

(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
2016 年 8 月 11 日(11.08.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/125840 A1

(51) 国際特許分類:

G11B 5/725 (2006.01) C10N 20/00 (2006.01)
C10M 105/54 (2006.01) C10N 20/04 (2006.01)
C10M 105/58 (2006.01) C10N 30/06 (2006.01)
C10M 105/72 (2006.01) C10N 30/08 (2006.01)
C10M 159/12 (2006.01) C10N 40/18 (2006.01)
G11B 5/84 (2006.01)

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2016/053275

(22) 国際出願日:

2016 年 2 月 3 日(03.02.2016)

(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 2015-022262 2015 年 2 月 6 日(06.02.2015) JP
特願 2015-146732 2015 年 7 月 24 日(24.07.2015) JP

(71) 出願人: デクセリアルズ株式会社(DEXERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 多納 信郎(TANO, Nobuo); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 初田 弘毅(HATSUDA,

Kouki); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 近藤 洋文(KONDO, Hirofumi); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 廣田 浩一, 外(HIROTA, Koichi et al.); 〒1510053 東京都渋谷区代々木 1-24-10 T S ビル 4 階 山の手合同国際特許事務所 Tokyo (JP).

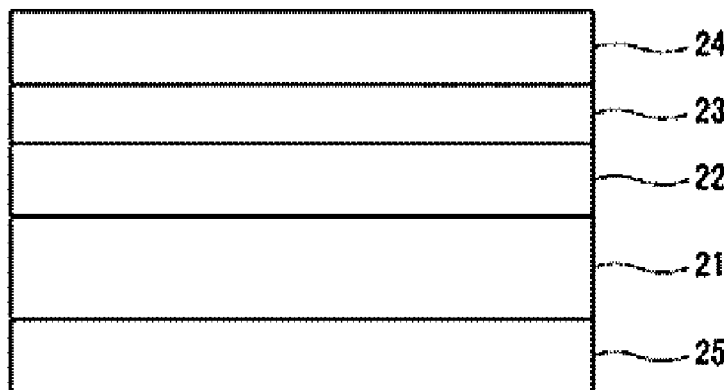
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK,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

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー

[続葉有]

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

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体用潤滑剤、及び磁気記録媒体



(57) Abstract: In the present invention, a lubricant for a magnetic recording medium contains an ionic liquid in which a Brønsted acid and a Brønsted base in the form of a primary amine are the structural components of the ionic liquid. The Brønsted acid has a fluorine-containing chain, and the Brønsted base has a fluorine-containing chain that is either a perfluoroalkyl chain or a perfluoropolyether chain. At least any one of the following conditions is satisfied: the fluorine-containing chain in the Brønsted acid is a perfluoropolyether chain; or the fluorine-containing chain in the Brønsted base is a perfluoropolyether chain. The number-average molecular weight of the fluorine-containing chain in the Brønsted acid is 1,500 or less.

(57) 要約: ブレンステッド酸と、1級アミンであるブレンステッド塩基とが構成成分であるイオン液体を含有し、前記ブレンステッド酸が、含フッ素鎖を有し、前記ブレンステッド塩基が、パーフルオロアルキル鎖及びパーフルオロポリエーテル鎖のいずれかである含フッ素鎖を有し、前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖が、パーフルオロポリエーテル鎖であること、及び前記ブレンステッド塩基における前記含フッ素鎖が、前記パーフルオロポリエーテル鎖であること、の少なくともいずれかを満たし、前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量が、1,500以下である磁気記録媒体用潤滑剤である。



WO 2016/125840 A1



ロシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：磁気記録媒体用潤滑剤、及び磁気記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体用潤滑剤、及びそれを用いた磁気記録媒体に関する。

背景技術

[0002] 近年、高度情報社会の進展により、大量の情報を通信、処理、及び保管することが求められている。年間に世界中で生成されるデータ量は１ゼタバイト（１テラバイトの１０億倍）といわれており、それらを保管する記録媒体として、非磁性支持体上に磁性層が形成されてなる磁気記録媒体（例えば、磁気テープ、磁気ディスク）が注目されている。磁気記録媒体は、光ディスクと比較して大容量のデータを保管し、高速に記録、及び再生することができるため、さらなる高性能化が期待されている。

[0003] 磁気記録媒体、例えば、磁気ディスクの記録容量、及び処理速度を向上させるためには、高効率で記録再生磁場を電気信号に変換させることが必要である。そのためには、ヘッドとディスクとの隙間である磁気ヘッドの浮上量を低下させることが必要である。一方、磁気ヘッドを低浮上化すると、磁気ヘッドとディスクとの摩擦力が大きくなり、互いに摩耗するため、磁気ディスクの信頼性が低下する。そのため、通常、前記磁性層上には、潤滑剤を含有する潤滑剤層が形成されている。磁気ディスクの高信頼性を実現させるためには、繰り返し摺動しても優れた潤滑性を維持できる潤滑剤を設計することが重要である。

[0004] 磁気記録媒体の潤滑剤に求められる特性は、幅広い温度領域で液体であること、低蒸気圧、高い熱安定性、高い酸化安定性、低表面張力、優れた摩擦特性などである。これらの特性を満たす化学構造として、末端に極性基を持つパーフルオロポリエーテル（PFPE）が使われている（例えば、非特許文献１参照）。

[0005] その他に、熱安定性、摩擦特性などの向上を目的として、パーフルオロポリエーテル構造を持つイオン液体型潤滑剤が提案されている（例えば、特許文献1～4参照）。

[0006] しかし、今後、磁気記録媒体における記録密度の増大にともない、潤滑剤層の更なる薄膜化が求められている。そのような薄膜化された潤滑剤層に適用可能な潤滑剤についてはこれまで得られていないのが現状である。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開平5－93059号公報

特許文献2：特開平6－41564号公報

特許文献3：特開2003－113388号公報

特許文献4：特開2003－113389号公報

非特許文献

[0008] 非特許文献1：B. Bhushan, Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Device, Springer (1996)

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、熱安定性、及び摩擦特性に優れる磁気記録媒体用潤滑剤、及びそれを用いた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

[0010] 前記課題を解決するための手段としては、以下の通りである。即ち、
＜1＞ ブレンステッド酸と、1級アミンであるブレンステッド塩基とが構成成分であるイオン液体を含有し、
前記ブレンステッド酸が、含フッ素鎖を有し、

前記ブレンステッド塩基が、パーフルオロアルキル鎖及びパーフルオロポリエーテル鎖のいずれかである含フッ素鎖を有し、

前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖が、パーフルオロポリエーテル鎖であること、及び前記ブレンステッド塩基における前記含フッ素鎖が、前記パーフルオロポリエーテル鎖であること、の少なくともいずれかを満たし、

前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量が、1,500以下であることを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤である。

<2> 前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量が、500以下である前記<1>に記載の磁気記録媒体用潤滑剤である。

<3> 前記ブレンステッド酸が、前記含フッ素鎖を有するスルホン酸、及び前記含フッ素鎖を有するスルホニルイミドのいずれかであり、

前記ブレンステッド塩基が、前記パーフルオロポリエーテル鎖を有する1級アミンである前記<1>から<2>のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤である。

<4> 動摩擦係数が、0.30以下である前記<1>から<3>のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤である。

<5> 非磁性支持体と、前記非磁性支持体上に磁性層と、前記磁性層上に前記<1>から<4>のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤とを有することを特徴とする磁気記録媒体である。

発明の効果

[0011] 本発明によると、従来における前記諸問題を解決することができ、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、熱安定性、及び摩擦特性に優れる磁気記録媒体用潤滑剤、及びそれを用いた磁気記録媒体を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]図1は、本発明の一実施の形態に係るハードディスクの一例を示す断面図である。

[図2]図2は、本発明の一実施の形態に係る磁気テープの一例を示す断面図で

ある。

発明を実施するための形態

[0013] (磁気記録媒体用潤滑剤)

本発明の磁気記録媒体用潤滑剤は、イオン液体を含有し、更に必要に応じて、その他の成分を含有する。

[0014] <イオン液体>

前記イオン液体は、ブレンステッド酸と、ブレンステッド塩基とが構成成分である。即ち、前記イオン液体は、ブレンステッド酸と、ブレンステッド塩基とから形成される。

[0015] 本発明者らは、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、熱安定性、及び摩擦特性に優れる磁気記録媒体用潤滑剤を提供するために、鋭意検討を行った。その結果、磁気記録媒体用潤滑剤が含有する、ブレンステッド酸と、ブレンステッド塩基とが構成成分であるイオン液体において、以下の構成1～5を満たすことにより、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、熱安定性、及び摩擦特性に優れる磁気記録媒体用潤滑剤が得られることを見出した。

[0016] 構成1：前記ブレンステッド酸は、含フッ素鎖を有する。

構成2：前記ブレンステッド塩基は、1級アミンである。

構成3：前記ブレンステッド塩基は、パーフルオロアルキル鎖及びパーフルオロポリエーテル鎖のいずれかである含フッ素鎖を有する。

構成4：前記イオン液体は、前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖が、パーフルオロポリエーテル鎖であること、及び前記ブレンステッド塩基における前記含フッ素鎖が、前記パーフルオロポリエーテル鎖であること、の少なくともいずれかを満たす。

