すると、保護層から浮き上がった潤滑層と磁気ヘッドとが衝突してピックアップが生じることがある。

[0035] また、含フッ素エーテル化合物中の極性基は、保護層上の活性点と結合して保護層との相互作用に関与するだけでなく、分子内および分子間の相互作用にも関与する。含フッ素エーテル化合物同士の間相互作用に関与する極性基が不足すると、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が保護層上から磁気ヘッドに容易に移動しやすいものとなり、ピックアップが生じやすくなる。

[0036] したがって、含フッ素エーテル化合物は、耐腐食性が良好で、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できるように、保護層との相互作用に関与する極性基と、分子間の相互作用に関与する極性基とを十分に含む必要がある。しかし、含フッ素エーテル化合物中の極性基の数を多くすると、これを含む潤滑層の疎水性が低下するため、十分な耐腐食性が得られなくなる。

[0037] そこで、本発明者らは、含フッ素エーテル化合物に含まれる極性基の極性の強さと、極性基の相互作用とに着目して鋭意検討を重ねた。その結果、含フッ素エーテル化合物中の極性基の少なくとも一部を、パーフルオロポリエーテル鎖の末端に配置された1, 2-ジオール構造の水酸基とすればよいと考えた。この場合、以下に示すように、1, 2-ジオール構造に含まれる水

酸基に起因する疎水性の低下を抑制しつつ、保護層と相互作用できる水酸基と、分子間の相互作用に関与できる水酸基とを確保できる。

[0038] 1, 2-ジオール構造 ($-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2\text{OH}$) は、水酸基の結合している炭素原子同士が結合しているため、水酸基間の距離が近く、水酸基同士の立体的反発および静電的な反発が起こりやすい。このことから、1, 2-ジオール構造に含まれる2つの水酸基は、1, 2-ジオール構造の結合している炭素原子に対して逆向きの配座となる。そのため、1, 2-ジオール構造に含まれる2つの水酸基により生じる双極子モーメントが互いに打ち消しあい、含フッ素エーテル化合物分子全体の極性の上昇が抑制される。

[0039] また、保護層上の活性点同士の距離は、1, 2-ジオール構造に含まれる水酸基同士の距離と比較して、十分に大きい。しかも、1, 2-ジオール構造に含まれる2つの水酸基は、1, 2-ジオール構造の結合している炭素原子に対して逆向きの配座となっている。このため、1, 2-ジオール構造に含まれる2つの水酸基が、同時に保護層に近接する方向となることはなく、2つの水酸基のうち、保護層上の活性点と相互作用できる水酸基は1つのみである。したがって、2つの水酸基のうち、もう一方の水酸基は、含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用に関与できる。

[0040] なお、従来、潤滑剤に使用される含フッ素エーテル化合物の構造は、保護層との密着性を向上させるために、化合物中のできるだけ多くの極性基が、保護層上の活性点と相互作用しやすい配置となるように検討されてきた。このため、水酸基の結合している炭素原子同士が結合していることによって、隣接する水酸基の向きが保護層上で逆向きの配座になる構造は避けられる傾向があった。

しかし、本発明者らは、あえて含フッ素エーテル化合物中の極性基の一部を、1, 2-ジオール構造の水酸基とすることにより、含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用に関与できる極性基を確保した。その上で、必要に応じて保護層上の活性点と相互作用できる極性基の数を調整すればよいと考えた。

[0041] さらに、本発明者らは、パーフルオロポリエーテル鎖の一方または両方の末端に 1, 2-ジオール構造を配置した含フッ素エーテル化合物において、これを含む潤滑層の耐腐食性を向上させるとともに、ピックアップを抑制すべく検討を重ねた。

その結果、2つまたは3つのパーフルオロポリエーテル鎖を有し、隣接するパーフルオロポリエーテル鎖間に、極性基を1個～4個有する2価の連結基が配置された骨格を有し、骨格の両末端に、それぞれ極性基を1個～4個有する炭素原子数が1～50である末端基が配置され、2つの末端基のうち少なくとも一方が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含み、1, 2-ジオール構造を有する式(2)で表される末端基である含フッ素エーテル化合物とすればよいことを見出し、本発明を想到した。

[0042] このような含フッ素エーテル化合物では、極性基の数が適正であって極性基の一部が、パーフルオロポリエーテル鎖の末端に配置された1, 2-ジオール構造の水酸基であるので、極性基に起因する疎水性の低下を抑制しつつ、保護層と相互作用できる極性基と、分子間の相互作用に関与できる極性基とを十分に確保できる。

[0043] しかも、少なくとも一方の末端に配置された式(2)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。この炭素原子は、水との親和性が極めて低いため、含フッ素エーテル化合物分子と水との相互作用を強く妨げる。したがって、含フッ素エーテル化合物中に複数の極性基が含まれていても、十分な疎水性が得られる。また、上記の炭素原子は、運動が抑制されていることから、含フッ素エーテル化合物分子に適度な剛直性をもたらし、極性基同士の分子内相互作用を抑制して、極性基を含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用に関与しやすくする。

[0044] さらに、上記の含フッ素エーテル化合物では、2つまたは3つのパーフルオロポリエーテル鎖の間に、極性基を1個～4個有する2価の連結基が結合

している。この2価の連結基は、パーフルオロポリエーテル鎖を挟んで隣接する末端基との間の距離も、パーフルオロポリエーテル鎖を3つ有する場合にパーフルオロポリエーテル鎖を挟んで隣接する他の2価の連結基との間の距離も、パーフルオロポリエーテル鎖によって適正とされている。したがって、2価の連結基の有する極性基は、隣接する末端基または隣接する他の2価の連結基の有する極性基によって、保護層との相互作用を阻害されにくく、保護層との相互作用に関与できる。

[0045] このように上記の含フッ素エーテル化合物は、保護層との相互作用に関与する極性基数を確保しつつ、低極性を維持でき、十分な疎水性を有している。このため、これを含む潤滑剤は、腐食の原因となる水を取り込みにくく、耐腐食性に優れる。しかも、上記の含フッ素エーテル化合物は、保護層との相互作用にも分子内の相互作用にも関与しない極性基を容易に生じさせ、極性基が分子間相互作用を容易に形成する。このため、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が保護層上から磁気ヘッドに移動しにくいものとなり、ピックアップを抑制できる。

[0046] これに対し、例えば、少なくとも一方の末端に配置された末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を含まず、含フッ素エーテル化合物が柔軟すぎるものである場合、含フッ素エーテル化合物中に含まれる極性基が分子内相互作用を形成しやすくなるため、極性基が分子間相互作用に関与しにくくなる。

また、例えば、含フッ素エーテル化合物に含まれる複数の極性基が全て、隣接する極性基間の距離が十分に離れて配置されたものである場合、全ての極性基が保護層との相互作用に関与しやすいものとなり、極性基による含フッ素エーテル化合物同士の相互作用が十分に得られない。

[0047] また、例えば、パーフルオロポリエーテル鎖が1つのみであって、隣接するパーフルオロポリエーテル鎖の間に極性基を有する2価の連結基が配置された構造を有していない場合、含フッ素エーテル化合物の鎖状構造の中央部が保護層に十分に吸着できない。このため、保護層に対する潤滑層の被覆状

態が不十分となり、腐食の原因となる水が保護層に取り込まれやすく、十分な耐腐食性が得られない。また、潤滑層が保護層から浮き上がった状態となりやすく、保護層から浮き上がった潤滑層と磁気ヘッドとが衝突することによるピックアップが生じやすくなる。

[0048] さらに、本発明者らは、上記の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いることにより、厚みを薄くしても、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果が高い潤滑層を形成できることを確認し、本発明を想到した。

[0049] 以下、本発明の含フッ素エーテル化合物、磁気記録媒体用潤滑剤および磁気記録媒体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。

[0050] [含フッ素エーテル化合物]

本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、下記式（１）で表される。



（式（１）中、 x は１～２の整数を表す。 R^2 は、パーフルオロポリエーテル鎖である。（ $x+1$ ）個の R^2 は、一部または全部が同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^3 は、極性基を１個～４個有する２価の連結基である。 x が２である場合、２つの R^3 は同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 は、極性基を１個～４個有し、炭素原子数が１～５０である末端基である。 R^1 および R^4 は、同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 のうち少なくとも一方は、下記式（２）で表される末端基である。）



（式（２）中、 X は、１個～２個の極性基および１個～３個のエーテル酸素原子の少なくとも１つを含んでもよい炭素原子数２～３０の２価の有機基である。 X は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも１つ含む。）

[0052] 本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、式（１）で示されるように、 R^3 で示される２価の連結基と、 R^2 で示される２つまたは３つのパーフルオロポ

リエーテル鎖（以下、P F P E 鎖と呼ぶことがある。）とが、メチレン基を介して連結された骨格を有する。骨格の一端には、メチレン基を介して、 R^1 で示される末端基が結合され、骨格の他端には、メチレン基を介して、 R^4 で示される末端基が結合されている。

[0053] 式（１）で表される含フッ素エーテル化合物において、 x は１または２であり、 R^2 で示されるP F P E 鎖の数（ $x + 1$ ）は２つまたは３つである。このため、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物では、P F P E 鎖の数が１つである化合物とは異なり、隣接する R^2 間に極性基を１個～４個有する２価の連結基である R^3 が配置されている。このことにより、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物は、例えば、P F P E 鎖の数が１つである化合物と比較して、保護層との密着性に優れ、磁気記録媒体の腐食およびピックアップが生じにくい潤滑層を形成できる。しかも、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物は、P F P E 鎖の数が４つ以上である化合物と比較して、分子が大きくなりすぎることが抑制され、自由に運動できる。このことから、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物は、P F P E 鎖の数が４つ以上である化合物と比較して、保護層上に濡れ広がりやすく、薄く均一な膜厚を有する潤滑層を形成できる。

[0054] 式（１）で表される含フッ素エーテル化合物における R^1 、 R^3 および R^4 は、それぞれ極性基を１個～４個有する。 R^1 に含まれる極性基と、 R^4 に含まれる極性基と、 x 個の R^3 に含まれる極性基との合計数は、６～１２であることが好ましく、７～１０であることがより好ましく、７～８であることが最も好ましい。

[0055] 上記の極性基の合計数が６以上であると、含フッ素エーテル化合物の有する極性基と保護層との相互作用が、効果的に得られる。その結果、保護層との密着性の良好な潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。このため、よりピックアップ耐性に優れた潤滑層が得られる。また、上記の極性基の合計数が１２以下であると、含フッ素エーテル化合物の極性が高すぎて腐食の原因となる水を取り込むことを防止できる。よって、耐腐食性のより

優れた潤滑層を形成できるものとなる。

[0056] (R^1 および R^4 で示される末端基)

R^1 および R^4 は、極性基を1個～4個有し、炭素原子数が1～50である末端基である。 R^1 および R^4 は、同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 のうち少なくとも一方は、上記式(2)で表される末端基である。

[0057] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合、 R^1 および R^4 のうち式(2)に該当しない末端基に含まれる極性基の数は1個以上である。また、式(2)で表される末端基は、1, 2-ジオール構造の有する2個の水酸基を少なくとも含むものであり、2個以上の極性基を有する。このため、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いて保護層上に潤滑層を形成した場合、 R^1 および R^4 の一方が式(2)で表される末端基である場合でも、 R^1 および R^4 の両方が式(2)で表される末端基である場合でも、 R^1 および R^4 に含まれる極性基によって、保護層と相互作用できる極性基と、分子間の相互作用に参与できる極性基とが得られる。その結果、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高いものとなる。

[0058] R^1 および R^4 の両方が式(2)で表される末端基である場合であっても、 R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合であっても、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数は、それぞれ2個以上であることが好ましい。 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数が、それぞれ2個以上であると、保護層と相互作用できる極性基、および分子間の相互作用に参与できる極性基の数が多くなるため、より一層、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。

[0059] また、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数は、それぞれ4個以下である。このため、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層において、 R^1 および R^4 で表される末端基の有する極性基同士の凝集を効果的に抑制できる。したがって、含フッ素エーテル化合物が凝集して塊となり、潤滑層の平滑性が失われ

ることを抑制でき、潤滑層と磁気ヘッドとが衝突することによるピックアップの発生を抑制できる。また、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数がそれぞれ4個以下であるので、 R^1 および R^4 中に、保護層上の活性点との相互作用、または潤滑層に存在する他の含フッ素エーテル化合物に含まれる極性基との相互作用に関与しない極性基が生じにくい。その結果、これらの相互作用に関与しない極性基が R^1 および R^4 中に存在することによって、含フッ素エーテル化合物の親水性が高くなりすぎて、これを含む潤滑層を有する磁気記録媒体に、腐食の原因となる水が取り込まれることを防止できる。よって、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数が、それぞれ4個以下であると、耐腐食性およびピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数は、それぞれ3個以下であることが好ましい。

[0060] 式(1)における R^1 および R^4 の有する極性基の合計数は、3個以上であり、4個以上であることがより好ましい。上記の極性基の合計数が3個以上であるので、 R^1 および R^4 に含まれる極性基によって、保護層と相互作用できる極性基と、分子間の相互作用に関与できる極性基とが得られる。その結果、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層との密着性に優れ、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高いものとなる。式(1)における R^1 および R^4 の有する極性基の合計数は、6個以下であることが好ましい。上記の極性基の合計数が6個以下であると、含フッ素エーテル化合物の極性が高すぎて、これを含む潤滑層を有する磁気記録媒体に、腐食の原因となる水が取り込まれることを、より効果的に防止できる。

[0061] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合の式(2)に該当しない末端基に含まれる極性基、および式(2)中のXに含まれていてもよい極性基は、水酸基($-OH$)、カルボキシ基($-COOH$)、ホルミル基($-(C=O)H$)、カルボニル基($-(C=O)R^7$; R^7 は有機基である。)、スルホ基($-SO_3H$)、シアノ基($-CN$)、およびアミド結合を有する基($-NR^8COR^9$ または $-CONR^{10}R^{11}$; R^8 、 R^9 、 R^{10} お

よび R^{11} は、それぞれ独立に水素原子または有機基である。)、アミノ基($-NR^{12}R^{13}$; R^{12} および R^{13} は、それぞれ独立に水素原子または有機基である。)からなる群から選ばれる少なくとも1種の極性基であることが好ましい。アミド結合を有する基としては、上記式に示されるように、アミド結合を構成する炭素原子において結合する基(例えば、カルボキサミド基($-C(=O)NH_2$))と、アミド結合を構成する窒素原子において結合する基(例えば、アセトアミド基($-NHC(=O)CH_3$))の両方を含む。アミド結合を有する基において、前記 R^8 と R^9 が互いに結合して環を形成してもよく、前記 R^{10} と R^{11} が互いに結合して環を形成してもよい。アミド結合を有する基における前記 R^8 、 R^9 、 R^{10} および R^{11} は、それぞれ独立に水素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基からなる群から選択されることが好ましい。

本明細書における「極性基」には、ハロゲン基($-F$ 、 $-Cl$ 、 $-Br$ など)やエーテル結合($-O-$)は含まれない。

[0062] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合の式(2)に該当しない末端基に含まれる極性基、および式(2)中のXに含まれていてもよい極性基は、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基からなる群から選ばれる少なくとも1種の極性基を含むことが好ましい。水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基は、化学的に安定であり、これらの極性基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が長期的に変質しないためである。また、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基は、酸性度が高すぎず、基板を腐食しにくいためである。

[0063] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合、式(2)に該当しない末端基は、少なくとも1つの水酸基を含むことが好ましい。含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となるためである。

R^1 および R^4 の一方が式(2)で表される末端基である場合でも、 R^1 および R^4 の両方が式(2)で表される末端基である場合でも、 R^1 の有する極性

基と、 R^4 の有する極性基は、すべて水酸基であることがより好ましい。含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となるためである。

[0064] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合の式(2)に該当しない末端基に含まれる極性基、および式(2)中のXに含まれていてもよい極性基は、一部または全部が同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。

また、 R^1 の有する極性基の数と、 R^4 の有する極性基の数は、同じであってもよいし、それぞれ異なってもよい。 R^1 の有する極性基の数と、 R^4 の有する極性基の数は、含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となり、より良好な密着性を有する潤滑層を形成できるものとなるため、同じであることが好ましい。

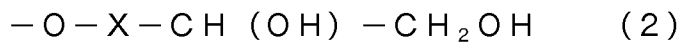
[0065] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合、 R^1 および R^4 のうち式(2)に該当しない末端基に含まれる炭素原子の数は1以上である。また、式(2)で表される末端基は、1, 2-ジオール構造の有する2つの炭素原子と、Xの有する2以上の炭素原子を少なくとも含むものであり、合計4以上の炭素原子を有する。 R^1 および R^4 で表される末端基の炭素原子数が1以上であるので、末端基の疎水性が担保でき、腐食の原因となる水を潤滑層に誘引することを防止され、耐腐食性の良好な潤滑層を形成できるものとなる。 R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合、 R^1 および R^4 のうち式(2)に該当しない末端基に含まれる炭素原子の数は、3以上であることが好ましく、4以上であることがより好ましい。

[0066] R^1 および R^4 の一方が式(2)に該当しない末端基である場合、 R^1 および R^4 のうち式(2)に該当しない末端基に含まれる炭素原子の数は50以下である。また、式(2)で表される末端基は、1, 2-ジオール構造の有する2つの炭素原子と、Xの有する30以下の炭素原子を含むものであり、合計32以下の炭素原子を有する。 R^1 および R^4 で表される末端基の炭素原子数がそれぞれ50以下であるので、末端基が柔軟な構造となって、含フッ素エ

ーテル化合物を含む潤滑層と保護層との密着性が良好となる。その結果、ピックアップを抑制できる潤滑層を形成できるものとなる。R¹およびR⁴で表される末端基の炭素原子数は、それぞれ20以下であることが好ましく、15以下であることがより好ましい。

[0067] 〔式(2)で表される末端基〕

R¹およびR⁴のうち少なくとも一方は、下記式(2)で表される末端基である。



(式(2)中、Xは、1個～2個の極性基および1個～3個のエーテル酸素原子の少なくとも1つを含んでもよい炭素原子数2～30の2価の有機基である。Xは、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。)

[0068] 式(2)で表される末端基は、R²と結合しているメチレン基(−CH₂−)に結合される酸素原子を有する。式(2)で表される末端基の端部に配置された酸素原子は、その両側に結合される原子とエーテル結合(−O−)を形成する。このエーテル結合は、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物に適度な柔軟性を付与し、式(2)で表される末端基の有する極性基と保護層との親和性を増大させる。このことにより、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、保護層との密着性に優れる潤滑層を形成できる。

[0069] 式(2)で表される末端基は、1,2-ジオール構造を含むものであり、上述したように、1,2-ジオール構造に含まれる水酸基に起因する疎水性の低下を抑制しつつ、保護層と相互作用できる水酸基と、分子間の相互作用に関与できる水酸基とを確保できる。

そのため、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、水との親和性が低く、腐食の原因となる水を取り込みにくく、耐腐食性に優れる。しかも、保護層との相互作用に関与しない極性基が分子間相互作用を容易に形成するため、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップの抑制されたものとなる。

[0070] 式(2)で表される末端基中のXは、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。このため、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、水との親和性が低いものとなる。さらに、上記の炭素原子は、含フッ素エーテル化合物分子に適度な剛直性をもたらし、極性基同士の分子内相互作用を抑制し、極性基を含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用に関与しやすくする。したがって、式(2)で表される末端基中のXに含まれる上記の炭素原子は、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果が高い潤滑層の形成に寄与する。

[0071] 一方、式(2)において $-O-X-$ の代わりに、例えば $-OCH_2CH(OH)CH_2OCH_2-$ が配置されている場合、この構造中の炭素原子は、すべて極性基またはエーテル酸素原子と結合している。このような含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層と比較して、水との親和性が高く、耐腐食性に劣るものであり、しかも分子間の相互作用に関与できる極性基が不足するため、ピックアップ耐性が劣るものとなる。

[0072] 式(2)においてXで表される有機基は、炭素原子数が2以上であるので、適度な剛直性をもたらし、極性基同士の分子内相互作用を抑制して、極性基を含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用に関与しやすくすると同時に、水との相互作用を妨げて、疎水性を向上させる。また、Xで表される有機基の炭素原子数が30以下であるので、式(2)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、含フッ素エーテル化合物に含まれる極性基の運動が妨げられ、極性基と保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。Xで表される有機基の炭素原子数は、2～15であることが好ましく、3～10であることがより好ましい。

[0073] Xで表される有機基は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも1つ含む。極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子としては、例えば、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しないメチレン基、メチン基、またはこれらがフッ素

化された基の炭素原子が挙げられる。なお、上述のとおりフルオロ基は、前記極性基には含まれない。

Xで表される有機基が、炭素原子を含む極性基（例えば、カルボキシ基、ホルミル基、カルボニル基、シアノ基、アミド結合を有する基）を有する場合、極性基に含まれる炭素原子は、「極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子」には含まないものとする。

[0074] 極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子の数は、1以上であればよく、例えば1～6とすることができ、1～4であってもよい。極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子の数が1以上であると、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層の疎水性が良好となる。また、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子の数が6以下であると、極性基の数に対する炭素原子数の割合が適正となり、分子の極性が適切となるとともに、エーテル酸素原子の数に対する炭素原子数の割合が適正となり、分子の柔軟性が適切な含フッ素エーテル化合物となる。また、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を複数含む場合、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子同士が結合されていてもよい。この場合、含フッ素エーテル化合物分子がより剛直となり、極性基同士の分子内相互作用が抑制されて、極性基が含フッ素エーテル化合物同士の分子間相互作用により一層関与しやすくなる。

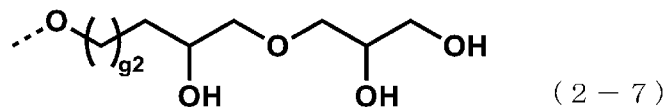
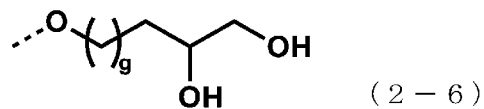
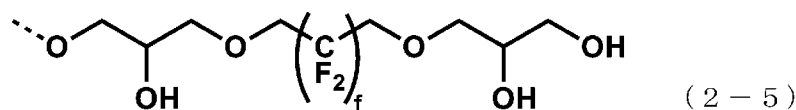
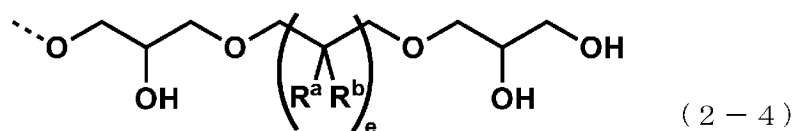
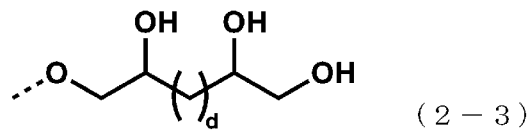
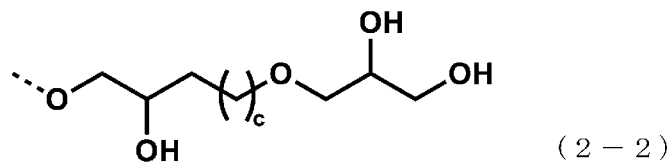
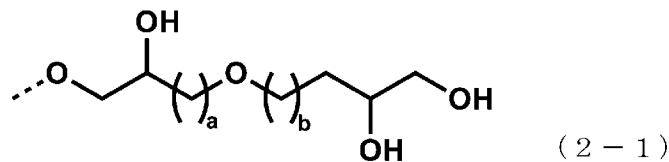
[0075] 式（2）においてXで表される有機基は、1個または2個の極性基を含んでいてもよい。式（2）においてXで表される有機基が、1個または2個の極性基を含む場合、式（1）で表される含フッ素エーテル化合物の保護層に対する密着性が向上し、厚みを薄くしても十分な被覆状態が得られる潤滑層を形成しやすい。式（2）においてXで表される有機基が、極性基を含む場合、極性基の数は1個であることが好ましい。式（1）で表される含フッ素エーテル化合物の親水性が高すぎて、腐食の原因となる水を誘起するのを抑制できるためである。

- [0076] 式(2)中のXで表される有機基が極性基を有する場合の極性基としては、上述したように、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基からなる群から選ばれる極性基であることが好ましい。
- [0077] 式(2)においてXで表される有機基は、1個～3個のエーテル結合を含んでいてもよい。式(2)においてXで表される有機基が、エーテル結合を含む場合、エーテル結合を形成している酸素原子が、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物に適度な柔軟性を付与し、極性基と保護層との親和性を増大させる。式(2)においてXで表される有機基が、エーテル結合を含む場合、エーテル結合の数は1個または2個であることが好ましい。式(1)で表される含フッ素エーテル化合物が柔軟になりすぎて、分子内の相互作用に参与する極性基が発生しやすくなることを抑制するためである。
- [0078] 式(2)においてXで表される有機基は、部分的にフッ素化されていてもよい。式(2)においてXで表される有機基が、部分的にフッ素化されている場合、Xで表される有機基がフッ素化されていない場合と比較して、式(2)においてXで表される有機基の親水性が低下する。その結果、腐食の原因となる水が誘起されることを抑制でき、より耐腐食性の良好な潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。
- [0079] 式(2)においてXで表される有機基は、非環状の有機基であることが好ましい。Xで表される有機基が非環状である場合、Xが環状構造を有する有機基である場合と比較して、Xで表される有機基が嵩高くなりすぎない。このため、Xで表される有機基によって、含フッ素エーテル化合物に含まれる極性基の運動が妨げられ、極性基と保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。非環状の有機基は、直鎖であってもよく、分岐していてもよい。
- [0080] 式(2)においてXで表される有機基は、不飽和炭素－炭素結合を含まないことが好ましい。Xで表される有機基が不飽和炭素－炭素結合を含まない場合、Xが不飽和炭素－炭素結合を含む場合と比較して、Xで表される有機基に含まれる分子の配向が制限されて、含フッ素エーテル化合物に含まれる

極性基の運動が妨げられ、極性基と保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。

[0081] 式(2)で表される末端基は、より具体的には、下記式(2-1)～(2-7)のいずれかで表される末端基であることが好ましい。

[0082] [化5]



(式(2-1)中、aは1～8の整数を表す。bは1～7の整数を表す。)

(式(2-2)中、cは1～7の整数を表す。)

(式(2-3)中、dは1～6の整数を表す。)

(式(2-4)中、eは1～6の整数を表す。e個のR^aおよびR^bはそれぞれ独立に水素原子またはメチル基を表す。)

(式(2-5)中、fは1～6の整数を表す。)

(式(2-6)中、 g は1～6の整数を表す。)

(式(2-7)中、 g_2 は1～6の整数を表す。)

[0083] 式(2-1)で表される末端基は、式(2)における $-X-$ が $-CH_2-CH(OH)-(CH_2)_a-O-(CH_2)_b-CH_2-$ であるものである。 a は1～8の整数を表し、 b は1～7の整数を表す。

[0084] 式(2-1)で表される末端基は、式(2)の末端に配置された1, 2-ジオール構造($-CH(OH)-CH_2OH$)と、式(2)中の X に含まれるエーテル結合を形成しているエーテル酸素原子との間に、 $b+1$ 個のメチレン基が結合してなる連結基を有する。この連結基は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を b 個有する。このため、式(2-1)で表される末端基は、 $b+1$ 個のメチレン基からなる連結基に起因する適度な剛直性を有し、式(2-1)で表される末端基の有する水酸基が分子内相互作用を形成することを抑制できる。

[0085] 式(2-1)中の b が1以上であるため、式(2-1)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有するものとなり、十分な疎水性が得られるものとなる。また、 b が7以下であるため、式(2-1)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-1)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。 b は1～5であることが好ましく、1～3であることがより好ましい。

[0086] また、式(2-1)で表される末端基は、パーフルオロポリエーテル鎖側の二級水酸基の結合している炭素原子と、エーテル結合を形成しているエーテル酸素原子との間に、 a 個のメチレン基が結合してなる連結基を有する。式(2-1)中の a が1以上であるため、式(2-1)で表される末端基は十分な疎水性を有する。また、 a が8以下であるため、式(2-1)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-1)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。 a は1～6であることが好ましく、1～4であることがより好ましい。

[0087] 式(2-1)で表される末端基は、 a と b の和が9以下であることが好ましい。 a と b の和が9以下であると、式(2-1)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-1)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを効果的に抑制できる。 a と b の和は6以下であることがより好ましい。

[0088] また、式(2-1)で表される末端基は、式(2)中の X がエーテル結合を含むため、適度な運動性を有する。このため、式(2-1)中の1, 2-ジオール構造の有する2つの水酸基のうち、一方の水酸基のみが保護層と相互作用した際に、もう一方の水酸基が他の含フッ素エーテル化合物中の極性基とより相互作用しやすいものとなる。よって、式(2-1)中の水酸基は、分子間相互作用を容易に形成できる。このことから、式(2-1)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップの抑制されたものとなる。

[0089] 式(2-2)で表される末端基は、式(2)における $-X-$ が $-CH_2-CH(OH)-CH_2-(CH_2)_c-O-CH_2-$ であるものである。 c は1～7の整数を表す。

式(2-2)で表される末端基は、パーフルオロポリエーテル鎖側の二級水酸基の結合している炭素原子と、式(2)中の X に含まれるエーテル結合を形成しているエーテル酸素原子との間に、 $c+1$ 個のメチレン基が結合してなる連結基を有する。この連結基は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を c 個有する。このため、式(2-2)で表される末端基は、 $c+1$ 個のメチレン基からなる連結基に起因する適度な剛直性を有し、式(2-2)で表される末端基の有する水酸基が分子内相互作用を形成することを抑制できる。

[0090] また、式(2-2)中の c が1以上であるため、式(2-2)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有し、十分な疎水性が得られるものとなる。また、 c が7以下であるため、式(2-2)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-2)で表さ

れる末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。cは1～5であることが好ましく、1～3であることがより好ましい。

[0091] また、式(2-2)で表される末端基は、式(2)中のXがエーテル結合を含むものであり、エーテル結合を形成しているエーテル酸素原子が、1,2-ジオール構造($-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2\text{OH}$)の結合している炭素原子と結合しているため、高い運動性を有する。このため、式(2-2)中の1,2-ジオール構造の有する2つの水酸基のうち、一方の水酸基のみが保護層と相互作用しやすく、かつ、もう一方の水酸基が他の含フッ素エーテル化合物中の極性基と相互作用しやすいものとなる。よって、式(2-2)中の水酸基は、分子間相互作用を容易に形成できる。このことから、式(2-2)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップの抑制されたものとなる。

[0092] 式(2-3)で表される末端基は、式(2)における $-\text{X}-$ が $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-(\text{CH}_2)_d-$ であるものである。dは1～6の整数を表す。

式(2-3)で表される末端基は、1,2-ジオール構造($-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2\text{OH}$)と、式(2)中のXに含まれる二級水酸基の結合している炭素原子との間に、d個のメチレン基が結合してなる連結基を有する。この連結基は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子をd個有する。このため、式(2-3)で表される末端基は、d個のメチレン基からなる連結基に起因する適度な剛直性を有し、式(2-3)で表される末端基の有する水酸基が分子内相互作用を形成することを抑制できる。

[0093] 式(2-3)中のdが1以上であるため、式(2-3)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有するものとなり、十分な疎水性が得られるものとなる。また、dが6以下であるため、式(2-3)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-3)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。dは1～4であることが好ましく、2～4で

