

公告本

申請日期	87-09-28
案 號	87116081
類 別	C10M 105/36, 105/24, 105/36 // C10N 40:18, G11B5/1

A4
C4

546373

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明名稱	中 文	潤滑劑組成物及利用其之磁性記錄媒體
	英 文	LUBRICANT COMPOSITION AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE SAME
二、發明人	姓 名	(1)五十嵐庸彦 (2)小林康二 (3)金澤弘道 (4)林隆博 (5)入谷健彦
	國 籍	日 本
	住、居所	(1)日本國長野縣佐久市猿久保620-16 (2)日本國長野縣北佐久郡御代田町4108-1639 (3)日本國長野縣佐久市中込2084 (4)日本國長野縣小諸市和田956-1 (5)日本國埼玉縣川越市的場1633
三、申請人	姓 名 (名稱)	日商・TDK股份有限公司
	國 籍	日 本
	住、居所 (事務所)	日本國東京都中央區日本橋一丁目13番1號
	代 表 人 姓 名	澤部肇

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

日本 國 (地區) 申請專利，申請日期： 1997,9,29 案號： 特願平9-282702 , ☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於： , 寄存日期： , 寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明背景

本發明係關於一種可用於生產磁性記錄媒體等之潤滑劑組合物及使用該潤滑劑組合物獲得之磁性記錄媒體。

磁性記錄媒體領域中，數位化、輕薄短小、長期運轉等改良不斷進展中，因此不斷需要增高記錄媒體密度。特別具有由薄強誘電金屬層組成之磁性記錄層之薄金屬膜型記錄媒體於近年來積極研究開發，原因為其用於記錄短波長極佳。

此種情況下，磁性記錄媒體之潤滑劑也受人注目，顯然磁性記錄媒體本身之性能特點可經由改良潤滑劑而改良。

例如羧酸酯已知作為磁性記錄媒體潤滑劑。但其牽涉下列問題：特別當儲存於高溫及高濕時，潤滑層之撥水性減低，如此水容易滲透入潤滑層內，結果潤滑劑之黏著性脆弱，潤滑劑本身凝結，因此無法維持潤滑劑原先特性。

由其中衍生之氟羧酸及酯例如牽涉下列問題：氟羧酸由於為強酸故損傷磁性記錄媒體表面或構成磁性記錄媒體之保護層表面；衍生自酯類容易水解而耐風蝕性不足；具有大量碳原子之有用氟羧酸之合成困難；及具有相對小量碳原子之氟羧酸及由其衍生之酯之減少摩擦效果不足，換言之無法提供充分運轉耐久性。

得自單羧酸及全氟烷基醇之酯型潤滑劑(JP-A 62-256218)由於分子之極性基，羰基故具相當小之分子截面積。因此其優點為容易遮蓋磁性層表面或構成磁性記錄媒

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明(2)

體之保護層表面。但其缺點為充分顯現潤滑效果困難，原因為分子內烷基之定向方式係朝向磁性層或保護層表面傾斜故。

得自二羧酸及全氟烷基醇之酯型潤滑劑(JP-A 5-128498, JP-A 5-282662及JP-B 6-28717)為優異，原因為潤滑劑由每分子兩個極性基被吸附及定向於表面，分子之烷基幾乎不會定向呈傾斜表面，故潤滑劑容易展現潤滑效果。它方面，該等潤滑劑之缺點為由於兩個極性基故潤滑劑分子截面積變相對較大，因而難以由潤滑劑分子遮蓋表面。此外，當於高溫及高濕儲存後冷卻至室溫時，潤滑劑於某種情況下由於其強力傾向於分子定向而再結晶，造成磁性記錄媒體之耐風蝕性劣化。此外潤滑劑之缺點也在於由於潤滑劑結構故分子量相當高，因此使用此種潤滑劑之磁性記錄媒體於低溫範圍之特性仍然降低。

發明概述

於前述情況下完成本發明，本發明之目的係提供一種潤滑劑組合物其可生產不具有前述缺點及運轉耐久性、靜止壽命及耐風蝕性絕佳之磁性記錄媒體，及亦提供使用此等潤滑劑組合物之磁性記錄媒體。

本發明提供一種潤滑劑組合物包含

(A) 下式化合物：



其中 R^1 為高碳脂族烴殘基其可含一或多個氟原子；及 R^2 為脂族烴殘基其可具有一或多個氟原子或氧原子或二者及

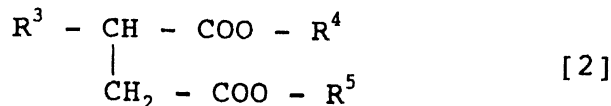
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

像

五、發明說明(3)

(B) 下式化合物：



其中R³為高碳脂族烴殘基其可含一或多個氟原子；及R⁴及R⁵分別為氫原子或脂族烴殘基其可含一或多個氟原子或氧原子或二者，但R⁴及R⁵中之至少一者為脂族氟烴殘基其可含一或多個氧原子。

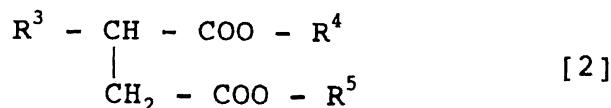
本發明也提供使用該潤滑劑組合物作為潤滑層之磁性記錄媒體。

發明之詳細說明

本發明之潤滑劑組合物包含下式化合物：



其中R¹為高碳脂族烴殘基其可含一或多個氟原子；及R²為脂族烴殘基其可具有一或多個氟原子或氧原子或二者及下式化合物：



其中R³為高碳脂族烴殘基其可含一或多個氟原子；及R⁴及R⁵分別為氫原子或脂族烴殘基其可含一或多個氟原子或氧原子或二者，但R⁴及R⁵中之至少一者為脂族氟烴殘基其可含一或多個氧原子。