構成5：前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量は、1, 500以下である。

[0017] <<ブレンステッド酸>>

前記ブレンステッド酸は、含フッ素鎖を有する。前記含フッ素鎖は、水素原子を有さない。

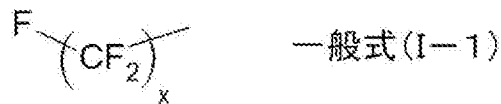
前記含フッ素鎖としては、例えば、フッ素原子、全フッ素化炭化水素鎖、パーフルオロポリエーテル鎖などが挙げられる。

前記全フッ素化炭化水素鎖としては、例えば、パーフルオロアルキル鎖、パーフルオロアルキレン鎖などが挙げられる。

前記ブレンステッド酸の1つの鎖中にフッ素原子が1つの場合、前記含フッ素鎖はそのフッ素原子のみから構成される。即ち、前記ブレンステッド酸の1つの鎖中にフッ素原子が1つの場合、そのフッ素原子が、前記含フッ素鎖となる。

[0018] 前記含フッ素鎖としては、下記一般式（I-1）で表される含フッ素鎖であることが、溶解性、及び摩擦特性の点で好ましい。

[化1]



ただし、前記一般式（I-1）中、 x は、0～21の整数を表す。 x の下限値は、1が好ましく、2がより好ましい。 x の上限値は、20が好ましく、11がより好ましく、10が特に好ましい。前記 x の範囲は、例えば、以下の範囲が挙げられる。

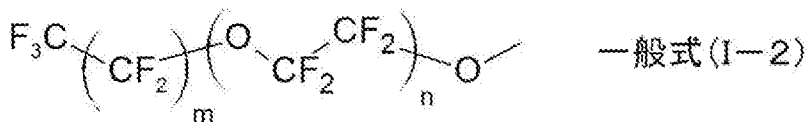
- ・ 0～21の整数
- ・ 0～20の整数
- ・ 0～11の整数
- ・ 0～10の整数
- ・ 1～21の整数
- ・ 1～20の整数
- ・ 1～11の整数
- ・ 1～10の整数
- ・ 2～21の整数
- ・ 2～20の整数
- ・ 2～11の整数

・ 2 ～ 10 の整数

ここで、 x が 0 の場合、前記一般式 (I-1) で表される含フッ素鎖は、フッ素原子となる。 x が 1 以上の場合、前記一般式 (I-1) で表される含フッ素鎖は、パーフルオロアルキル鎖となる。

[0019] 前記パーフルオロポリエーテル鎖としては、下記一般式 (I-2) で表される含フッ素鎖であることが、溶解性、及び摩擦特性の点で好ましい。

[化2]



ただし、前記一般式 (I-2) 中、 m は、1 ～ 10 の整数を表し、1 ～ 6 の整数が好ましい。 n は、2 ～ 10 の整数を表し、2 ～ 6 の整数が好ましい。

[0020] 前記ブレンステッド酸としては、例えば、カルボン酸、スルホン酸、スルホニルイミドなどが挙げられる。

前記カルボン酸は、モノカルボン酸であってもよいし、多価カルボン酸であってもよいが、モノカルボン酸が好ましい。

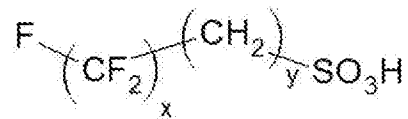
前記スルホン酸は、モノスルホン酸であってもよいし、多価スルホン酸であってもよいが、モノスルホン酸が好ましい。

[0021] 前記ブレンステッド酸がモノカルボン酸の場合、前記ブレンステッド酸は、片末端にカルボキシル基（カルボン酸基、 $-\text{COOH}$ ）を有することが好ましい。

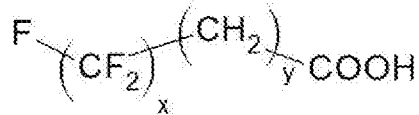
前記ブレンステッド酸がモノスルホン酸の場合、前記ブレンステッド酸は、片末端にスルホ基（スルホン酸基、 $-\text{SO}_3\text{H}$ ）を有することが好ましい。

[0022] 前記ブレンステッド酸は、下記一般式 (I-A) ～ 下記一般式 (I-F) のいずれかで表されることが、耐熱性の点で、好ましい。

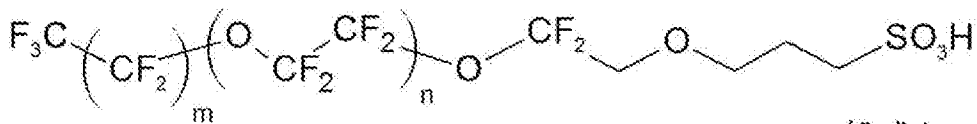
[化3]



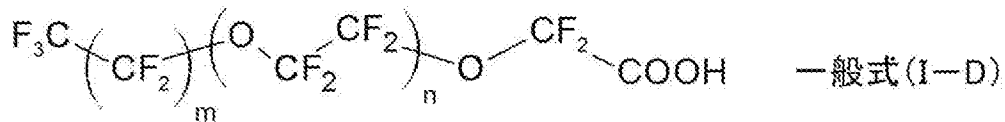
一般式(I-A)



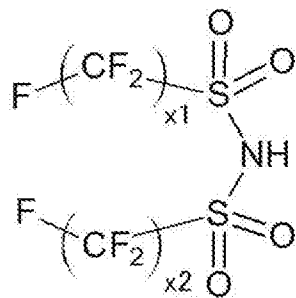
一般式(I-B)



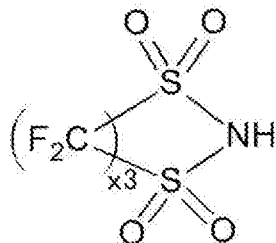
一般式(I-C)



一般式(I-D)



一般式(I-E)



一般式(I-F)

ただし、前記一般式(I-A)及び一般式(I-B)中、 x は、0～21の整数を表す。 y は、0～6の整数を表し、0～2の整数が好ましい。前記一般式(I-A)及び一般式(I-B)の x の例示は、例えば、前記一般式(I-1)の x の例示と同じである。

ただし、前記一般式 (I-C) 及び一般式 (I-D) 中、 m は、1～10の整数を表し、1～6の整数が好ましい。 n は、2～10の整数を表し、2～6の整数が好ましい。

ただし、前記一般式 (I-E) 中、 x_1 及び x_2 は、それぞれ独立して、0～20の整数を表す。 x_1 及び x_2 の例示は、例えば、前記一般式 (I-1) の x の例示が挙げられる。

ただし、前記一般式 (I-F) 中、 x_3 は、1～20の整数を表し、1～10の整数が好ましい。

なお、ここで、前記一般式 (I-A) 及び一般式 (I-B) において、 $-(CH_2)_y$ -鎖は、炭素原子に結合した水素原子を有するため、前記パーフルオロアルキル鎖には含まれない。即ち、 $-(CH_2)_y$ -鎖は、前記パーフルオロアルキル鎖の一部ではない。

ここで、前記一般式 (I-C) において、 $-CH_2OCH_2CH_2CH_2-$ 鎖は、炭素原子に結合した水素原子を有するため、前記パーフルオロポリエーテル鎖には含まれない。即ち、 $-CH_2OCH_2CH_2CH_2-$ 鎖は、前記パーフルオロポリエーテル鎖の一部ではない。

ここで、前記一般式 (I-E) において、 x_1 及び x_2 が0の場合、 S に結合するフッ素原子それぞれが、それぞれ単独で含フッ素鎖を構成する。

[0023] 前記ブレンステッド酸における含フッ素鎖の数平均分子量 (M_n) は、1, 500以下であり、500以下が好ましく、200～500がより好ましい。

前記数平均分子量は、例えば、 ^{19}F -NMR (Fluorine Nuclear Magnetic Resonance) により求められる。

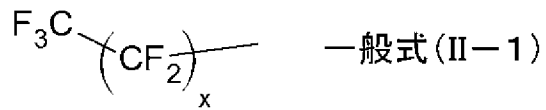
[0024] <<ブレンステッド塩基>>

前記ブレンステッド塩基は、パーフルオロアルキル鎖及びパーフルオロポリエーテル鎖のいずれかである含フッ素鎖を有する。前記含フッ素鎖は、水素原子を有さない。

[0025] 前記パーフルオロアルキル鎖としては、下記一般式 (II-1) で表され

る含フッ素鎖であることが、溶解性、及び摩擦特性の点で好ましい。

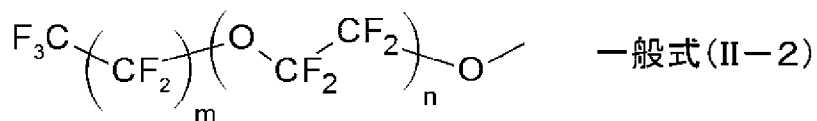
[化4]