あることがより好ましい。

[0094] また、式(2-3)で表される末端基は、式(2)におけるXが、親水性部位であるエーテル結合を含まない。そのため、式(2-3)で表される末端基は、水との親和性が低く、疎水性が良好である。このことから、式(2-3)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物は、より一層、腐食の原因となる水を取り込みにくく、耐腐食性のより良好な潤滑層を形成できるものとなる。

[0095] 式(2-4)で表される末端基は、式(2)における $-X-$ が $-CH_2-CH(OH)-CH_2-O-CH_2-(CR^aR^b)_e-CH_2-O-CH_2-$ であるものである。eは1～6の整数を表し、e個の R^a および R^b はそれぞれ独立に水素原子またはメチル基を表す。すなわち、式(2-4)で表される末端基におけるe個の $(-CR^aR^b-)$ はそれぞれ、 $-CH_2-$ 、 $-CH(CH_3)-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ のいずれであってもよい。

[0096] 式(2-4)で表される末端基は、式(2)中のXがエーテル結合を2つ含むものであって、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくともe個有する基 $(-CR^aR^b-)$ を含む連結基を有する。

[0097] 式(2-4)中のeが1以上であるため、式(2-4)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有するものとなり、十分な疎水性が得られるものとなる。また、eが6以下であるため、式(2-4)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-4)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。eは1～4であることが好ましく、1～2であることがより好ましい。

[0098] 式(2-4)で表される末端基における式(2)中のXが、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に直鎖構造の連結基を有する(言い換えるとe個の R^a および R^b が全て水素原子である)場合、上記酸素原子間に分岐を有する構造の連結基を有する(言い換えるとe個の R^a および R^b のうち、

1つ以上がメチル基である)場合と比較して、式(2-4)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式(2-4)で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられることを抑制できる。そのため、式(2-4)で表される末端基における式(2)中のXが、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に直鎖構造の連結基を有する場合、式(2-4)中の1, 2-ジオール構造の有する2つの水酸基のうち、一方の水酸基のみが保護層と相互作用しやすく、かつ、もう一方の水酸基が他の含フッ素エーテル化合物中の極性基と相互作用しやすいものとなる。よって、式(2-4)中の水酸基は、分子間相互作用を容易に形成できる。このことから、式(2-4)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップが抑制されたものとなる。

[0099] 式(2-4)で表される末端基における式(2)中のXが、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に分岐を有する構造の連結基を有する場合(すなわち $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ および/または $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ を含む場合)、Xが適度に剛直なものとなる。そのため、式(2-4)で表される末端基の有する水酸基同士が分子内相互作用を形成することを効果的に抑制でき、式(2-4)中の水酸基は、分子間相互作用を容易に形成できる。このことから、式(2-4)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップ耐性の優れたものとなる。

[0100] 式(2-5)で表される末端基は、式(2)における $-\text{X}-$ が $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-(\text{CF}_2)_f-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-$ であるものである。fは1~6の整数を表す。

式(2-5)で表される末端基は、式(2)中のXがエーテル結合を2つ含むものであって、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子をf個有する連結基を有する。

[0101] 式(2-5)で表される末端基は、炭素原子数1~6の直鎖のパーフルオ

ロアルキレン鎖（ $-(CF_2)_f-$ ）を含む。炭素原子数 1～6 の直鎖のパーフルオロアルキレン鎖は、疎水性に優れ、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層の水との親和性を低下させる。

[0102] 式（2-5）で表される末端基は、2つのエーテル結合を形成している酸素原子間に、炭素原子数 1～6 の直鎖のパーフルオロアルキレン鎖を含む飽和炭化水素基（式（2-5）における $-CH_2-(CF_2)_f-CH_2-$ ）からなる連結基を有する。このため、含フッ素エーテル化合物分子全体の極性が低いものとなり、良好な疎水性を有する潤滑層を形成できるものとなる。その結果、式（2-5）で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、腐食の原因となる水との親和性が低く、水を取り込みにくく、より一層、耐腐食性の良好なものとなる。

[0103] 式（2-5）中の f が 1 以上であるため、式（2-5）で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有するものとなり、十分な疎水性が得られるとともに、適度に剛直なものとなり、式（2-5）で表される末端基の有する水酸基同士が分子内相互作用を形成することを抑制できる。また、 f が 6 以下であるため、式（2-5）で表される末端基が嵩高くなりすぎて、式（2-5）で表される末端基の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。 f は 1～4 であることが好ましく、2～4 であることがより好ましい。

[0104] 式（2-6）で表される末端基は、式（2）における $-X-$ が $-(CH_2)_g-CH_2-$ であるものである。 g は 1～6 の整数を表す。

式（2-6）で表される末端基は、1, 2-ジオール構造（ $-CH(OH)-CH_2OH$ ）と、結合端部のエーテル酸素原子との間に、 $g+1$ 個のメチレン基が結合してなる連結基を有する。この連結基を有することにより、式（2-6）で表される末端基は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を g 個有する。このため、式（2-6）で表される末端基は、 $g+1$ 個のメチレン基からなる連結基に起因する適度な剛直性を有し、式（2-6）で表される末端基の有する水酸基が分子内相互作用を形成

することを抑制できる。

[0105] 式(2-6)中の g が1以上であるため、式(2-6)で表される末端基が、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を有するものとなり、適度に剛直なものとなり、1,2-ジオール構造の有する水酸基が分子内相互作用を形成することを抑制できる。また、式(2-6)中の g が6以下であるため、式(2-6)で表される末端基が嵩高くなりすぎて、1,2-ジオール構造の有する水酸基の運動が妨げられ、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。 g は1~5であることが好ましく、1~3であることがより好ましい。

[0106] また、式(2-6)で表される末端基は、式(2)における X が、親水性部位である極性基およびエーテル結合を含まない。そのため、式(2-6)で表される末端基は、水との親和性が低く、疎水性が良好である。このことから、式(2-6)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物は、より一層、腐食の原因となる水を取り込みにくく、耐腐食性のより良好な潤滑層を形成できるものとなる。

[0107] 式(2-7)で表される末端基は、式(2)における X で表される有機基が $-(CH_2)_{g2}-CH_2-CH(OH)-CH_2-O-CH_2-$ である。 $g2$ は1~6の整数を表す。

式(2-7)で表される末端基は、末端部分にグリセリン構造($-O-CH_2-CH(OH)-CH_2OH$)を有する。グリセリン構造は高い運動性を有するため、末端部分の2つの水酸基のうち一方の水酸基が保護層と相互作用した際に、他方の水酸基が分子間で他の含フッ素エーテル化合物中の極性基と相互作用しやすくなる。したがって、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物中の極性基が分子間相互作用をより容易に形成できる。これにより、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、保護層上から磁気ヘッドに移動しにくく、ピックアップ耐性の優れたものとなる。

[0108] 式(2-7)中の $g2$ が1以上であるため、式(2-7)は適度に剛直になり、1,2-ジオール構造の有する水酸基が分子内相互作用を形成しにく

くなる。また、式（２－７）中の g_2 が６以下であるため、式（２－７）で表される末端基が嵩高くなりすぎず、水酸基の運動が妨げられて保護層との相互作用が阻害されることを抑制できる。 g_2 は１～５であることが好ましく、１～３であることがより好ましい。

[0109] 式（１）中の R^1 および R^4 は、それぞれ独立に式（２）で表される末端基であってもよいし、 R^1 と R^4 のうち一方のみが式（２）で表される末端基であってもよい。

また、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物において、 R^1 と R^4 とは、同じであってもよいし、異なっても良い。 R^1 と R^4 は、同じであることが好ましい。これは、容易に効率よく製造できる含フッ素エーテル化合物となるためである。

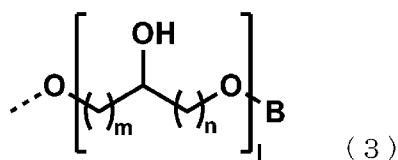
なお、「 R^1 と R^4 が同じ」とは、 R^1 に含まれる原子と R^4 に含まれる原子とが、 $-CH_2-R^2[-CH_2-R^3-CH_2-R^2]_x-CH_2-$ に対して対称配置されていることを意味する。

[0110] 式（１）で表される含フッ素エーテル化合物において、 R^1 と R^4 とが異なっている場合、 R^1 および R^4 がいずれも式（２）で表される末端基であってもよいし、 R^1 と R^4 のうち一方のみが式（２）で表される末端基であり、もう一方が式（２）には該当しない末端基であってもよい。式（２）には該当しない末端基は、上述のように、極性基を１個～４個有し、炭素原子数が１～５０である末端基であればよい。

[0111] 〔式（３）で表される末端基〕

R^1 と R^4 のうち一方が式（２）で表される末端基であり、他方が式（２）には該当しない末端基である場合、他方は下記式（３）で表され、式（２）には該当しない末端基であることが好ましい。

[0112] [化6]



(式(3)中、 l は1～3の整数を表す。 l 個の m はそれぞれ独立に、1～6の整数を表す。 l 個の n はそれぞれ独立に、1～6の整数を表す。1つの繰り返し単位において、 m および n の少なくとも一方は1である。 B は、極性基を1つのみ有してもよいアルキル基、炭素－炭素不飽和結合を含む有機基、または水素原子を表す。)

[0113] 式(3)で表される末端基は、 R^2 と結合しているメチレン基($-\text{CH}_2-$)に結合される酸素原子を有する。式(3)で表される末端基の端部に配置された酸素原子は、その両側に結合される原子とエーテル結合($-\text{O}-$)を形成する。このエーテル結合は、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物に適度な柔軟性を付与し、式(3)で表される末端基の有する極性基と保護層との親和性を増大させる。このことにより、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、保護層との密着性に優れる潤滑層を形成できる。

[0114] 式(3)中の l は1～3の整数であり、1～2の整数であることが好ましく、1であることが最も好ましい。式(3)中の l が3以下であると、式(3)で表される末端基の水酸基が多すぎることによって、腐食の原因となる水が潤滑層に誘引されることを防止でき、耐腐食性の良好な潤滑層が得られる。

式(3)中の l が2または3である場合、2または3個の繰り返し単位($-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}(\text{OH})-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-$)中の m と n の組み合わせは、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。

[0115] 式(3)中における l 個の m はそれぞれ独立して1～6の整数を表し、 l 個の n はそれぞれ独立して1～6の整数を表す。

式(3)中の1つの繰り返し単位($-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}(\text{OH})-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-$)において、 m および n の少なくとも一方は1である。これは、水酸基が結合している炭素原子とエーテル酸素原子との間のアルキレン基の炭素原子数が多すぎることによって、繰り返し単位中の水酸基の運動性が低下することがないためである。

式（３）中の１個の m はそれぞれ独立して１～４の整数であることが好ましい。また、１個の n はそれぞれ独立して１～４の整数であることが好ましい。

[0116] 式（３）中の B は、極性基を１つのみ有してもよいアルキル基、炭素－炭素不飽和結合を含む有機基、または水素原子を表す。

式（３）中の B が極性基を有しないアルキル基である場合、 B として具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基などが挙げられる。

[0117] 式（３）中の B が極性基を有するアルキル基である場合、その極性基は、式（２）に該当しない末端基に含まれる極性基の好ましい例として挙げたものであることが好ましい。上記の極性基の中でも、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基からなる群から選ばれる極性基であることがより好ましい。

[0118] 式（３）中の B が極性基を有するアルキル基である場合、 B としては、２－ヒドロキシエチル基、３－ヒドロキシプロピル基、４－ヒドロキシブチル基、５－ヒドロキシペンチル基、６－ヒドロキシヘキシル基、２－アミノエチル基、３－アミノプロピル基、１－カルボキシメチル基、２－カルボキシエチル基、３－カルボキシプロピル基、１－カルボニルメチル基、２－カルボニルエチル基、３－カルボニルプロピル基、１－アセチルメチル基、２－アセチルエチル基、３－アセチルプロピル基、２－スルホエチル基、３－スルホプロピル基、１－シアノメチル基、２－シアノエチル基、３－シアノプロピル基、４－シアノブチル基、２－アセトアミドエチル基、３－アセトアミドプロピル基、４－アセトアミドブチル基、１－カルボキサミドメチル基、２－カルボキサミドエチル基、３－カルボキサミドプロピル基、４－カルボキサミドブチル基などが挙げられる。

[0119] 上記の極性基を有するアルキル基の中でも、２－ヒドロキシエチル基、３－ヒドロキシプロピル基、４－ヒドロキシブチル基、５－ヒドロキシペンチル基、６－ヒドロキシヘキシル基、１－シアノメチル基、２－シアノエチル

基、3-シアノプロピル基、2-アセトアミドエチル基、1-カルボキサミドメチル基、2-カルボキサミドエチル基、3-カルボキサミドプロピル基のいずれかであることが好ましく、2-ヒドロキシエチル基、3-ヒドロキシプロピル基、2-シアノエチル基、3-シアノプロピル基、2-アセトアミドエチル基、1-カルボキサミドメチル基のいずれかであることがより好ましい。

[0120] 式(3)中のBが炭素-炭素不飽和結合を含む有機基である場合、Bとしては、芳香族炭化水素、不飽和複素環、アルケニル基、アルキニル基から選択される少なくとも1つを含む有機基などが挙げられる。

[0121] 式(3)中のBが炭素-炭素不飽和結合を含む有機基である場合、Bとしては、フェニル基、メトキシフェニル基、フッ化フェニル基、アセトアミドフェニル基、カルボキサミドフェニル基、シアノフェニル基、ナフチル基、フェネチル基、メトキシフェネチル基、フッ化フェネチル基、ベンジル基、メトキシベンジル基、ナフチルメチル基、メトキシナフチル基、ピロリル基、ピラゾリル基、メチルピラゾリルメチル基、イミダゾリル基、フリル基、フルフリル基、オキサゾリル基、イソオキサゾリル基、チエニル基、チエニルエチル基、チアゾリル基、メチルチアゾリルエチル基、イソチアゾリル基、ピリジル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基、ピラジニル基、インドリニル基、ベンゾフラニル基、ベンゾチエニル基、ベンゾイミダゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンゾチアゾリル基、ベンゾピラゾリル基、ベンゾイソオキサゾリル基、ベンゾイソチアゾリル基、キノリル基、イソキノリル基、キナゾリニル基、キノキサリニル基、フタラジニル基、シンノリニル基、ビニル基、アリル基、ブテニル基、プロピニル基、プロパルギル基、ブチニル基、メチルブチニル基、ペンチニル基、メチルペンチニル基、ヘキシニル基などが挙げられる。

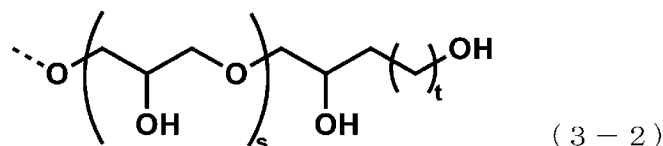
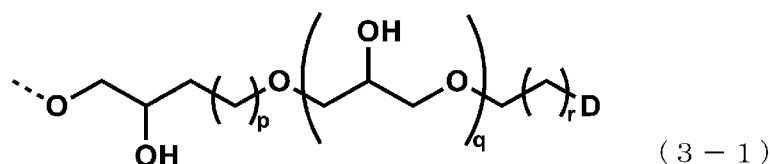
[0122] 上記の炭素-炭素不飽和結合を含む有機基の中でも、フェニル基、メトキシフェニル基、アセトアミドフェニル基、カルボキサミドフェニル基、シアノフェニル基、ナフチル基、フェネチル基、メトキシフェネチル基、フッ化

フェネチル基、チエニルエチル基、アリル基、ブテニル基、プロパルギル基のいずれかであることが好ましく、特に、フェニル基、メトキシフェニル基、カルボキサミドフェニル基、アリル基、ブテニル基のいずれかであることがより好ましい。十分な疎水性を有し、かつ嵩高くなりすぎず、式(3)中の水酸基の運動が妨げられて、保護層との相互作用が阻害されることを抑制できるためである。

[0123] 式(3)中のBが水素原子である場合、Bは式(3)中の酸素原子とともに、水酸基を形成する。

[0124] R^1 および R^4 の一方が式(3)で表される末端基である場合、式(3-1)または(3-2)で表される末端基であることがより好ましい。

[0125] [化7]



(式(3-1)中、 p は0~3の整数を表し、 q は0~2の整数を表し、 r は0~5の整数を表す。 p と r の合計値は1~5である。 D は、極性基、ビニル基、エチニル基、または置換基を有してもよいアリール基を表す。)

(式(3-2)中、 s は0~2の整数を表す。 t は1~5の整数を表す。)

[0126] 式(3-1)および(3-2)で表される末端基に含まれる各極性基は、それぞれ異なる炭素原子に結合している。式(3-1)および(3-2)において、極性基の結合している炭素原子同士は、極性基の結合していない炭素原子を含む連結基を介して結合している。このことから、 R^1 または R^4 が式(3-1)または(3-2)で表される末端基である式(1)で表される含フッ素エーテル化合物では、式(3-1)または(3-2)中の極性基の結合していない炭素原子を含む連結基によって、式(3-1)または(3-

2) 中の末端極性基と、末端極性基に隣接する水酸基のいずれも保護層へ密着できる配向となることができる。このため、保護層との強い相互作用が得られる。

[0127] R^1 または R^4 が式(3-1)または式(3-2)で表される末端基である場合には、末端基内の極性基同士が凝集しにくく、保護層との相互作用が生じやすい。このことから、 R^1 または R^4 が式(3-1)または式(3-2)で表される末端基である場合には、極性基の結合する炭素原子同士が直接結合している末端基が配置されている場合と比較して、含フッ素エーテル化合物中の末端部分が浮き上がりにくく、保護層との密着性が低下しにくい。

[0128] 式(3-1)で表される末端基においては、末端に配置された極性基、ビニル基、エチニル基、または置換基を有してもよいアリール基から選ばれるDが結合している炭素原子と、末端に配置されたDに隣接する水酸基が結合している炭素原子との間の連結基が、エーテル結合を形成している酸素原子を含む。式(3-1)中のpは0～3の整数を表し、qは0～2の整数を表し、rは0～5の整数を表し、pとrの合計値は1～5である。したがって、上記連結基は、極性基の結合していない炭素原子を含む2～7原子からなる直鎖状の構造を有する。

[0129] 式(3-1)で表される末端基では、上記連結基がエーテル結合を形成している酸素原子を含み、極性基の結合していない炭素原子を含む2原子以上の原子からなる直鎖状の構造であるので、Dと、Dに隣接する水酸基との間の距離が適切である。このため、分子内でDと、Dに隣接する水酸基とが相互作用することを抑制でき、式(3-1)で表される末端基中の極性基が効率よく保護層へ密着できる。また、上記連結基が2原子以上の原子からなる直鎖状の構造であるため、エーテル結合を形成している酸素原子を含むものであっても、良好な疎水性を有する含フッ素エーテル化合物となる。また、上記連結基が2原子以上の原子からなる直鎖状の構造であるため、エーテル結合を形成している酸素原子を含むものであっても、分子の運動性が適切であり、分子内凝集が起こりにくく、保護層との優れた密着性を有する。

[0130] 式(3-1)で表される末端基では、上記連結基がエーテル結合を形成している酸素原子を含み、極性基の結合していない炭素原子を含む7原子以下の原子からなる直鎖状の構造であるため、連結基の疎水性が高すぎることに、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層と保護層との密着性に支障を来すことがない。

これらのことから、連結基が、極性基の結合していない炭素原子を含む2～7原子からなる直鎖状の構造である、式(3-1)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層との密着性に優れるものであり、高い耐腐食性を示し、かつピックアップ抑制効果の高いものとなる。

[0131] 式(3-1)において、 p と r の合計値は1～5であり、1～3であることが好ましい。式(3-1)において、極性基の結合している炭素原子間に配置された連結基に含まれる炭素原子は、近接する極性基同士の分子内相互作用が、極性基と保護層との相互作用に優先して生じることを防ぎ、式(3-1)中の極性基と保護層との密着性を向上させる。一方で、上記連結基に含まれる炭素原子数が多すぎると、式(3-1)で示される末端基の柔軟性が低下して、保護層上を均一に被覆することが難しくなることがある。式(3-1)で表される末端基では、 p と r の合計値が5以下であるので、式(3-1)の主鎖部分のアルキレン鎖が長すぎないものとなる。したがって、剛直なアルキレン鎖が長いことによって、末端部分の柔軟性が低下し、保護層との相互作用が弱まって末端部分が浮き上がることを防止できる。 p は0または1であることが好ましく、0であることがより好ましい。 r は1または2であることが好ましく、1であることがより好ましい。

[0132] 式(3-1)中の D は極性基、ビニル基、エチニル基、または置換基を有してもよいアリール基を表す。 D が極性基である場合、 D は式(2)に該当しない末端基に含まれる極性基の好ましい例として挙げたものであることが好ましい。上記の極性基の中でも、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基からなる群から選ばれる極性基であることがより好ましい。 D が置

置換基を有してもよいアリール基である場合、上述した式（３）中のＢが炭素－炭素不飽和結合を含む有機基である場合に使用できる有機基に含まれる、置換基を有してもよいアリール基を用いることができる。

[0133] 式（３－１）において、 q は０～２の整数を表す。式（３－１）中の極性基の数は、 D が極性基である場合は $q + 2$ 個であり、 D がビニル基またはエチニル基である場合は $q + 1$ 個である。上述したように、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数は、それぞれ２個以上３個以下であることが好ましい。したがって、式（３－１）中の q は、 D が極性基である場合は０または１であることが好ましく、 D がビニル基またはエチニル基である場合は１または２であることが好ましい。 D が置換基を有してもよいアリール基である場合、式（３－１）中の極性基の数が２個または３個となるように q を選択することが好ましい。

[0134] 式（３－２）で表される末端基は、末端水酸基が結合する炭素原子と、末端水酸基に隣接する水酸基が結合する炭素原子との間の連結基が酸素原子を含まない。このことにより、分子内相互作用が小さく、分子内凝集が起こりにくくなるため、保護層との優れた密着性を有する。式（３－２）中の t は１～５の整数を表す。したがって、上記連結基は、水酸基の結合していない炭素原子を含む１～５原子からなる直鎖状の構造を有する。

[0135] 式（３－２）に含まれる上記連結基は、水酸基の結合していない炭素原子を含む１原子以上の原子からなる直鎖状の構造であるため、末端水酸基と、末端水酸基に隣接する水酸基との間の距離が適切であり、分子内凝集が起こりにくく、良好な疎水性を有する。

また、式（３－２）に含まれる上記連結基がエーテル結合を形成している酸素原子を含まず、水酸基の結合していない炭素原子を含む５原子以下の原子からなる直鎖状の構造であるため、連結基の疎水性が高すぎて、保護層との密着性に支障を来すことがないし、連結基が嵩高くなりすぎて水酸基の運動を妨げる影響も小さい。

[0136] また、式（３－２）において、極性基の結合している炭素原子間に配置さ

れた連結基に含まれる炭素原子数が多すぎると、式（3-2）で示される末端基の柔軟性が低下して、保護層の全面を均一に被覆することが難しくなることがある。式（3-2）で表される末端基では、 t が5以下であるので、式（3-2）の主鎖部分のアルキレン鎖が長すぎないものとなる。したがって、剛直なアルキレン鎖が長いことによって、末端部分の柔軟性が低下し、末端水酸基と保護層との相互作用が低下することを防止できる。

[0137] これらのことから、上記連結基が、エーテル結合を形成している酸素原子を含まず、水酸基の結合していない炭素原子を含む1～5原子からなる直鎖状の構造を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層との密着性に優れるものであり、高い耐腐食性を示し、かつピックアップ抑制効果の高いものとなる。

式（3-2）中の t は1または2であることが好ましく、1であることがより好ましい。

[0138] 式（3-2）において、 s は0～2の整数を表す。式（3-2）中の極性基の数は $s+2$ 個であり、上述したように、 R^1 および R^4 に含まれる極性基の数は、それぞれ2個以上3個以下であることが好ましい。したがって、式（3-2）中の s は、0または1であることが好ましい。

[0139] (R^3 で示される2価の連結基)

式（1）で表される含フッ素エーテル化合物において、 x 個の R^3 は、極性基を1個～4個有する2価の連結基である。 R^3 は、隣接するPFPE鎖の間にメチレン基を介して配置されている。このことにより、 R^3 は、含フッ素エーテル化合物を保護層に密着させる。その結果、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤では、厚みの薄い潤滑層を十分な被覆率で形成できる。

[0140] 式（1）中、 x が2である場合、2つの R^3 は、同じであっても良いし、それぞれ異なっても良く、同じであることが好ましい。2つの R^3 が同じであると、含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となり、より良好な密着性を有する潤滑層を形成できる。また、2つの R^3 が同じ

であると、含フッ素エーテル化合物を容易に効率よく製造できる。

[0141] 本明細書において、 x が2である場合に「2つの R^3 が同じである」とは、2つの R^3 に含まれる原子が、分子の鎖状構造中央に配置された R^2 に対して、対称配置されていることを意味する。

[0142] 式(1)における x 個の R^3 は、それぞれ1個以上の極性基を含む。このため、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いて保護層上に潤滑層を形成した場合、潤滑層と保護層との間に好適な相互作用が発生する。よって、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、保護層との密着性に優れ、ピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる。

[0143] また、 R^3 に含まれる極性基の数が4個以下であるので、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層において、含フッ素エーテル化合物の極性が高すぎて、含フッ素エーテル化合物が凝集して塊となり、潤滑層の平滑性が失われることを抑制できる。このため、潤滑層と磁気ヘッドとが衝突することによるピックアップの発生を抑制できる。また、 R^3 に含まれる極性基の数が4個以下であると、含フッ素エーテル化合物の親水性が高くなりすぎて、磁気記録媒体に腐食の原因となる水が取り込まれることを防止できる。その結果、耐腐食性の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 R^3 に含まれる極性基の数は、3個以下であることが好ましい。

[0144] R^3 に含まれる極性基は、水酸基($-OH$)、カルボキシ基($-COOH$)、ホルミル基($-(C=O)H$)、カルボニル基($-(C=O)R^7$; R^7 は有機基である。)、スルホ基($-SO_3H$)、シアノ基($-CN$)、およびアミド結合を有する基($-NR^8COR^9$ または $-CONR^{10}R^{11}$; R^8 、 R^9 、 R^{10} および R^{11} は、それぞれ独立に水素原子または有機基である。)、アミノ基($-NR^{12}R^{13}$; R^{12} および R^{13} は、それぞれ独立に水素原子または有機基である。)からなる群から選ばれる少なくとも1種の極性基であることが好ましい。アミド結合を有する基としては、上記式に示されるように、アミド結合を構成する炭素原子において結合する基(例えば、カルボキサミド基($-C(=O)NH_2$))と、アミド結合を構成する窒素原子において結合

する基（例えば、アセトアミド基（ $-\text{NHC}(=\text{O})\text{CH}_3$ ））の両方を含む。アミド結合を有する基において、前記 R^8 と R^9 が互いに結合して環を形成してもよく、前記 R^{10} と R^{11} が互いに結合して環を形成してもよい。アミド結合を有する基における前記 R^8 、 R^9 、 R^{10} および R^{11} は、それぞれ独立に水素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基からなる群から選択されることが好ましい。

[0145] R^3 は、それぞれ独立に、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基からなる群から選ばれる少なくとも1種の極性基を含むことが好ましい。水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基は、化学的に安定であり、これらの極性基を有する含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が長期的に変質しないためである。また、水酸基、シアノ基、およびアミド結合を有する基は、酸性度が高すぎず、基板を腐食しにくいためである。

[0146] 式（1）における x 個の R^3 がそれぞれ有する1個～4個の極性基は、一部または全部が同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。

式（1）における x 個の R^3 は、それぞれ少なくとも1つの水酸基を含むことが好ましく、 x 個の R^3 の有する極性基が、すべて水酸基であることがより好ましい。含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となるためである。

[0147] 式（1）における x 個の R^3 は、それぞれ炭素原子数1～50の連結基であることが好ましく、炭素原子数3～50の連結基であることがより好ましく、炭素原子数3～20の連結基であることがさらに好ましく、炭素原子数4～15の連結基であることが最も好ましい。 R^3 で表される連結基の炭素原子数が1以上であると、連結基の疎水性が担保できるため、腐食の原因となる水を潤滑層に誘引することを防止でき、耐腐食性の良好な潤滑層を形成できる。 R^3 で表される連結基の炭素原子数が50以下であると、連結基が柔軟な構造となって、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層と保護層との密着性が良好となる。その結果、ピックアップを抑制できる潤滑層が得られる。

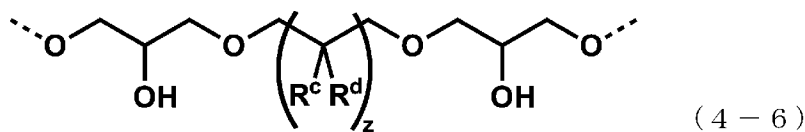
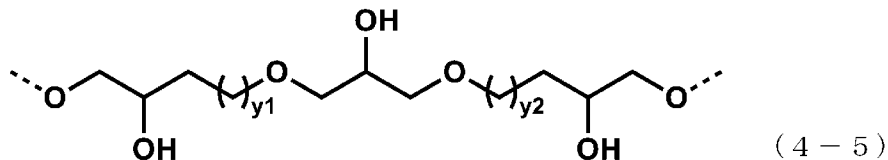
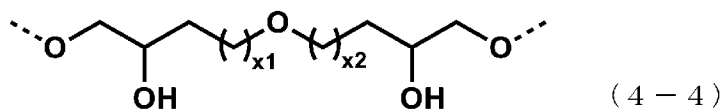
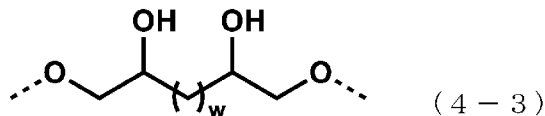
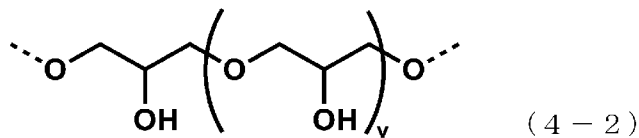
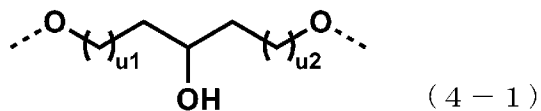
[0148] 式（1）における x 個の R^3 は、それぞれ両端部に酸素原子が配置されてい

る2価の連結基であることが好ましい。この場合、 R^3 で示される2価の連結基の両端部に配置された酸素原子は、 R^3 の両側に配置されるメチレン基（ $-CH_2-$ ）と、エーテル結合（ $-O-$ ）を形成する。これらのエーテル結合は、式（1）で表される含フッ素エーテル化合物に適度な柔軟性を付与し、 R^3 で示される2価の連結基の有する極性基と保護層との親和性を増大させる。

[0149] 式（1）における x 個の R^3 は、それぞれ独立に、水酸基を1個～3個有し、隣接するメチレン基と結合する両方の端部に酸素原子を有する、炭素原子数3～50の2価の連結基であることがより好ましい。

より具体的には、 x 個の R^3 は、それぞれ独立に、下記式（4-1）～（4-6）で表される連結基から選ばれるいずれか1種であることが好ましい。

[0150] [化8]