發明人積極從事研究可生產高性能磁性記錄媒體之潤滑劑，結果發現前述習知潤滑劑之問題可使用一種潤滑劑組合物解決，該組合物包含式[1]化合物及式[2]化合物，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(4)

及基於此項發現完成本發明。

式[1]中 R^1 表示之高碳脂族烴殘基亦即含一或多個氟原子之高碳脂族烴殘基可為直鏈或分支，其中以直鏈為佳。至於高碳脂族烴殘基例如含6至24個碳原子，較佳8至24個碳原子，更佳11至24個碳原子。脂族烴殘基可含1至4個雙鍵，較佳一或二個雙鍵。高碳脂族烴殘基特例為烷基如正己基，異己基，庚基，辛基，壬基，癸基，十一基，十二基，十四基，十六基，十八基，二十基，二十二基或二十四基；含1至4個雙鍵之脂族烴殘基(亦即烯基，烷二烯基，烷三烯基或烷四烯基)如油基或亞油基。至於含一或多個氟原子之高碳脂族氟烴殘基，例如經由以氟原子置換前述高碳脂族烴殘基之通常1至41，較佳2至18個氫原子所得。本說明書中，後文舉例說明之各個脂族氟烴殘基為含有預定數目氟原子之殘基。但 R^1 不包括全氟烴基。含一或多個氟原子之高碳脂族烴殘基之特例為脂族氟烷基如氟己基，氟庚基，氟辛基，氟壬基，氟癸基，氟十一基，氟十二基，氟十四基，氟十六基，氟十八基，氟二十基，氟二十二基，氟二十四基或氟二十六基；含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基(亦即氟烯基，氟烷二烯基，氟烷三烯基或氟烷四烯基)如氟油烯基或氟亞油烯基。

其中考慮潤滑性質， R^1 較佳為不含氟原子之高碳脂族烴殘基。

至於 R^2 表示之脂族烴殘基，亦即含一或多個氟原子或氧原子或二者之脂族烴殘基，例如概略含1至26個碳原子

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(5)

，較佳4至20個碳原子，更佳4至14個碳原子之脂族烴殘基。脂族烴殘基較佳為直鏈。脂族烴殘基可含1至4個雙鍵，較佳一或二個雙鍵。脂族烴殘基之特例為烷基如甲基，乙基，丙基，丁基，戊基，己基，庚基，辛基，壬基，癸基，十一基，十二基，十四基，十六基，十八基，二十基，二十二基，二十四基或二十六基；含1至4個雙鍵之脂族烴殘基(亦即烯基，烷二烯基，烷三烯基或烷四烯基)如油基或亞油基。

至於含一或多個氟原子之脂族烴殘基例如經由以氟原子替代前文舉例之烴殘基之通常1至53個，較佳2至41個氟原子獲得。含一或多個氟原子之脂族烴殘基之特例為氟烷基如氟甲基，氟乙基，氟丙基，氟丁基，氟戊基，氟己基，氟庚基，氟辛基，氟壬基，氟癸基，氟十一基，氟十二基，氟十四基，氟十六基，氟十八基，氟二十基，氟二十二基，氟二十四基及氟二十六基，三氟甲基，全氟乙基，全氟丙基，全氟丁基，全氟戊基，全氟己基，全氟庚基，全氟辛基，全氟壬基，全氟癸基，全氟十一基，全氟十二基，全氟十四基，全氟十六基，全氟十八基，全氟二十基，全氟二十二基，全氟二十四基，全氟二十六基；含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基(亦即氟烯基，氟烷二烯基，氟烷三烯基或氟烷四烯基)如氟油基，氟亞油基，全氟油基或全氟亞油基。

至於含一或多個氧原子之脂族烴殘基，例如為含1至4個-O-基，較佳一或二個-O-基於烴殘基鏈之任意位置之脂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

族烴殘基。含一或二個氧原子之脂族烴殘基之特例有

-CH₂-O-CH₃， -CH₂CH₂-O-CH₃， -CH₂CH₂-O-CH₂CH₃，
-CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-CH₃， -CH₂CH₂O-CH₂CH₂-O-C₈H₁₇，
-CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-C₉H₁₇， -(CH₂)₅-O-(CH₂)₇-O-(CH₂)₃CH₃
等。

至於含一或多個氟原子及一或多個氧原子之脂族烴殘基例如以氟原子替代前文舉例之含一或多個氧原子之烴殘基之1至53個，較佳1至41個，更佳1至19個氫原子獲得。含一或多個氟原子及一或多個氧原子之烷基特例有-CH₂-O-CH₂F， -CH₂CHF-O-CH₂F， -CH₂CF₂-O-CF₂CH₃， -CF₂CF₂-O-CH₂CH₂-O-CH₃， -(CH₂)₅-O-(CH₂)₇-O-(CF₂)₃CH₃， -(CH₂)₅-O-(CH₂)₇-O-C₃F₇， -CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-C₈F₁₇， -CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-C₉F₁₇等。