ただし、前記一般式(II-1)中、 x は、1～20の整数を表し、1～10の整数が好ましい。

[0026] 前記パーフルオロポリエーテル鎖としては、下記一般式(II-2)で表される含フッ素鎖であることが、溶解性、及び摩擦特性の点で好ましい。

[化5]



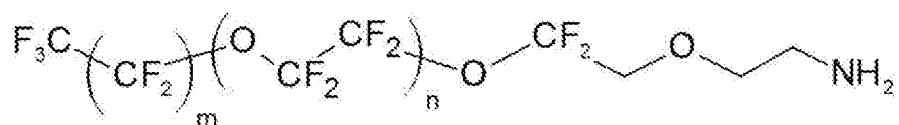
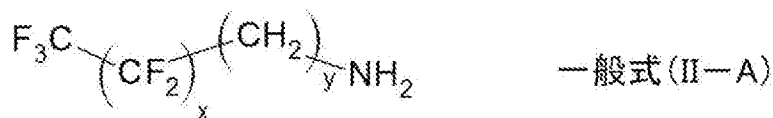
ただし、前記一般式(II-2)中、 m は、1～10の整数を表し、1～6の整数が好ましい。 n は、2～10の整数を表し、2～6の整数が好ましい。

[0027] 前記ブレンステッド塩基は、1級アミンである。

前記ブレンステッド塩基は、モノアミンであることが好ましい。

[0028] 前記ブレンステッド塩基は、下記一般式(II-A)～下記一般式(II-B)のいずれかで表されることが、耐熱性の点で、好ましい。

[化6]



一般式(II-B)

ただし、前記一般式(II-A)中、 x は、1～20の整数を表し、1～

10の整数が好ましい。yは、0～6の整数を表し、0～4の整数が好ましい。

ただし、前記一般式(ⅠⅠ-B)中、mは、1～10の整数を表し、1～6の整数が好ましい。nは、2～10の整数を表し、2～6の整数が好ましい。

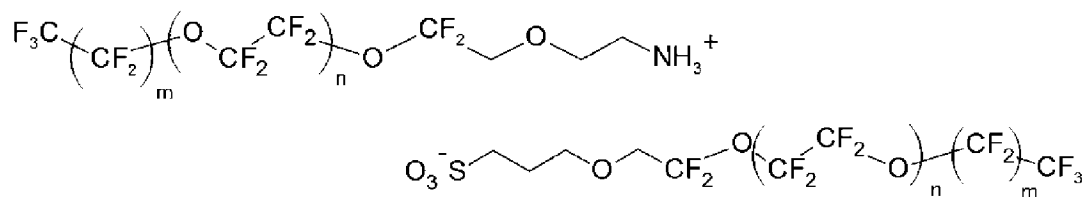
なお、ここで、前記一般式(ⅠⅠ-A)において、 $-(CH_2)_y$ -鎖は、炭素原子に結合した水素原子を有するため、前記パーフルオロアルキル鎖には含まれない。即ち、 $-(CH_2)_y$ -鎖は、前記パーフルオロアルキル鎖の一部ではない。

ここで、前記一般式(ⅠⅠ-B)において、 $-CH_2OCH_2CH_2-$ 鎖は、炭素原子に結合した水素原子を有するため、前記パーフルオロポリエーテル鎖には含まれない。即ち、 $-CH_2OCH_2CH_2-$ 鎖は、前記パーフルオロポリエーテル鎖の一部ではない。

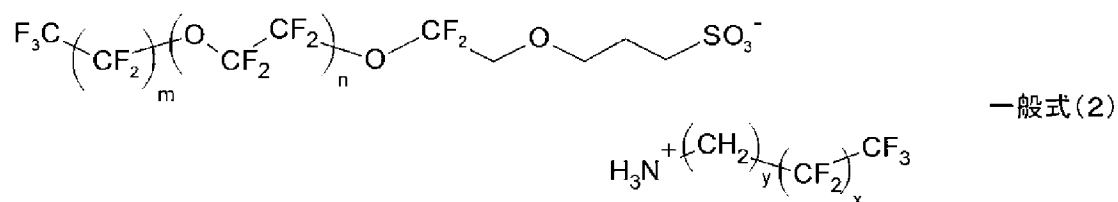
[0029] 前記イオン液体において、前記ブレンステッド酸が、前記含フッ素鎖を有するスルホン酸、及び前記含フッ素鎖を有するスルホニルイミドのいずれかであり、前記ブレンステッド塩基が、前記パーフルオロポリエーテル鎖を有する1級アミンであることが、熱安定性、及び摩擦特性の両方においてより優れる点で、好ましい。

[0030] 前記イオン液体は、下記一般式(1)～一般式(4)のいずれかで表されることが好ましく、下記一般式(3)、及び下記一般式(5)のいずれかで表されることがより好ましい。

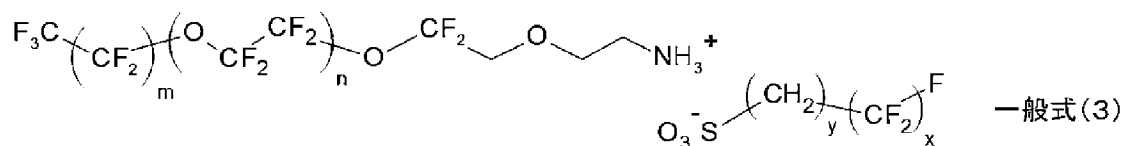
[化7]



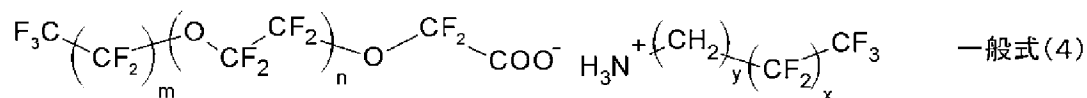
一般式(1)



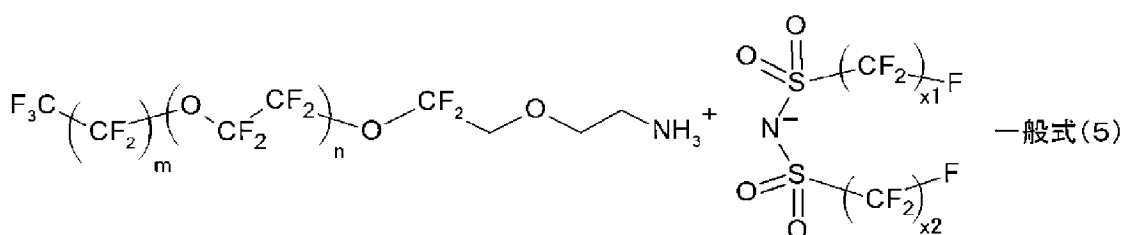
一般式(2)



一般式(3)



一般式(4)



一般式(5)

ただし、前記一般式(1)～一般式(5)中、 m は、1～10の整数を表し、1～6の整数が好ましい。 n は、2～10の整数を表し、2～6の整数が好ましい。

前記一般式(2)及び一般式(4)中、 x は、1～20の整数を表し、1～10の整数が好ましい。 y は、0～6の整数を表し、0～4の整数が好ましい。

前記一般式(3)中、 x は、0～21の整数を表し、1～10の整数が好ましい。 y は、0～6の整数を表し、0～4の整数が好ましい。前記一般式

(3) の x の例示は、例えば、前記一般式 (1-1) の x の例示と同じである。

前記一般式 (5) 中、 x_1 及び x_2 は、それぞれ独立して、0~20の整数を表し、1~10の整数が好ましい。 x_1 及び x_2 の例示は、例えば、前記一般式 (1-1) の x の例示が挙げられる。

[0031] 前記磁気記録媒体用潤滑剤は、動摩擦係数が、0.30以下であることが好ましい。前記動摩擦係数は、潤滑剤層の平均厚みを10Åとした際の動摩擦係数であり、以下の試験により測定される。

—試験—

サンプルを用いて以下の試験条件で摺動回数に対する摩擦係数を測定する。

[試験条件]

自動摩擦測定装置（メーカー：協和界面科学株式会社製、型番：T r i b o s t e r T S - 5 0 1）を用い、点接触（3mm鋼球）、重り：15g、速度：1.7mm/sec、距離：20mm、繰り返し回数：100回）の条件で測定する。

[0032] <その他の成分>

前記その他の成分としては、例えば、公知の潤滑剤、極圧剤、防錆剤、溶剤などが挙げられる。

[0033] <<公知の潤滑剤>>

前記潤滑剤は、前記イオン液体を単独で使用してもよいが、従来公知の潤滑剤と組み合わせて用いてもよい。公知の潤滑剤としては、例えば、長鎖カルボン酸、長鎖カルボン酸エステル、パーフルオロアルキルカルボン酸エステル、カルボン酸パーフルオロアルキルエステル、パーフルオロアルキルカルボン酸パーフルオロアルキルエステル、パーフルオロポリエーテル誘導体などが挙げられる。