（式（4-1）中、 u_1 は0～6の整数を表し、 u_2 は0～6の整数を表す。ただし u_1 と u_2 の少なくとも一方は0である。式（4-1）の左側末端

の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－２）中、 v は１～２の整数を表す。式（４－２）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－３）中、 w は０～６の整数を表す。式（４－３）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－４）中、 x_1 は０～５の整数を表し、 x_2 は０～５の整数を表す。ただし x_1 、 x_2 のうち少なくとも一方は１～５の整数である。式（４－４）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－５）中、 y_1 は１～５の整数を表し、 y_2 は１～５の整数を表す。式（４－５）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

（式（４－６）中、 z は１～６の整数を表す。 z 個の R^c および R^d はそれぞれ独立に水素原子、フッ素原子またはメチル基を表す。式（４－６）の左側末端の酸素原子は、式（１）中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式（１）中の R^4 側のメチレン基に結合する。）

[0151] 式（４－１）で示される連結基は、グリセリン構造（ $-OCH_2CH(OH)CH_2O-$ ）、またはグリセリン構造中に１～６つのメチレン基を増加させた構造を有する。したがって、式（４－１）で示される連結基に含まれる水酸基は、１つのみであり、連結基の極性が低く保たれる。その結果、磁気記録媒体の腐食の原因となる水が侵入することを効果的に阻害でき、磁気記録媒体の腐食抑制効果の高い潤滑層を形成できるものとなる。

[0152] 式（４－１）中、 u_1 と u_2 の少なくとも一方が０であるため、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物が柔軟性に優れるものとなり、含フッ素

エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となる。 u_1 と u_2 の一方のみが0である場合、 u_1 と u_2 のうち0でない方の値は1～6であり、1～4であることが好ましく、1～3であることがより好ましい。連結基が剛直になりすぎず、より良好な密着性を有し、ピックアップ耐性に優れた潤滑層を形成できるためである。

[0153] また、式(4-1)において、 u_1 と u_2 の一方のみが0である場合、二級水酸基の結合している炭素原子と、両端に配置されているエーテル結合を形成しているエーテル酸素原子との間に、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を u_1 個または u_2 個有するものとなる。このため、 u_1 個または u_2 個のメチレン基に起因する優れた疎水性を有し、より一層、耐腐食性の良好な潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。

[0154] 式(4-2)で示される連結基は、グリセリン構造($-OCH_2CH(OH)CH_2O-$)が2～3個連結した構造である。グリセリン構造は、連結基に柔軟性を付与するものであるため、式(4-2)で示される連結基は極めて柔軟である。その結果、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、より良好な密着性を有し、よりピックアップ耐性に優れた潤滑層を形成できるものとなる。

式(4-2)中、 v は1～2の整数を表し、1であることが好ましい。 v が2以下であると、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物の極性が低く保たれ、より耐腐食性に優れた潤滑層を形成できる。

[0155] 式(4-3)で示される連結基は、水酸基の結合している炭素原子同士が、直接結合した構造、またはエーテル結合を含まない炭素原子数1～6のアルキレン基を介して結合した構造を有する。このため、式(4-3)で示される連結基は、例えば、水酸基の結合している炭素原子同士が、エーテル結合を形成している酸素原子とアルキレン基とを介して結合した構造を有する連結基と比較して、極性が低く保たれる。その結果、磁気記録媒体の腐食の原因となる水が侵入することを効果的に阻害でき、磁気記録媒体の腐食抑制

効果が高い潤滑層を形成できる。

[0156] 式(4-3)中、 w は0～6の整数を表し、0～4であることが好ましい。 w が6以下であると、式(4-3)で示される連結基が剛直になりすぎるものがなく、より良好な密着性を有し、ピックアップ耐性に優れた潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。

[0157] また、式(4-3)において、 w が1以上である場合、二級水酸基の結合している2つの炭素原子の間に、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を w 個有するものとなる。このため、 w 個のメチレン基に起因する優れた疎水性を有し、より一層、耐腐食性の良好な潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 w が1以上である場合、 w は2～4であることが好ましい。

[0158] 式(4-4)で示される連結基は、水酸基の結合している炭素原子同士が、エーテル結合を形成している酸素原子を含む4原子以上の直鎖の連結鎖を介して結合している構造を有する。式(4-4)で示される連結基を有する含フッ素エーテル化合物は、式(4-4)中の2つの水酸基間の距離が十分に保たれたものであるため、水酸基の分子内相互作用が抑制され、保護層に対して良好な吸着能を有する潤滑層を形成できる。したがって、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、より良好な密着性を有し、より一層、ピックアップ耐性に優れるものとなる。

[0159] 式(4-4)中、 x_1 および x_2 は、それぞれ独立に0～5の整数を表し、 x_1 および x_2 のうち、少なくとも一方は1～5の整数である。式(4-4)で示される連結基は、 x_1 、 x_2 の合計値が1以上であるため、含フッ素エーテル化合物の疎水性が良好となり、これを含む潤滑層が、腐食の原因となる水を取り込みにくく、良好な耐腐食性を有するものとなる。 x_1 および x_2 は、それぞれ独立に3以下の整数であることが好ましい。連結基が剛直になりすぎず、より良好な密着性を有し、ピックアップ耐性に優れた潤滑層を形成できるためである。また、 x_1 、 x_2 の合計値は、4以下であることが好ましい。式(4-4)で表される連結基に適度な柔軟性を付与するた

め、 $\times 1$ および $\times 2$ の一方が 0 であることが好ましい。

[0160] 式 (4-5) で示される連結基は、3つの水酸基を有し、隣接する水酸基の結合している炭素原子同士が、それぞれエーテル結合を形成している酸素原子を含む4原子以上の直鎖の連結鎖を介して結合している構造を有する。

式 (4-5) で示される連結基を有する含フッ素エーテル化合物は、式 (4-5) で示される連結基が3つの水酸基を有するため、水酸基と保護層との相互作用が形成されやすく、保護層に対する密着性の良好な潤滑層を形成できるものとなる。さらに、式 (4-5) で示される連結基を有する含フッ素エーテル化合物は、式 (4-5) 中の3つの水酸基の隣接する水酸基間の距離が十分に保たれたものであるため、水酸基の分子内相互作用が抑制され、保護層に対して良好な吸着能を有する潤滑層を形成できる。したがって、式 (1) で表される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、より良好な密着性を有し、より一層、ピックアップ耐性に優れるものとなる。

[0161] 式 (4-5) 中、 y_1 および y_2 は、それぞれ独立に 1~5 の整数を表す。式 (4-5) で示される連結基は、 y_1 、 y_2 がいずれも 1 以上であるため、含フッ素エーテル化合物の疎水性が良好となり、これを含む潤滑層が、腐食の原因となる水を取り込みにくく、良好な耐腐食性を有するものとなる。式 (4-5) で表される連結基に適度な柔軟性を付与するため、 y_1 および y_2 は、それぞれ独立に 1~3 であることが好ましく、いずれも 1 であることが最も好ましい。また、含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態がより均一となるため、 y_1 と y_2 が同じであることが好ましい。

[0162] 式 (4-6) で示される連結基は、水酸基の結合している炭素原子同士が、2つのエーテル結合を含む7原子以上の直鎖の連結鎖を介して結合している構造である。式 (4-6) で示される連結基では、2つの水酸基間の距離が十分に保たれるため、分子内相互作用が抑制されたものとなる。したがって、式 (4-6) で示される連結基は、保護層に対して良好な吸着能を有する。その結果、式 (4-6) で示される連結基を有する含フッ素エーテル化合物は、より良好な密着性を有し、ピックアップ耐性に優れた潤滑層を形成

できる。

[0163] 式(4-6)中、 z は1～6の整数を表す。式(4-6)で表される連結基に適度な柔軟性を付与するため、 z は4以下であることが好ましい。また、式(4-6)で表される連結基に十分な疎水性を付与するため、 z は2以上であることが好ましい。

式(4-6)における z 個の R^c および R^d は、それぞれ独立に水素原子、フッ素原子またはメチル基を表す。製造が容易になるため、 z 個の $(-CR^cR^d-)$ はそれぞれ、 $-CH_2-$ 、 $-CH(CH_3)-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ 、 $-CF_2-$ のいずれかであることが好ましい。

[0164] z 個の $(-CR^cR^d-)$ が、1つまたは複数の $-CH_2-$ のみである場合、例えば、 $-CH(CH_3)-$ および／または $-C(CH_3)_2-$ を含む場合と比較して、式(4-6)で示される連結基が柔軟になるため、好ましい。

また、 z 個の $(-CR^cR^d-)$ の少なくとも一部が、 $-CH(CH_3)-$ および／または $-C(CH_3)_2-$ を含む場合、 z 個の $(-CR^cR^d-)$ が全て $-CH_2-$ である場合と比較して、適度に嵩高いものとなり、式(4-6)で示される連結基の有する水酸基同士の分子内相互作用を効果的に抑制でき、好ましい。

また、 z 個の $(-CR^cR^d-)$ が、1つまたは複数の $-CF_2-$ を含む場合、式(4-6)で示される連結基の水との親和性が低下して、より一層、腐食の原因となる水を取り込みにくくなるため、好ましい。

[0165] (R^2 で示されるPFPE鎖)

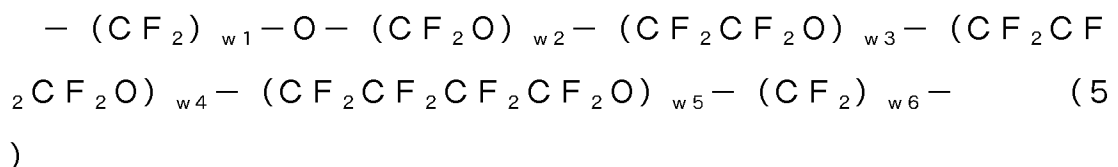
式(1)で表される含フッ素エーテル化合物において、 $(x+1)$ 個の R^2 は、それぞれ独立にパーフルオロポリエーテル鎖(以下、「PFPE鎖」という場合がある。)である。 R^2 で示されるPFPE鎖は、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を保護層上に塗布して潤滑層を形成した場合に、保護層の表面を被覆するとともに、潤滑層に潤滑性を付与して磁気ヘッドと保護層との摩擦力を低減させる。 R^2 で示されるPFPE鎖は、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤に求められる性能等に応じて適宜選択される

。

[0166] 式(1)で表される含フッ素エーテル化合物において、 $(x+1)$ 個の R^2 は、一部または全部が同じであってもよいし、それぞれ異なっても良い。 $(x+1)$ 個の R^2 は全て同じであることが好ましい。これは、含フッ素エーテル化合物の保護層に対する被覆状態が均一となり、より良好な密着性を有する潤滑層となるためである。 $(x+1)$ 個の R^2 のうち2つ以上の R^2 が同じであるとは、 $(x+1)$ 個の R^2 のうち、PFPE鎖の繰り返し単位の構造が同じ R^2 が2つ以上含まれていることを意味する。同じ R^2 には、繰り返し単位の構造が同じであって平均重合度が異なるものも含まれる。

[0167] R^2 で示されるPFPE鎖としては、パーフルオロアルキレンオキシドの重合体または共重合体からなるものなどが挙げられる。パーフルオロアルキレンオキシドとしては、例えば、パーフルオロメチレンオキシド、パーフルオロエチレンオキシド、パーフルオロ n -プロピレンオキシド、パーフルオロイソプロピレンオキシド、パーフルオロブチレンオキシドなどが挙げられる。

[0168] 式(1)における $(x+1)$ 個の R^2 は、それぞれ独立に、例えば、パーフルオロアルキレンオキシドの重合体または共重合体に由来する下記式(5)で表されるPFPE鎖であることが好ましい。



(式(5)中、 $w2$ 、 $w3$ 、 $w4$ 、 $w5$ は平均重合度を示し、それぞれ独立に0～20を表す。ただし、 $w2$ 、 $w3$ 、 $w4$ 、 $w5$ の全てが同時に0になることはない。 $w1$ 、 $w6$ は、 CF_2 の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～3を表す。式(5)における繰り返し単位である (CF_2O) 、 (CF_2CF_2O) 、 $(CF_2CF_2CF_2O)$ 、 $(CF_2CF_2CF_2CF_2O)$ の配列順序には、特に制限はない。)

[0169] 式(5)中、 $w2$ 、 $w3$ 、 $w4$ 、 $w5$ は平均重合度を示し、それぞれ独立

に0～20を表し、0～15であることが好ましく、0～10であることがより好ましい。

式(5)中、 w_1 、 w_6 は、 CF_2 の数を示す平均値であり、それぞれ独立に1～3を表す。 w_1 、 w_6 は、式(5)で表されるPFPE鎖において、鎖状構造の端部に配置されている繰り返し単位の構造などに応じて決定される。

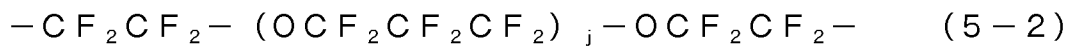
式(5)における (CF_2O) 、 (CF_2CF_2O) 、 $(CF_2CF_2CF_2O)$ 、 $(CF_2CF_2CF_2CF_2O)$ は、繰り返し単位である。式(5)における繰り返し単位の配列順序には、特に制限はない。また、式(5)における繰り返し単位の種類の数にも、特に制限はない。

[0170] 式(1)における $(x+1)$ 個の R^2 は、それぞれ独立に、下記式(5-1)～(5-4)で表されるPFPE鎖から選ばれるいずれか1種であることが好ましい。

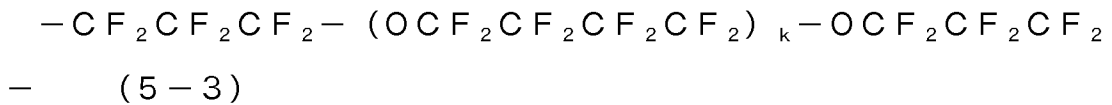
$(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に式(5-1)～(5-4)で表されるPFPE鎖から選ばれるいずれか1種であると、良好な潤滑性を有する潤滑層が得られる含フッ素エーテル化合物となる。また、 $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に式(5-1)～(5-4)で表されるPFPE鎖から選ばれるいずれか1種である場合、PFPE鎖中の炭素原子数に対する酸素原子数(エーテル結合 $(-O-)$ 数)の割合が適正である。このため、適度な硬さを有する含フッ素エーテル化合物となる。よって、保護層上に塗布された含フッ素エーテル化合物が、保護層上で凝集しにくく、より一層厚みの薄い潤滑層を十分な被覆率で形成できる。また、 $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に式(5-1)～(5-4)で表されるPFPE鎖から選ばれるいずれか1種である含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、より緻密なものとなり、より一層ピックアップを抑制でき、好ましい。

[0171] $-CF_2-(OCF_2CF_2)_h-(OCF_2)_i-OCF_2-$ (5-1)

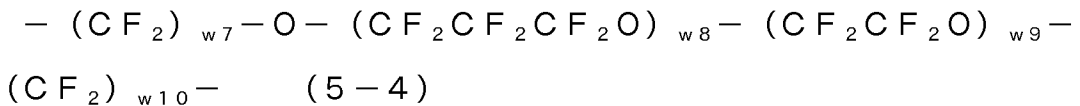
(式(5-1)中、 h および i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。)



(式(5-2)中、jは平均重合度を示し、1～15を表す。)



(式(5-3)中、kは平均重合度を示し、1～10を表す。)



(式(5-4)中、w8、w9は平均重合度を示し、それぞれ独立に1～20を表す。w7、w10は、CF₂の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～2を表す。)

[0172] 式(5-1)において、繰り返し単位である(OCF₂CF₂)と(OCF₂)との配列順序に、特に制限はない。式(5-1)において、(OCF₂CF₂)の数hと(OCF₂)の数iは同じであってもよいし、異なってもよい。式(5-1)で表されるPFPE鎖は、(OCF₂CF₂)の重合体であってもよい。また、式(5-1)で表されるPFPE鎖は、(OCF₂CF₂)と(OCF₂)とからなるランダム共重合体、ブロック共重合体、交互共重合体のいずれかであってもよい。

[0173] 式(5-1)～(5-3)においては、平均重合度を示すhが1～20、iが0～20、jが1～15、kが1～10であるので、良好な潤滑性を有する潤滑層が得られる含フッ素エーテル化合物となる。また、式(5-1)～(5-3)においては、平均重合度を示すh、iが20以下、jが15以下、kが10以下であるので、含フッ素エーテル化合物の粘度が高くなりすぎず、これを含む潤滑剤が塗布しやすいものとなり、好ましい。平均重合度を示すh、i、j、kは、保護層上に濡れ広がりやすく、均一な膜厚を有する潤滑層が得られやすい含フッ素エーテル化合物となるため、1～10であることが好ましく、1.5～8であることがより好ましく、2～7であることがさらに好ましい。

[0174] 式(5-4)において、繰り返し単位である(CF₂CF₂CF₂O)と(C

F_2CF_2O)との配列順序には、特に制限はない。式(5-4)において、平均重合度を示す $(CF_2CF_2CF_2O)$ の数 w_8 と (CF_2CF_2O) の数 w_9 は同じであってもよいし、異なってもよい。式(5-4)は、モノマー単位 $(CF_2CF_2CF_2O)$ と (CF_2CF_2O) とからなるランダム共重合体、ブロック共重合体、交互共重合体のいずれかを含むものであってもよい。

[0175] 式(5-4)において、平均重合度を示す w_8 および w_9 は、それぞれ独立に1~20であり、1~15であることが好ましく、さらに1~10であることが好ましい。

式(5-4)における w_7 および w_{10} は、 CF_2 の数を示す平均値であり、それぞれ独立に1~2を表す。 w_7 および w_{10} は、式(5-4)で表されるPFPE鎖において、鎖状構造の端部に配置されている繰り返し単位の構造などに応じて決定される。

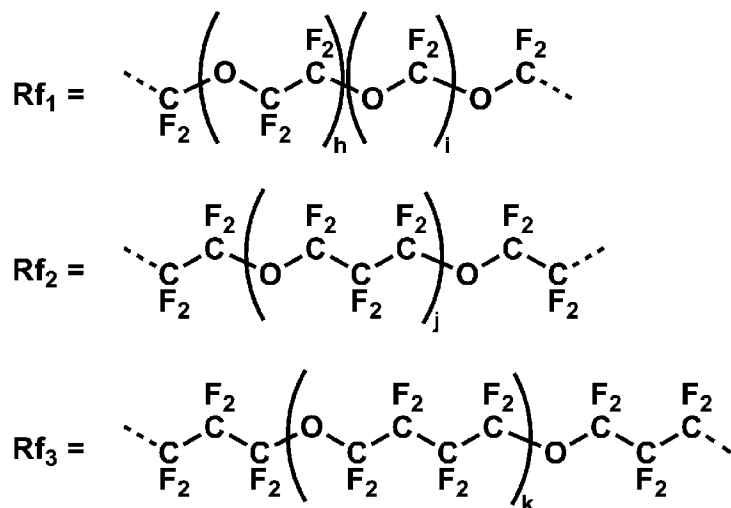
[0176] 式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、具体的には、下記式(AA)~(AT)、(BA)~(BL)、(CA)~(CF)、(DA)~(DH)で表されるいずれかの化合物であることが好ましい。

式(1)で表される含フッ素エーテル化合物が、下記式(AA)~(AT)、(BA)~(BL)、(CA)~(CF)、(DA)~(DH)で表されるいずれかの化合物である場合、原料が入手しやすく、しかも、厚みが薄くても、耐腐食性がより一層良好で、ピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる。

[0177] 下記式(AA)~(AT)、(BA)~(BL)、(CA)~(CF)、(DA)~(DH)で表される化合物において、PFPE鎖を表す Rf_1 、 Rf_2 、 Rf_3 は、それぞれ下記の構造である。すなわち、下記式(AA)~(AT)、(BA)~(BJ)、(CA)~(CF)、(DA)、(DB)で表される化合物において、 Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。下記式(BK)、(DC)~(DH)で表される化合物において、 Rf_2 は、上記式(5-2)で表されるPFPE鎖である。下記式(BL)で

表される化合物において、 Rf_3 は、上記式（５－３）で表されるPFPE鎖である。なお、式（AA）～（AT）、（BA）～（BL）、（CA）～（CF）、（DA）～（DH）中のPFPE鎖を表す Rf_1 における h および i 、 Rf_2 における j 、 Rf_3 における k は、平均重合度を示す値であるため、必ずしも整数になるとは限らない。

[0178] [化9]



[0179] 下記式（AA）～（AN）で表される化合物は、式（１）における x が１である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式（２－１）～（２－６）のいずれかで表される末端基である。２つの R^2 が同じで、上記式（５－１）で表されるPFPE鎖である。 R^3 が上記式（４－１）で表される連結基である。

[0180] 下記式（AO）～（AT）で表される化合物は、式（１）における x が１である。 R^1 が上記式（２－１）で表される末端基であり、 R^4 が上記式（３－１）、式（３－２）、式（３－１）および式（３－２）には該当しない式（３）のいずれかで表される末端基である。２つの R^2 が同じで、上記式（５－１）で表されるPFPE鎖である。 R^3 が上記式（４－１）で表される連結基である。

[0181] 下記式（BA）～（BJ）で表される化合物は、式（１）における x が１である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式（２－１）で表される末端基である。２つの R^2 が同じで、上記式（５－１）で表されるPFPE鎖である。 R^3

が上記式 (4-1) ~ (4-6) のいずれかで表される連結基である。

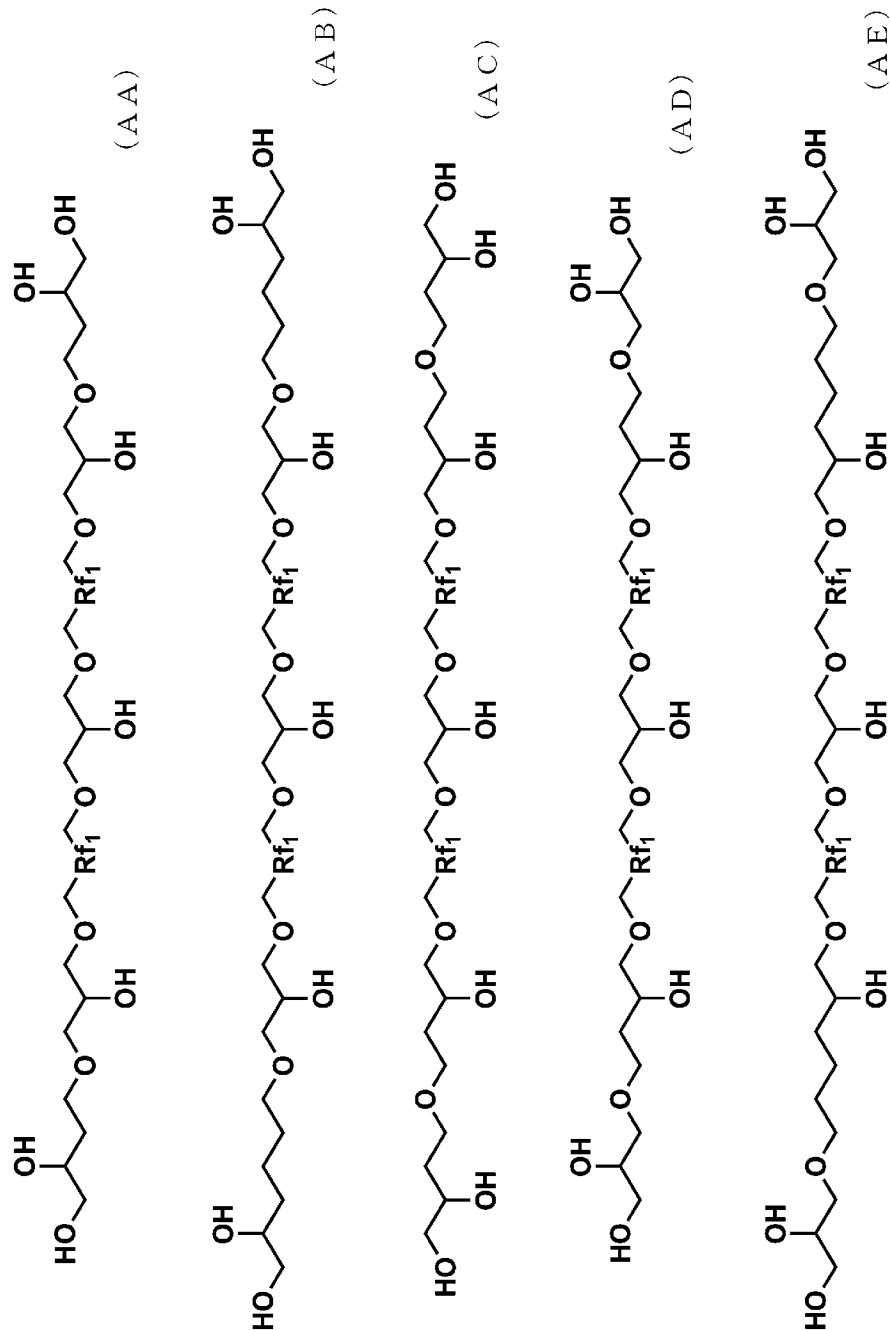
[0182] 下記式 (BK)、(BL) で表される化合物は、式 (1) における x が 1 である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式 (2-1) で表される末端基である。2つの R^2 が同じで、上記式 (5-2) または (5-3) で表される PFPE 鎖である。 R^3 が上記式 (4-1) で表される連結基である。

[0183] 下記式 (CA) ~ (CD) で表される化合物は、式 (1) における x が 2 である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式 (2-1) ~ (2-4) のいずれかで表される末端基である。3つの R^2 が同じで、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの R^3 が同じで、上記式 (4-1) で表される連結基である。

[0184] 下記式 (CE) ~ (CF) で表される化合物は、式 (1) における x が 2 である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式 (2-1) で表される末端基である。3つの R^2 が同じで、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの R^3 が同じで、上記式 (4-2) または (4-3) で表される連結基である。

[0185]

[化10]



(式 (A A) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A B) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

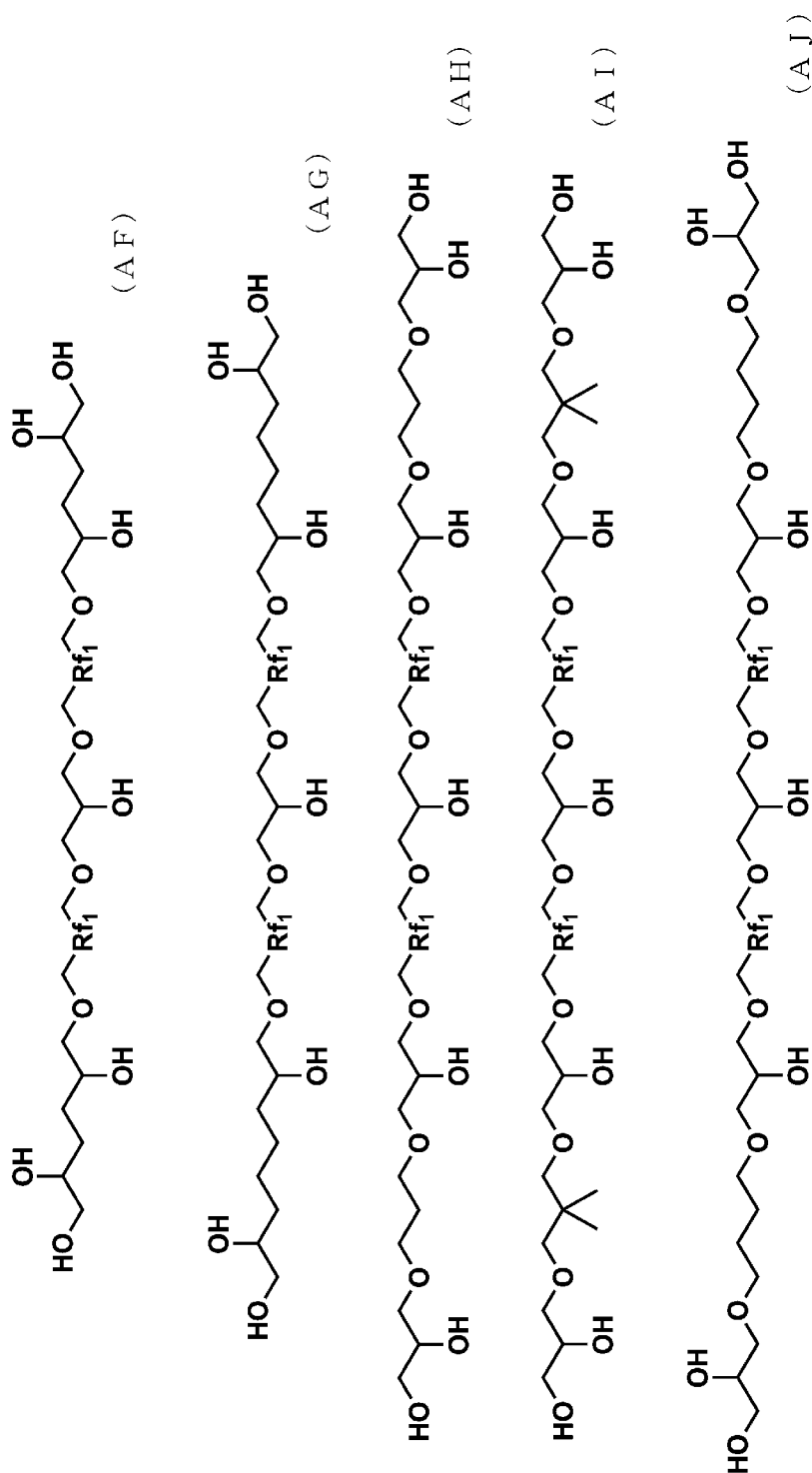
(式 (A C) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A D) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A E) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

[0186]

[化11]



(式 (A F) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A G) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