含一或多個氟原子或氧原子或二者之脂族烴殘基之較佳例以R⁶表示為式[3]基：



其中R⁶為亞甲基鏈其可含一或多個氧原子；及Y為氟烷基。

式[3]中至於R⁶表示之亞甲基鏈亦即亞甲基鏈可含一或多個氧原子，例如為通常含一或多個碳原子，較佳1至6個碳原子之亞甲基。亞甲基鏈之特例有亞甲基，伸乙基，三亞甲基，四亞甲基，五亞甲基，六亞甲基等。雖然亞甲基鏈較佳未含氧原子，但可含一或多個氧原子。至於含一或多個氧原子之亞甲基鏈例如含1至4個-O-基，較佳一或

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(7)

二個-O-基於亞甲基鏈之任意位置之亞甲基鏈。含一或多個氧原子之亞甲基鏈之特例有 $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-$ ， $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 等。

至於Y表示之氟烷基例如為經由以氟原子取代烷基之1至41個，較佳2至19個氫原子，更佳取代烷基之全部氫原子所得全氟烷基之通常含1至20，較佳2至9個碳原子之氟烷基。氟烷基特例有氟甲基，氟乙基，氟丙基，氟丁基，氟戊基，氟己基，氟庚基，氟辛基，氟壬基，氟癸基，氟十一基，氟十二基，氟十四基，氟十六基，氟十八基，氟二十基，氟二十二基，氟二十四基，氟二十六基，三氟甲基，全氟乙基，全氟丙基，全氟丁基，全氟戊基，全氟己基，全氟庚基，全氟辛基，全氟壬基，全氟癸基，全氟十一基，全氟十二基，全氟十四基，全氟十六基，全氟十八基，全氟二十基，全氟二十二基，全氟二十四基，全氟二十六基等。

式[1]化合物之典型例為高碳脂肪酸酯如 $\text{C}_{13}\text{H}_{27}\text{COOC}_4\text{H}_9$ ， $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOC}_4\text{H}_9$ ， $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOC}_4\text{H}_9$ 及 $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOC}_4\text{H}_9$ ；及含氟高碳脂肪酸酯如 $\text{C}_{13}\text{H}_{27}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ ， $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ ， $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ ， $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ ， $\text{C}_{13}\text{H}_{27}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OC}_9\text{F}_{17}$ ， $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOC}_4\text{F}_9$ 及 $\text{C}_{17}\text{H}_{31}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{C}_8\text{F}_{17}$ 。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

式[2]中 R^3 表示之高碳脂族烴殘基亦即含一或多個氟原子之高碳脂族烴殘基可為直鏈或分支，及包含通常含6至24碳原子，較佳8至24個碳原子，更佳11至24個碳原子之烴殘基。

R^3 表示之高碳脂族烴殘基可含1至4個雙鍵，較佳一或二個雙鍵。高碳脂族烴殘基之特例為烷基如正己基，異己基，庚基，辛基，壬基，癸基，十一基，十二基，十四基，十六基，十八基，二十基，二十二基或二十四基；及含1至4個雙鍵之脂族烴殘基(亦即烯基，烷二烯基，烷三烯基或烷四烯基)如油基或亞油基。

至於含一或多個氟原子之高碳脂族烴殘基例如經由以氟原子替代前述舉例說明之烴殘基之1至49個較佳2至24個氫原子獲得者。含一或多個氟原子之高碳脂族烴殘基之特例有氟烷基如氟己基，氟庚基，氟辛基，氟壬基，氟癸基，氟十一基，氟十二基，氟十四基，氟十六基，氟十八基，氟二十基，氟二十二基，氟二十四基或氟二十六基；含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基(亦即氟烯基，氟烷二烯基，氟烷三烯基或氟烷四烯基)如氟油基或氟亞油基。

其中 R^3 較佳為未含氟原子之高碳脂族烴殘基。

至於 R^4 ， R^5 表示之脂族烴殘基，亦即含一或多個氟原子或氧原子或二者之脂族烴殘基，例如含1至26個碳原子，較佳4至20個碳原子，更佳4至14個碳原子之脂族烴殘基。脂族烴殘基較佳為直鏈。脂族烴殘基可含1至4個雙鍵，較佳一或二個雙鍵。烴殘基之特例為烷基如甲基，乙基，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

象

五、發明說明(9)

丙基，丁基，戊基，己基，庚基，辛基，壬基，癸基，十一基，十二基，十四基，十六基，十八基，二十基，二十二基，二十四基或二十六基；含1至4個雙鍵之脂族烴殘基(亦即烯基，烷二烯基，烷三烯基或烷四烯基)例如油基或亞油基。

至於含一或多個氟原子之脂族烴殘基例如經由以氟原子替代前文舉例之烴殘基之通常1至53個原子，較佳2至24個氫原子獲得。含一或多個氟原子之脂族烴殘基之特例為氟烷基如氟甲基，氟乙基，氟丙基，氟丁基，氟戊基，氟己基，氟庚基，氟辛基，氟壬基，氟癸基，氟十一基，氟十二基，氟十四基，氟十六基，氟十八基，氟二十基，氟二十二基，氟二十四基，氟二十六基，三氟甲基，全氟乙基，全氟丙基，全氟丁基，全氟戊基，全氟己基，全氟庚基，全氟辛基，全氟壬基，全氟癸基，全氟十一基，全氟十二基，全氟十四基，全氟十六基，全氟十八基，全氟二十基，全氟二十二基，全氟二十四基，全氟二十六基；含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基(亦即氟烯基，氟烷二烯基，氟烷三烯基或氟烷四烯基)如氟油基，氟亞油基，全氟油基或全氟亞油基。