[0034] <<極圧剤>>

厳しい条件で潤滑効果を持続させるために、前記磁気記録媒体用潤滑剤は

、質量比30：70～70：30程度の配合比で極圧剤を併用してもよい。前記極圧剤は、境界潤滑領域において部分的に金属接触が生じたときに、これに伴う摩擦熱によって金属面と反応し、反応生成物皮膜を形成することにより、摩擦・摩耗防止作用を行うものである。前記極圧剤としては、例えば、リン系極圧剤、イオウ系極圧剤、ハロゲン系極圧剤、有機金属系極圧剤、複合型極圧剤などのいずれも使用できる。

[0035] <<防錆剤>>

前記防錆剤としては、通常この種の磁気記録媒体の防錆剤として使用可能であるものであればよく、例えば、フェノール類、ナフトール類、キノン類、窒素原子を含む複素環化合物、酸素原子を含む複素環化合物、硫黄原子を含む複素環化合物などが挙げられる。また、前記防錆剤は、潤滑剤として混合して用いてもよいが、非磁性支持体上に磁性層を形成し、その上部に防錆剤層を塗布した後、潤滑剤層を塗布するというように、2層以上に分けて被着してもよい。

[0036] <<溶剤>>

前記溶剤としては、例えば、有機溶剤などが挙げられる。前記有機溶剤としては、フッ素系溶剤、アルコール系溶剤などが挙げられる。前記アルコール系溶剤としては、例えば、イソプロピルアルコール（IPA）、エタノールなどが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

[0037] (磁気記録媒体)

本発明の磁気記録媒体は、非磁性支持体と、磁性層と、本発明の前記磁気記録媒体用潤滑剤とを有し、更に必要に応じて、その他の部材を有する。

前記磁性層は、前記非磁性支持体上に形成されている。即ち、前記磁性層は、前記非磁性支持体上に配されている。

前記磁気記録媒体用潤滑剤は、前記磁性層上に形成されている。即ち、前記磁気記録媒体用潤滑剤は、前記磁性層上に配されている。

[0038] 前記潤滑剤は、磁性層が非磁性支持体表面に蒸着やスパッタリング等の手

法により形成された、所謂、金属薄膜型の磁気記録媒体に適用することが可能である。また、非磁性支持体と磁性層との間に下地層を介した構成の磁気記録媒体にも適用することもできる。このような磁気記録媒体としては、磁気ディスク、磁気テープなどを挙げることができる。

[0039] 図1は、ハードディスクの一例を示す断面図である。このハードディスクは、基板11と、下地層12と、磁性層13と、カーボン保護層14と、潤滑剤層15とが順次積層された構造を有する。

[0040] また、図2は、磁気テープの一例を示す断面図である。この磁気テープは、バックコート層25と、基板21と、磁性層22と、カーボン保護層23と、潤滑剤層24とが順次積層された構造を有する。

[0041] 図1に示す磁気ディスクにおいて、非磁性支持体は、基板11、下地層12が該当し、図2に示す磁気テープにおいて、非磁性支持体は、基板21が該当する。非磁性支持体として、Al合金板やガラス板等の剛性を有する基板を使用した場合、基板表面にアルマイト処理等の酸化皮膜やNi-P皮膜等を形成して、その表面を硬くしてもよい。

[0042] 磁性層13、22は、メッキ、スパッタリング、真空蒸着、プラズマCVD等の手法により、連続膜として形成される。磁性層13、22としては、Fe、Co、Ni等の金属や、Co-Ni系合金、Co-Pt系合金、Co-Ni-Pt系合金、Fe-Co系合金、Fe-Ni系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる面内磁化記録金属磁性膜や、Co-Cr系合金薄膜、Co-O系薄膜等の垂直磁化記録金属磁性薄膜が例示される。

[0043] 特に、面内磁化記録金属磁性薄膜を形成する場合、予め非磁性支持体上にBi、Sb、Pb、Sn、Ga、In、Ge、Si、Ti等の非磁性材料を、下地層12として形成しておき、金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、磁性金属薄膜中にこれら非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して面内等方性を確保するとともに、抗磁力を向上するようにしてもよい。

- [0044] また、磁性層 13、22 の表面に、カーボン膜、ダイヤモンド状カーボン膜、酸化クロム膜、 SiO_2 膜等の硬質な保護層を形成してもよい。
- [0045] このような金属薄膜型の磁気記録媒体に前記磁気記録媒体用潤滑剤を保有させる方法としては、図 1 及び図 2 に示すように、磁性層 13、22 の表面や、カーボン保護層 14、23 の表面にトップコートする方法が挙げられる。前記磁気記録媒体用潤滑剤の塗布量としては、 $0.1 \text{ mg/m}^2 \sim 100 \text{ mg/m}^2$ であることが好ましく、 $0.5 \text{ mg/m}^2 \sim 30 \text{ mg/m}^2$ であることがより好ましく、 $0.5 \text{ mg/m}^2 \sim 20 \text{ mg/m}^2$ であることが特に好ましい。
- [0046] また、図 2 に示すように、金属薄膜型の磁気テープは、磁性層 22 である金属磁性薄膜の他に、バックコート層 25 が必要に応じて形成されていてもよい。
- [0047] バックコート層 25 は、樹脂結合剤に導電性を付与するためのカーボン系微粉末や表面粗度をコントロールするための無機顔料を添加し塗布形成されるものである。
- [0048] また、他の実施の形態として、磁性塗料を非磁性支持体表面に塗布することにより磁性塗膜が磁性層として形成される、所謂、塗布型の磁気記録媒体にも潤滑剤の適用が可能である。塗布型の磁気記録媒体において、非磁性支持体や磁性塗膜を構成する磁性粉末、樹脂結合剤などは、従来公知のものがいずれも使用可能である。
- [0049] 例えば、前記非磁性支持体としては、例えば、ポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類、ポリカーボネート等に代表されるような高分子材料により形成される高分子支持体や、アルミニウム合金、チタン合金等からなる金属基板、アルミナガラス等からなるセラミックス基板、ガラス基板などが例示される。また、その形状も何ら限定されるものではなく、テープ状、シート状、ドラム状等、如何なる形態であってもよい。さらに、この非磁性支持体には、その表面性をコントロールするために、微細な凹凸が形成されるような表面処理が施

されたものであってもよい。

[0050] 前記磁性粉末としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、コバルト被着 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 等の強磁性酸化鉄系粒子、強磁性二酸化クロム系粒子、Fe、Co、Ni等の金属や、これらを含んだ合金からなる強磁性金属系粒子、六角板状の六方晶系フェライト微粒子等が例示される。

[0051] 前記樹脂結合剤としては、塩化ビニル、酢酸ビニル、ビニルアルコール、塩化ビニリデン、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、アクリロニトリル等の重合体、あるいはこれら二種以上を組み合わせた共重合体、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等が例示される。これら結合剤には、磁性粉末の分散性を改善するために、カルボン酸基やカルボキシル基、リン酸基等の親水性極性基が導入されてもよい。

[0052] 前記磁性塗膜には、前記の磁性粉末、樹脂結合剤の他、添加剤として分散剤、研磨剤、帯電防止剤、防錆剤等が加えられてもよい。

[0053] このような塗布型の磁気記録媒体に前記磁気記録媒体用潤滑剤を保有させる方法としては、前記非磁性支持体上に形成される前記磁性塗膜を構成する前記磁性層中に内添する方法、前記磁性層の表面にトップコートする方法、若しくはこれら両者の併用等がある。また、前記磁気記録媒体用潤滑剤を前記磁性塗膜中に内添する場合には、前記樹脂結合剤100質量部に対して0.2質量部～20質量部の範囲で添加される。

[0054] また、前記磁気記録媒体用潤滑剤を前記磁性層の表面にトップコートする場合には、その塗布量は $0.1\text{ mg/m}^2 \sim 100\text{ mg/m}^2$ であることが好ましく、 $0.5\text{ mg/m}^2 \sim 20\text{ mg/m}^2$ であることがより好ましい。なお、前記磁気記録媒体用潤滑剤をトップコートする場合の被着方法としては、前記イオン液体を溶剤に溶解し、得られた溶液を塗布若しくは噴霧するか、又はこの溶液中に磁気記録媒体を浸漬すればよい。

前記溶剤としては、フッ素系溶剤が好ましい。前記フッ素系溶剤としては、例えば、ハイドロフルオロエーテル〔例えば、 $\text{C}_3\text{F}_7\text{OCH}_3$ 、 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}$

H_3 、 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$ 、 $\text{C}_2\text{F}_5\text{CF}(\text{OCH}_3)\text{C}_3\text{F}_7$ 、 $\text{C}_5\text{H}_2\text{F}_{10}$]などが挙げられる。

前記フッ素系溶剤は、市販品であってもよい。前記市販品としては、例えば、3M社製のNovacTM 7000、7100、7200、7300、71IPA、三井・デュポン フロロケミカル株式会社製のVertrel XF、X-P10などが挙げられる。