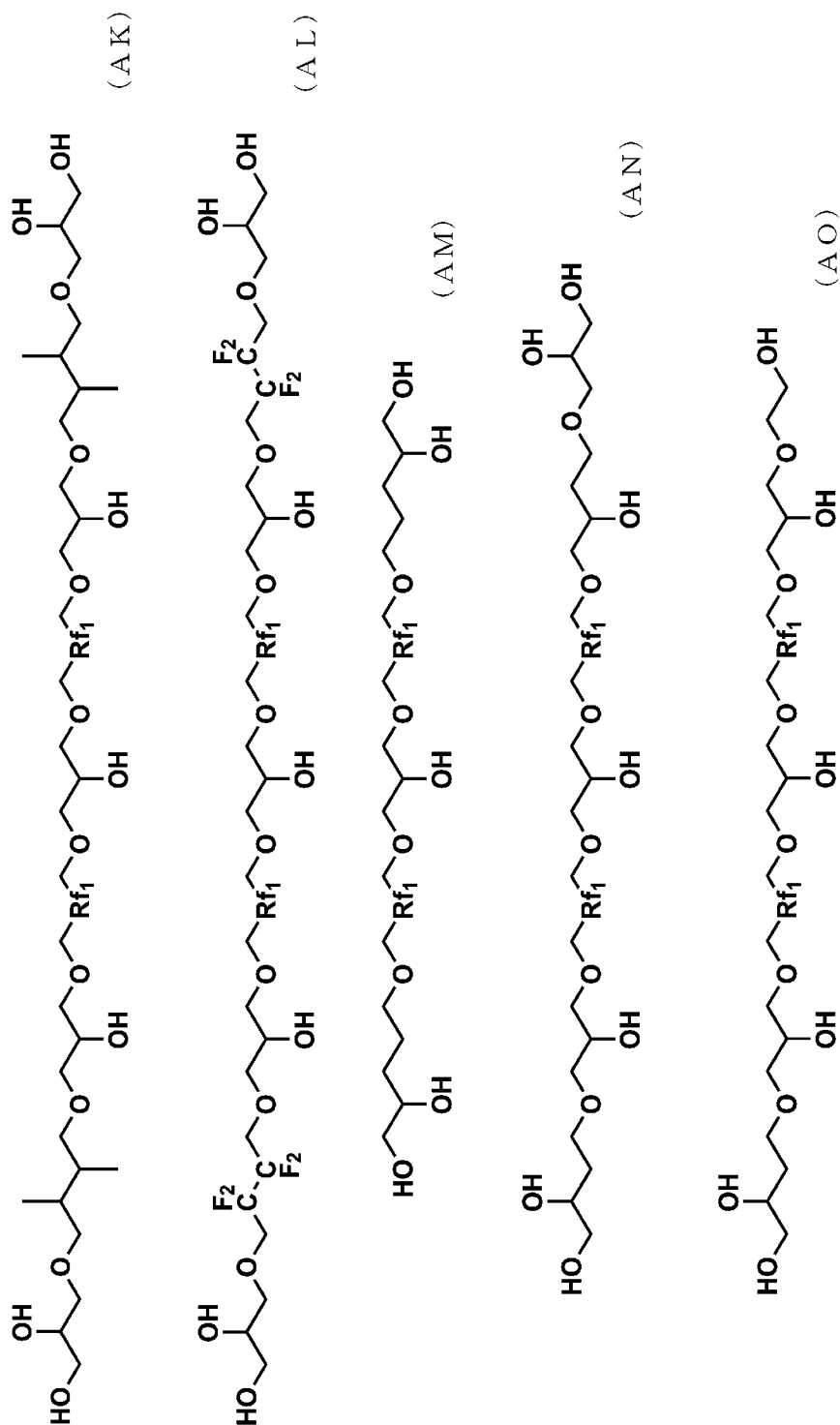
(式 (A H) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A I) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A J) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

[0187]

[化12]



(式(AK)中の2つのRf₁において、h、iは平均重合度を示し、hは1～20を表し、iは0～20を表す。2つのRf₁におけるh、iは、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (AL) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

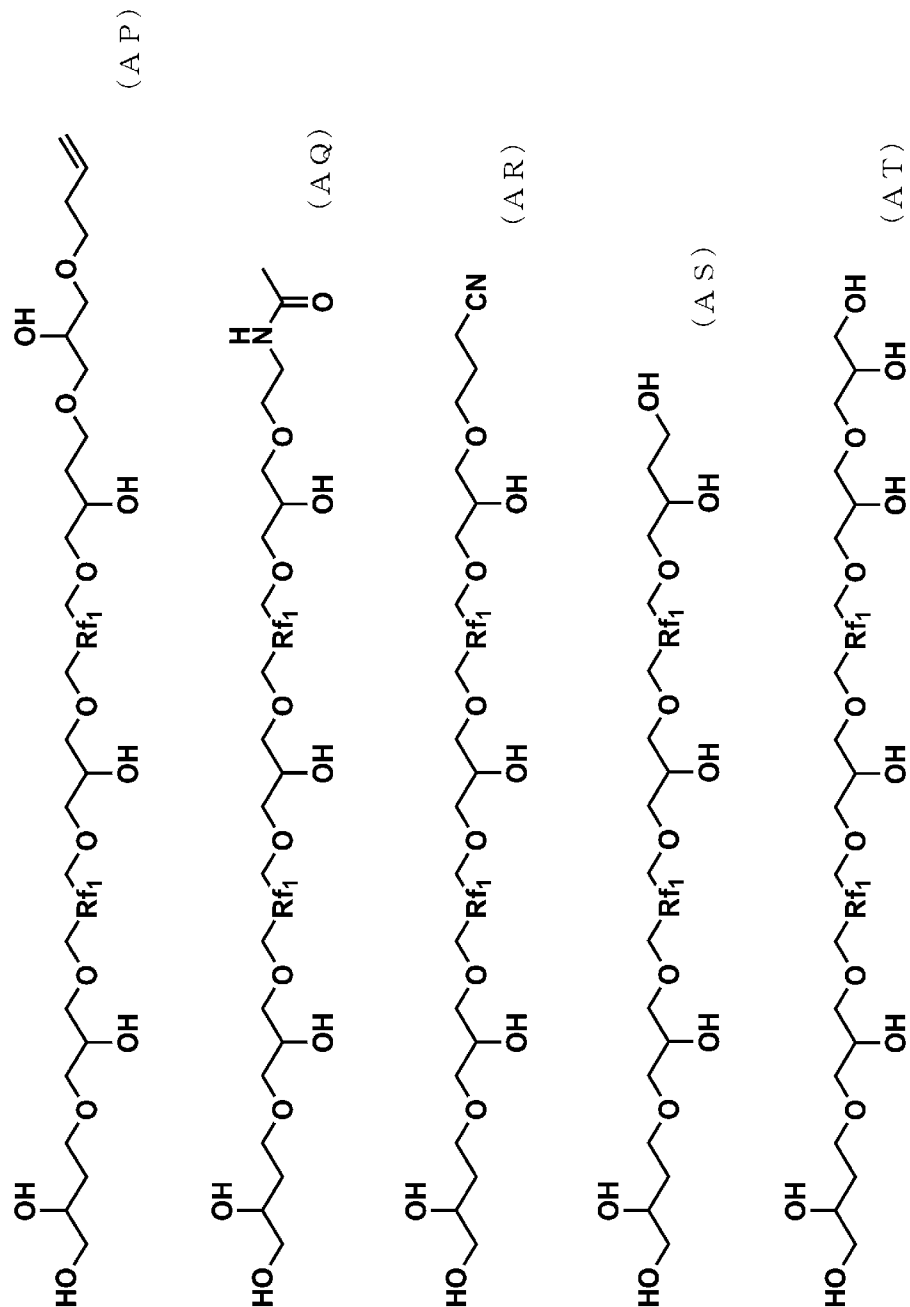
(式 (AM) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (AN) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (AO) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

[0188]

[化13]



(式 (A P) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A Q) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

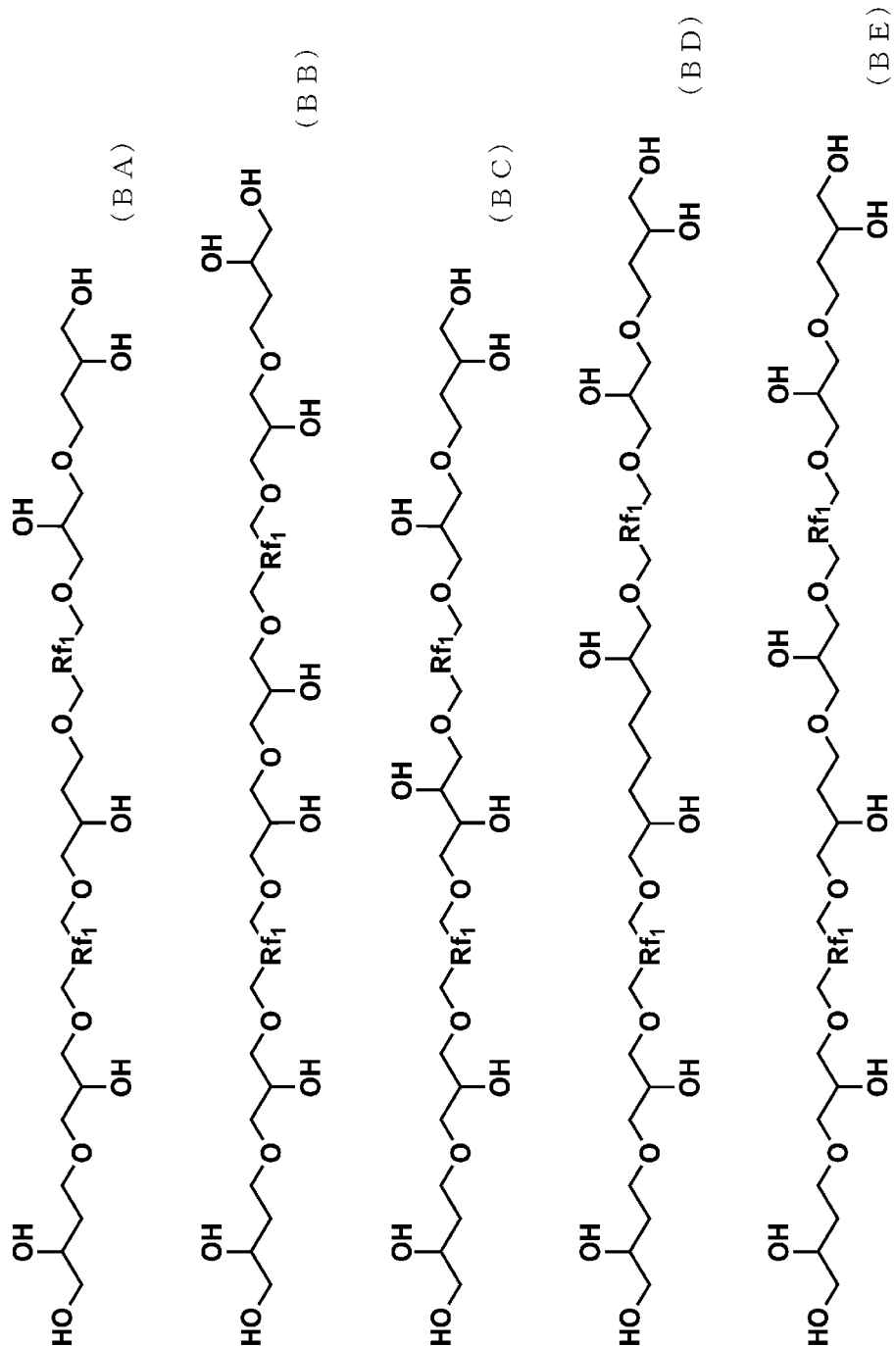
(式 (A R) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A S) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (A T) 中の2つの $R f_1$ において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの $R f_1$ における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

[0189]

[化14]



(式 (BA) 中の2つのRf₁において、h、iは平均重合度を示し、hは1～20を表し、iは0～20を表す。2つのRf₁におけるh、iは、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (BB) 中の2つのRf₁において、h、iは平均重合度を示し、hは1～20を表し、iは0～20を表す。2つのRf₁におけるh、iは、同じで

あってもよく、異なっているもよい。)

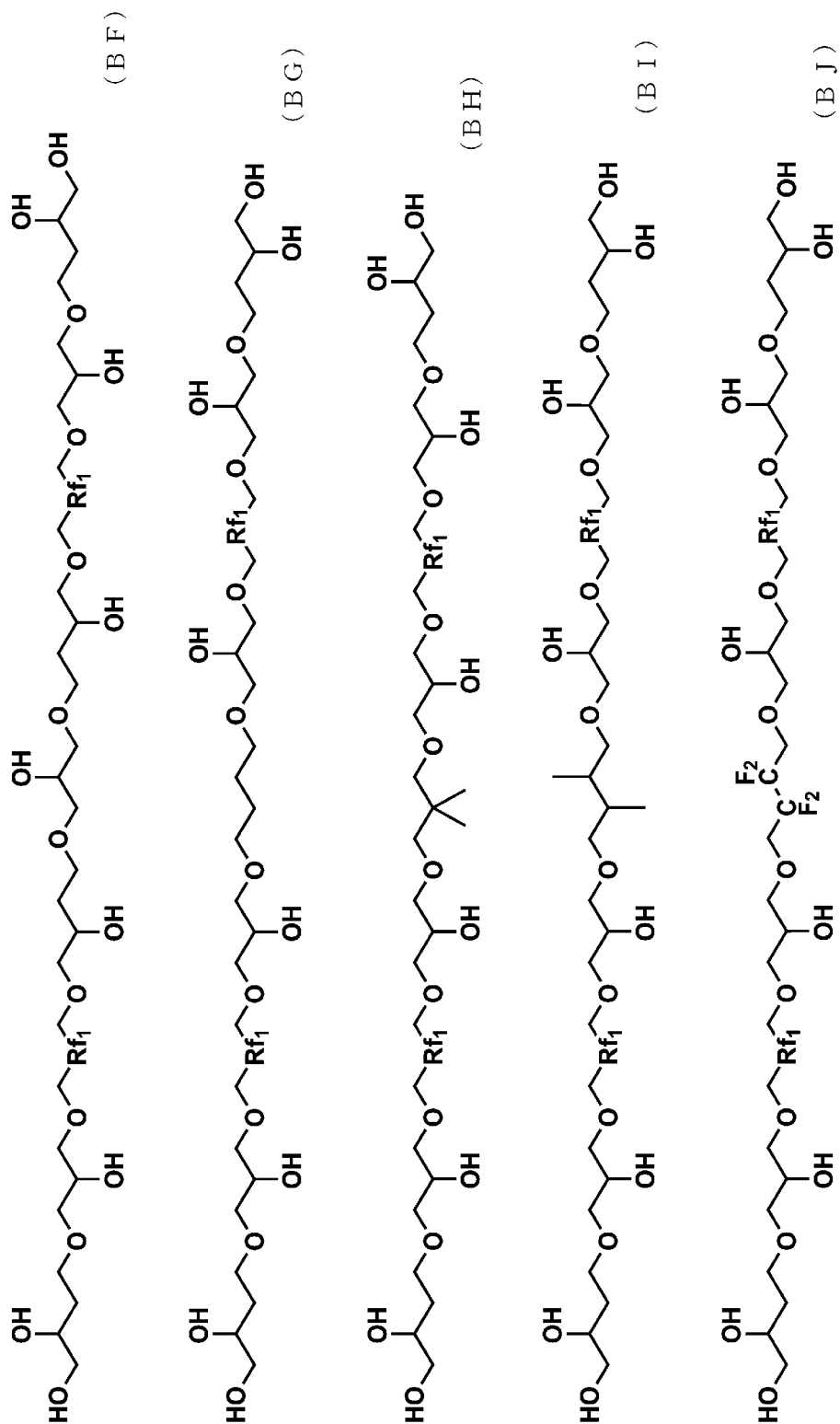
(式 (BC) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なっているもよい。)

(式 (BD) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なっているもよい。)

(式 (BE) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なっているもよい。)

[0190]

[化15]



(式 (BF) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じで

あってもよく、異なってもよい。)

(式 (B G) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

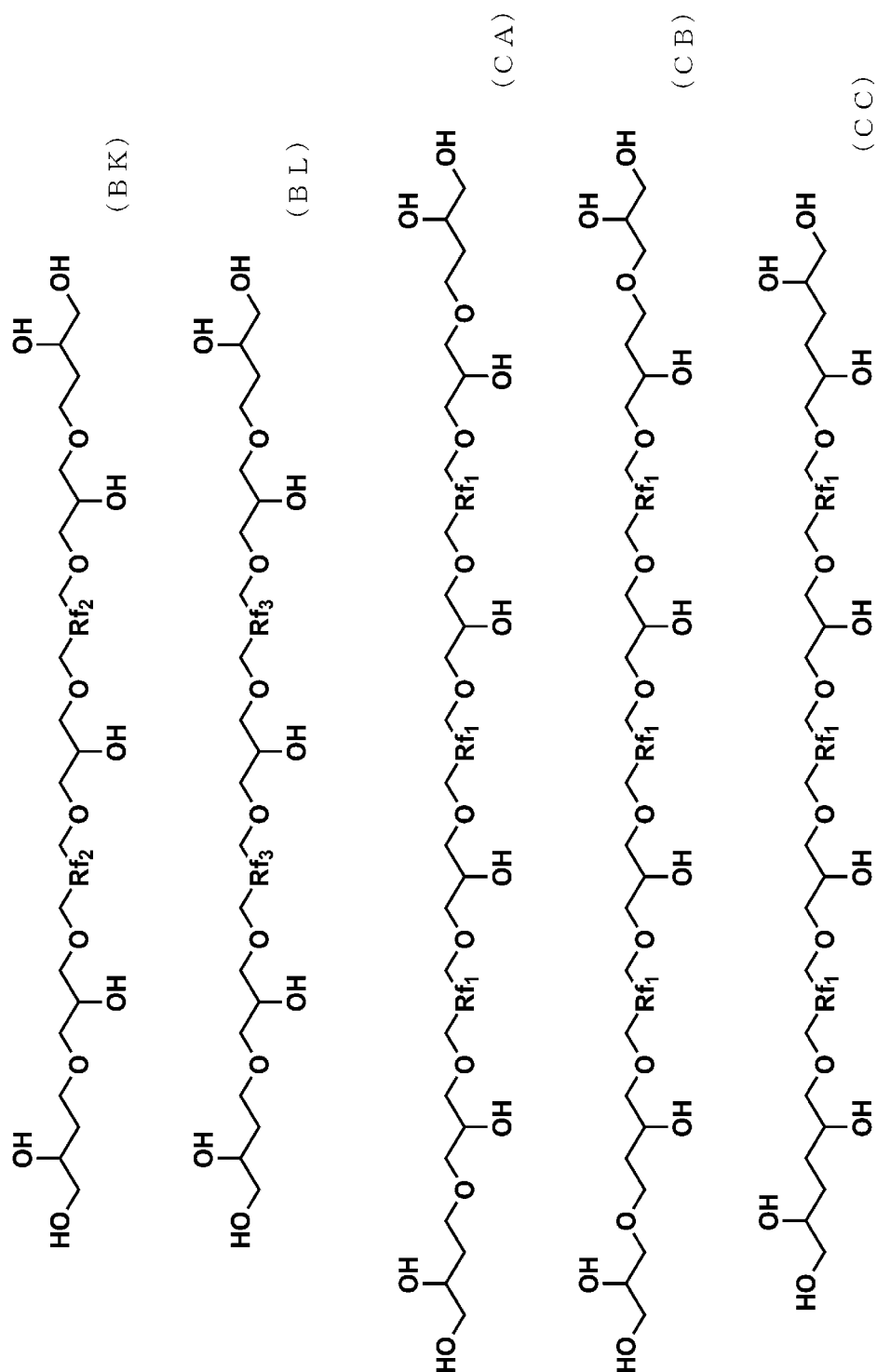
(式 (B H) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (B I) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (B J) 中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。2つの Rf_1 における h 、 i は、同じであってもよく、異なってもよい。)

[0191]

[化16]



(式 (BK) 中の2つのR f₂において、jは平均重合度を示し、1～15を表す。2つのR f₂におけるjは、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式 (BL) 中の2つの Rf_3 において、 k は平均重合度を示し、1～10を表す。2つの Rf_3 における k は、同じであってもよく、異なってもよい。)

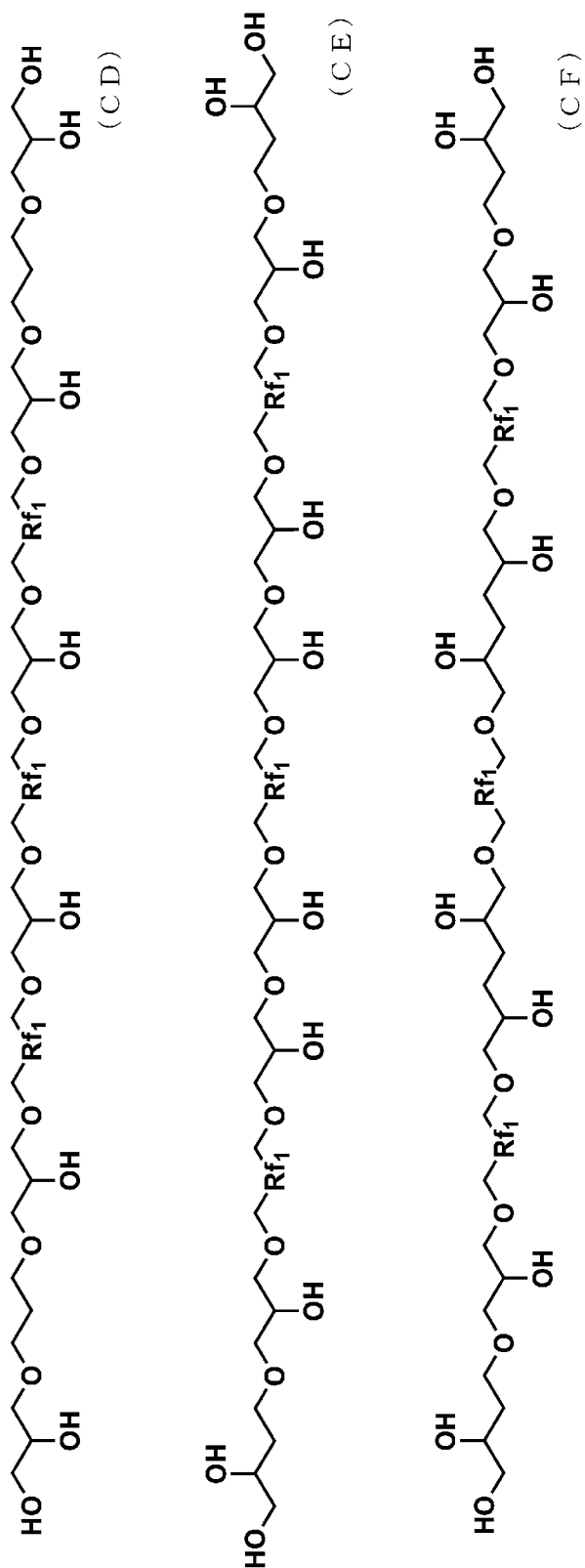
(式 (CA) 中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。)

(式 (CB) 中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。)

(式 (CC) 中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。)

[0192]

[化17]



(式 (CD) 中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1

～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。）

（式（CE）中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。）

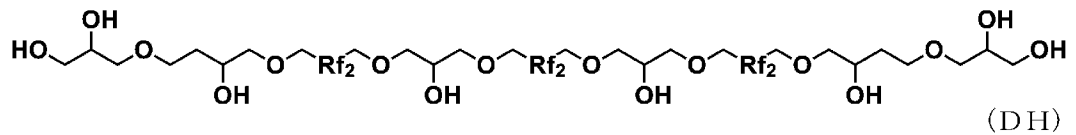
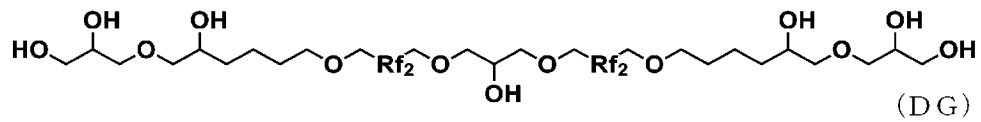
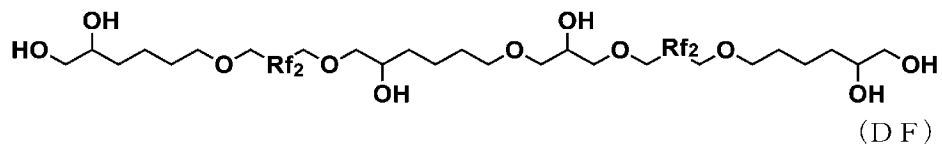
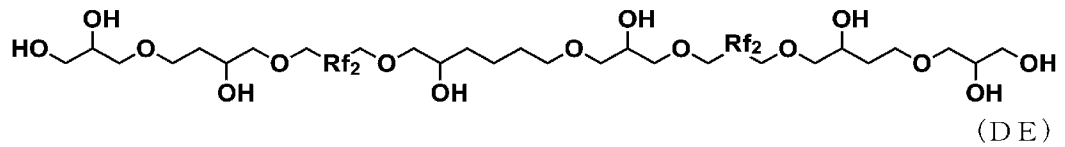
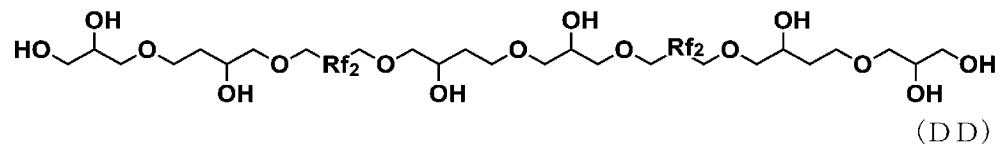
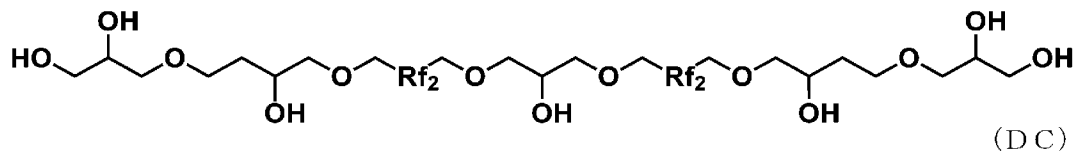
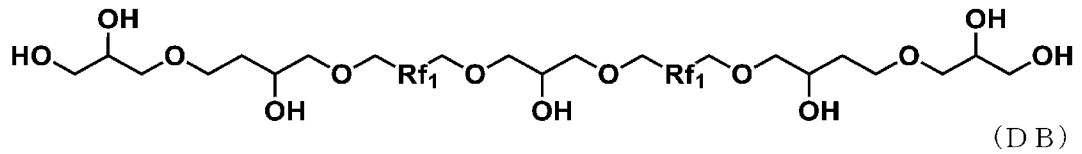
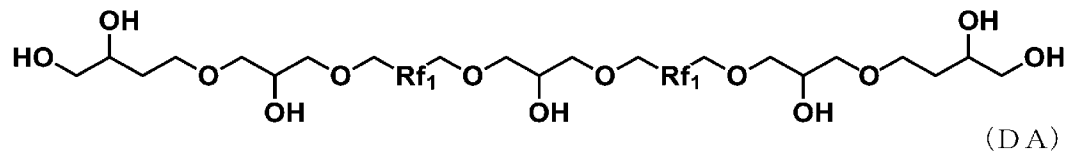
（式（CF）中の3つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。3つの Rf_1 における h 、 i は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。）

[0193] 下記式（DA）～（DG）で表される化合物は、式（1）における x が1である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式（2-1）、（2-2）、（2-6）、（2-7）のいずれかで表される末端基である。2つの R^2 が同じで、上記式（5-1）または（5-2）で表されるPFPE鎖である。 R^3 が上記式（4-1）または（4-4）で表される連結基である。

下記式（DH）で表される化合物は、式（1）における x が2である。 R^1 および R^4 が同じで、上記式（2-2）で表される末端基である。3つの R^2 が同じで、上記式（5-2）で表されるPFPE鎖である。2つの R^3 が同じで、上記式（4-1）で表される連結基である。

[0194]

[化18]



(式(DA)中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0を表す。2つの Rf_1 における h は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DB)中の2つの Rf_1 において、 h 、 i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0を表す。2つの Rf_1 における h は、同じであってもよく、異なってもよい。)

く、異なってもよい。)

(式(DC)中の2つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。2つの Rf_2 における j は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DD)中の2つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。2つの Rf_2 における j は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DE)中の2つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。2つの Rf_2 における j は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DF)中の2つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。2つの Rf_2 における j は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DG)中の2つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。2つの Rf_2 における j は、同じであってもよく、異なってもよい。)

(式(DH)中の3つの Rf_2 において、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。3つの Rf_2 における j は、それぞれ異なってもよいし、一部または全部が同じであってもよい。)

[0195] 本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、数平均分子量(M_n)が500～10000の範囲内であることが好ましく、500～5000の範囲内であることがより好ましく、1000～3000の範囲内であることが特に好ましい。数平均分子量が500以上であると、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤からなる潤滑層が優れた耐熱性を有するものとなる。含フッ素エーテル化合物の数平均分子量は、1000以上であることがより好ましい。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り、これを含む潤滑剤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、潤滑剤に適用した場合に扱いやすい粘度となるため、5000以下であることが好ましい。

[0196] 含フッ素エーテル化合物の数平均分子量 (M_n) は、ブルカー・バイオスピン社製AVANCE III 400による ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMRによって測定された値である。具体的には、 ^{19}F -NMRによって測定された積分値よりPFPE鎖の繰り返し単位数を算出し、数平均分子量を求める。NMR（核磁気共鳴）の測定においては、試料をヘキサフルオロベンゼン／ d -アセトン（4／1 v／v）溶媒へ希釈して測定する。 ^{19}F -NMRケミカルシフトの基準は、ヘキサフルオロベンゼンのピークを -164.7 ppm とする。 ^1H -NMRケミカルシフトの基準は、アセトンのピークを 2.2 ppm とする。

[0197] 本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、適当な方法で分子量分画することにより、分子量分散度（重量平均分子量 (M_w) ／数平均分子量 (M_n) 比）を1.3以下とすることが好ましい。

本実施形態において、分子量分画する方法としては、特に制限されないが、例えば、シリカゲルカラムクロマトグラフィー法、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）法などによる分子量分画、超臨界抽出法による分子量分画等を用いることができる。

[0198] 「製造方法」

本実施形態の含フッ素エーテル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。本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、例えば、以下に示す製造方法を用いて製造できる。

[0199] [第1製造方法（ x が1である場合）]

（ R^1 と R^4 とが同じであり、2つの R^2 が同じである場合）

式（1）における R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端に、それぞれヒドロキシメチル基（ $-\text{CH}_2\text{OH}$ ）が配置されたフッ素系化合物を用意する。

[0200] 次いで、前記フッ素系化合物の片方の末端に配置されたヒドロキシメチル

基の水酸基と、式（１）における R^1 に対応する基（= R^4 に対応する基）を有するエポキシ化合物（第１原料化合物）とを反応させる（第一反応）。このことにより、 R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の片方の末端に、 R^1 に対応する基（= R^4 に対応する基）を有する中間体化合物１が得られる。