至於含一或多個氧原子之脂族烴殘基，例如為含1至4個-O-基，較佳含一或二個-O-基於烴殘基鏈之任一位置之脂族烴殘基。含一或多個氧原子之脂族烴殘基之特例有-CH₂-O-CH₃，-CH₂CH₂-O-CH₃，-CH₂CH₂-O-CH₂CH₃，-CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-CH₃，-CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-O-C₉H₁₇

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

， $-(CH_2)_5-O-(CH_2)_7-O-(CH_2)_3CH_3$ 等。

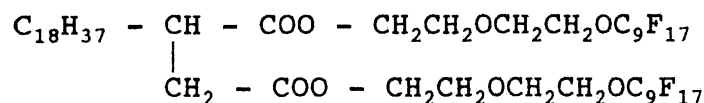
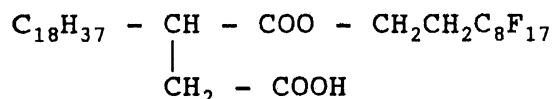
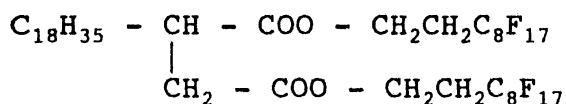
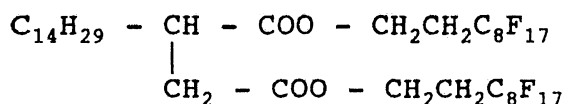
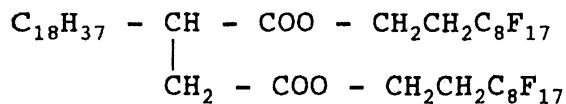
至於含一或多個氟原子及一或多個氧原子之脂族烴殘基例如以氟原子體代前文舉例之含一或多個氧原子之烴殘基之1至33個，較佳2至9個氫原子獲得。含一或多個氟原子及一或多個氧原子之烷基特例有 $-CH_2-O-CH_2F$ ， $-CH_2CHF-O-CH_2F$ ， $-CH_2CH_2-O-CF_2CH_3$ ， $-CF_2CF_2-O-CH_2CH_2-O-CH_3$ ， $-(CH_2)_5-O-(CH_2)_7-O-(CH_2)_3CH_3$ ， $-(CH_2)_5-O-(CH_2)_7-O-C_3F_7$ ， $-CH_2CH_2-O-CH_2CH_2-O-C_9F_{17}$ 等。

含一或多個氟原子或氧原子或二者之脂族烴殘基之較佳例且以 R^4 及 R^5 表示為式[3]基：



其中 R^6 及 Y 定義如前。

式[2]化合物之典型例為下列化合物：



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

像

五、發明說明 (11)

潤滑劑組合物之式[1]及[2]化合物中，較佳為式[1]中， R^1 為含6至24個碳原子之烷基，含6至24個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含6至24個碳原子及1至41個氟原子之氟烷基，或含6至24個碳原子及1至41個氟原子且含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基； R^2 為含1至26個碳原子之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至4個氧原子於主鏈之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於主鏈之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子之氟烷基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子及1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子且含1至4個氧原子於主鏈之氟烷基，或含1至26個碳原子，1至53個氟原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於主鏈之脂族氟烴殘基；及式[2]中， R^3 為含6至24個碳原子之烷基，含6至24個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含6至24個碳原子及1至49個氟原子之氟烷基，或含6至24個碳原子及1至49個氟原子且有1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基； R^4 及 R^5 分別為含1至26個碳原子之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至4個氧原子於主鏈之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於主鏈之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子之氟烷基，含1至26個碳原子，1至53個氟原子及1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子且含1至4個氧原子於主鏈之氟烷基，或含1至26個碳原子，1至53個氟原

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

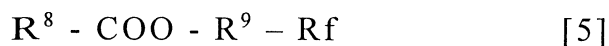
訂

線

五、發明說明 (12)

子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於主鏈之脂族氟烴殘基。

式[1]化合物中下式[5]為新穎：



其中 R^8 為含13個碳原子之烷基； R^9 為含2至6個碳原子之亞甲基鏈；及 R_f 為含7至20個碳原子之全氟烷基。

式[5]中至於 R^8 表示之13個碳原子之烷基，例如為直鏈或分支烷基，較佳為直鏈烷基。烷基特例為正十三基，1-甲基十二基，2-甲基十二基，5-甲基十二基，12-甲基十二基，1-乙基十一基，4-乙基十一基，8-乙基十一基，11-乙基十一基等。

R_f 表示之7至20個原子之全氟烷基較佳為直鏈。全氟烷基特例為全氟庚基，全氟辛基，全氟壬基，全氟癸基，全氟十一基，全氟十二基，全氟十四基，全氟十六基，全氟十八基，全氟二十基等。

可用作本發明之潤滑劑組合物之一種成分之式[1]化合物之獲得方式例如經由使用縮合劑進行脫水或脫氫鹵化縮合而以式 R^2OH 化合物酯化，式 R^1COOH 化合物或下式化合物獲得：