[0055] 本発明の前記磁気記録媒体用潤滑剤を用いることにより、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、良好な潤滑作用を発揮して摩擦係数を低減することができ、熱的に高い安定性を得ることができる。また、この潤滑作用は、高温、低温、高湿、低湿下等の厳しい条件下においても損なわれることはない。

[0056] したがって、前記磁気記録媒体用潤滑剤を適用した磁気記録媒体は、厚みの薄い潤滑剤層を形成した際にも、潤滑作用により、優れた走行性、耐摩耗性、耐久性等を発揮し、さらに、熱的安定性を向上させることができる。

実施例

[0057] 以下、本発明の具体的な実施例について説明する。本実施例では、イオン液体を合成し、イオン液体のフッ素系溶剤への溶解性を測定した。また、イオン液体の熱分解温度を測定した。また、イオン液体を含有する潤滑剤を作製し、摩擦係数を測定した。なお、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。

[0058] (実施例1)

<PFTEGアミン・PFTEGスルホン酸塩の合成>

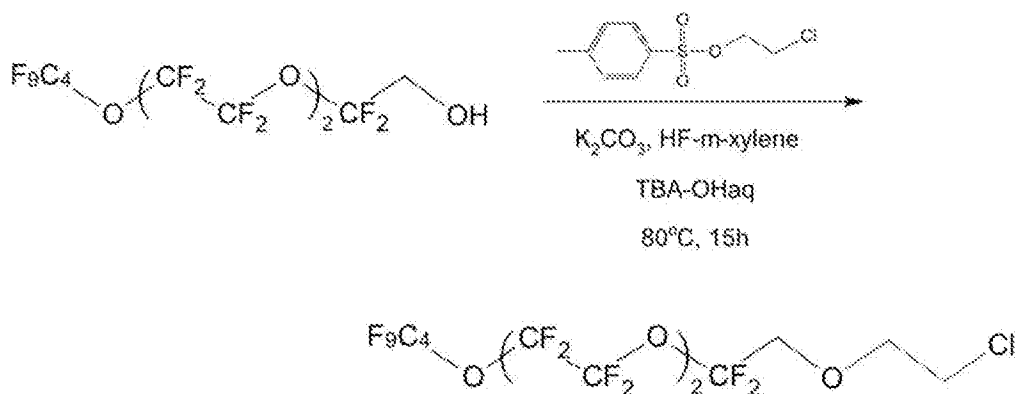
<<工程1-1>>

攪拌子、温度計、及び冷却管を備えたフラスコ中に、ふっ素化トリエチレングリコールモノブチルエーテル(PFTEG-OH) (メーカー: FluoroChem) 21.9g (40.0mmol)、及び2-クロロエチルトシラート (メーカー: 東京化成工業株式会社) 18.9g (80.0mmol) を入れ、溶媒としてメタキシレンヘキサフロライド (メーカー: 和光

純薬工業株式会社) 40 g を入れ、室温にて攪拌した。攪拌中に炭酸カリウム (メーカー: 和光純薬工業株式会社) 11.1 g (80.3 mmol)、及びテトラブチルアンモニウムヒドロキシド40%水溶液 (メーカー: 東京化成工業株式会社) 1.1 g を加え、80℃で15時間加熱攪拌を行った。この反応溶液に水とNovec 7100 (メーカー: 住友3M) 加え、分液抽出を行い、Novec層をエバポレータにて濃縮し、無色透明液体のクロロエチル化PFTEG溶液 38.3 g を得た。

上記反応のスキームを以下に示した。

[化8]



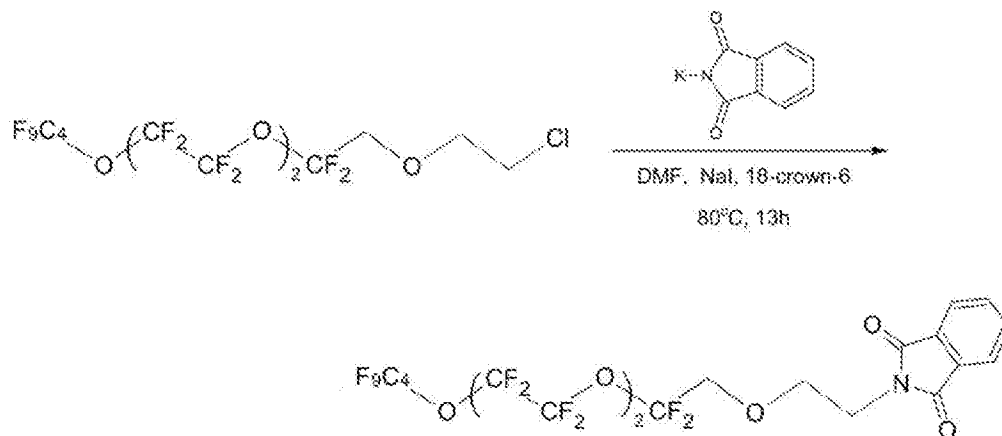
[0059] <<工程1-2>>

攪拌子、温度計、及び冷却管を備えたフラスコ中に、工程1-1にて合成したクロロエチル化PFTEG溶液37.3 g、フタルイミドカリウム (メーカー: 東京化成工業株式会社) 28.37 g (153 mmol)、ヨウ化ナトリウム (メーカー: 和光純薬工業株式会社) 0.3 g、及び18-crown-6エーテル (メーカー: Aldrich) 1.68 g (6.3 mmol) を導入し、溶媒としてDMF (N,N-ジメチルホルムアミド、メーカー: 関東化学株式会社) 118 g を加え、80℃にて13時間攪拌した。この反応溶液をエバポレータにて濃縮した後、水/Novec 7100系での分液抽出を行い、有機層を取り出した。さらにこの有機層を0.2 M水酸化ナトリウム水溶液にて2回洗浄し、得られた有機層を硫酸マグネシウムにて乾燥した。ろ過にて硫酸マグネシウムを除去した後、エバポレータにて濃

縮し、減圧乾燥することでフタルイミド化物を収率 90%（工程 1-1 を含む）で得た。

上記反応のスキームを以下に示した。

[化9]



[0060] 合成したフタルイミド化物は、H-NMR（重クロロホルム中）、FT-IR、及びGC-MSにより構造確認を行った。

H-NMR（重クロロホルム中）の結果、ピーク位置は δ : 7.8, 7.7, 3.9-3.7 ppmとフタルイミド中芳香環由来、及び炭化水素鎖由来のピークが確認され、積分比の合致を確認した。

FT-IRからは、 1711 cm^{-1} 、 1774 cm^{-1} にフタルイミド部位中のカルボニル基由来のピーク発生が確認でき、合成を確認した。

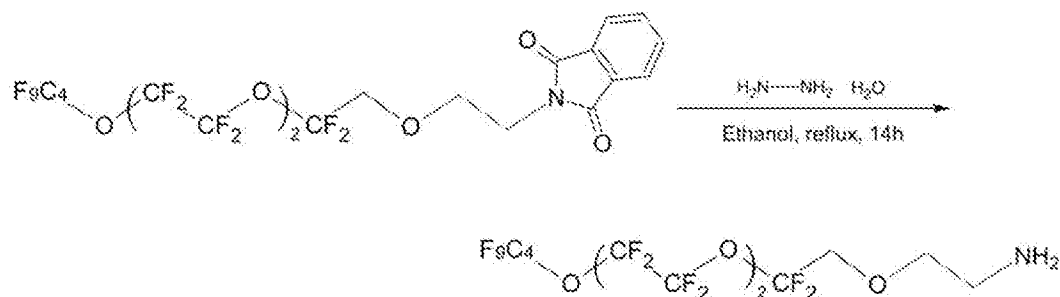
[0061] <<工程 1-3>>

攪拌子、Y字管、温度計、及び冷却管を備えたフラスコ中に工程 1-2 で合成したフタルイミド化物 24.5 g（34 mmol）、抱水ヒドラジン（メーカー：和光純薬工業株式会社）54 g（1.08 mol）、及びエタノール 110 ml を加えた。その後 14 時間リフラックス（70°C 以上）しながら攪拌を行った。得られた液体に Novac 7100 を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液で 3 回分液洗浄した。得られた Novac 層を硫酸ナトリウムにて脱水後、ろ過して目的物溶液を得た。得られた溶液を孔径 0.2 μm の PP（ポリプロピレン）製メンブレンフィルターにてろ過した。

後、濃縮することでアミノ化物（P F T E G アミン）を 23.4 g 得た。

上記反応のスキームを以下に示した。

[化10]



[0062] 得られたアミンは、GC-MS分析により、P F T E G フタルイミド由来のピーク消失を確認し、N o v e c 7 1 0 0（11質量%）、及びP F T E G-OH（8質量%）を含む溶液であった。