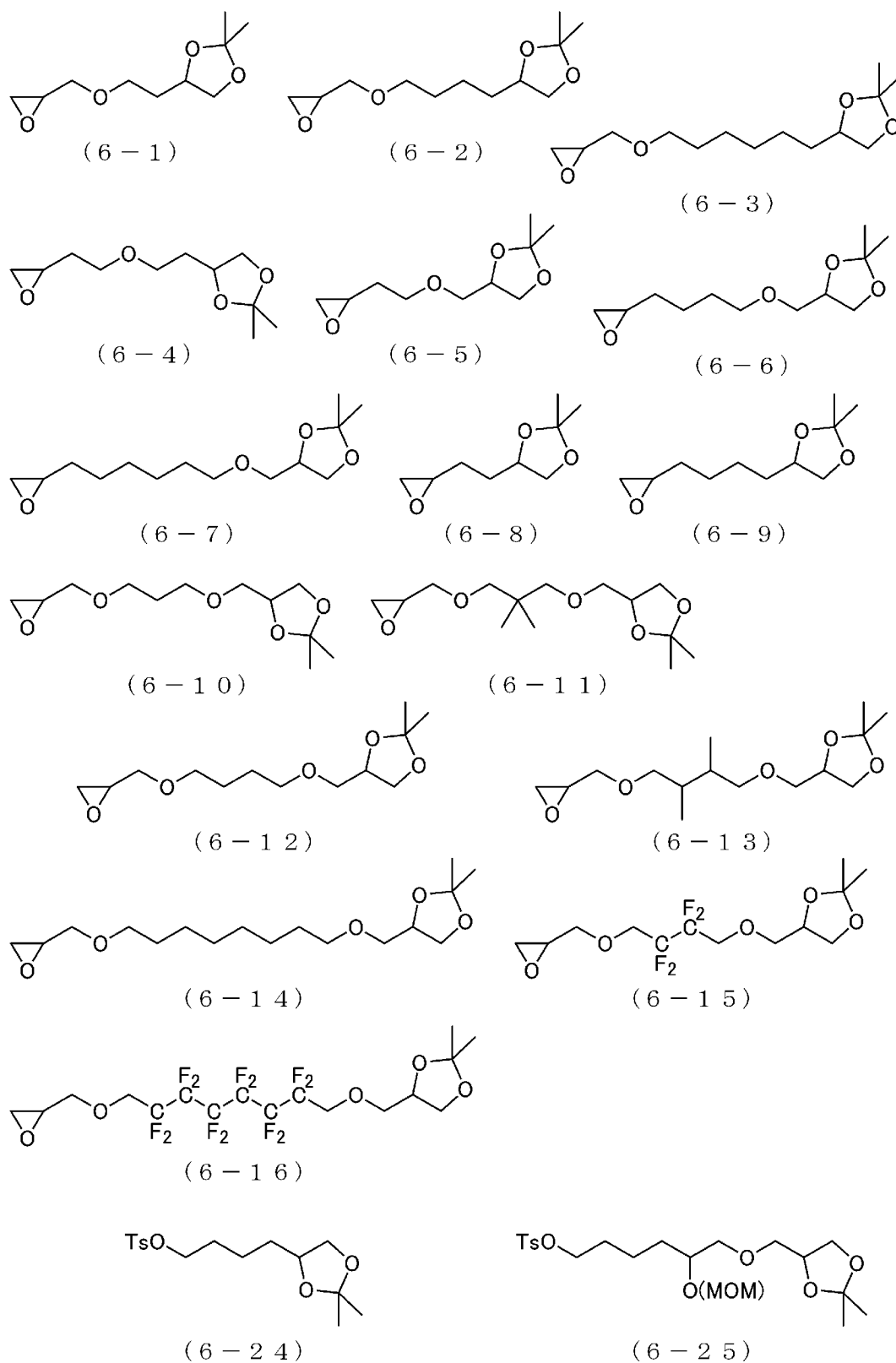
[0201] 上記フッ素系化合物と上記第１原料化合物とを反応させる場合、上記第１原料化合物の有する水酸基を適切な保護基を用いて保護してから、上記フッ素系化合物と反応させても良い。

１，２－ジオール構造の有する２つの水酸基が保護されている第１原料化合物であって、式（１）における R^1 に対応する基（= R^4 に対応する基）を有するエポキシ化合物としては、例えば、下記式（６－１）～（６－１６）で表される化合物などを用いることができる。

上記第１原料化合物として、エポキシ化合物に代えて、式（１）における R^1 に対応する基（= R^4 に対応する基）と脱離基を有する化合物（以下、単に「脱離基を有する化合物」と呼ぶ場合がある。）を用いてもよい。脱離基を有する化合物としては、下記式（６－２４）及び（６－２５）で表される化合物などを用いることができる。式（６－２４）及び（６－２５）において、 Ts はトシル基を表す。式（６－２５）において、 MOM はメトキシメチル基を表す。

[0202]

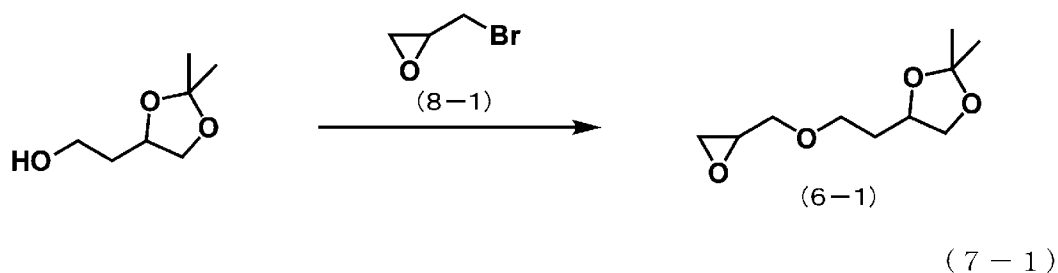
[化19]



[0203] 第1原料化合物の一例である式(6-1)で表されるエポキシ化合物は、

例えば、下記式（7-1）に示す方法を用いて製造できる。すなわち、 R^1 （ $=R^4$ ）の式（2）におけるXの一部（ X' ）とそれに結合した1, 2-ジオール構造（ $-X'-CH(OH)-CH_2OH$ ）に相当する部分を有するアルコール化合物と、式（2）におけるXの一部に対応する部分とエポキシ基を有するハロゲン化合物である式（8-1）で示されるエピブロモヒドリンとを反応させる方法を用いて製造できる。式（7-1）に示すように、アルコール化合物として、1, 2-ジオール構造の有する2つの水酸基が適切に保護されているものを用いてもよい。

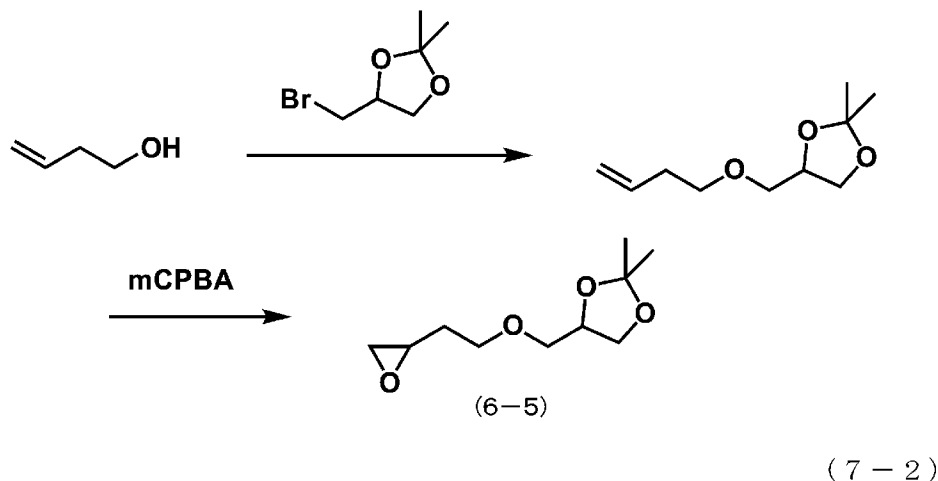
[0204] [化20]



[0205] また、第1原料化合物の他の例である式（6-5）で表されるエポキシ化合物は、例えば、下記式（7-2）に示す方法を用いて製造できる。すなわち、式（2）におけるXの一部に対応する部分とビニル基を有するアルコール化合物である3-ブテン-1-オールと、 R^1 （ $=R^4$ ）の式（2）におけるXの一部（ X' ）とそれに結合した1, 2-ジオール構造（ $-X'-CH(OH)-CH_2OH$ ）に相当する部分を有するハロゲン化合物（本実施形態では、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物）とを反応させる。その後、得られた化合物にm-クロロ過安息香酸（mCPBA）を作用させて酸化する方法を用いて製造できる。式（7-2）に示すように、ハロゲン化合物として、1, 2-ジオール構造の有する2つの水酸基が適切に保護されているものを用いてもよい。

[0206]

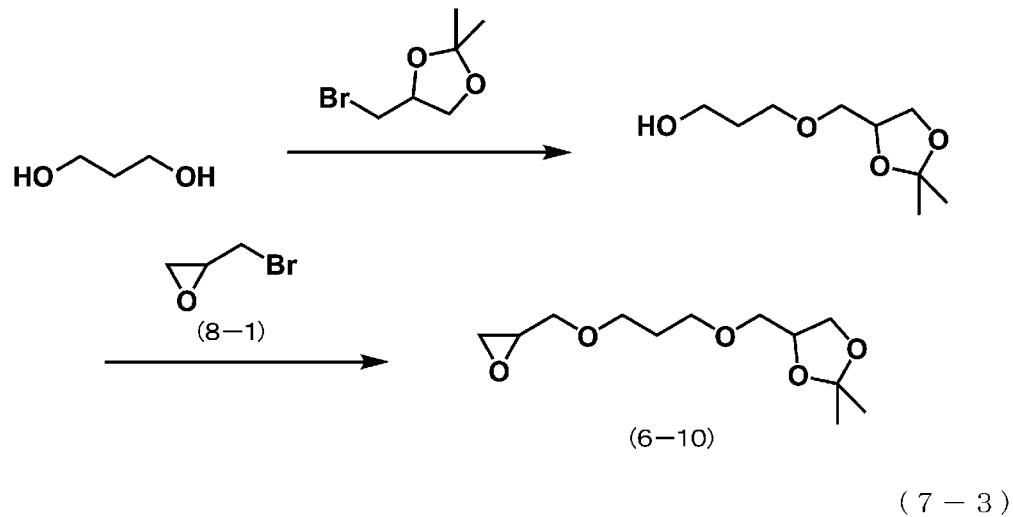
[化21]



[0207] また、第1原料化合物の他の例である式(6-10)で表されるエポキシ化合物は、例えば、下記式(7-3)に示す方法を用いて製造できる。すなわち、式(2)におけるXの一部に対応する部分を有するジオール化合物に対し、 $R^1 (=R^4)$ の式(2)におけるXの一部(X')とそれに結合した1,2-ジオール構造($-X'-CH(OH)-CH_2OH$)に相当する部分を有するハロゲン化合物(本実施形態では、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物)を反応させる。その後、得られたアルコール化合物と、式(2)におけるXの一部に対応する部分とエポキシ基を有するハロゲン化合物である式(8-1)で示されるエピブロモヒドリンとを反応させる方法を用いて製造できる。式(7-3)に示すように、ハロゲン化合物として、式(7-2)に示す方法において使用するハロゲン化合物と同様に、1,2-ジオール構造の有する2つの水酸基が適切に保護されているものを用いてもよい。

[0208]

[化22]



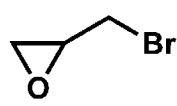
[0209] 第1原料化合物である R^1 に対応する基(= R^4 に対応する基)を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)は、市販品を購入して使用してもよい。

[0210] その後、上述した第一反応において生じた中間体化合物1の片方の末端に配置されたヒドロキシメチル基の水酸基と、式(1)における R^3 に対応する部分の一端にエポキシ基を有し、他端にハロゲンが結合している化合物、または式(1)における R^3 に対応する部分の両末端にエポキシ基を有する化合物(第2原料化合物)とを反応させる(第二反応)。

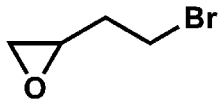
[0211] 第2原料化合物である、式(1)における R^3 に対応する部分の一端にエポキシ基を有し、他端にハロゲンが結合している化合物、または式(1)における R^3 に対応する部分の両末端にエポキシ基を有する化合物としては、例えば、下記式(8-1)～(8-12)で表される化合物などを用いることができる。下記式(8-7)中のTHPは、テトラヒドロピラニル基を表す。

[0212]

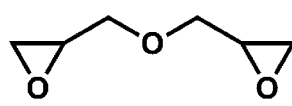
[化23]



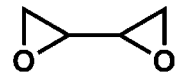
(8-1)



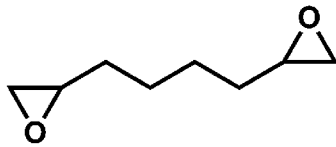
(8-2)



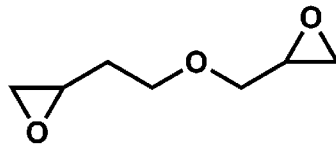
(8-3)



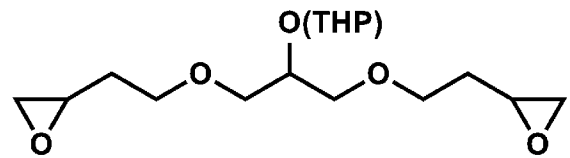
(8-4)



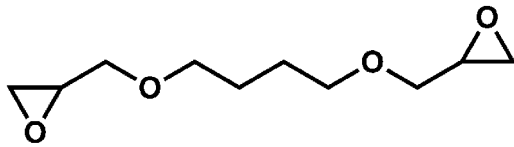
(8-5)



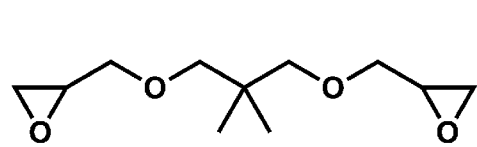
(8-6)



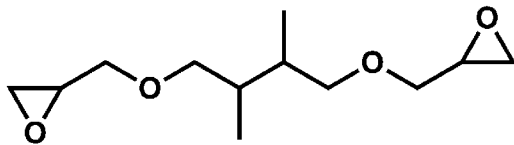
(8-7)



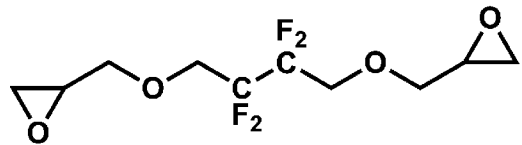
(8-8)



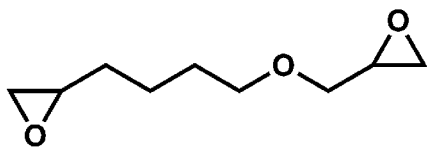
(8-9)



(8-10)



(8-11)



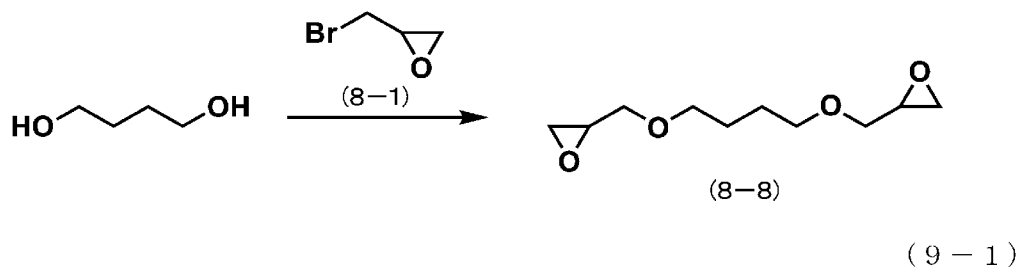
(8-12)

[0213] 第2原料化合物は、例えば、以下に示す方法を用いて製造できる。すなわち、 R^3 で表される連結基の一部に対応するジオールと、2倍モル量のエピブプロモヒドリンとを反応させる方法を用いて製造できる。

例えば、第2原料化合物の一例である式(8-8)で表される化合物を製造する場合、下記式(9-1)に示すように、1,4-ブタンジオールと、

2倍モル量の式(8-1)で示されるエピブロモヒドリンとを反応させる方法を用いて製造できる。

[0214] [化24]

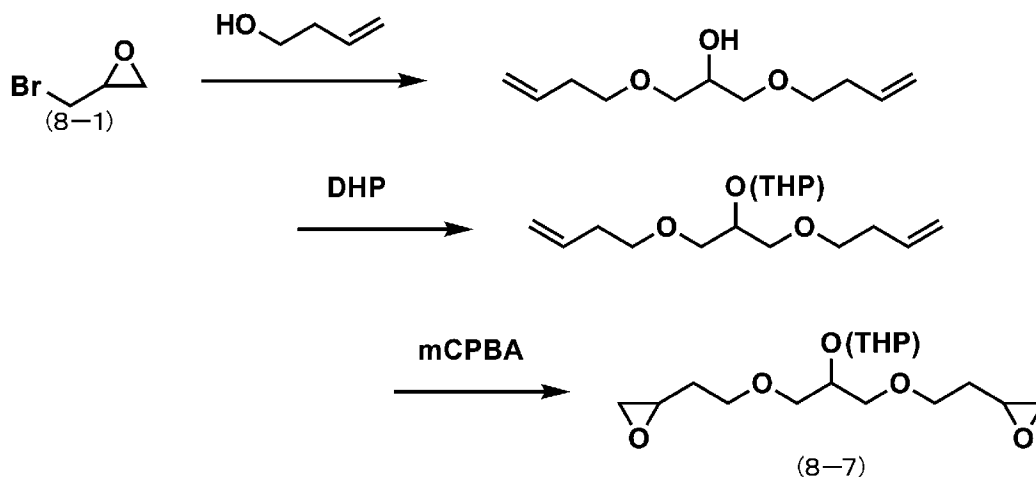


[0215] 第2原料化合物は、以下に示す方法を用いて製造してもよい。すなわち、 R^3 で表される連結基の一部に対応するエポキシ基を有するハロゲン化合物と、 R^3 で表される連結基の一部に対応するアルケニル基を有するアルコールとを付加反応させる。このとき、ハロゲン化合物の2倍モル量の、アルケニル基を有するアルコールを、ハロゲン化合物に対して反応させる。その後、得られた化合物を、m-クロロ過安息香酸(mCPBA)を作用させて酸化させる方法を用いて製造できる。付加反応により得られた化合物を、m-クロロ過安息香酸(mCPBA)を作用させて酸化させる前に、付加反応により生じた水酸基を公知の方法により保護してもよい。

[0216] 例えば、第2原料化合物の他の例である式(8-7)で表される化合物は、下記式(9-2)に示すように、式(8-1)で示されるエピブロモヒドリンと、その2倍モル量の3-ブテン-1-オールとを付加反応させた後、付加反応により生じた水酸基を、ジヒドロピラン(DHP)を用いて保護し、m-クロロ過安息香酸(mCPBA)を作用させて酸化させる方法を用いて製造できる。下記式(9-2)中におけるTHPはテトラヒドロピラニル基を表す。

[0217]

[化25]



(9 - 2)

[0218] 上記の第二反応の後に得られた化合物が、保護基を用いて保護された水酸基を有している場合、公知の方法を用いて、脱保護反応を行う。以上の工程を行うことにより、式(1)におけるxが1であって、R¹とR⁴とが同じであり、2つのR²が同じである含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0219] [第2製造方法(xが1である場合)]

(R¹とR⁴とが異なる、および/または、2つのR²が異なる場合)

まず、R¹側のR²に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端にそれぞれヒドロキシメチル基が配置されたフッ素系化合物の、片方の末端の水酸基と、R¹に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)を反応させて、中間体化合物1aを得る(第一反応)。

R¹に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)としては、例えば、上述した第1原料化合物から選ばれるいずれかの化合物などを用いることができる。

[0220] 次に、R⁴側のR²に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端にそれぞれヒドロキシメチル基が配置されたフッ素系化合物の、片方の末端の水酸基と、R⁴に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)を反応させて、中間体化合物1bを得る(第二反応)。

第2製造方法において、R¹とR⁴とが同じである(すなわち、R¹およびR

⁴が式(2)で表される同じ末端基である)含フッ素エーテル化合物を製造する場合には、R⁴に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)として、R¹に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)と同じ化合物を用いる。

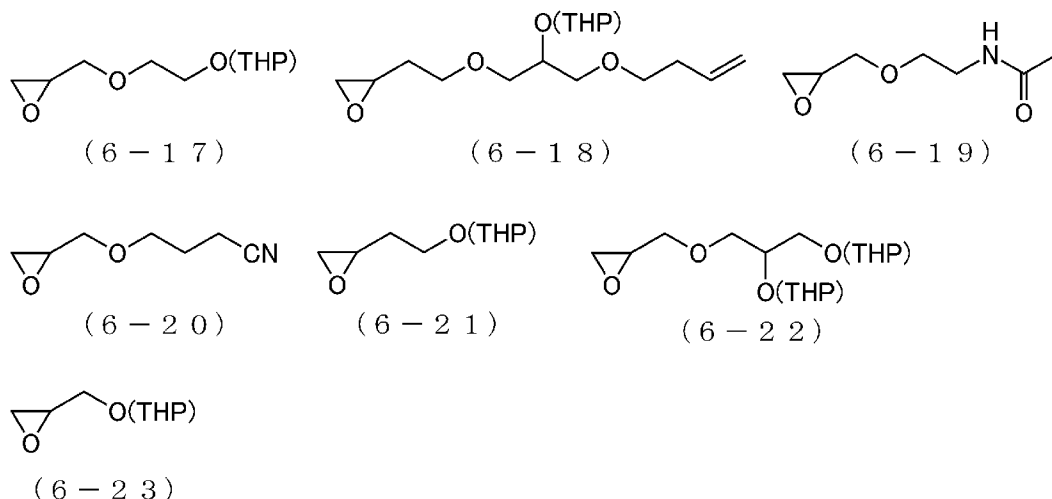
[0221] 第2製造方法において、R¹とR⁴とが異なり、R¹およびR⁴がいずれも式(2)で表される末端基である含フッ素エーテル化合物を製造する場合には、R⁴に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)として、例えば、上述した第1原料化合物から選ばれるいずれかの化合物であって、R¹に対応する基を有するエポキシ化合物(または脱離基を有する化合物)とは異なる化合物を用いることができる。

[0222] また、第2製造方法において、R¹とR⁴とが異なり、R¹が式(2)で表される末端基であって、R⁴が式(2)に該当しない末端基である(R¹とR⁴の一方のみが式(2)で表される末端基である)含フッ素エーテル化合物を製造する場合には、R⁴に対応する基を有するエポキシ化合物として、反応後に得られる中間体化合物1bのR⁴に対応する部分が、式(2)の一部に該当しないものとなるエポキシ化合物(第3原料化合物)を用いる。

第3原料化合物としては、例えば、下記式(6-17)~(6-23)で表されるエポキシ化合物を用いることができる。式(6-17)、(6-18)、(6-21)~(6-23)において、THPはテトラヒドロピラニル基を表す。

[0223]

[化26]



[0224] 次に、第一反応で得た中間体化合物 1 a と、上述した第 2 原料化合物から選ばれるいずれかの化合物とを反応させる。このことにより、 R^1 側の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の一方の末端に R^1 に対応する基を有し、他方の末端に R^3 に対応するエポキシ基を有する中間体化合物 2 a を製造する（第三反応）。

[0225] なお、第三反応において、第 2 原料化合物に代えて、式（1）における R^3 に対応する部分の一端にエポキシ基を有し、他端にアルケニル基が結合している化合物を使用し、生成した化合物の有する二重結合を酸化させて、エポキシ基を有する中間体化合物 2 a を製造してもよい。

続いて、第二反応で得た中間体化合物 1 b と、第三反応で得た中間体化合物 2 a とを反応させる（第四反応）。

[0226] 上記の第四反応の後に得られた化合物が、保護基を用いて保護された水酸基を有している場合、公知の方法を用いて、脱保護反応を行う。以上の工程を行うことにより、式（1）における x が 1 であって、 R^1 と R^4 とが異なる、および／または、2 つの R^2 が異なる含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0227] [第 3 製造方法（ x が 2 である場合）]

（ R^1 と R^4 が同じであり、2 つの R^3 が同じであり、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が同じである場合）

まず、第1製造方法と同様にして、 R^1 側および R^4 側の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の片方の末端に、 R^1 に対応する基（= R^4 に対応する基）を有する中間体化合物1を得る（第一反応）。

[0228] 次いで、式(1)における分子中央の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端に、それぞれヒドロキシメチル基（ $-CH_2OH$ ）が配置されたフッ素系化合物を用意する。次いで、前記フッ素系化合物の両末端に配置されたヒドロキシメチル基の水酸基と、上述した第2原料化合物から選ばれるいずれかの化合物とを反応させる。このことにより、分子中央の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端に R^3 に対応するエポキシ基を有する中間体化合物3aを得る（第二反応）。

[0229] なお、第二反応において、第2原料化合物に代えて、式(1)における R^3 に対応する部分の一端にエポキシ基を有し、他端にアルケニル基が結合している化合物を使用し、生成した化合物の有する二重結合を酸化させて、両末端にエポキシ基を有する中間体化合物3aを製造してもよい。

その後、第一反応で得た中間体化合物1の片方の末端に配置されたヒドロキシメチル基の水酸基と、前記中間体化合物3aの両末端に配置されたエポキシ基とを反応させる（第三反応）。

[0230] 上記の第三反応の後に得られた化合物が、保護基を用いて保護された水酸基を有している場合、公知の方法を用いて、脱保護反応を行う。以上の工程を行うことにより、式(1)における x が2であって、 R^1 と R^4 が同じであり、2つの R^3 が同じであり、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が同じである含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0231] [第4製造方法（ x が2である場合）]

（ R^1 側の R^3 と R^4 側の R^3 とが同じであり、 R^1 と R^4 とが異なる、および／または、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が異なる場合）

第3製造方法の第一反応において、中間体化合物1の代わりに、第2製造方法における中間体化合物1aと、中間体化合物1bとを得る。ついで、第3製造方法の第二反応と同様にして、中間体化合物3aを得る。そして、中

間体化合物 3 a の両末端に配置されたエポキシ基に対して、それぞれ中間体化合物 1 a と中間体化合物 1 b を順次反応させる。

[0232] 以上の工程の後に得られた化合物が、保護基を用いて保護された水酸基を有している場合、公知の方法を用いて、脱保護反応を行う。以上の工程を行うことにより、式 (1) における x が 2 であって、 R^1 側の R^3 と R^4 側の R^3 とが同じであり、 R^1 と R^4 とが異なる、および／または、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が異なる含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0233] [第 5 製造方法 (x が 2 である場合)]

(R^1 側の R^3 と R^4 側の R^3 とが異なり、 R^1 と R^4 とが同じであり、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が同じである場合)

第 3 製造方法の第二反応において、式 (1) における分子中央の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖の両末端に、それぞれヒドロキシメチル基 ($-CH_2OH$) が配置されたフッ素系化合物と、上述した第 2 原料化合物から選ばれる R^1 側の R^3 に対応する部分を有するいずれかの 1 種の化合物とを反応させる。そして、得られた化合物と、上述した第 2 原料化合物から選ばれる R^4 側の R^3 に対応する部分を有するいずれかの 1 種の化合物とを反応させ、中間体化合物 3 b を得る。

その後、中間体化合物 3 a に代えて、中間体化合物 3 b を用いること以外は、第 3 製造方法と同様にして、第三反応を実施する。

[0234] 上記の第三反応の後に得られた化合物が、保護基を用いて保護された水酸基を有している場合、公知の方法を用いて、脱保護反応を行う。以上の工程を行うことにより、式 (1) における x が 2 であって、 R^1 側の R^3 と R^4 側の R^3 とが異なり、 R^1 と R^4 とが同じであり、 R^1 側の R^2 と R^4 側の R^2 が同じである含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0235] 式 (1) における x が 2 であって、分子中央の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖が、 R^1 側の R^2 および／または R^4 側の R^2 と同じである含フッ素エーテル化合物、および異なる含フッ素エーテル化合物は、上述した第 3 製造方法～第 5 製造方法において使用する、分子中央の R^2 に対応するパー

フルオロポリエーテル鎖を有するフッ素系化合物の種類を適宜選択することにより製造できる。

したがって、式（１）における x が２である含フッ素エーテル化合物を製造する第３製造方法～第５製造方法において使用する、分子中央の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖を有するフッ素系化合物は、他の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖を有するフッ素系化合物と同じであっても良いし、異なっても良い。

[0236] また、本実施形態の含フッ素エーテル化合物の製造方法は、上述した第１製造方法～第５製造方法に限定されるものではなく、例えば、以下の方法を用いてもよい。

式（１）における R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖（ x が２の場合は、 R^1 側の R^2 および／または R^4 側の R^2 に対応するパーフルオロポリエーテル鎖）の両末端に、それぞれヒドロキシメチル基（ $-CH_2OH$ ）が配置されたフッ素系化合物を用意する。

[0237] 次に、上記フッ素系化合物の片方の末端に配置されたヒドロキシメチル基の水酸基と、末端にビニル基を有するハロゲン化合物とを反応させる。これにより、パーフルオロポリエーテル鎖を含む鎖状構造の片末端に、ビニル基を有する中間体化合物１cを得る。

その後、第１製造方法～第５製造方法における中間体化合物１、中間体化合物１a、または中間体化合物１bの代わりに、中間体化合物１cを用いて、第１製造方法～第５製造方法の最終反応まで行う。このことにより、パーフルオロポリエーテル鎖を含む鎖状構造の片末端もしくは両末端に、ビニル基を有する化合物を得る。

[0238] 続いて、得られた化合物の片末端もしくは両末端のビニル基を酸化することで、パーフルオロポリエーテル鎖を含む鎖状構造の片末端もしくは両末端に、エポキシ基を有する化合物を得る。その後、得られた化合物の片末端もしくは両末端に配置されたエポキシ基の開環反応を行うことにより、エポキシ基を１，２－ジオールに変換する。

以上の工程を行うことによって、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物を製造できる。

[0239] [磁気記録媒体用潤滑剤]

本実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤は、上記式（１）で表される含フッ素エーテル化合物を含む。

本実施形態の潤滑剤は、上記式（１）で表される含フッ素エーテル化合物を含むことによる特性を損なわない範囲内であれば、潤滑剤の材料として使用されている公知の材料を、必要に応じて混合して用いることができる。

[0240] 公知の材料の具体例としては、例えば、FOMBLIN（登録商標） ZDIAC、FOMBLIN ZDEAL、FOMBLIN AM-2001（以上Solvay Solexis社製）、Moresco A20H（Moresco社製）等が挙げられる。本実施形態の潤滑剤と混合して用いる公知の材料は、数平均分子量が1000～10000であることが好ましい。

[0241] 本実施形態の潤滑剤が、上記式（１）で表される含フッ素エーテル化合物の他の材料を含む場合、本実施形態の潤滑剤中の上記式（１）で表される含フッ素エーテル化合物の含有量は、70質量%以上であることが好ましく、90質量%以上であることがより好ましく、95質量%以上であることがさらに好ましい。

[0242] 本実施形態の潤滑剤は、上記式（１）で表される含フッ素エーテル化合物を含むため、優れた耐腐食性を有し、かつピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる。

[0243] [磁気記録媒体]

本実施形態の磁気記録媒体は、基板上に、少なくとも磁性層と、保護層と、潤滑層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では、基板と磁性層との間に、必要に応じて1層または2層以上の下地層を設けることができる。また、下地層と基板との間に、付着層および軟磁性層の少なくとも一方を設けることもできる。

[0244] 図1は、本発明の磁気記録媒体の一実施形態を示す概略断面図である。

本実施形態の磁気記録媒体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。

[0245] 「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。

[0246] 「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生じる、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、CrTi、NiAl、AlRu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。

[0247] 「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。

[0248] 第1軟磁性膜および第2軟磁性膜の材料としては、CoZrTa合金、CoFe合金などが挙げられる。

第1軟磁性膜および第2軟磁性膜に使用されるCoFe合金には、Zr、Ta、Nb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る。その結果、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。

[0249] 「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の配向および結晶サイズを制御する層である。

第1下地層14としては、例えば、Cr層、Ta層、Ru層、あるいはCrMo合金層、CoW合金層、CrW合金層、CrV合金層、CrTi合金層などからなるものが挙げられる。

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。

[0250] 「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、RuまたはRu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。

[0251] 「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とを含む層である。磁性層16は、SNR特性を改善するために、酸化物、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。

[0252] 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、下から順に積層された第 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。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。

[0253] 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、Pt 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。

[0254] 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。

[0255] 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、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。

[0256] 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、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 MgO 、 Y_2O_3 、 TiO_2 等を用いることができる。金属窒化物として、例えば、 AlN 、 Si_3N_4 、 TaN 、 CrN 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。

[0257] 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。磁性層16は、面内磁気記録の磁性層であってもよい。

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、従来公知のいかなる方法によって形成してもよい。磁性層16は、通常、スパッタリング法により形成される。