其中 R^1 定義如上及 X 為鹵原子。

式 R^2OH 化合物用量通常相對於每當量式 R^1COOH 化合物或式 R^1COX 化合物為1至3當量，較佳1.1至1.5當量。

式[6]中 X 表示之鹵原子包括例如氟原子，溴原子，碘

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

原子，氟原子等。

至於縮合劑可使用任何習知縮合劑。例如無機脫水劑(如濃硫酸，五氧化二磷，無水氯化鋅等)，甲二醯亞胺類(例如N,N'-二環己基甲二醯亞胺，1-乙基-3-(3-二甲基胺基丙基甲二醯亞胺)鹽酸鹽等)，三聚磷酸，乙酐，羰基二咪唑，對甲苯磺醯氯等。

雖然縮合劑用量可隨縮合劑種類改變，但通常對每莫耳式 R^1COOH 化合物或式 R^1COX 化合物為0.01莫耳或以上，較佳0.05至1.5莫耳。特別，當使用脫水催化劑如濃鹽酸作為縮合劑時，用量相對於每莫耳式 R^1COOH 化合物或式 R^1COX 化合物通常為0.01至0.5莫耳，較佳0.05至0.2莫耳。當脫水劑如N,N'-二環己基甲二醯亞胺用作縮合劑時，其用量相對於每莫耳式 R^1COOH 化合物或式 R^1COX 化合物通常為1莫耳或以上，較佳1至1.5莫耳。

至於反應溶劑，可使用任一種溶劑，只要對反應無不良影響即可。溶劑包括例如芳族烴類如苯，甲苯及二甲苯；鹵化烴類如甲基氯，二氯甲烷，氯仿，四氯化碳，三氯乙烯及四氯乙烯；及醚類如二甲基醚，乙醚及二異丙基醚。其中以可與水進行共沸蒸餾之溶劑如甲苯及苯為佳。前文舉例說明之溶劑可單獨或合併使用。

反應溫度通常為70°C至150°C，較佳80°C至120°C。

反應時間通常為30分鐘至10小時，較佳1至8小時。

其它反應操作，後處理等可以如同眾所周知之類似反應方式進行。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

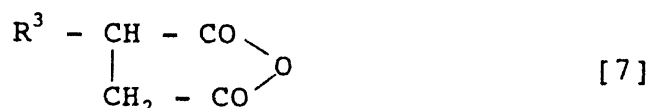
訂

線

五、發明說明 (14)

本發明式[5]化合物容易根據前述合成式[1]化合物之方法合成，但使用例如式 R^8COOH 化合物 (R^8 定義如上)或式 R^8COX 化合物 (R^8 及 X 定義如上)分別替代式 R^1COOH 化合物或式 R^1COX 化合物，及使用式 R^f-R^9OH 化合物 (其中 R^f 及 R^9 定義如上)替代式 R^2OH 化合物。

式[2]化合物其中 R^4 及 R^5 分別為脂族烴殘基例如可經由酯化式[7]化合物獲得：



其中 R^3 定義如前，或酯化式[8]化合物獲得：



其中 R^3 及 X 定義如前，酯化係使用式 R^4OH 化合物及式 R^5OH 使用縮合劑藉脫水或脫氫鹵化縮合反應進行。

式 R^4OH 及 R^5OH 化合物總量通常相等或比式[7]或[8]化合物略多。

至於縮合劑可使用任何習知縮合劑。例如無機脫水劑 (如濃硫酸，五氧化二磷，無水氯化鋅等)，甲二醯亞胺類 (例如 N,N' -二環己基甲二醯亞胺，1-乙基-3-(3-二甲基胺基丙基甲二醯亞胺)鹽酸鹽等)，三聚磷酸，乙酐，羧基二咪唑，對甲苯磺醯氯等。

雖然縮合劑用量可隨縮合劑種類改變但通常對每莫耳式[7]或[8]化合物為0.01莫耳或以上，較佳0.05至3莫耳。特別，當使用脫水催化劑如濃鹽酸作為縮合劑時用量通常

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (15)

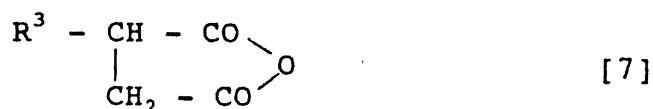
相對於每莫耳式[7]或[8]化合物為0.01至0.5莫耳，較佳0.05至0.2莫耳。當脫水劑如N,N'-甲二醯亞胺用作縮合劑時，其用量相對於每莫耳式[7]或[8]化合物通常為1莫耳，較佳1至3莫耳或以上。

至於反應溶劑，可使用任一種溶劑，只要對反應無不良影響即可。溶劑包括例如芳族烴類如苯，甲苯及二甲苯；鹵化烴類如甲基氯，二氯甲烷，氯仿，四氯化碳，三氯乙烯及四氯乙烯；及醚類如二甲基醚，二乙基醚及二異丙基醚。其中以可與水進行共沸蒸餾之溶劑如甲苯及苯為佳。前文舉例說明之溶劑可單獨或合併使用。

反應溫度通常為70°C至150°C，較佳80°C至120°C。

反應時間通常為30分鐘至10小時，較佳至8小時。

式[2]化合物其中R⁴或R⁵為氫原子例如可經由酯化下式化合物獲得：



其中R³定義如前，酯化係經由使由使用式R⁴OH或式R⁵OH化合物藉由脫水或脫氫鹵化縮合反應進行。

式R⁴OH或R⁵OH化合物用量相對於式[7]化合物大抵為等莫耳量。

至於反應溶劑，只要對反應無不良影響可使用任一種溶劑。可使用合成式[2]二酯型化合物之相同溶劑。

反應溫度通常為70°C至150°C，較佳80°C至120°C。

反應時間通常為30分鐘至30小時，較佳2至25小時。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (16)