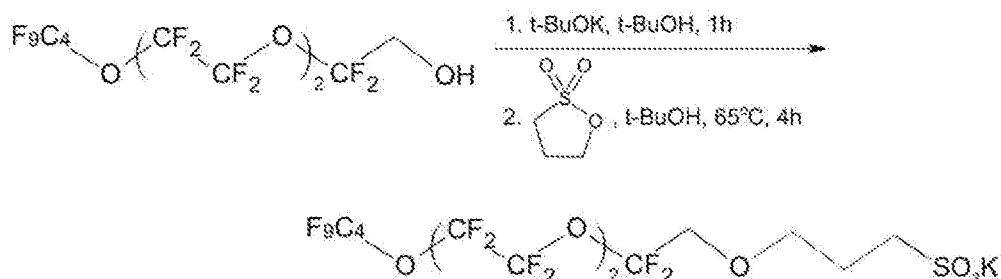
F T-I Rからは、 1711 cm^{-1} 、 1774 cm^{-1} に存在したフタルイミド部位中のカルボニル基由来のピークが完全に消失し、 $3600-3100\text{ cm}^{-1}$ 付近にアミンのNH由来のピーク発生が確認できたため、合成を確認した。

[0063] <<工程2-1>>

攪拌子、温度計、還流冷却機、及び滴下漏斗を備えた3つ口フラスコ中に、ターシャリーブタノール（メーカー：関東化学株式会社）90 g、及びカリウムターシャリーブトキシド（メーカー：東京化成工業株式会社）7.42 g（66.3 mmol）を導入し、常温で攪拌しながらP F T E G-OH 29.9 g（55 mmol）を滴下ロートから徐々に滴下し、滴下後も常温で攪拌した。滴下から1時間後、1,3-プロパンスルホン（メーカー：東京化成工業株式会社）8.08 g（66.2 mmol）、及びターシャリーブタノール10 gを徐々に滴下し、滴下後液温を 65°C で維持しながら4時間攪拌した。得られた反応溶液を濃縮し、収率98%でP F T E G スルホン酸の粗生成物を得た。

上記反応のスキームを以下に示した。

[化11]

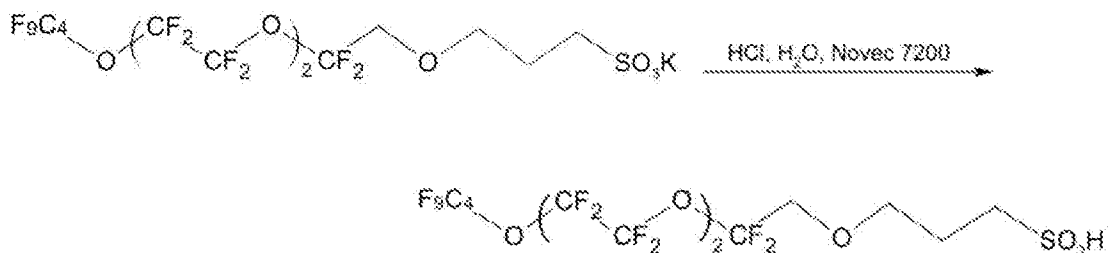


[0064] <<工程 2-2>>

攪拌子を備えたフラスコ中に工程 2-1 で得られた P F T E G スルホン酸の粗生成物 7 g を水 6 0 g に溶解し、そこに濃塩酸 4 0 g、及び N o v e c 7 2 0 0 (メーカー：住友 3 M) 1 0 0 g を加え、N o v e c 層を取り出した。N o v e c 層をエバポレータにて濃縮することで P F T E G スルホン酸を収率 6 4 % で得た。

上記反応のスキームを以下に示した。

[化12]



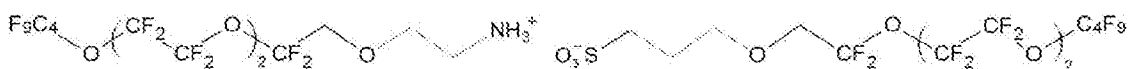
[0065] 合成した P F T E G スルホン酸は、H-NMR (重メタノール中) により、構造確認を行った。ピークの位置が、H-NMR (C D ₃ O D) δ : 3. 9、3. 7、2. 9、2. 1 p p m (P F T E G 鎖に対して α、γ、δ、ε) となり、またその積分比も計算値と一致したため P F T E G スルホン酸の合成を確認した。

[0066] <<工程 3>>

攪拌子、及び冷却管を備えたフラスコ中に工程 1-3 と同様の手法で合成

したPFTEGアミン約69%溶液10.552g(12.3mmol)、工程2-2同様に合成したPFTEGスルホン酸8.936g(13.33mmol)、溶媒としてNovec7100 50gを導入し、常温にて3時間攪拌した。得られた溶液をエバポレータにて濃縮後、各種溶媒(水・エーテル・アセトン・ヘキサン)にてデカンテーション精製を行った。洗浄完了は、洗浄液、及び目的物の溶液をpH試験紙に少量付け、pH=7が確認できた段階とした。洗浄後の目的物を減圧乾燥し、収率44%で淡黄色のPFTEGアミン・PFTEGスルホン酸塩(下記構造式)を得た。

[化13]

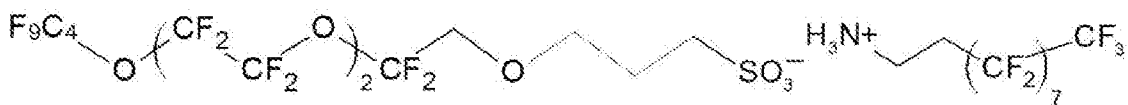


[0067] (実施例2)

<1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン・PFTEGスルホン酸塩の合成>

ナス型フラスコに、実施例1の工程2-2と同様に合成したPFTEGスルホン酸4.36g(6.5mmol)、1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン(メーカー: Apollo Scientific)3.61g(7.8mmol)、及びNovec7200 50gを加えた後に、攪拌子、及び冷却管を備え、常温下2時間攪拌を行った。その後、エバポレータにて濃縮し、エーテル及びヘキサンによりデカンテーション精製を行った。洗浄により析出した固体をろ別し、減圧乾燥することによって、淡黄色の1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン・PFTEGスルホン酸塩(下記構造式)7.06gを収率96%で得た。

[化14]

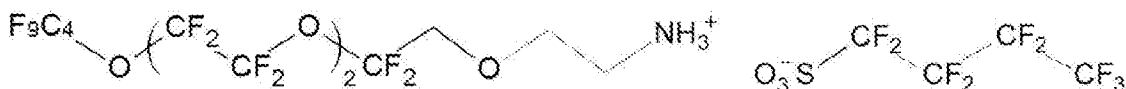


[0068] (実施例3)

<PFTEGアミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩の合成>

冷却管を備えたフラスコ中に、実施例 1 の工程 1 - 3 と同様に合成した P F T E G アミン約 6 9 % 溶液 6 . 6 8 g (7 . 8 0 m m o l) 、及びパーフルオロブタンスルホン酸（メーカー：東京化成工業株式会社）2 . 3 9 g (7 . 9 7 m m o l) を導入し、溶媒として N o v e c 7 1 0 0 を 1 5 g 加え、常温で 2 時間攪拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、エーテル：ヘキサン〔1 : 1（質量比）〕混合溶液、及び水にてデカンテーション精製を行った。洗浄後、p H 試験紙にて、洗液及び目的物溶液が p H = 7 を示すことを確認できたので、目的物溶液を減圧乾燥し、淡黄色の P F T E G アミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩（下記構造式）を収率 6 8 % で得た。

[化15]

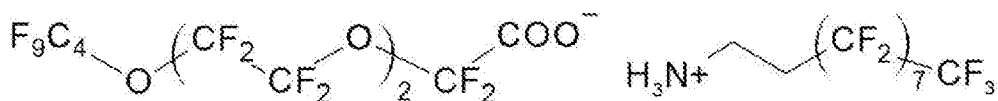


[0069]（実施例 4）

< 1 H , 1 H , 2 H , 2 H - パーフルオロデシルアミン・パーフルオロー 3 , 6 , 9 - トリオキサトリデカン酸塩の合成 >

冷却管を備えたフラスコ中に、1 H , 1 H , 2 H , 2 H - パーフルオロデシルアミン（メーカー：A p o l l o S c i e n t i f i c）6 . 9 4 g (1 5 m m o l) 、及びパーフルオロー 3 , 6 , 9 - トリオキサトリデカン酸（メーカー：S y n q u e s t）5 . 6 4 g (7 . 9 7 m m o l) を導入し、溶媒として N o v e c 7 1 0 0 を 1 5 g 加え、常温で 2 時間攪拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、エーテル：ヘキサン〔1 : 1（質量比）〕混合溶液、及びヘキサンにてデカンテーション精製を行った。洗浄後、p H 試験紙にて、洗液及び目的物溶液が p H = 7 を示すことを確認できたので、目的物溶液を減圧乾燥し、褐色の 1 H , 1 H , 2 H , 2 H - パーフルオロデシルアミン・パーフルオロー 3 , 6 , 9 - トリオキサトリデカン酸塩（下記構造式）を収率 9 9 % で得た。

[化16]