[0258] 「保護層」

保護層17は、磁性層16を保護する。保護層17は、1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の材料としては、炭素、窒素を含む炭素、炭化ケイ素などが挙げられる。保護層17としては、炭素系保護層を好ましく用いることができ、特にアモルファス炭素保護層が好ましい。保護層17が炭素系保護層であると、潤滑層18中の含フッ素エーテル化合物に含まれる極性基（特に水酸基）との相互作用が一層高まるため、好ましい。

[0259] 炭素系保護層と潤滑層18との付着力は、炭素系保護層を水素化炭素および／または窒素化炭素とし、炭素系保護層中の水素含有量および／または窒素含有量を調節することにより制御可能である。炭素系保護層中の水素含有量は、水素前方散乱法（HFS）で測定したときに3原子%～20原子%であることが好ましい。また、炭素系保護層中の窒素含有量は、X線光電子分光分析法（XPS）で測定したときに、4原子%～15原子%であることが好ましい。

[0260] 炭素系保護層に含まれる水素および／または窒素は、炭素系保護層全体に

均一に含有される必要はない。炭素系保護層は、例えば、保護層 17 の潤滑層 18 側に窒素を含有させ、保護層 17 の磁性層 16 側に水素を含有させた組成傾斜層とすることが好適である。この場合、磁性層 16 および潤滑層 18 と、炭素系保護層との付着力が、より一層向上する。

[0261] 保護層 17 の膜厚は、1 nm～7 nmであることが好ましい。保護層 17 の膜厚が1 nm以上であると、保護層 17 としての性能が十分に得られる。保護層 17 の膜厚が7 nm以下であると、保護層 17 の薄膜化の観点から好ましい。

[0262] 保護層 17 の成膜方法としては、炭素を含むターゲット材を用いるスパッタ法、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。

保護層 17 として炭素系保護層を形成する場合、例えば、DC マグネトロンスパッタリング法により成膜できる。特に、保護層 17 として炭素系保護層を形成する場合、プラズマ CVD 法により、アモルファス炭素保護層を成膜することが好ましい。プラズマ CVD 法により成膜したアモルファス炭素保護層は、表面が均一で、粗さが小さいものとなる。

[0263] 「潤滑層」

潤滑層 18 は、磁気記録媒体 10 の汚染を防止する。また、潤滑層 18 は、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。

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ている。潤滑層 18 は、保護層 17 上に上述した実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤を塗布することにより形成されたものである。したがって、潤滑層 18 は、上述の含フッ素エーテル化合物を含む。

[0264] 潤滑層 18 は、潤滑層 18 の下に配置されている保護層 17 が、炭素系保護層である場合、特に、保護層 17 と高い結合力で結合される。その結果、潤滑層 18 の厚みが薄くても、高い被覆率で保護層 17 の表面が被覆された磁気記録媒体 10 が得られやすくなり、磁気記録媒体 10 の表面の汚染を効

果的に防止できる。

[0265] 潤滑層 18 の平均膜厚は、 0.5 nm ($5\text{ \AA}$) $\sim$ 2.0 nm ($20\text{ \AA}$) であることが好ましく、 0.5 nm ($5\text{ \AA}$) $\sim$ 1.2 nm ($12\text{ \AA}$) 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。そのため、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 2.0 nm 以下にすることで、潤滑層 18 を十分に薄膜化でき、磁気ヘッドの浮上量を十分に小さくできる。

[0266] 「潤滑層の形成方法」

潤滑層 18 を形成する方法としては、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、乾燥させる方法が挙げられる。

[0267] 潤滑層形成用溶液は、上述の実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤を必要に応じて、溶媒に分散溶解させ、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、例えば、バートレル（登録商標）XF（商品名、三井デュポンフロロケミカル社製）、および／またはアサヒクリン（登録商標）AE-3000（商品名、AGC 社製）等のフッ素系溶媒等が挙げられる。

[0268] 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、スプレイ法、ペーパーコート法、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。

[0269] 本実施形態においては、潤滑層 18 を形成した基板 11 に熱処理を施すことが好ましい。熱処理を施すことにより、潤滑層 18 と保護層 17 との密着性が向上し、潤滑層 18 と保護層 17 との付着力が向上する。

熱処理温度は 100℃～180℃とすることが好ましく、100℃～160℃とすることがより好ましい。熱処理温度が 100℃以上であると、潤滑層 18 と保護層 17 との密着性を向上させる効果が十分に得られる。また、熱処理温度を 180℃以下にすることで、熱処理による潤滑層 18 の熱分解を防止できる。熱処理時間は、熱処理温度に応じて適宜調整でき、10分～120分とすることが好ましい。

[0270] 本実施形態においては、潤滑層 18 の保護層 17 に対する付着力をより一層向上させるために、熱処理前もしくは熱処理後の潤滑層 18 に、紫外線（UV）を照射する処理を行ってもよい。

[0271] 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 上に接して上述の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層 18 が形成されている。この潤滑層 18 は、膜厚が薄くても、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果が高い。よって、本実施形態の磁気記録媒体 10 は、信頼性、特に耐腐食性とピックアップ抑制、および耐久性に優れる。このことから、本実施形態の磁気記録媒体 10 は、磁気スペーシング低減に寄与することができ、磁気ヘッド浮上量を低く（例えば、10nm 以下）でき、用途の多様化に伴う厳しい環境下であっても、長期に亘って安定して動作する。したがって、本実施形態の磁気記録媒体 10 は、特に LUL（Load Unload）方式の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクとして好適である。

実施例

[0272] 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。

[0273] [实施例 1]

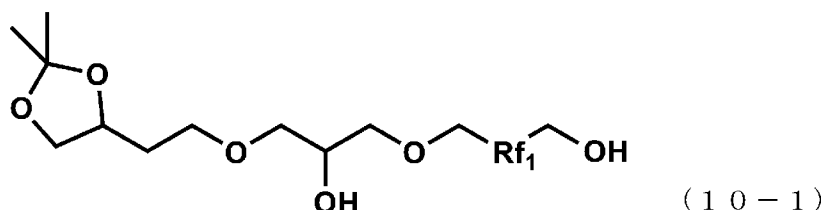
以下に示す方法により、上記式 (A A) で表される化合物を得た。

窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに $\text{HOCCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{OCF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ （式中の平均重合度を示す h は4.5であり、平均重合度を示す i は4.5である。）で表される化合物（数平均分子量1000、分子量分布1.1）12.5gと、上記式（6-1）で表される化合物（第1原料化合物）2.70gと、 t -ブタノール12mLとを仕込み、室温で均一になるまで攪拌し、混合物とした。この混合物にカリウム t -ブトキシド1.10gを加え、70℃で16時間攪拌して反応させた。

[0274] 式(6-1)で表される化合物は、式(7-1)に示す方法を用いて製造した。すなわち、1, 2, 4-ブタントリオールの1, 2-ジオール部位を、アセトンを用いて保護した。その後、得られた化合物の水酸基と式(8-1)で示されるエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0275] 反応後に得られた反応生成物を25℃に冷却し、水100mLを入れた分液漏斗に移し、酢酸エチル100mLで3回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、中間体化合物1として下記式(10-1)で示される化合物7.21gを得た。

[0276] [化,27]



(式(10-1)中の Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は4, 5を表し、平均重合度を示す i は4, 5を表す。)

[0277] 次に、窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに、上記で得られた中

間体化合物 1 である式 (10-1) で示される化合物 7. 21 g と、式 (8-1) で示されるエピブロモヒドリン (第 2 原料化合物) 0. 55 g と、*t*-ブタノール 10 mL とを仕込み、室温で均一になるまで攪拌した。この均一の液にカリウム *tert*-ブトキシドを 0. 72 g 加え、70℃で 23 時間攪拌して反応させた。

[0278] 反応後に得られた反応液を室温に戻し、10%塩化水素・メタノール溶液 (塩化水素-メタノール試薬 (5-10%) 東京化成工業株式会社製) 10 g を加え、室温で 4 時間攪拌した。その後、反応液を飽和重曹水 25 mL が入った分液漏斗に少しずつ移し、酢酸エチル 50 mL で 2 回抽出した。有機層を食塩水 25 mL、飽和重曹水 25 mL、食塩水 25 mL の順で洗浄し、無水硫酸ナトリウムによる脱水を行った。乾燥剤を濾別後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製して、化合物 (AA) (式 (AA) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4. 5 を表し、平均重合度を示す i は 4. 5 を表す。) を 3. 58 g 得た。

[0279] 得られた化合物 (AA) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1. 65-1. 85 (4 H)、3. 40-3. 85 (32 H)、3. 85-4. 10 (8 H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55. 5~-51. 5 (18 F)、-78. 5 (4 F)、-80. 5 (4 F)、-91. 0~-88. 5 (36 F)

[0280] [実施例 2]

以下に示す方法により、上記式 (AB) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-2) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (AB) (式 (AB) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4. 5 を表

し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.61 g 得た。

[0281] 式 (6-2) で表される化合物は、1, 2, 6-ヘキサントリオールの 1, 2-ジオール部位を、アセトンを用いて保護した後、6 位の水酸基とエピブROMOヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0282] 得られた化合物 (AB) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.40–1.85 (12H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18F)、–78.5 (4F)、–80.5 (4F)、–91.0 ~ –88.5 (36F)

[0283] [実施例 3]

以下に示す方法により、上記式 (AC) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-4) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (AC) (式 (AC) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.53 g 得た。

[0284] 式 (6-4) で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、1, 2, 4-ブタントリオールの 1, 2-ジオール部位を、アセトンを用いて保護した。その後、4 位の水酸基を臭素化し、3-ブテン-1-オールと反応させた。このことによって得られた化合物のビニル基を、mCPBA (m-クロロ過安息香酸) を用いて酸化した。以上の工程により、式 (6-4) で表される化合物を合成した。

[0285] 得られた化合物 (AC) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (8H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0 ~ -88.5 (36F)

[0286] [実施例4]

以下に示す方法により、上記式 (AD) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-5) で表される化合物 (第1原料化合物) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (AD) (式 (AD) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を3.67g得た。

[0287] 式 (6-5) で表される化合物は、式 (7-2) に示す方法を用いて製造した。すなわち、3-ブテン-1-オールと、ソルケタール (2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキソラン-4-メタノール) の水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させ、得られた化合物のビニル基を、mCPBAを用いて酸化することにより合成した。

[0288] 得られた化合物 (AD) の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (4H)、3.40-3.85 (32H)、3.85-4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0 ~ -88.5 (36F)

[0289] [実施例5]

以下に示す方法により、上記式 (AE) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-6) で表される化合物 (第1原料化合物) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (AE) (式 (AE) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表

し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.52 g 得た。

[0290] 式 (6-6) で表される化合物は、5-ヘキセン-1-オールと、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させ、得られた化合物のビニル基を、mCPBA を用いて酸化することにより合成した。

[0291] 得られた化合物 (AE) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.40–1.85 (12H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18F)、–78.5 (4F)、–80.5 (4F)、–91.0 ~ –88.5 (36F)

[0292] [実施例 6]

以下に示す方法により、上記式 (AF) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-8) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (AF) (式 (AF) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.43 g 得た。

[0293] 式 (6-8) で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、1,2-エポキシ-5-ヘキセンのエポキシ基を、希硫酸を用いて開環した。生成した化合物の 1,2-ジオール部位を、アセトンを用いて保護した。その後、得られた化合物のビニル基を、mCPBA を用いて酸化することにより合成した。

[0294] 得られた化合物 (AF) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (8H)、3.40–3.85 (24H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51

. 5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)

[0295] [実施例 7]

以下に示す方法により、上記式 (AG) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-9) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (AG) (式 (AG) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.15 g 得た。

[0296] 式 (6-9) で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、1,7-オクタジエンの片方のビニル基を、mCPBA を用いて酸化した。これにより生じたエポキシ基を、希硫酸を用いて開環した。生成した化合物の 1,2-ジオール部位を、アセトンを用いて保護した。その後、得られた化合物のビニル基を、mCPBA を用いて酸化することにより合成した。

[0297] 得られた化合物 (AG) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.40-1.85 (16 H)、3.40-3.85 (24 H)、3.85-4.10 (8 H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)

[0298] [実施例 8]

以下に示す方法により、上記式 (AH) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-10) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (AH) (式 (AH) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を

表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.91 g 得た。

[0299] 式 (6-10) で表される化合物は、式 (7-3) に示す方法を用いて製造した。すなわち、1,3-プロパンジオールの片方の水酸基と、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させた。その後、生成したアルコール化合物の水酸基と、式 (8-1) で示されるエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0300] 得られた化合物 (A H) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4 H)、3.40–3.85 (4 OH)、3.85–4.10 (8 H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18 F)、–78.5 (4 F)、–80.5 (4 F)、–91.0 ~ –88.5 (36 F)

[0301] [実施例 9]

以下に示す方法により、上記式 (A I) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-11) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (A I) (式 (A I) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.72 g 得た。

[0302] 式 (6-11) で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、2,2-ジメチルー1,3-プロパンジオールの片方の水酸基と、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させた。その後、生成したアルコール化合物の水酸基と、エピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0303] 得られた化合物 (A I) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.20–1.25

(1.2 H)、3.40–3.85 (4 OH)、3.85–4.10 (8 H)
 ^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18 F)、–78.5 (4 F)、–80.5 (4 F)、–91.0 ~ –88.5 (36 F)

[0304] [実施例10]

以下に示す方法により、上記式(AJ)で表される化合物を得た。

式(6-1)で表される化合物の代わりに、式(6-12)で表される化合物(第1原料化合物)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物(AJ)(式(AJ)中の2つの Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)を3.43 g得た。

[0305] 式(6-12)で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、1,4-ブタンジオールの片方の水酸基と、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させた。その後、生成したアルコール化合物の水酸基と、エピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0306] 得られた化合物(AJ)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (8 H)、3.40–3.85 (4 OH)、3.85–4.10 (8 H)
 ^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18 F)、–78.5 (4 F)、–80.5 (4 F)、–91.0 ~ –88.5 (36 F)

[0307] [実施例11]

以下に示す方法により、上記式(AK)で表される化合物を得た。

式(6-1)で表される化合物の代わりに、式(6-13)で表される化合物(第1原料化合物)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物(AK)(式(AK)中の2つの Rf_1 は、上記式(5-1)で表され

るPFPE鎖である。2つのRf₁において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を3.61g得た。

[0308] 式(6-13)で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、2,3-ジメチル-1,4-ブタンジオールの片方の水酸基と、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させた。その後、生成したアルコール化合物の水酸基と、エピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0309] 得られた化合物(AK)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.20-1.25 (12H)、1.65-1.85 (4H)、3.40-3.85 (40H)、3.85-4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0~-88.5 (36F)

[0310] [実施例12]

以下に示す方法により、上記式(AL)で表される化合物を得た。

式(6-1)で表される化合物の代わりに、式(6-15)で表される化合物(第1原料化合物)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物(AL)(式(AL)中の2つのRf₁は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つのRf₁において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を4.21g得た。

[0311] 式(6-15)で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。すなわち、2,2,3,3-テトラフルオロ-1,4-ブタンジオールの片方の水酸基と、ソルケタールの水酸基を臭素化したハロゲン化合物とを反応させた。その後、生成したアルコール化合物の水酸基と、エピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0312] 得られた化合物(AL)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以

下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (16H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18F)、–78.5 (4F)、–80.5 (4F)、–91.0 ~ –88.5 (36F)、–128.5 ~ 130.0 (8F)

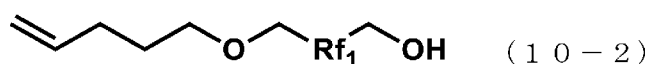
[0313] [実施例13]

以下に示す方法により、上記式 (AM) で表される化合物を得た。

窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中の平均重合度を示すhは4.5であり、平均重合度を示すiは4.5である。) で表される化合物 (数平均分子量1000、分子量分布1.1) 15gと、1-ブロモ-4-ペンテン 4.50gと、N,N-ジメチルホルムアミド30mLとを仕込み、室温で均一になるまで攪拌し、混合物とした。この混合物に水素化ナトリウム (純度60%、ミネラルオイル含) 1.20gを加え、70℃で16時間攪拌して反応させた。

[0314] 反応後に得られた反応生成物を25℃に冷却し、水50mLを入れた分液漏斗に移し、酢酸エチル100mLで3回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、中間体化合物1cとして下記式 (10-2) で示される化合物6.81gを得た。

[0315] [化28]



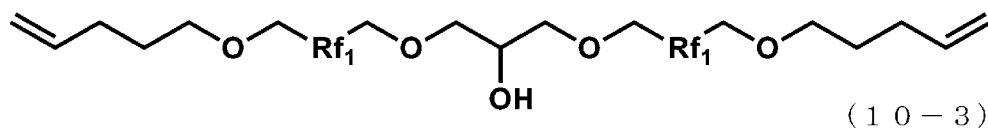
(式 (10-2) 中の Rf_1 は、上記式 (5-1) で表されるPFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)

[0316] 次に、窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに、上記で得られた中

間体化合物 1 c である式 (10-2) で示される化合物 6.81 g と、エピブROMヒドリン 0.58 g と、t-ブタノール 10 mL とを仕込み、室温で均一になるまで攪拌した。この均一の液にカリウム t e r t -ブトキシドを 0.76 g 加え、70℃で23時間攪拌して反応させた。

[0317] 反応後に得られた反応生成物を25℃に冷却し、水50 mLを入れた分液漏斗に移し、酢酸エチル100 mLで3回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、間体化合物として下記式 (10-3) で示される化合物 4.85 g を得た。

[0318] [化29]



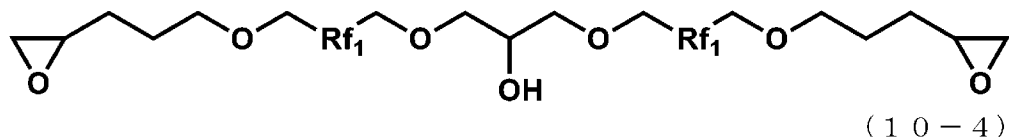
(式 (10-3) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)

[0319] 続いて、窒素ガス雰囲気下で100 mLナスフラスコに、上記で得られた間体化合物である式 (10-3) で示される化合物 4.85 g と、塩化メチレン20 mL と、mCPBA (純度73%、含水) 2.45 g とを仕込み、室温で16時間攪拌して反応させた。

反応後に得られた反応液に亜硫酸ナトリウム2.50 gの水溶液50 mLを加えて過剰のmCPBAを失活させた。生じた固体を濾別した後、分液漏斗に移し、塩化メチレン100 mLで3回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、間体化合物として下記式 (10-4) で示される化合物 4.14 g を得た。

[0320]

[化30]



(式(10-4)中の2つの Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)

[0321] 続いて、窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに、上記で得られた中間体化合物である式(10-4)で示される化合物4.14gと、アセトン20mLと、10%希硫酸20mLとを仕込み、室温で16時間攪拌して反応させた。

[0322] 反応後に得られた反応液に飽和重曹水20mLを加えて中和し、生じた固体を濾別した。その後、分液漏斗に移し、酢酸エチル100mLで3回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製して、化合物(AM)(式(AM)中の2つの Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)を3.63g得た。

[0323] 得られた化合物(AM)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (8H)、3.40–3.85 (20H)、3.85–4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18F)、–78.5 (4F)、–80.5 (4F)、–91.0 ~ –88.5 (36F)

[0324] [実施例14]

以下に示す方法により、上記式(AN)で表される化合物を得た。

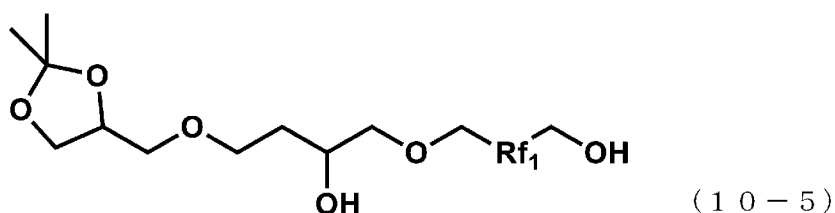
(第一反応)

実施例 1 の第一反応と同様な操作を行い、中間体化合物 1 a として上記式 (10-1) で示される化合物 7. 25 g を得た。

[0325] (第二反応)

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-5) で表される化合物 (第 1 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 の第一反応と同様な操作を行い、中間体化合物 1 b として下記式 (10-5) で示される化合物 7. 19 g を得た。

[0326] [化31]



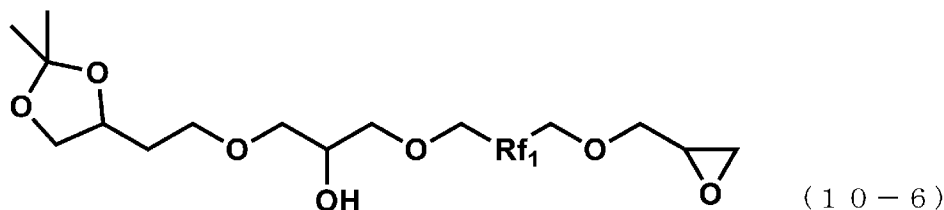
(式 (10-5) 中の Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。)

[0327] 続いて、窒素ガス雰囲気下で 100 mL ナスフラスコに、上記で得られた中間体化合物 1 a である式 (10-1) で示される化合物 7. 25 g と、式 (8-1) で示されるエピブロモヒドリン (第 2 原料化合物) 4.50 g と、N, N-ジメチルホルムアミド 30 mL とを仕込み、室温で均一になるまで攪拌し、混合物とした。この混合物に水素化ナトリウム (純度 60%、ミネラルオイル含) 0.25 g を加え、室温で 16 時間攪拌して反応させた。

[0328] 反応後に得られた反応生成物を 25℃ に冷却し、水 50 mL を入れた分液漏斗に移し、酢酸エチル 100 mL で 3 回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、中間体化合物 2 a として下記式 (10-6) で示される化合物 4.81 g を得た。

[0329]

[化32]



(式(10-6)中の Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)

[0330] 続いて、窒素ガス雰囲気下で100mLナスフラスコに、上記で得られた中間体化合物2aである式(10-6)で示される化合物4.81gと、中間体化合物1bである式(10-5)で示される化合物7.19gと、*t*-ブタノール20mLとを仕込み、室温で均一になるまで攪拌し、混合物とした。この混合物にカリウム*tert*-ブトキシド0.61gを加え、70℃で16時間攪拌して反応させた。

[0331] 反応後に得られた反応液を室温に戻し、10%塩化水素・メタノール溶液(塩化水素-メタノール試薬(5-10%)東京化成工業株式会社製)50gを加え、室温で4時間攪拌した。その後、反応液を飽和重曹水100mLが入った分液漏斗に少しずつ移し、酢酸エチル200mLで2回抽出した。有機層を食塩水100mL、飽和重曹水100mL、食塩水100mLの順で洗浄し、無水硫酸ナトリウムによる脱水を行った。乾燥剤を濾別後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製して、化合物(AN)(式(AN)中の Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)を4.21g得た。

[0332] 得られた化合物(AN)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0 ~ -88.5 (36F)

[0333] [実施例 15]

以下に示す方法により、上記式 (A O) で表される化合物を得た。

式 (6-5) で表される化合物の代わりに、式 (6-17) で表される化合物 (第3原料化合物) を用いたこと以外は実施例 14 と同様な操作を行い、化合物 (A O) (式 (A O) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.51 g 得た。

[0334] 式 (6-17) で表される化合物は、エチレングリコールモノアリルエーテルの水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護した後、ビニル基を mCPBA で酸化することにより合成した。

[0335] 得られた化合物 (A O) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65 ~ 1.85 (2H)、3.40 ~ 3.85 (30H)、3.85 ~ 4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0 ~ -88.5 (36F)

[0336] [実施例 16]

以下に示す方法により、上記式 (A P) で表される化合物を得た。

式 (6-5) で表される化合物の代わりに、式 (6-18) で表される化合物 (第3原料化合物) を用いたこと以外は実施例 14 と同様な操作を行い、化合物 (A P) (式 (A P) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.66 g 得た。

[0337] 式 (6-18) で表される化合物は、以下に示す方法により製造した。す

なわち、エピクロロヒドリンとその2倍モル量の3-ブテン-1-オールとを反応させた。その後、この反応により生じた水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護し、一方のビニル基をmCPBAで酸化することにより合成した。

[0338] 得られた化合物(A P)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4 H)、3.40–3.85 (33 H)、3.85–4.10 (8 H)、5.20–5.80 (3 H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18 F)、–78.5 (4 F)、–80.5 (4 F)、–91.0 ~ –88.5 (36 F)

[0339] [実施例17]

以下に示す方法により、上記式(A Q)で表される化合物を得た。

式(6-5)で表される化合物の代わりに、式(6-19)で表される化合物(第3原料化合物)を用いたこと以外は実施例14と同様な操作を行い、化合物(A Q) (式(A Q)中の2つの Rf_1 は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。)を3.42 g得た。

[0340] 式(6-19)で表される化合物は、2-アセトアミドエタノールの水酸基とエピブクロヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0341] 得られた化合物(A Q)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (2 H)、1.90 (3 H)、3.40–3.85 (29 H)、3.85–4.10 (8 H)、6.70–6.80 (1 H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18 F)、–78.5 (4 F)、–80.5 (4 F)、–91.0 ~

− 88.5 (36F)

[0342] [実施例 18]

以下に示す方法により、上記式 (AR) で表される化合物を得た。

式 (6-5) で表される化合物の代わりに、式 (6-20) で表される化合物 (第3原料化合物) を用いたこと以外は実施例 14 と同様な操作を行い、化合物 (AR) (式 (AR) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.78 g 得た。

[0343] 式 (6-20) で表される化合物は、3-シアノプロパノールの水酸基とエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0344] 得られた化合物 (AR) の ^1H-NMR および $^{19}F-NMR$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H-NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、1.90–2.00 (2H)、3.40–3.85 (27H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}F-NMR$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = −55.5 ~ −51.5 (18F)、−78.5 (4F)、−80.5 (4F)、−91.0 ~ −88.5 (36F)

[0345] [実施例 19]

以下に示す方法により、上記式 (AS) で表される化合物を得た。

式 (6-5) で表される化合物の代わりに、式 (6-21) で表される化合物 (第3原料化合物) を用いたこと以外は実施例 14 と同様な操作を行い、化合物 (AS) (式 (AS) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.44 g 得た。

[0346] 式 (6-21) で表される化合物は、3-ブテン-1-オールの水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護した後、ビニル基を mCPBA で酸化することにより合成した。

[0347] 得られた化合物 (A S) の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (a c e t o n e - D₆) : δ [p p m] = 1. 6 5 - 1. 8 5 (4 H)、3. 4 0 - 3. 8 5 (2 6 H)、3. 8 5 - 4. 1 0 (8 H)

¹⁹F-NMR (a c e t o n e - D₆) : δ [p p m] = - 5 5. 5 ~ - 5 1. 5 (1 8 F)、- 7 8. 5 (4 F)、- 8 0. 5 (4 F)、- 9 1. 0 ~ - 8 8. 5 (3 6 F)

[0348] [実施例 2 0]

以下に示す方法により、上記式 (A T) で表される化合物を得た。

式 (6 - 5) で表される化合物の代わりに、式 (6 - 2 2) で表される化合物 (第 3 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 4 と同様な操作を行い、化合物 (A T) (式 (A T) 中の 2 つの R f₁ は、上記式 (5 - 1) で表される P F P E 鎖である。2 つの R f₁ において、平均重合度を示す h は 4. 5 を表し、平均重合度を示す i は 4. 5 を表す。) を 3. 3 2 g 得た。

[0349] 式 (6 - 2 2) で表される化合物は、3 - アリルオキシ - 1, 2 - プロパンジオールの 2 つの水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護した後、ビニル基を m C P B A で酸化することにより合成した。

[0350] 得られた化合物 (A T) の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (a c e t o n e - D₆) : δ [p p m] = 1. 6 5 - 1. 8 5 (2 H)、3. 4 0 - 3. 8 5 (3 2 H)、3. 8 5 - 4. 1 0 (8 H)

¹⁹F-NMR (a c e t o n e - D₆) : δ [p p m] = - 5 5. 5 ~ - 5 1. 5 (1 8 F)、- 7 8. 5 (4 F)、- 8 0. 5 (4 F)、- 9 1. 0 ~ - 8 8. 5 (3 6 F)

[0351] [実施例 2 1]

以下に示す方法により、上記式 (B A) で表される化合物を得た。

エピプロモヒドリンの代わりに、式 (8 - 2) で表される化合物 (第 2 原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (B A

) (式(BA)中の2つのR_{f1}は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つのR_{f1}において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を3.21g得た。

[0352] 得られた化合物(BA)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (6H)、3.40-3.85 (32H)、3.85-4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0~-88.5 (36F)

[0353] [実施例22]

以下に示す方法により、上記式(BB)で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式(8-3)で表される化合物(第2原料化合物)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物(BB)(式(BB)中の2つのR_{f1}は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。2つのR_{f1}において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を2.96g得た。

[0354] 得られた化合物(BB)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (4H)、3.40-3.85 (38H)、3.85-4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0~-88.5 (36F)

[0355] [実施例23]

以下に示す方法により、上記式(BC)で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式(8-4)で表される化合物(第2原料化合物)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物(BC

) (式 (BC) 中の2つのR_{f1}は、上記式 (5-1) で表されるPFPE鎖である。2つのR_{f1}において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。) を3.04 g得た。

[0356] 得られた化合物 (BC) の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (4H)、3.40-3.85 (34H)、3.85-4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0~-88.5 (36F)

[0357] [実施例24]

以下に示す方法により、上記式 (BD) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-5) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (BD) (式 (BD) 中の2つのR_{f1}は、上記式 (5-1) で表されるPFPE鎖である。2つのR_{f1}において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。) を3.43 g得た。

[0358] 得られた化合物 (BD) の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (8H)、3.40-3.85 (34H)、3.85-4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (18F)、-78.5 (4F)、-80.5 (4F)、-91.0~-88.5 (36F)

[0359] [実施例25]

以下に示す方法により、上記式 (BE) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-6) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (BE

) (式 (B E) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される P F P E 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を3.61 g 得た。

[0360] 式 (8-6) で表される化合物は、3-ブテン-1-オールとエピブロモヒドリンとを反応させた後、ビニル基を m C P B A で酸化することにより合成した。

[0361] 得られた化合物 (B E) の ^1H-NMR および $^{19}F-NMR$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H-NMR (a c e t o n e - D_6) : δ [p p m] = 1.65-1.85 (6 H)、3.40-3.85 (38 H)、3.85-4.10 (8 H)

$^{19}F-NMR$ (a c e t o n e - D_6) : δ [p p m] = -55.5~-51.5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0~-88.5 (36 F)

[0362] [実施例 26]

以下に示す方法により、上記式 (B F) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-7) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (B F) (式 (B F) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される P F P E 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を3.20 g 得た。

[0363] 式 (8-7) で表される化合物は、式 (9-2) に示す方法を用いて製造した。すなわち、式 (8-1) で示されるエピブロモヒドリンと、その2倍モル量の3-ブテン-1-オールを反応させた後、生じた水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護し、両末端のビニル基を m C P B A で酸化することにより合成した。

[0364] 得られた化合物 (B F) の ^1H-NMR および $^{19}F-NMR$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H-NMR (a c e t o n e - D_6) : δ [p p m] = 1.65-1.85

(8 H)、3.40–3.85 (44 H)、3.85–4.10 (8 H)
 ^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)

[0365] [実施例 27]

以下に示す方法により、上記式 (BG) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-8) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (BG) (式 (BG) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を3.41 g 得た。