其它反應操作、後處理等可以眾所周知之類似反應之相同方式進行。

本發明之潤滑劑組合物含有式[1]化合物及式[2]化合物之重量比通常於5/95至80/20，較佳20/80至65/35之範圍。

當含本發明之潤滑劑組合物呈於磁性記錄媒體表面形成時，本發明之潤滑劑組合物係呈於以適當溶劑之溶液形式使用。

至於用於此等用途之溶劑，例如可溶解本發明之潤滑劑組合物之有機溶劑。溶劑特例為酮如丙酮，異丁酮，異丁基甲基甲酮，第三丁基甲基甲酮，及環己酮；烴類如己烷，庚烷，辛烷及環己烷；芳族烴類如苯，甲苯及二甲苯；及醇類如甲醇，乙醇，正丙醇，異丙醇，正丁醇，異丁醇及第三丁醇。其中以含一個羥基或一個羰基之溶劑為佳。前文舉例之溶劑可單獨或合併使用。

本發明之潤滑劑組合物包含式[1]及[2]化合物。此等化合物之較佳組合為式[1]化合物熔點低於式[2]化合物熔點。包含此種較佳化合物組合之本發明之潤滑劑組合物即使於各種條件下儲存或暴露於顯著環境改變時也不會結晶，及又具有絕佳耐風蝕性及潤滑效果。

式[1]與[2]化合物之熔點差異通常為80℃或以下，較佳3℃至50℃，更佳約5℃至約30℃。

本發明之磁性記錄媒體較佳包含非磁性基材，磁性記錄層，保護層及包含本發明之潤滑劑之層，各層係以此種

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (17)

順序循序成形。

磁性記錄媒體可呈帶形，圓盤或圓盤形。

構成磁性記錄媒體之非磁性基材包括例如由聚(伸乙基對酞酸酯)，聚(伸乙基苯甲酸酯)，聚醯亞胺，聚醯胺，(聚(乙烯基氯)，聚碳酸酯，聚(乙基醚酮)，聚砜等聚合物膜組成之基材，玻璃基材，鋁基材等。非磁性基材較佳為軟性。

雖然基材厚度隨磁性記錄媒體之使用方式略有改變，但通常為3微米至5毫米，較佳3至100微米。當基材呈帶形時其厚度更佳為3至10微米。當基材呈圓盤形時其厚度更佳為30至75微米。

至於磁性記錄層值得一提者有鈷，鎳，鉻，鐵或其合金之薄金屬層及主要由前述金屬組成之薄金屬層。

磁性記錄層厚度通常為50至300毫微米，較佳為100至200毫微米。

至於保護層例如為包含由電漿聚合反應形成之含碳層，較佳使用烴氣如甲烷，乙烷，乙烯，丙烷，丙烯，乙炔，丁烷及苯作為起始物料之一或適當混合物藉電漿聚合反應生成之保護層。

至於於非磁性基材形成磁性記錄層之方法，值得一提者為習知方法如真空膜生成方法如真空沉積，濺散，離子鍍敷等。

至於於磁性記錄層上形成保護層之方法例如為習知方法，例如其中保護層係藉起始氣體或起始氣體與氫氣之組

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

五、發明說明 (18)

合於減壓下使用直流、交流、10 kHz至20 MHz高頻電流等電源藉電漿放電而於磁性記錄層上形成保護層之方法。

至於形成包含潤滑劑組合物於保護層上之方法，值得一提者為習知方法例如刮刀塗、桿塗、滾軸塗、浸塗、反向輥塗、模具噴嘴塗布，擠塑噴嘴塗布、膠版塗布、旋塗及偏位膠版塗布。當磁性記錄媒體為帶形時以反向輥塗、擠塑噴嘴塗等為佳。當磁性記錄媒體為圓盤形時以旋塗、浸塗等為佳。

潤滑劑組合物用量通常相對於保護層表面積為0.1至30毫克/平方米，較佳1至10毫克/平方米。當用量低於0.1毫克/平方米時，某些情況下潤滑效果及靜止壽命不足。當用量高於30毫克/平方米時，出現沾黏滑動造成某些情況下之運轉困擾。

包含潤滑劑組合物之層厚度通常為對應於潤滑劑組合物所含化合物之一分子或若干分子堆之厚度。

帶形磁性記錄媒體可於磁性記錄層反面之非磁性基材表面上具有背塗層。

背塗層可經由施用塗布材料形成，該塗布材料係經由分散100份重量比結合劑樹脂及30至400份重量比無機化合物及/或碳黑粒子於適當有機溶劑製備。背塗層可含習知有機添加劑。

黏合劑樹脂包括例如高分子量化合物如乙烯基氯型共聚物，聚胺基甲酸酯樹脂，丙烯酸系樹脂，環氧樹脂，苯氧樹脂及聚酯樹脂。依據生產之磁性記錄媒體特性及生產

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

條件而定可單獨或合併使用。

無機化合物包括例如碳酸鈣，鋁氧， α -氧化鐵等。無機化合物之粒徑可依磁性記錄媒體要求之電阻、摩擦性質等選擇。

有機溶劑包括例如酮類如丙酮，異丁酮，2-己酮，苯乙酮，環己酮及二苯甲酮；及芳族烴類如苯，甲苯，鄰二甲苯，對二甲苯，間二甲苯，萘，異丙苯及第三丁基苯。只要可適當溶解黏結劑樹脂則可使用任一種有機溶劑。