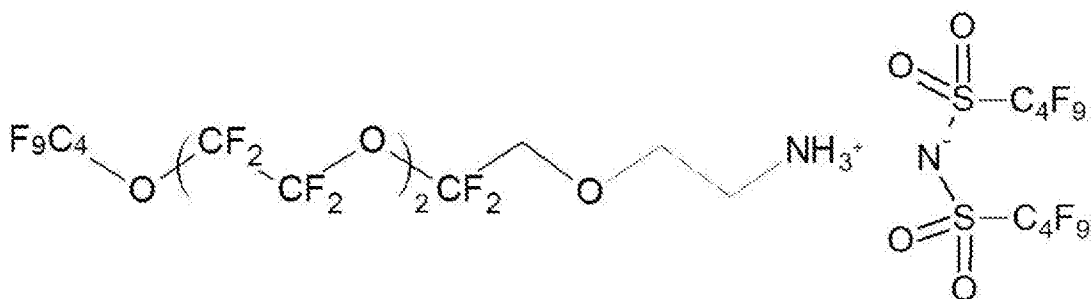


[0070] (実施例5)

＜PFTEGアミン・ビス（パーフルオロブタンスルホニル）イミド酸塩の合成＞

冷却管を備えたフラスコ中に、実施例1の工程1－3と同様に合成したPFTEGアミン約69％溶液6.68g（7.80mmol）、及びビス（パーフルオロブタンスルホニル）イミド（メーカー：和光純薬工業株式会社）4.63g（7.97mmol）を導入し、溶媒としてNovec 7100を100g加え、常温で2時間撹拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、エーテル：ヘキサン〔1：1（質量比）〕混合溶液、及び水にてデカンテーション精製を行った。洗浄後、pH試験紙にて、洗液及び目的物溶液がpH＝7を示すことを確認できたので、目的物溶液を減圧乾燥し、淡黄色のPFTEGアミン・ビス（パーフルオロブタンスルホニル）イミド塩（下記構造式）を収率85％で得た。

[化17]



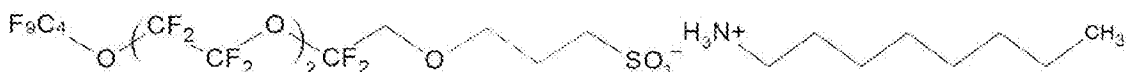
[0071] (比較例1)

＜オクチルアミン・PFTEGスルホン酸塩の合成＞

冷却管を備えたフラスコ中に、実施例1の工程2－2と同様に合成したPFTEGスルホン酸3.35g（5.00mmol）、及びオクチルアミン（メーカー：和光純薬工業株式会社）0.67g（5.15mmol）を導入

入し、Novec 7200を35g加え、常温で2時間攪拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、ヘキサンにてデカンテーション精製を行った。洗浄後、pH試験紙にて、洗液及び目的物溶液がpH=7を示すことを確認できたので、目的物溶液を減圧乾燥し、白色のPFTEGアミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩（下記構造式）を収率58%で得た。

[化18]

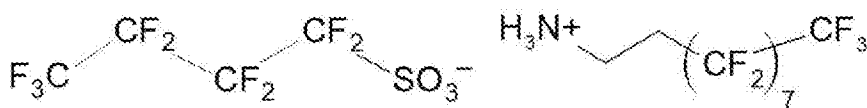


[0072]（比較例2）

<1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩の合成>

冷却管を備えたフラスコ中に、1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン（メーカー：Apollo Scientific）6.94g（15mmol）、及びパーフルオロブタンスルホン酸（メーカー：東京化成工業株式会社）3.6g（12mmol）を導入し、溶媒として、ヘキサン：エタノール：Novec 7200〔1：1：1（質量比）〕の混合溶媒を200g加え、常温で4時間攪拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、ヘキサン：エタノール〔10：1（質量比）〕の混合溶液、及びヘキサンにてデカンテーション精製を3回行った。その後、目的物溶液を減圧乾燥し、褐色の1H, 1H, 2H, 2H-パーフルオロデシルアミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩（下記構造式）を収率83%で得た。

[化19]



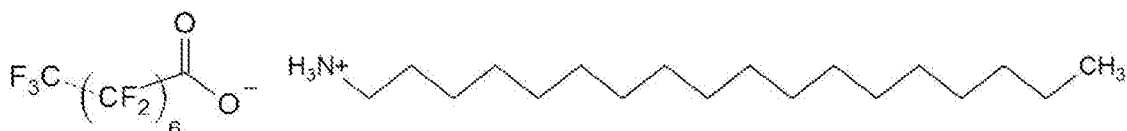
[0073]（比較例3）

<オクタデシルアミン・パーフルオロヘプタン酸塩の合成>

冷却管を備えたフラスコ中に、オクタデシルアミン（メーカー：和光純薬工業株式会社）4.8g（18mmol）、及びパーフルオロヘプタン酸

(メーカー：東京化成工業株式会社) 5.5 g (15 mmol) を導入し、溶媒として、ヘキサン：エタノール〔1：1 (質量比)〕の混合溶媒を 200 g 加え、常温で 4 時間攪拌した。その後、エバポレータにて濃縮し、ヘキサン：エタノール〔8：2 (質量比)〕の混合溶液にて再結晶を行った。その後、吸引ろ過および減圧乾燥し、白色のオクタデシルアミン・パーフルオロブタンスルホン酸塩 (下記構造式) を収率 75% で得た。

[化20]

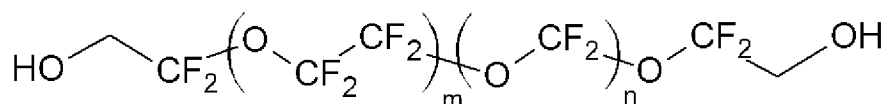


[0074] (比較例 4)

<分子量約 2000 の PFPE ジオール>

Fomblin Z-Dol (メーカー：ソルベイスpecialティーマーズ、下記構造式) (分子量約 2000) を用いた。

[化21]



[0075] <評価>

実施例 1～5、及び比較例 1～3 で得られたイオン液体を用いて以下の評価を行った。結果を表 1-1、及び表 1-2 に示した。

[0076] <<熱分解温度の測定>>

TG-DTA (メーカー名：セイコーインスツル株式会社、型番：EXSTAR 6000) により、温度に対する重量減少を測定し、5%重量減少温度を熱分解温度と定義した。測定条件は、昇温速度を 10℃/min、Air 流量を 200 mL/min とした。

[0077] <<フッ素系溶剤に対する溶解性>>

濃度が 1 質量% となるように各種フッ素系溶剤に添加し、25℃ に保持して攪拌した。溶解性を、以下の評価基準で評価した。

〔評価基準〕

○：フッ素系溶剤に溶解し、放置しても沈殿の発生がない

×：フッ素系溶剤に不溶である、又は一時的に溶解しても放置すると沈殿が発生する

[0078] <<摩擦特性>>

ー潤滑剤塗布ハードディスクの作製ー

図1に示すような断面構造の磁気ディスクを作製した。ディップコーティングに用いる潤滑剤溶液は、表1-1及び表1-2に示す溶剤を用いて、それぞれの潤滑剤を溶解させて調製した。なお、潤滑剤溶液に濁りがある場合は、シリンジフィルター（0.2 μm ）を使用し濾過した。

ディップコーティングは、潤滑剤溶液を入れたガラス容器から磁気ディスクを速度50 mm/minにて引き上げて行った。

それぞれの潤滑剤に対してディップ濃度条件を系統的に変えて、膜厚のディップ濃度の依存性を調べた。膜厚はエリプソメトリー（型番：M-2000、メーカー：ジェーエーウラム）により測定した。それぞれの潤滑剤に対してディップ濃度を調整し形成された潤滑剤層の平均厚みが10 Åになるようにした。

[0079] ー試験ー

作製したサンプルを用いて、以下の試験条件で摺動回数に対する摩擦係数を測定することで、摩擦特性を評価した。

〔試験条件〕

自動摩擦測定装置（メーカー：協和界面科学株式会社製、型番：T r i b o s t e r T S - 5 0 1）を用い、点接触（3 mm鋼球）、重り：15 g、速度：1.7 mm/sec、距離：20 mm、繰り返し回数：100回）の条件で測定した。

[0080] <<総合評価>>

上記評価結果を、以下にランク分けし、更に、以下の評価基準で、総合評価を行った。

〔ランク分け1：熱分解温度〕

◎：300℃以上

○：150℃以上300℃未満

×：150℃未満

〔ランク分け2：摩擦特性〕

◎：摺動回数100回における摩擦係数が0.20未満

○：摺動回数100回における摩擦係数が0.20以上0.30以下

×：摺動回数100回における摩擦係数が0.30超

〔評価基準〕

◎：ランク分け1及び2において◎が2つ、かつフッ素系溶剤溶解性がすべての溶剤で○

○：ランク分け1及び2において◎が1つかつ○が1つ、若しくは○が2つ、更にフッ素系溶剤溶解性がすべての溶剤で○

×：ランク分け1及び2において×が1つ若しくは2つ、及び／又はフッ素溶剤溶解性が少なくとも1つの溶剤で×

[0081]

[表1-1]