[0366] なお、式 (8-8) で表される化合物は、式 (9-1) に示す方法を用いて製造した。すなわち、1,4-ブタンジオールと、その2倍モル量の式 (8-1) で示されるエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0367] 得られた化合物 (BG) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (8 H)、3.40–3.85 (42 H)、3.85–4.10 (8 H)
 ^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)

[0368] [実施例 28]

以下に示す方法により、上記式 (BH) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-9) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (BH) (式 (BH) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重

合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.37 g 得た。

[0369] 式 (8-9) で表される化合物は、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオールと、その2倍モル量のエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0370] 得られた化合物 (BH) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.20–1.25 (6H)、1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (42H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (18F)、–78.5 (4F)、–80.5 (4F)、–91.0 ~ –88.5 (36F)

[0371] [実施例 29]

以下に示す方法により、上記式 (BI) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-10) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (BI) (式 (BI) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.58 g 得た。

式 (8-10) で表される化合物は、2,3-ジメチル-1,4-ブタンジオールと、その2倍モル量のエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0372] 得られた化合物 (BI) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.20–1.25 (6H)、1.65–1.85 (6H)、3.40–3.85 (42H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51

. 5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)

[0373] [実施例30]

以下に示す方法により、上記式 (BJ) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-11) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (BJ) (式 (BJ) 中の2つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を3.97 g 得た。

式 (8-11) で表される化合物は、2, 2, 3, 3-テトラフルオロ-1, 4-ブタンジオールと、その2倍モル量のエピブロモヒドリンとを反応させることにより合成した。

[0374] 得られた化合物 (BJ) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (4 H)、3.40-3.85 (38 H)、3.85-4.10 (12 H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5 ~ -51.5 (18 F)、-78.5 (4 F)、-80.5 (4 F)、-91.0 ~ -88.5 (36 F)、-128.5 ~ 130.0 (4 F)

[0375] [実施例31]

以下に示す方法により、上記式 (BK) で表される化合物を得た。

$HOCH_2CF_2O(CF_2CF_2O)_h(CF_2O)_iCF_2CH_2OH$ で表される化合物の代わりに、 $HOCH_2CF_2CF_2O(CF_2CF_2CF_2O)_jCF_2CF_2CH_2OH$ (式中の平均重合度を示す j は4.5である。) で表される化合物 (数平均分子量1000、分子量分布1.1) を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物 (BK) (式 (BK) 中の2つの Rf_2 は、上記式 (5-2) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_2 において、平均重合度を示す j は4.5を表す。) を3.48 g 得た。

[0376] 得られた化合物（BK）の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (4H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –84.0～–83.0 (36F)、–86.4 (8F)、–124.3 (8F)、–130.0～–129.0 (18F)

[0377] [実施例32]

以下に示す方法により、上記式（BL）で表される化合物を得た。

$\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ で表される化合物の代わりに、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_k\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ （式中の平均重合度を示すkは3.0である。）で表される化合物（数平均分子量1000、分子量分布1.1）を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物（BL）（式（BL）中の Rf_3 は、上記式（5-3）で表されるPFPE鎖である。 Rf_3 において、平均重合度を示すkは3.0を表す。）を3.38g得た。

[0378] 得られた化合物（BL）の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (4H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = –84.0～–83.0 (32F)、–122.5 (8F)、–126.0 (24F)、–129.0～–128.0 (8F)

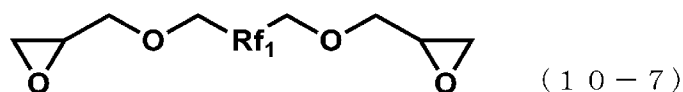
[0379] [実施例33]

以下に示す方法により、上記式（CA）で表される化合物を得た。

$\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ （式中の平均重合度を示すhは4.5であり、平均重合度を示すiは4.5である。）で表される化合物（数平均分子量1000、分子量分布1.1）と、エ

エピプロモヒドリン（第2原料化合物）とを反応させて、中間体化合物3aとして下記式（10-7）で表される化合物を得た。

[0380] [化33]



（式（10-7）中の Rf_1 は、上記式（5-1）で表されるPFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。）

[0381] 続いて、実施例1における式（10-1）で表される化合物とエピプロモヒドリンとの反応において、エピプロモヒドリンの代わりに中間体化合物3aである式（10-7）で表される化合物を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行い、化合物（CA）（式（CA）中の3つの Rf_1 は、上記式（5-1）で表されるPFPE鎖である。3つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。）を4.75g得た。

[0382] 得られた化合物（CA）の ^1H-NMR および $^{19}F-NMR$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H-NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (38H)、3.85–4.10 (12H)

$^{19}F-NMR$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (27F)、–78.5 (6F)、–80.5 (6F)、–91.0 ~ –88.5 (54F)

[0383] [実施例34]

以下に示す方法により、上記式（CB）で表される化合物を得た。

実施例1において式（10-1）で表される化合物を製造する際に、式（6-1）で表される化合物の代わりに、式（6-5）で表される化合物（第1原料化合物）を用いたこと以外は実施例33と同様な操作を行い、化合物（CB）（式（CB）中の3つの Rf_1 は、上記式（5-1）で表されるPF

PE鎖である。3つのRf₁において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を4.51g得た。

[0384] 得られた化合物(CB)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (38H)、3.85–4.10 (12H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (27F)、–78.5 (6F)、–80.5 (6F)、–91.0 ~ –88.5 (54F)

[0385] [実施例35]

以下に示す方法により、上記式(CC)で表される化合物を得た。

実施例1において式(10-1)で表される化合物を製造する際に、式(6-1)で表される化合物の代わりに、式(6-8)で表される化合物(第1原料化合物)を用いたこと以外は実施例33と同様な操作を行い、化合物(CC)(式(CC)中の3つのRf₁は、上記式(5-1)で表されるPFPE鎖である。3つのRf₁において、平均重合度を示すhは4.5を表し、平均重合度を示すiは4.5を表す。)を4.15g得た。

[0386] 得られた化合物(CC)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (12H)、3.40–3.85 (30H)、3.85–4.10 (12H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = –55.5 ~ –51.5 (27F)、–78.5 (6F)、–80.5 (6F)、–91.0 ~ –88.5 (54F)

[0387] [実施例36]

以下に示す方法により、上記式(CD)で表される化合物を得た。

実施例1において式(10-1)で表される化合物を製造する際に、式(

6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-10) で表される化合物 (第1原料化合物) を用いたこと以外は実施例33と同様な操作を行い、化合物 (CD) (式 (CD) 中の3つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE鎖である。3つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。) を4.36g得た。

得られた化合物 (CD) の ^1H-NMR および $^{19}F-NMR$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H-NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (8H)、3.40-3.85 (46H)、3.85-4.10 (12H)

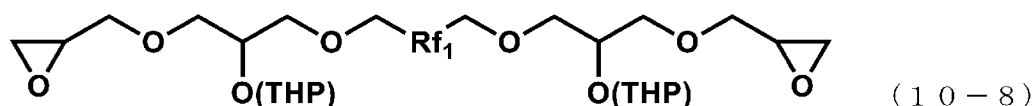
$^{19}F-NMR$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (27F)、-78.5 (6F)、-80.5 (6F)、-91.0~-88.5 (54F)

[0388] [実施例37]

以下に示す方法により、上記式 (CE) で表される化合物を得た。

$HOCH_2CF_2O(CF_2CF_2O)_h(CF_2O)_iCF_2CH_2OH$ (式中の平均重合度を示す h は4.5であり、平均重合度を示す i は4.5である。) で表される化合物 (数平均分子量1000、分子量分布1.1) と、アリルグリシジルエーテルを反応させた。反応により生成した化合物の水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護した後、化合物の有する二重結合をmCPBAで酸化することにより、中間体化合物3aとして下記式 (10-8) で表される化合物を得た。

[0389] [化34]



(式 (10-8) 中の Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE鎖である。 Rf_1 において、平均重合度を示す h は4.5を表し、平均重合度を示す i は4.5を表す。THPはテトラヒドロピラニル基を表す。)

[0390] 続いて、実施例1における式 (10-1) で表される化合物とエピブロモ

ヒドリンとの反応において、エピブロモヒドリンの代わりに中間体化合物 3 a である式 (10-8) で表される化合物を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (CE) (式 (CE) 中の 3 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。3 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 4.56 g 得た。

[0391] 得られた化合物 (CE) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (4H)、3.40-3.85 (50H)、3.85-4.10 (12H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (27F)、-78.5 (6F)、-80.5 (6F)、-91.0~-88.5 (54F)

[0392] [実施例 38]

以下に示す方法により、上記式 (CF) で表される化合物を得た。

アリルグリシジルエーテルの代わりに、1,2-エポキシ-5-ヘキセンを用いたこと以外は実施例 37 と同様な操作を行い、化合物 (CF) (式 (CF) 中の 3 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。3 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4.5 を表し、平均重合度を示す i は 4.5 を表す。) を 3.87 g 得た。

[0393] 得られた化合物 (CF) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (12H)、3.40-3.85 (42H)、3.85-4.10 (12H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -55.5~-51.5 (27F)、-78.5 (6F)、-80.5 (6F)、-91.0~-88.5 (54F)

[0394] [実施例 39]

以下に示す方法により、上記式 (DA) で表される化合物を得た。

$\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中の平均重合度を示す h は 4.5 であり、平均重合度を示す i は 4.5 である。) で表される化合物の代わりに、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中の平均重合度を示す h は 7.0 であり、平均重合度を示す i は 0 である。) で表される化合物を用いたこと以外は実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (DA) (式 (DA) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 7.0 を表し、平均重合度を示す i は 0 を表す。) を 3.31 g 得た。

得られた化合物 (DA) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)
 $^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –78.5 (8F)、–91.0 ~ –88.5 (56F)

[0395] [実施例 40]

以下に示す方法により、上記式 (DB) で表される化合物を得た。

式 (6-1) で表される化合物の代わりに、式 (6-5) で表される化合物を用いたこと以外は実施例 39 と同様な操作を行い、化合物 (DB) (式 (DB) 中の 2 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 7.0 を表し、平均重合度を示す i は 0 を表す。) を 3.81 g 得た。

得られた化合物 (DB) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -78.5 (8F)
、 -91.0 ~ -88.5 (56F)

[0396] [実施例41]

以下に示す方法により、上記式(DC)で表される化合物を得た。

式(6-1)で表される化合物の代わりに、式(6-5)で表される化合物を用いたこと以外は実施例31と同様な操作を行い、化合物(DC)(式(DC)中の2つの Rf_2 は、上記式(5-2)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_2 において、平均重合度を示すjは4.5を表す。)を3.61g得た。

得られた化合物(DC)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85
(4H)、3.40-3.85 (32H)、3.85-4.10 (4H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -84.0 ~ -83.
.0 (36F)、-86.4 (8F)、-124.3 (8F)、-130.
0 ~ -129.0 (18F)

[0397] [実施例42]

以下に示す方法により、上記式(DD)で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式(8-6)で表される化合物(第2原料化合物)を用いたこと以外は実施例41と同様な操作を行い、化合物(DD)(式(DD)中の2つの Rf_2 は、上記式(5-2)で表されるPFPE鎖である。2つの Rf_2 において、平均重合度を示すjは4.5を表す。)を3.42g得た。

得られた化合物(DD)の ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85
(6H)、3.40-3.85 (38H)、3.85-4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -84.0 ~ -83

. 0 (36 F)、-86.4 (8 F)、-124.3 (8 F)、-130.0~-129.0 (18 F)

[0398] [実施例43]

以下に示す方法により、上記式 (DE) で表される化合物を得た。

エピブロモヒドリンの代わりに、式 (8-12) で表される化合物 (第2原料化合物) を用いたこと以外は実施例41と同様な操作を行い、化合物 (DE) (式 (DE) 中の2つの Rf_2 は、上記式 (5-2) で表される PFPE 鎖である。2つの Rf_2 において、平均重合度を示す j は4.5を表す。) を3.71 g 得た。

式 (8-12) で表される化合物は、5-ヘキセン-1-オールとエピブロモヒドリンとを反応させた後、ビニル基を mCPBA で酸化することにより合成した。

得られた化合物 (DE) の ^1H -NMR および ^{19}F -NMR 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

^1H -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65-1.85 (10H)、3.40-3.85 (38H)、3.85-4.10 (8H)

^{19}F -NMR (acetone- D_6) : δ [ppm] = -84.0~-83.0 (36 F)、-86.4 (8 F)、-124.3 (8 F)、-130.0~-129.0 (18 F)

[0399] [実施例44]

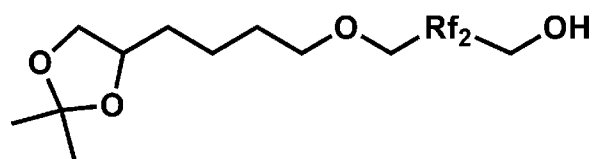
以下に示す方法により、上記式 (DF) で表される化合物を得た。

窒素ガス雰囲気下で100 mL ナスフラスコに $HOCH_2CF_2CF_2O(CF_2CF_2CF_2O)_jCF_2CF_2CH_2OH$ (式中の平均重合度を示す j は4.5である。) で表される化合物 (数平均分子量1000、分子量分布1.1) 12 g と、上記式 (6-24) で表される化合物1.81 g と、N,N-ジメチルホルムアミド20 mL とを仕込み、室温で均一になるまで攪拌し、混合物とした。この混合物に炭酸セシウム5.51 g を加え、50℃で16時間攪拌して反応させた。

式（６－２４）で表される化合物は、１，２，６－ヘキサントリオールの１，２－ジオール部位をアセトンにより保護した後、６位の水酸基と塩化パラトルエンスルホンとを反応させることにより合成した。

反応後に得られた反応生成物を２５℃に冷却し、水１００ｍＬを入れた分液漏斗に移し、酢酸エチル１００ｍＬで３回抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸ナトリウムによって脱水した。乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、中間体化合物１として下記式（１０－９）で示される化合物６．０４ｇを得た。

[化35]



（１０－９）

（式（１０－９）中の Rf_2 は、上記式（５－２）で表されるPFPE鎖である。 Rf_2 において、平均重合度を示す「j」は４．５を表す。）

次に、窒素ガス雰囲気下で１００ｍＬナスフラスコに、上記で得られた中間体化合物１である式（１０－９）で示される化合物６．０４ｇと、式（８－１２）で示される化合物（第２原料化合物）０．４５ｇと、ｔ－ブタノール１０ｍＬとを仕込み、室温で均一になるまで攪拌した。この均一の液にカリウムｔｅｒｔ－ブトキシドを０．７２ｇ加え、７０℃で２３時間攪拌して反応させた。

反応後に得られた反応液を室温に戻し、１０％塩化水素・メタノール溶液（塩化水素－メタノール試薬（５－１０％）東京化成工業株式会社製）１０ｇを加え、室温で４時間攪拌した。その後、反応液を飽和重曹水２５ｍＬが入った分液漏斗に少しずつ移し、酢酸エチル５０ｍＬで２回抽出した。有機層を食塩水２５ｍＬ、飽和重曹水２５ｍＬ、食塩水２５ｍＬの順で洗浄し、無水硫酸ナトリウムによる脱水を行った。乾燥剤を濾別後、濾液を濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製して、化合物（DF）

（式（DF）中の２つの Rf_2 は、上記式（５－２）で表されるPFPE鎖で

ある。2つのRf₂において、平均重合度を示すjは4.5を表す。)を3.31g得た。

得られた化合物(DF)の¹H-NMRおよび¹⁹F-NMR測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

¹H-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (18H)、3.40–3.85 (26H)、3.85–4.10 (8H)

¹⁹F-NMR (acetone-D₆) : δ [ppm] = –84.0～–83.0 (36F)、–86.4 (8F)、–124.3 (8F)、–130.0～–129.0 (18F)

[0400] [実施例45]

以下に示す方法により、上記式(DG)で表される化合物を得た。

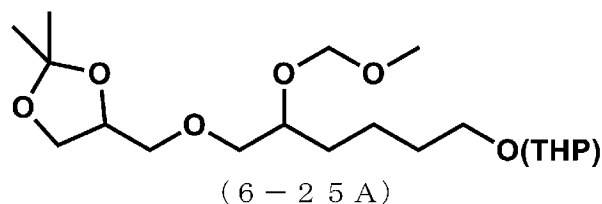
式(8-12)で表される化合物の代わりに、上記式(8-1)で表されるエピブロモヒドリンを用い、式(6-24)で表される化合物の代わりに、式(6-25)で表される化合物を用いたこと以外は実施例44と同様な操作を行い、化合物(DG) (式(DG)中の2つのRf₂は、上記式(5-2)で表されるPFPE鎖である。2つのRf₂において、平均重合度を示すjは4.5を表す。)を3.36g得た。

式(6-25)で表される化合物は、以下の方法により合成した。まず、5-ヘキセン-1-オールの水酸基を、ジヒドロピランを用いて保護した後、m-クロロ過安息香酸でアルケニル基を酸化した。その後、得られた化合物にソルケタールを反応させ、生成した化合物の有する2級水酸基を、クロロメチルメチルエーテルを用いて保護した。得られた下記式(6-25A)で表される化合物に酸を作用させてTHP基を選択的に脱保護したのち、1級水酸基を塩化パラトルエンスルホンと反応させ、式(6-25)で表される化合物を得た。

THP基の選択的な脱保護は、式(6-25A)で表される化合物9.09g (24.2mmol)と、2-プロパノール40gとアセトン40gとを混合してなる混合溶媒とを混合してなる混合物に、酸触媒であるp-トル

エンスルホン酸ピリジニウム 1.21 g (4.83 mmol) を加え、空気雰囲気中、反応温度 55℃ で 7 時間攪拌することで行った。

[化36]



得られた化合物 (DG) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (12H)、3.40–3.85 (32H)、3.85–4.10 (8H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –84.0 ~ –83.0 (36F)、–86.4 (8F)、–124.3 (8F)、–130.0 ~ –129.0 (18F)

[0401] [実施例46]

以下に示す方法により、上記式 (DH) で表される化合物を得た。

$\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_h(\text{CF}_2\text{O})_i\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ で表される化合物の代わりに、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_j\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中の平均重合度を示す j は 4.5 である。) で表される化合物 (数平均分子量 1000、分子量分布 1.1) を用いたこと以外は実施例 34 と同様な操作を行い、化合物 (DH) (式 (DH) 中の 3 つの Rf_2 は、上記式 (5-2) で表される PFPE 鎖である。3 つの Rf_2 において、平均重合度を示す j は 4.5 を表す。) を 3.21 g 得た。

得られた化合物 (DH) の $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = 1.65–1.85 (4H)、3.40–3.85 (38H)、3.85–4.10 (12H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- D_6) : δ [ppm] = –84.0 ~ –83

. 0 (5 4 F)、- 8 6 . 4 (1 2 F)、- 1 2 4 . 3 (1 2 F)、- 1 3
0 . 0 ~ - 1 2 9 . 0 (2 7 F)

[0402] このようにして得られた実施例 1 ~ 4 6 の化合物 (A A) ~ (A T)、(B A) ~ (B L)、(C A) ~ (C F)、(D A) ~ (D H) を、それぞれ式 (1) に当てはめたときの x 、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 の構造を表 1 ~ 表 3 に示す。

[0403]

[表1]

化合物	x	R ¹		R ²	R ³		R ⁴	
		(2-1)	a=1/b=1		(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(AA)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(AB)	1	(2-1)	a=1/b=3	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(AC)	1	(2-1)	a=2/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(AD)	1	(2-2)	c=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-2)	R ¹ と同じ
(AE)	1	(2-2)	c=3	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-2)	R ¹ と同じ
(AF)	1	(2-3)	d=2	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-3)	R ¹ と同じ
(AG)	1	(2-3)	d=4	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-3)	R ¹ と同じ
(AH)	1	(2-4)	e=1、 R ^a =R ^b =水素原子	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-4)	R ¹ と同じ
(AI)	1	(2-4)	e=1、 R ^a =R ^b =メチル基	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-4)	R ¹ と同じ
(AJ)	1	(2-4)	e=2、 R ^a =R ^b =水素原子	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-4)	R ¹ と同じ
(AK)	1	(2-4)	e=2、 R ^a =水素原子、 R ^b =メチル基	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-4)	R ¹ と同じ
(AL)	1	(2-5)	f=2	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-5)	R ¹ と同じ
(AM)	1	(2-6)	g=2	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-6)	R ¹ と同じ
(AN)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-2)	c=1
(AO)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3-1)	p=0/q=0/r=1/D=水酸基
(AP)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3-1)	p=1/q=1/r=1/D=ビニル基
(AQ)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3-1)	p=0/q=0/r=1/D=アセトアミド基
(AR)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3-1)	p=0/q=0/r=2/D=シアノ基
(AS)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3-2)	s=0/t=1
(AT)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(3)	l=2/m=1/n=1/B=水素原子

[表2]

化合物	x	R ¹		R ²	R ³		R ⁴	
		(2-1)	a=1/b=1		(4-1)	u1=0/u2=1	(2-1)	R ¹ と同じ
(BA)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-2)	v=1	(2-1)	R ¹ と同じ
(BB)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-3)	w=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(BC)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-4)	x1=1/x2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(BD)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-5)	y1=1/y2=1	(2-1)	R ¹ と同じ
(BE)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-6)	z=2, R ^c =R ^d =水素原子	(2-1)	R ¹ と同じ
(BF)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-6)	z=1, R ^c =R ^d =メチル基	(2-1)	R ¹ と同じ
(BG)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-6)	z=2, R ^c =水素原子、 R ^d =メチル基	(2-1)	R ¹ と同じ
(BH)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-6)	z=2, R ^c =R ^d =フッ素原子	(2-1)	R ¹ と同じ
(BI)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(BJ)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(BK)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-2)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ
(BL)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-3)	(4-1)	u1=0/u2=0	(2-1)	R ¹ と同じ

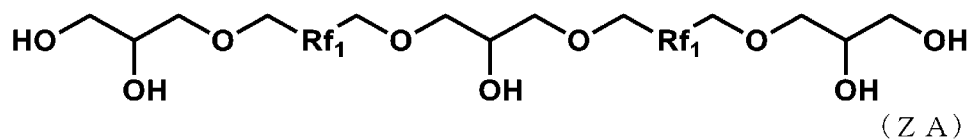
[表3]

化合物	x	R ¹		R ²	R ³		R ⁴	
		(2-1)	(2-2)		(4-1)	(4-2)	(2-1)	(2-2)
(CA)	2	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	(4-2)	(2-1)	R ¹ と同じ
(CB)	2	(2-2)	c=1	(5-1)	(4-1)	(4-3)	(2-2)	R ¹ と同じ
(CC)	2	(2-3)	d=2	(5-1)	(4-1)	(4-4)	(2-3)	R ¹ と同じ
(CD)	2	(2-4)	e=1、 R ^a =R ^b =水素原子	(5-1)	(4-1)	(4-5)	(2-4)	R ¹ と同じ
(CE)	2	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-2)	(4-6)	(2-1)	R ¹ と同じ
(CF)	2	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-3)	(4-7)	(2-1)	R ¹ と同じ
(DA)	1	(2-1)	a=1/b=1	(5-1)	(4-1)	(4-8)	(2-1)	a=1/b=1
(DB)	1	(2-2)	c=1	(5-1)	(4-1)	(4-9)	(2-2)	c=1
(DC)	1	(2-2)	c=1	(5-2)	(4-1)	(4-10)	(2-2)	c=1
(DD)	1	(2-2)	c=1	(5-2)	(4-4)	(4-11)	(2-2)	c=1
(DE)	1	(2-2)	c=1	(5-2)	(4-4)	(4-12)	(2-2)	c=1
(DF)	1	(2-6)	g=3	(5-2)	(4-4)	(4-13)	(2-6)	g=3
(DG)	1	(2-7)	g2=3	(5-2)	(4-1)	(4-14)	(2-7)	g2=3
(DH)	2	(2-2)	c=1	(5-2)	(4-1)	(4-15)	(2-2)	c=1

下記式（Z A）で表される化合物を、特許文献 1 に記載の方法で合成した

。

[0407] [化37]



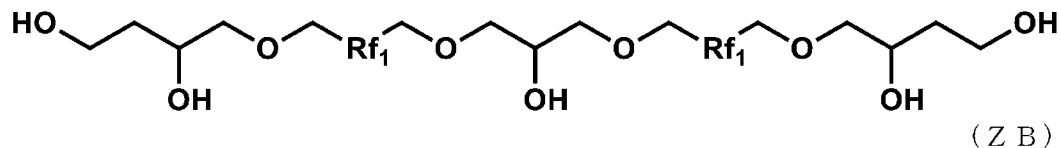
（式（Z A）中の 2 つの Rf_1 は、上記式（5 - 1）で表される P F P E 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 7. 0 を表し、平均重合度を示す i は 0 を表す。）

[0408] [比較例 2]

下記式（Z B）で表される化合物を、特許文献 2 に記載の方法で合成した

。

[0409] [化38]



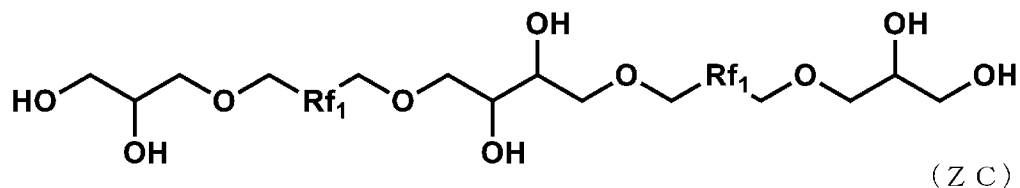
（式（Z B）中の 2 つの Rf_1 は、上記式（5 - 1）で表される P F P E 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4. 5 を表し、平均重合度を示す i は 4. 5 を表す。）

[0410] [比較例 3]

下記式（Z C）で表される化合物を、特許文献 3 に記載の方法で合成した

。

[0411] [化39]



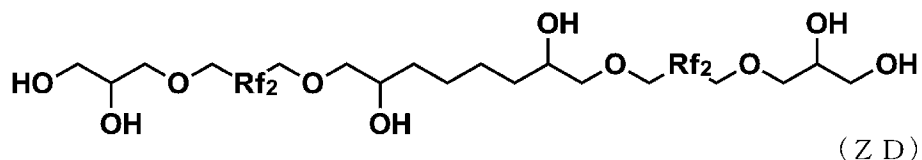
（式（Z C）中の 2 つの Rf_1 は、上記式（5 - 1）で表される P F P E 鎖である。2 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4. 5 を表し、平均重合

度を示す i は 4, 5 を表す。)

[0412] [比較例 4]

下記式 (ZD) で表される化合物を、特許文献 4 に記載の方法で合成した。

[0413] [化 40]

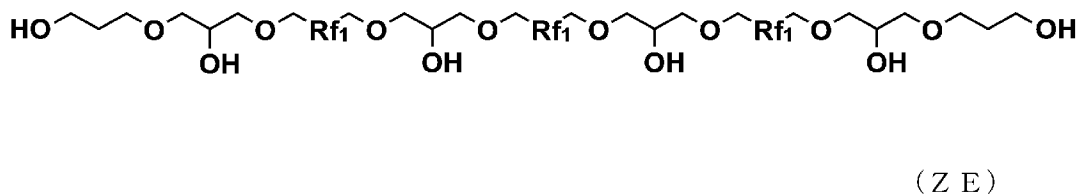


(式 (ZD) 中の 2 つの Rf_2 は、上記式 (5-2) で表される PFPE 鎖である。2 つの Rf_2 において、平均重合度を示す j は 4, 5 を表す。)

[0414] [比較例 5]

下記式 (ZE) で表される化合物を、特許文献 5 に記載の方法で合成した。

[0415] [化 41]



(式 (ZE) 中の 3 つの Rf_1 は、上記式 (5-1) で表される PFPE 鎖である。3 つの Rf_1 において、平均重合度を示す h は 4, 5 を表し、平均重合度を示す i は 4, 5 を表す。)

[0416] このようにして得られた実施例 1～46 および比較例 1～5 の化合物の数平均分子量 (M_n) を、上記の方法により測定した。その結果を表 4～表 6 に示す。

[0417] 次に、以下に示す方法により、実施例 1～46 および比較例 1～5 で得られた化合物を用いて潤滑層形成用溶液を調製した。そして、得られた潤滑層形成用溶液を用いて、以下に示す方法により、磁気記録媒体の潤滑層を形成し、実施例 1～46 および比較例 1～5 の磁気記録媒体を得た。

[0418] 「潤滑層形成用溶液」

実施例 1 ～ 4 6 および比較例 1 ～ 5 で得られた含フッ素エーテル化合物を、それぞれフッ素系溶媒であるバートレル（登録商標）X F（商品名、三井デュポ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 9 . 0 Å ～ 9 . 5 Å になるようにバートレル X F で希釈し、潤滑層形成用溶液とした。

[0419] 「磁気記録媒体」

直径 6 5 m m 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、炭素からなるものとした。

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、実施例 1 ～ 4 6 および比較例 1 ～ 5 の潤滑層形成用溶液を、ディップ法により塗布した。なお、ディップ法は、浸漬速度 1 0 m m / s e c、浸漬時間 3 0 s e c、引き上げ速度 1 . 2 m m / s e c の条件で行った。

[0420] その後、潤滑層形成用溶液を塗布した磁気記録媒体を恒温槽に入れ、潤滑層形成用溶液中の溶媒を除去して保護層と潤滑層との密着性を向上させる熱処理を、1 2 0 ° C で 1 0 分間行うことにより保護層上に潤滑層を形成し、磁気記録媒体を得た。

[0421] （膜厚測定）

このようにして得られた実施例 1 ～ 4 6 および比較例 1 ～ 5 の磁気記録媒体の有する潤滑層の膜厚を、フーリエ変換赤外分光光度計（F T - I R、商品名：N i c o l e t i S 5 0、T h e r m o F i s h e r S c i e n t i f i c 社製）を用いて測定した。その結果を表 4 ～ 表 6 に示す。

[0422] 次に、実施例 1 ～ 4 6 および比較例 1 ～ 5 の磁気記録媒体に対して、以下に示す耐腐食性試験およびピックアップ特性試験を行った。その結果を表 4 ～ 表 6 に示す。

[0423] [耐腐食性試験]

磁気記録媒体を温度 8 5 ° C、相対湿度 9 0 % の条件下に 4 8 時間曝露した

。その後、磁気記録媒体上の表面に生じた直径 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上のコロージョンスポットの数を、光学表面分析装置（ケーエルエー・テンコール株式会社製 *Candela 7140*）を用いて数え、以下の評価基準に基づいて評価した。

[0424] 「耐腐食性の評価基準」

A+：コロージョンスポット数 100 箇所未満

A：コロージョンスポット数 100 箇所以上、300 箇所未満

B：コロージョンスポット数 300 箇所以上、500 箇所未満

C：コロージョンスポット数 500 箇所以上、1000 箇所未満

D：コロージョンスポット数 1000 箇所以上

[0425] [ピックアップ特性試験]

スピンスタンド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 ）で回転させて、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（潤滑層の表面）を、ESCA（Electron Spectroscopy for Chemical Analysis）分析装置を用いて分析した。ESCA 分析装置を用いた分析により得られたフッ素由来のピークの強度（信号強度（a.u.））から、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着量を以下に示す評価基準により評価した。

[0426] 「ピックアップ特性の評価基準」

A+：信号強度 120 未満（ほとんど付着がない）

A：信号強度 120 以上 180 未満（付着量が非常に少ない）

B：信号強度 180 以上 300 未満（付着量が少ない）

C：信号強度 300 以上 1000 未満（付着量が多い）

D：信号強度 1000 以上（付着量が非常に多い）

[0427] [総合評価]