本發明之潤滑劑組合物以外之有機添加劑包括脂肪酸，脂肪酸酯，分散劑，界面活性劑等業界一般使用之添加劑。

有機添加劑用量通常對每100份重量比無機化合物及/或碳黑粒子為約0.1至約5份重量比。

當磁性記錄媒體具有帶形時，含潤滑劑組合物層可於保護層上形成，例如經由攪混本發明之潤滑劑組合物於先前之背塗層及將部分潤滑劑組合物移轉至磁性記錄層邊形成。

後文將參照實例詳細說明本發明，但本發明絕非囿限於此。

實例1

肉豆蔻酸全氟辛基乙酯之合成

500克肉豆蔻酸混合1,100克全氟辛基乙醇及2,300毫升甲苯中以攪拌緩慢加入20克濃硫酸。所得混合物激烈回流約2小時30分進行反應至共沸蒸餾去除水。反應完成後

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

，反應混合物經冷卻及以脫色碳處理。以攪拌加入乙腈及所得混合物以冰冷卻至5°C至10°C接著結晶1小時。沉澱晶體以乙腈洗滌過濾然後脫水獲得1,120克(產率：75%)肉豆蔻酸全氟辛基乙酯。

此種化合物由紅外吸收光譜，¹H-NMR及氣相層析，所得分析結果證實為所需化合物。化合物熔點為46.0°C。

¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ ppm :

0.85-0.90(t, 3H, -CH₃), 1.26(s, 20H, -(CH₂)₁₀-CH₃),
1.58-1.65(t, 2H, -CH₂-(CH₂)₁₀-), 2.29-2.35(t, 2H,
-CH₂-COO-), 2.47(t, 2H, -CH₂-CF₂-), 4.35-4.40(t,
2H, -COO-CH₂-).

IR (KBr圓錠) δ cm⁻¹ :

1747 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

參考例 1

棕櫚酸全氟辛基乙酯之合成

125克(產率：89%)棕櫚酸全氟辛基乙酯係以實例1之方式獲得，但使用51克棕櫚酸，102克全氟辛基乙醇，280毫升甲苯及1克對甲苯磺酸。

所得化合物由紅外吸收光譜，¹H-NMR及氣相層析所得分析結果證實為期望化合物。化合物熔點為50.6°C。

¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ ppm :

0.85-0.90(t, 3H, -CH₃), 1.26(s, 24H, -(CH₂)₁₂-CH₃),
1.58-1.65(t, 2H, -CH₂-(CH₂)₁₂-), 2.29-2.35(t, 2H,
-CH₂-COO-), 2.47(t, 2H, -CH₂-CF₂-), 4.35-4.40(t,

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (21)

2H, -COO-CH₂-).

IR (KBr圓錠) δ cm⁻¹ :

1747 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

參考例2

硬脂酸全氟辛基乙酯之合成

132克(產率：91%)硬脂酸全氟辛基乙酯係以實例1之方式獲得，但使用57克硬脂酸，98克全氟辛基乙醇，290毫升甲苯及1克對甲苯磺酸。

所得化合物由紅外吸收光譜，¹H-NMR及氣相層析所得分析結果證實為期望化合物。化合物熔點為56.8℃。

¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ ppm :

0.85-0.90(t, 3H, -CH₃), 1.26(s, 28H, -(CH₂)₁₄-CH₃),

1.58-1.65(t, 2H, -CH₂-(CH₂)₁₂-), 2.29-2.35(t, 2H,

-CH₂-COO-), 2.47(t, 2H, -CH₂-CF₂-), 4.35-4.40(t,

2H, -COO-CH₂-).

IR (KBr圓錠) δ cm⁻¹ :

1747 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

參考例3

油酸全氟辛基乙酯之合成

57克油酸混合93克全氟辛基乙醇及340毫升甲苯，以攪拌緩慢加入3克對甲苯磺酸。所得混合物激烈回流約1小時30分而進行反應至水被共沸蒸餾去除。反應完成後反應混合物經冷卻然後於減壓下濃縮去除甲苯，殘餘物溶解於300毫升正己烷。所得溶液藉柱式層析純化獲得129克(產

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (22)

率：88%)油酸全氟辛基乙酯。

此化合物由紅外吸收光譜及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。

IR (KBr圓錠) $\delta \text{ cm}^{-1}$:

1747 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

參考例 4

亞油酸全氟辛基乙酯之合成

128克(產率：88%)亞油酸全氟辛基乙酯係以參考例3之相同方式獲得，但使用56克亞油酸，93克全氟辛基乙醇，340毫升甲苯及3克對甲苯磺酸。

所得化合物由紅外吸收光譜及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。

IR (KBr圓錠) $\delta \text{ cm}^{-1}$:

1746 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

參考例 5

十四基丁二酸二全氟辛基乙酯之合成

520克(產率：85%)十四基丁二酸二全氟辛基乙酯係以實例1之相同方式獲得，但使用150克正十四基丁二酐，510克全氟辛基乙醇，1,000毫升甲苯及5毫升濃硫酸。

所得化合物由紅外吸收光譜， $^1\text{H-NMR}$ 及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。化合物熔點為 47.9°C 。

$^1\text{H-NMR}$ (270 MHz, CDCl_3) $\delta \text{ ppm}$:

0.88(t, 3H, $-\text{CH}_3$), 1.25(s, 24H, $-(\text{CH}_2)_{12}-\text{CH}_3$),

1.40-1.75(m, 2H, $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{CH}_3$), 2.35-2.55

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (23)

(m, 5H, CH, $-\text{CH}_2-\text{CF}_2-\text{x}$, 2), 2.65-2.85(t, 2H, $-\text{CH}_2-\text{COO}$), 4.38-4.40(q, 4H, $-\text{COO}-\text{CH}_2-\text{x}$, 2).