			実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
酸			PFTEG スルホン酸	PFTEG スルホン酸	パーフルオロ ブタン スルホン酸	PFTEG カルボン酸	ビス(パーフルオロブタン スルホニル)イミド
	構造		モノアニオン	モノアニオン	モノアニオン	モノアニオン	モノアニオン
	含フッ素鎖の 数平均分子量		500	500	200	500	440
塩基			PFTEG アミン	パーフルオロ デシルアミン	PFTEG アミン	パーフルオロ デシルアミン	PFTEG アミン
	構造		モノカチオン	モノカチオン	モノカチオン	モノカチオン	モノカチオン
熱分解(5%重量減) 温度(°C)			246	254	302	169	291
フッ素系溶剤 溶解性		Novec7100	○	○	○	○	○
		Novec7200	○	○	○	○	○
		Novec7300	○	○	○	○	○
		Vertrel XF	○	○	○	○	○
摩擦 係数	ディップ溶媒		Vertrel XF	Vertrel XF	Vertrel XF	Vertrel XF	Vertrel XF
	摺動 回数	1	0.18	0.15	0.18	0.16	0.16
		50	0.26	0.15	0.18	0.17	0.17
		100	0.28	0.16	0.19	0.18	0.17
総合評価			○	○	◎	○	○

[0082]

[表1-2]

			比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
酸			PFTEG スルホン酸	パーフルオロ ブタン スルホン酸	パーフルオロ ヘプタン酸	PFPE ジオール (Z-Dol)
	構造		モノアニオン	モノアニオン	モノアニオン	－
	含フッ素鎖の 数平均分子量		500	200	400	2000
塩基			オクチル アミン	パーフルオロ デシルアミン	ステアリル アミン	－
	構造		モノカチオン	モノカチオン	モノカチオン	－
熱分解(5%重量減) 温度(℃)			276	308	204	179
フッ素系溶剤 溶解性		Novec7100	○	×	×	○
		Novec7200	○	×	×	○
		Novec7300	○	×	×	○
		Vertrel XF	○	×	×	○
摩擦 係数	ディップ溶媒		EtOH/ Hexane	EtOH/ Hexane	EtOH/ Hexane	VertrelXF
	摺動 回数	1	0.18	0.25	0.55	0.29
		50	0.44	0.31	0.53	0.63
		100	0.55	0.40	0.33	0.53
総合評価			×	×	×	×

表1-1及び表1-2中の各フッ素系溶剤は以下のとおりである。

Novec™ 7100：3M社製、ハイドロフルオロエーテル ($C_4F_9OCH_3$)

Novec™ 7200：3M社製、ハイドロフルオロエーテル ($C_4F_9OC_2H_5$)

Novec™ 7300：3M社製、ハイドロフルオロエーテル [$C_2F_5CF(OCH_3)C_3F_7$]

Vertrel XF：三井・デュポン フロロケミカル株式会社製、 $C_5H_2F_{10}$

比較例1～3の潤滑剤は、フッ素系溶剤に溶解しないため、溶剤として、エタノール／ヘキサン混合溶剤 (Etanol/Hexane=3/7 (質量比)) を用いた。

[0083] 実施例1～5の摩擦係数を見ると、摺動回数が100回でも0.30以下

を維持した。

一方、比較例 1 ～ 4 は、摺動回数が 50 回以上で摩擦係数が 0.30 を超えていた。

実施例 3 は、熱安定性、及び摩擦係数の両方の点でより優れていた。

産業上の利用可能性

[0084] 本発明の磁気記録媒体用潤滑剤は、形成される潤滑剤層の厚みが薄くても、熱安定性、及び摩擦特性に優れることから、高記録密度の磁気記録媒体に好適に用いることができる。

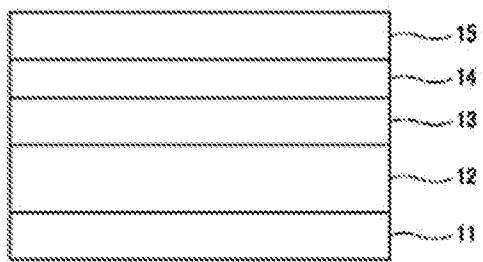
符号の説明

- [0085]
- 1 1 基板
 - 1 2 下地層
 - 1 3 磁性層
 - 1 4 カーボン保護層
 - 1 5 潤滑剤層
 - 2 1 基板
 - 2 2 磁性層
 - 2 3 カーボン保護層
 - 2 4 潤滑剤層
 - 2 5 バックコート層

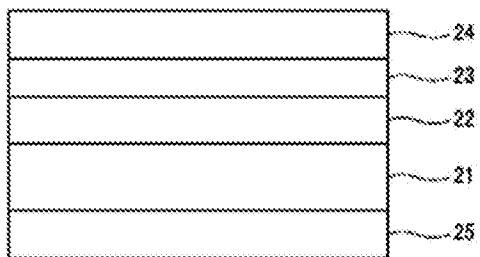
請求の範囲

- [請求項1] ブレンステッド酸と、1級アミンであるブレンステッド塩基とが構成成分であるイオン液体を含有し、
- 前記ブレンステッド酸が、含フッ素鎖を有し、
- 前記ブレンステッド塩基が、パーフルオロアルキル鎖及びパーフルオロポリエーテル鎖のいずれかである含フッ素鎖を有し、
- 前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖が、パーフルオロポリエーテル鎖であること、及び前記ブレンステッド塩基における前記含フッ素鎖が、前記パーフルオロポリエーテル鎖であること、の少なくともいずれかを満たし、
- 前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量が、1,500以下であることを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項2] 前記ブレンステッド酸における前記含フッ素鎖の数平均分子量が、500以下である請求項1に記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項3] 前記ブレンステッド酸が、前記含フッ素鎖を有するスルホン酸、及び前記含フッ素鎖を有するスルホニルイミドのいずれかであり、
- 前記ブレンステッド塩基が、前記パーフルオロポリエーテル鎖を有する1級アミンである請求項1から2のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項4] 動摩擦係数が、0.30以下である請求項1から3のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤。
- [請求項5] 非磁性支持体と、前記非磁性支持体上に磁性層と、前記磁性層上に請求項1から4のいずれかに記載の磁気記録媒体用潤滑剤とを有することを特徴とする磁気記録媒体。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/053275

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/725(2006.01)i, C10M105/54(2006.01)i, C10M105/58(2006.01)i,
C10M105/72
(2006.01)i, C10M159/12(2006.01)i, G11B5/84(2006.01)i, C10N20/00(2006.01)n,
C10N20/04(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n,

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G11B5/725, C10M105/54, C10M105/58, C10M105/72, C10M159/12, G11B5/84,
C10N20/00, C10N20/04, C10N30/06, C10N30/08, C10N40/18

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2014/104342 A1 (Dexerials Corp.), 03 July 2014 (03.07.2014), examples 1 to 56 & JP 2015-63649 A & US 2015/0353558 A1 examples 1 to 56 & EP 2940109 A1 & CN 104884593 A	1-5
A	JP 2011-174050 A (The Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.), 08 September 2011 (08.09.2011), claims 1 to 7 & US 2013/0053287 A1 claims 1 to 7 & WO 2011/093455 A1	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

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

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

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

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

"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
13 April 2016 (13.04.16)

Date of mailing of the international search report
26 April 2016 (26.04.16)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/053275

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2012-162693 A (Neos Co., Ltd.), 30 August 2012 (30.08.2012), claims 1 to 5 (Family: none)	1-5
A	JP 2009-242765 A (Stella Chemifa Corp.), 22 October 2009 (22.10.2009), claims 1 to 9 & WO 2009/113677 A1	1-5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/053275

Continuation of A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
(International Patent Classification (IPC))

C10N40/18(2006.01)n

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

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G11B5/725(2006.01)i, C10M105/54(2006.01)i, C10M105/58(2006.01)i, C10M105/72(2006.01)i, C10M159/12(2006.01)i, G11B5/84(2006.01)i, C10N20/00(2006.01)n, C10N20/04(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n, C10N40/18(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G11B5/725, C10M105/54, C10M105/58, C10M105/72, C10M159/12, G11B5/84, C10N20/00, C10N20/04, C10N30/06, C10N30/08, 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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 6 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 6 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 6 年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	WO 2014/104342 A1 (デクセリアルズ株式会社) 2014.07.03, 実施例 1-56 & JP 2015-63649 A & US 2015/0353558 A1, examples 1-56 & EP 2940109 A1 & CN 104884593 A	1-5
A	JP 2011-174050 A (日本合成化学工業株式会社) 2011.09.08, 請求項 1-7 & US 2013/0053287 A1, claims 1-7 & WO 2011/093455 A1	1-5
A	JP 2012-162693 A (株式会社ネオス) 2012.08.30, 請求項 1-5 (ファミリーなし)	1-5

☑ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 3 . 0 4 . 2 0 1 6

国際調査報告の発送日

2 6 . 0 4 . 2 0 1 6

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中野 和彦

5 C

3 5 6 4

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

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2009-242765 A (ステラケミファ株式会社) 2009. 10. 22, 請求項 1-9 & WO 2009/113677 A1	1-5