耐腐食性試験およびピックアップ特性試験の結果から、以下の基準に基づき総合評価を行った。

「総合評価基準」

A：耐腐食性試験の評価およびピックアップ特性試験の評価の両方がA＋またはA

B：耐腐食性試験の評価およびピックアップ特性試験の評価の一方がB、もう一方がA＋、A、またはB

C：耐腐食性試験の評価およびピックアップ特性試験の評価の一方がC、もう一方がA＋、A、B、またはC

D：耐腐食性試験の評価およびピックアップ特性試験の評価の少なくとも一方がD

[0428] [表4]

	化合物	分子量	膜厚 (Å)	耐腐食性 試験	ピックアップ 特性試験	総合 評価
実施例 1	(AA)	2371	9.4	A	A+	A
実施例 2	(AB)	2425	9.4	A	A+	A
実施例 3	(AC)	2493	9.3	A	A+	A
実施例 4	(AD)	2368	9.1	A	A+	A
実施例 5	(AE)	2432	9.2	A	A+	A
実施例 6	(AF)	2327	9.4	A+	A	A
実施例 7	(AG)	2364	9.3	A+	A	A
実施例 8	(AH)	2451	9.3	A	A+	A
実施例 9	(AI)	2502	9.4	A	A+	A
実施例 10	(AJ)	2476	9.4	A	A+	A
実施例 11	(AK)	2533	9.4	A	A+	A
実施例 12	(AL)	2577	9.5	A+	A	A
実施例 13	(AM)	2265	9.1	A+	B	B
実施例 14	(AN)	2373	9.0	A	A+	A
実施例 15	(AO)	2322	9.1	A	A	A
実施例 16	(AP)	2424	9.2	A	A	A
実施例 17	(AQ)	2359	9.0	A	A	A
実施例 18	(AR)	2343	9.4	A	A	A
実施例 19	(AS)	2296	9.1	A	A	A
実施例 20	(AT)	2351	9.5	B	A	B

[0429]

[表5]

	化合物	分子量	膜厚 (Å)	耐腐食性 試験	ピックアップ 特性試験	総合 評価
実施例 21	(BA)	2384	9.3	A+	A	A
実施例 22	(BB)	2441	9.3	B	A+	B
実施例 23	(BC)	2400	9.5	A	A+	A
実施例 24	(BD)	2454	9.1	A+	B	B
実施例 25	(BE)	2458	9.2	B	A	B
実施例 26	(BF)	2546	9.4	A	A+	A
実施例 27	(BG)	2523	9.3	A	A+	A
実施例 28	(BH)	2537	9.0	A	A+	A
実施例 29	(BI)	2545	9.2	A	A+	A
実施例 30	(BJ)	2582	9.4	A	A+	A
実施例 31	(BK)	2373	9.3	A	A+	A
実施例 32	(BL)	2366	9.3	A	A+	A
実施例 33	(CA)	3450	9.3	A	A+	A
実施例 34	(CB)	3445	9.2	A	A+	A
実施例 35	(CC)	3421	9.4	A+	A	A
実施例 36	(CD)	3504	9.3	A	A+	A
実施例 37	(CE)	3580	9.4	B	A+	B
実施例 38	(CF)	3561	9.1	A+	B	B

[0430] [表6]

	化合物	分子量	膜厚 (Å)	耐腐食性 試験	ピックアップ 特性試験	総合 評価
実施例 39	(DA)	2365	9.0	A	A+	A
実施例 40	(DB)	2378	9.1	A	A+	A
実施例 41	(DC)	2381	9.4	A	A+	A
実施例 42	(DD)	2463	9.2	B	A	B
実施例 43	(DE)	2488	9.3	A	A	A
実施例 44	(DF)	2543	9.1	A+	B	B
実施例 45	(DG)	2602	9.3	A+	A	A
実施例 46	(DH)	3461	9.2	A	A+	A
比較例 1	(ZA)	2206	9.4	D	C	D
比較例 2	(ZB)	2230	9.5	B	C	C
比較例 3	(ZC)	2231	9.5	D	B	D
比較例 4	(ZD)	2383	9.0	B	D	D
比較例 5	(ZE)	3442	9.5	B	C	C

[0431] 表4～表6に示すように、パーフルオロポリエーテル鎖の末端に配置され

た R^1 および R^4 の少なくとも一方が、式(2-1)～(2-7)のいずれかで表される末端基である式(1)で表される含フッ素エーテル化合物(AA)～(AT)、(BA)～(BL)、(CA)～(CF)、(DA)～(DH)を用いた実施例1～46の磁気記録媒体は、すべて耐腐食性試験およびピックアップ特性試験の評価がA+、A、Bのいずれかであり、総合評価がAまたはBであった。このことから、実施例1～46の磁気記録媒体の潤滑層は、耐腐食性が良好であり、ピックアップ抑制効果が高いことが確認できた。

[0432] 特に、式(1)中の R^3 が式(4-1)で表される連結基で u_1 および u_2 が0であって、 R^1 および R^4 が式(2-3)、(2-5)、(2-6)、(2-7)で表される末端基である化合物(AF)、(AG)、(AL)、(AM)、(CC)、(DG)を用いた実施例6、7、12、13、35、45では、耐腐食性試験の評価がA+であり、良好な結果を示した。このことから、式(2-3)、(2-5)、(2-6)、(2-7)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物は、より耐腐食性の高い潤滑層を形成できることが確認できた。

[0433] また、式(1)中の R^3 が式(4-1)で表される連結基で u_1 および u_2 が0であって、 R^1 および R^4 が式(2-1)、(2-2)、(2-4)で表される末端基である化合物(AA)～(AE)、(AH)～(AK)、(BK)、(BL)、(CA)、(CB)、(CD)、(DA)～(DC)、(DH)を用いた実施例1～5、8～11、31～34、36、39～41、46では、ピックアップ特性試験の評価がA+であり、良好な結果を示した。このことから、式(2-1)、(2-2)、(2-4)で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物は、ピックアップ耐性のより優れた潤滑層を形成できることが確認できた。

[0434] また、 R^1 および R^4 が式(2-1)で表される末端基で a が1で b が1である場合、 R^3 が式(4-1)で表される連結基で u_1 が0で u_2 が1である化合物(BA)、および R^3 が式(4-3)で表される連結基で w が4である

化合物（BD）、wが2である化合物（CF）を用いた実施例21、24、38において、耐腐食性試験の評価がA＋となり、良好な結果を示した。

この効果は、式（4-1）、（4-3）で表される連結基が、水酸基の数が2以下であって、連結基の両末端以外にエーテル結合を有さず、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を含むことから、より優れた疎水性を有する潤滑層が形成されたことによるものであると推察される。

[0435] これに対し、表6に示すように、化合物（ZA）～（ZE）を用いた比較例1～5では、耐腐食性試験およびピックアップ特性試験のすべての評価がB、C、Dのいずれかであり、総合評価はC、Dのいずれかであった。

[0436] より詳細には、比較例1で使用した化合物（ZA）、および比較例3で使用した化合物（ZC）は、両末端に1，2-ジオール構造が配置されているものの、末端基が極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を含まない。このため、化合物（ZA）、（ZC）を用いた潤滑層では、疎水性が十分に得られず、腐食の原因である水を取り込みやすいものとなり、比較例1および比較例3における耐腐食性試験の結果がDになったものと考えられる。

[0437] 比較例2で使用した化合物（ZB）および比較例5で使用した化合物（ZE）は、両末端基にそれぞれ含まれる2つの水酸基間に、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子が含まれているものであり、1，2-ジオール構造を有さない。このため、化合物（ZB）および（ZE）では、全ての水酸基が隣接する水酸基と十分に離れて配置されており、全ての水酸基が保護層と相互作用しやすいものとされている。その結果、含フッ素エーテル化合物の分子間相互作用が小さく、潤滑層に磁気ヘッドが衝突した際に、潤滑層が保護層上から磁気ヘッドに移動しやすいものとなり、比較例2および比較例5のピックアップ特性試験の評価がCになったものと考えられる。

[0438] 比較例4で使用した化合物（ZD）は、両末端に1，2-ジオール構造が

配置されているものの、末端基が極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を含まない。このため、化合物（ZD）では、末端基が極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を含むことに由来する適度な剛直性が得られず、1, 2-ジオール構造を構成する2つの水酸基が分子内で相互作用しやすい。その結果、化合物（ZD）を用いた潤滑層では、化合物中の水酸基が分子間で相互作用しにくく、潤滑層に磁気ヘッドが衝突した際に、潤滑層が保護層上から磁気ヘッドに移動しやすいものとなり、比較例4のピックアップ特性試験の評価がDになったものと考えられる。

産業上の利用可能性

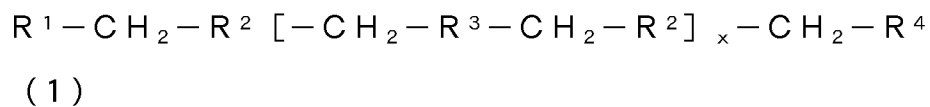
[0439] 本発明の含フッ素エーテル化合物を含む磁気記録媒体用潤滑剤を用いることにより、厚みが薄くても、耐腐食性が良好で、ピックアップ抑制効果の高い潤滑層を形成できる。

符号の説明

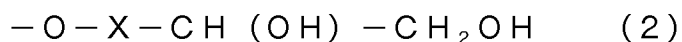
- [0440]
- | | |
|-----|--------|
| 1 0 | 磁気記録媒体 |
| 1 1 | 基板 |
| 1 2 | 付着層 |
| 1 3 | 軟磁性層 |
| 1 4 | 第1下地層 |
| 1 5 | 第2下地層 |
| 1 6 | 磁性層 |
| 1 7 | 保護層 |
| 1 8 | 潤滑層 |

請求の範囲

[請求項1] 下記式（１）で表されることを特徴とする、含フッ素エーテル化合物。



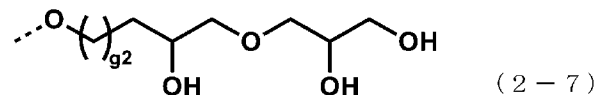
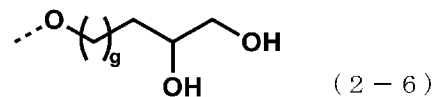
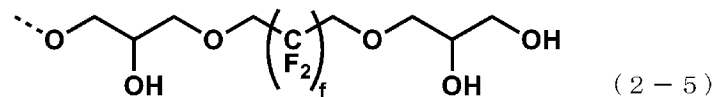
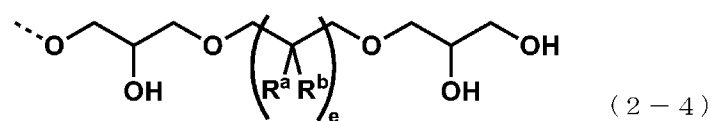
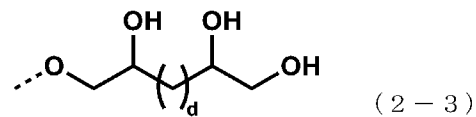
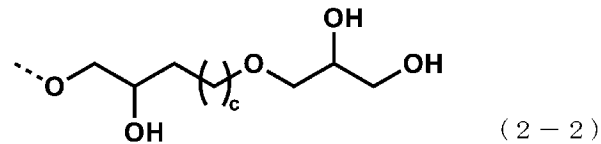
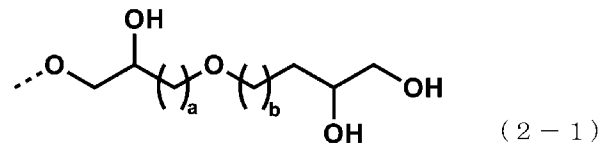
（式（１）中、 x は１～２の整数を表す。 R^2 は、パーフルオロポリエーテル鎖である。（ $x+1$ ）個の R^2 は、一部または全部が同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^3 は、極性基を１個～４個有する２価の連結基である。 x が２である場合、２つの R^3 は同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 は、極性基を１個～４個有し、炭素原子数が１～５０である末端基である。 R^1 および R^4 は、同じであっても良いし、それぞれ異なっても良い。 R^1 および R^4 のうち少なくとも一方は、下記式（２）で表される末端基である。）



（式（２）中、 X は、１個～２個の極性基および１個～３個のエーテル酸素原子の少なくとも１つを含んでもよい炭素原子数２～３０の２価の有機基である。 X は、極性基およびエーテル酸素原子のいずれにも結合しない炭素原子を少なくとも１つ含む。）

[請求項2] 前記式（２）で表される末端基は、下記式（２－１）～（２－７）のいずれかである、請求項１に記載の含フッ素エーテル化合物。

[化1]



(式(2-1)中、aは1～8の整数を表す。bは1～7の整数を表す。)

(式(2-2)中、cは1～7の整数を表す。)

(式(2-3)中、dは1～6の整数を表す。)

(式(2-4)中、eは1～6の整数を表す。e個の R^a および R^b は、それぞれ独立に水素原子またはメチル基を表す。)

(式(2-5)中、fは1～6の整数を表す。)

(式(2-6)中、gは1～6の整数を表す。)

(式(2-7)中、 $g2$ は1～6の整数を表す。)

[請求項3]

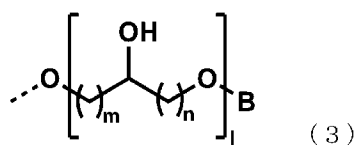
前記式(1)中の R^1 および R^4 は、それぞれ独立に前記式(2)で表される末端基である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテ

ル化合物。

[請求項4] 前記式(1)中の R^1 および R^4 は同じである、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

[請求項5] 前記式(1)中の R^1 および R^4 の一方は前記式(2)で表される末端基であり、他方は下記式(3)で表され、式(2)には該当しない末端基である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

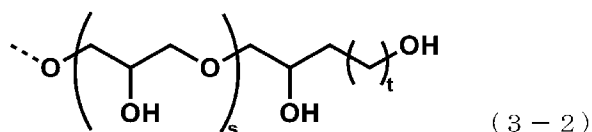
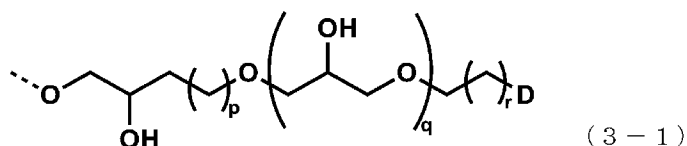
[化2]



(式(3)中、 l は1～3の整数を表す。 l 個の m は、それぞれ独立に1～6の整数を表す。 l 個の n は、それぞれ独立に1～6の整数を表す。1つの繰り返し単位において、 m および n の少なくとも一方は1である。 B は、極性基を1個のみ有してもよいアルキル基、炭素-炭素不飽和結合を含む有機基、または水素原子を表す。)

[請求項6] 前記式(1)中の R^1 および R^4 の一方は前記式(2)で表される末端基であり、他方は下記式(3-1)または(3-2)で表される末端基である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

[化3]



(式(3-1)中、 p は0～3の整数を表す。 q は0～2の整数を表す。 r は0～5の整数を表す。 p と r の合計値は1～5である。 D は、極性基、ビニル基、エチニル基、または置換基を有してもよいアリ

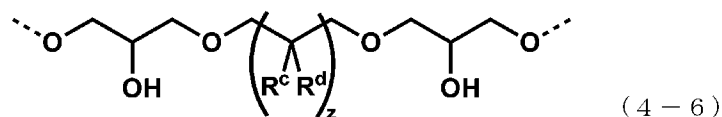
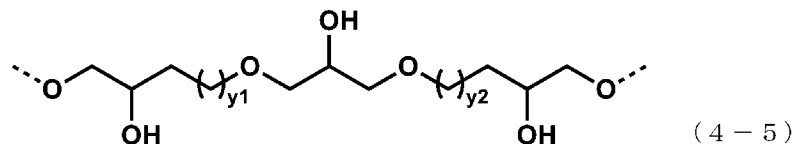
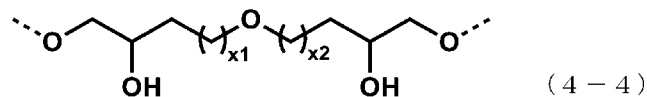
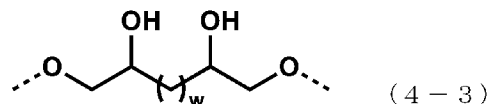
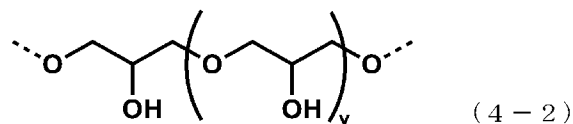
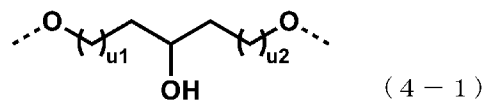
ール基を表す。)

(式(3-2)中、sは0～2の整数を表す。tは1～5の整数を表す。)

[請求項7] 前記式(1)中のx個のR³がそれぞれ独立に、水酸基を1個～3個有し、隣接するメチレン基と結合する両方の端部に酸素原子を有する、炭素原子数が3～50である2価の連結基である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

[請求項8] 前記式(1)中のx個のR³がそれぞれ独立に、下記式(4-1)～(4-6)で表される連結基から選ばれるいずれか1種である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

[化4]



(式(4-1)中、u1は0～6の整数を表し、u2は0～6の整数を表す。ただしu1とu2の少なくとも一方は0である。式(4-1)の左側末端の酸素原子は、式(1)中のR¹側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中のR⁴側のメチレン基に結合

する。)

(式(4-2)中、 v は1~2の整数を表す。式(4-2)の左側末端の酸素原子は、式(1)中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中の R^4 側のメチレン基に結合する。)

(式(4-3)中、 w は0~6の整数を表す。式(4-3)の左側末端の酸素原子は、式(1)中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中の R^4 側のメチレン基に結合する。)

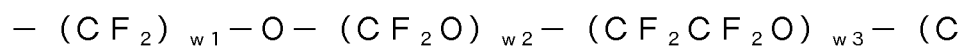
(式(4-4)中、 x_1 は0~5の整数を表し、 x_2 は0~5の整数を表す。ただし x_1 、 x_2 のうち少なくとも一方は1~5の整数である。式(4-4)の左側末端の酸素原子は、式(1)中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中の R^4 側のメチレン基に結合する。)

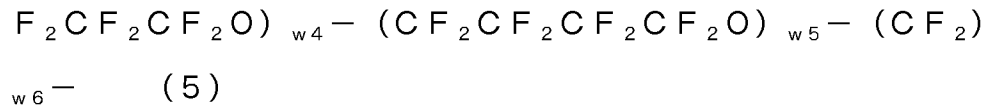
(式(4-5)中、 y_1 は1~5の整数を表し、 y_2 は1~5の整数を表す。式(4-5)の左側末端の酸素原子は、式(1)中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中の R^4 側のメチレン基に結合する。)

(式(4-6)中、 z は1~6の整数を表す。 z 個の R^c および R^d はそれぞれ独立に水素原子、フッ素原子またはメチル基を表す。式(4-6)の左側末端の酸素原子は、式(1)中の R^1 側のメチレン基に結合し、右側末端の酸素原子は、式(1)中の R^4 側のメチレン基に結合する。)

[請求項9] 前記式(1)における R^1 の有する極性基と、 R^4 の有する極性基と、 x 個の R^3 の有する極性基との合計数が6~12である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

[請求項10] 前記式(1)における $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に、下記式(5)で表されるパーフルオロポリエーテル鎖である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。

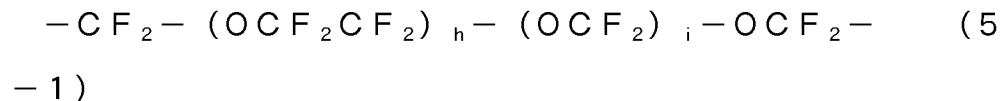




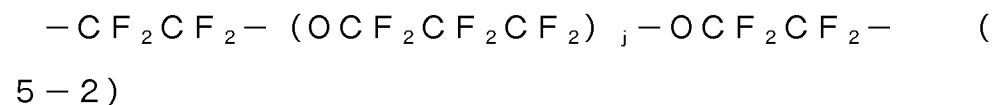
(式(5)中、 w_2 、 w_3 、 w_4 、 w_5 は平均重合度を示し、それぞれ独立に0～20を表す。ただし、 w_2 、 w_3 、 w_4 、 w_5 の全てが同時に0になることはない。 w_1 、 w_6 は、 CF_2 の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～3を表す。式(5)における繰り返し単位である (CF_2O) 、 $(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})$ 、 $(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})$ 、 $(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})$ の配列順序には、特に制限はない。)

[請求項11]

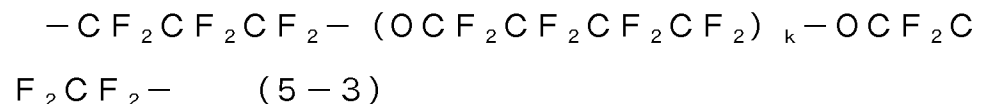
前記式(1)における $(x+1)$ 個の R^2 が、それぞれ独立に、下記式(5-1)～(5-4)で表されるパーフルオロポリエーテル鎖から選ばれるいずれか1種である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。



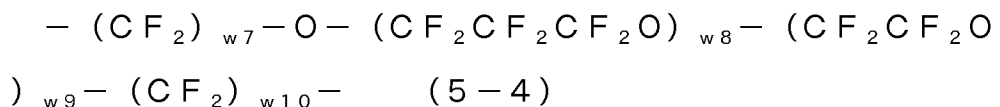
(式(5-1)中、 h および i は平均重合度を示し、 h は1～20を表し、 i は0～20を表す。)



(式(5-2)中、 j は平均重合度を示し、1～15を表す。)



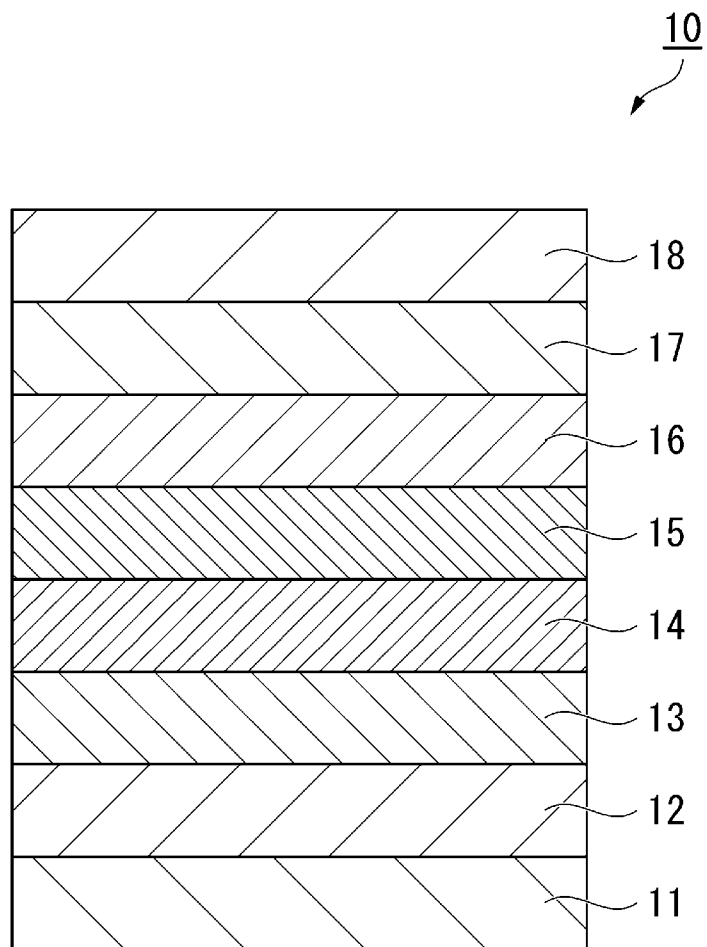
(式(5-3)中、 k は平均重合度を示し、1～10を表す。)



(式(5-4)中、 w_8 、 w_9 は平均重合度を示し、それぞれ独立に1～20を表す。 w_7 、 w_{10} は、 CF_2 の数を表す平均値であり、それぞれ独立に1～2を表す。)

- [請求項12] 数平均分子量は500～10000の範囲内である、請求項1または2に記載の含フッ素エーテル化合物。
- [請求項13] 請求項1または2に記載の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14] 基板上に、少なくとも磁性層と、保護層と、潤滑層とが順次設けられた磁気記録媒体であって、
前記潤滑層は、請求項1または2に記載の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。
- [請求項15] 前記潤滑層の平均膜厚は、0.5nm～2.0nmである、請求項14に記載の磁気記録媒体。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/015070

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C 43/11(2006.01)i; **C07C 43/13**(2006.01)i; **C07C 43/178**(2006.01)i; **C07C 233/18**(2006.01)i; **C07C 255/13**(2006.01)i; **C08G 65/331**(2006.01)i; **C10M 105/54**(2006.01)i; **C10M 105/56**(2006.01)i; **C10M 105/58**(2006.01)i; **C10M 107/38**(2006.01)i; **C10M 107/44**(2006.01)i; **G11B 5/725**(2006.01)i; **G11B 5/84**(2006.01)i; **C10N 40/18**(2006.01)n
FI: C07C43/11 CSP; C07C43/13 D; C07C43/178 D; C07C233/18; C07C255/13; C08G65/331; C10M105/54; C10M105/56; C10M105/58; C10M107/38; C10M107/44; G11B5/725; G11B5/84 B; C10N40:18

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)

C07C43/11; C07C43/13; C07C43/178; C07C233/18; C07C255/13; C08G65/331; C10M105/54; C10M105/56; C10M105/58; C10M107/38; C10M107/44; G11B5/725; G11B5/84; C10N40/18

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 1971-2024
Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

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

CAplus/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2016/084781 A1 (MORESCO CORPORATION) 02 June 2016 (2016-06-02) claims, examples	1-15
A	WO 2018/159250 A1 (SHOWA DENKO K.K.) 07 September 2018 (2018-09-07) claims, examples	1-15
A	US 2020/0002640 A1 (SEAGATE TECHNOLOGY LLC) 02 January 2020 (2020-01-02) claims, examples	1-15
A	WO 2021/002178 A1 (MORESCO CORPORATION) 07 January 2021 (2021-01-07) claims, examples	1-15
A	WO 2005/068534 A1 (ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED) 28 July 2005 (2005-07-28) claims	1-15



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
“D” document cited by the applicant in the international application
“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

“T” 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

25 June 2024

Date of mailing of the international search report

09 July 2024

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan

Authorized officer

Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-309654 A (HITACHI MAXELL LTD.) 04 November 1994 (1994-11-04) claims, examples	1-15
P, A	JP 2024-52300 A (MORESCO CORPORATION) 11 April 2024 (2024-04-11) claims, paragraph [0029], examples	1-15
P, A	WO 2024/024781 A1 (RESONAC CORPORATION) 01 February 2024 (2024-02-01) claims, examples	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2024/015070

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)		Publication date (day/month/year)
WO	2016/084781	A1	02 June 2016	US	2017/0260472	A1
				claims, examples		
				EP	3225612	A1
WO	2018/159250	A1	07 September 2018	US	2020/0002258	A1
				claims, examples		
				CN	110291062	A
US	2020/0002640	A1	02 January 2020	(Family: none)		
WO	2021/002178	A1	07 January 2021	US	2022/0372395	A1
				claims, examples		
WO	2005/068534	A1	28 July 2005	US	2006/0252910	A1
				claims		
				EP	1705203	A1
				KR	10-2006-0123221	A
				CN	1906228	A
JP	6-309654	A	04 November 1994	(Family: none)		
JP	2024-52300	A	11 April 2024	(Family: none)		
WO	2024/024781	A1	01 February 2024	(Family: none)		

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

C07C 43/11(2006.01)i; C07C 43/13(2006.01)i; C07C 43/178(2006.01)i; C07C 233/18(2006.01)i;
C07C 255/13(2006.01)i; C08G 65/331(2006.01)i; C10M 105/54(2006.01)i; C10M 105/56(2006.01)i;
C10M 105/58(2006.01)i; C10M 107/38(2006.01)i; C10M 107/44(2006.01)i; G11B 5/725(2006.01)i;
G11B 5/84(2006.01)i; C10N 40/18(2006.01)n
FI: C07C43/11 CSP; C07C43/13 D; C07C43/178 D; C07C233/18; C07C255/13; C08G65/331; C10M105/54;
C10M105/56; C10M105/58; C10M107/38; C10M107/44; G11B5/725; G11B5/84 B; C10N40:18

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（IPC））

C07C43/11; C07C43/13; C07C43/178; C07C233/18; C07C255/13; C08G65/331; C10M105/54; C10M105/56;
C10M105/58; C10M107/38; C10M107/44; G11B5/725; G11B5/84; C10N40/18

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1922-1996年
日本国公開実用新案公報1971-2024年
日本国実用新案登録公報1996-2024年
日本国登録実用新案公報1994-2024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）

CAplus/REGISTRY (STN)

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	WO 2016/084781 A1（株式会社MORESCO） 02.06.2016（2016-06-02） 請求の範囲、実施例	1-15
A	WO 2018/159250 A1（昭和電工株式会社） 07.09.2018（2018-09-07） 請求の範囲、実施例	1-15
A	US 2020/0002640 A1（SEAGATE TECHNOLOGY LLC） 02.01.2020（2020-01-02） 請求の範囲、実施例	1-15
A	WO 2021/002178 A1（株式会社MORESCO） 07.01.2021（2021-01-07） 請求の範囲、実施例	1-15
A	WO 2005/068534 A1（旭硝子株式会社） 28.07.2005（2005-07-28） 請求の範囲	1-15

☒ 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、一般的技术水準を示すもの
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
“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
“I” 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抵触するものではなく、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
25.06.2024

国際調査報告の発送日
09.07.2024

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員（特許庁審査官）

薄井 慎矢 4H 7882

電話番号 03-3581-1101 内線 3443

様式 PCT/ISA/210（第2ページ）（2022年7月）

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 6-309654 A (日立マクセル株式会社) 04.11.1994 (1994 - 11 - 04) 特許請求の範囲、実施例	1-15
P, A	JP 2024-52300 A (株式会社MORESCO) 11.04.2024 (2024 - 04 - 11) 特許請求の範囲、 [0 0 2 9] 、実施例	1-15
P, A	WO 2024/024781 A1 (株式会社レゾナック) 01.02.2024 (2024 - 02 - 01) 請求の範囲、実施例	1-15

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/015070

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
WO	2016/084781	A1	02.06.2016	US	2017/0260472	A1	
				請求の範囲、実施例			
				EP	3225612	A1	
WO	2018/159250	A1	07.09.2018	US	2020/0002258	A1	
				請求の範囲、実施例			
				CN	110291062	A	
US	2020/0002640	A1	02.01.2020	(ファミリーなし)			
WO	2021/002178	A1	07.01.2021	US	2022/0372395	A1	
				請求の範囲、実施例			
WO	2005/068534	A1	28.07.2005	US	2006/0252910	A1	
				請求の範囲			
				EP	1705203	A1	
				KR	10-2006-0123221	A	
				CN	1906228	A	
JP	6-309654	A	04.11.1994	(ファミリーなし)			
JP	2024-52300	A	11.04.2024	(ファミリーなし)			
WO	2024/024781	A1	01.02.2024	(ファミリーなし)			