IR (KBr圓錠) $\delta \text{ cm}^{-1}$:

1744 (C=O, 酯), 1220, 1147 (C-F, 氟)。

參考例 6

十八基丁二酸一全氟辛基乙酯之合成

460克十八基丁二酐混合610克全氟辛基乙醇及3,000毫升甲苯，反應係經由回流加熱混合物同時去除產生之水作為副產物進行24小時。反應完成後反應混合物於減壓下濃縮去除甲苯，殘餘物藉加熱溶解於3,000毫升甲醇，接著冷卻及結晶。反應於7°C至10°C攪拌1小時，隨後過濾收集結晶，以甲醇洗滌然後脫水獲得970克(產率：91%)十八基丁二酸一全氟辛基乙酯。

所得化合物由紅外吸收光譜， $^1\text{H-NMR}$ 及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。化合物熔點為58.0°C。

$^1\text{H-NMR}$ (270 MHz, CDCl_3) $\delta \text{ ppm}$:

0.88(t, 3H, $-\text{CH}_3$), 1.25(s, 32H, $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_3$),
1.40-1.75(m, 2H, $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_3$), 2.35-2.55(m,
3H, CH, $-\text{CH}_2-\text{CF}_2-$), 2.65-2.85(t, 2H, $-\text{CH}_2-\text{COO}-$),
4.38-4.40(q, 2H, $-\text{COO}-\text{CH}_2-$).

IR (KBr圓錠) $\delta \text{ cm}^{-1}$:

1738 (C=O, 酯), 1203, 1150 (C-F, 氟)。

參考例 7

十八基丁二酸二全氟辛基乙酯之合成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (24)

50克十八基丁二酐混合135克全氟辛基乙醇及280毫升甲苯，加入5克濃硫酸。然後反應經由回流加熱混合物同時去除產生之水作為副產物進行6小時。反應完成後，反應混合物冷卻至5℃至8℃，過濾收集沉澱晶體。隨後潮濕晶體就此藉加熱溶解於300毫升丙酮及以脫色碳處理接著冷卻及結晶。溶液於10℃至15℃攪拌2小時，隨後過濾收集如此沉澱之晶體，以丙酮洗滌然後脫水獲得143克(產率：80%)十八基丁二酸二全氟辛基乙酯呈白色結晶粉末。此化合物藉¹H-NMR及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。化合物熔點為59.1℃至60.9℃。

¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ ppm :

0.88(t, 3H, -CH₃), 1.25(s, 32H, -CH₂-(CH₂)₁₆-CH₃),
1.40-1.75(m, 2H, -CH₂-(CH₂)₁₆-CH₃), 2.35-2.55(m,
5H, CH, -CH₂-CF₂- x 2), 2.65-2.85(t, 2H,
-CH₂-COO-), 4.38-4.40(q, 4H, -COO-CH₂- x 2).

參考例 8

十八烯基丁二酸二全氟辛基乙酯之合成

51克(產率：81%)十八烯基丁二酸二全氟辛基乙酯係以實例1之相同方式獲得，但使用18克十八烯基丁二酐，46克全氟辛基乙醇，110毫升甲苯及1毫升濃硫酸。

所得化合物由紅外吸收光譜、¹H-NMR及氣相層析所得分析結果證實為所需化合物。化合物熔點為40.5℃。

¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ ppm :

0.88(t, 3H, -CH₃), 1.25(s, 28H, -CH₂-(CH₂)₁₄-CH₃),

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (25)

1.95-2.00(m, 2H, $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_3$), 2.35-2.55(m, 5H, CH, $-\text{CH}_2-\text{CF}_2-\text{x}2$), 2.65-2.85(t, 2H, $-\text{CH}_2-\text{COO}-$), 4.38-4.40(q, 4H, $-\text{COO}-\text{CH}_2-\text{x}2$).

IR (KBr圓錠) $\delta \text{ cm}^{-1}$:

1747 (C=O, 酯), 1204, 1150 (C-F, 氟)。

實例 2

本發明之潤滑劑組合物

本發明之潤滑劑組合物係經由以表1所示比例混合式[1]化合物及式[2]化合物獲得。

實例 3 至 30

使用本發明之潤滑劑組合物生產數位錄相機(DVC)帶狀磁性記錄媒體

厚6.5微米之聚(伸乙基對酞酸酯)用作非磁性基材。藉習知方法於非磁性基材上形成厚200毫微米之鈷沉積型磁性記錄層，然後10毫微米厚度之由乙烯電漿聚合膜組成之保護層。包含表1所示預定量(毫克/平方米)之本發明之預定潤滑劑之層係藉習知方法成形於保護層上。於形成保護層後，經由於磁性記錄層反面之非磁性基材表面塗布而形成背塗層，背塗層係由碳黑，苯氧樹脂及聚胺基甲酸酯樹脂以50/25/25比組成。所得多層材料切割成6.35毫米寬度而使用本發明之潤滑劑組合物生產DVC帶。

比較例 1 至 29

DVC帶係以實例3之相同方式生產，但形成包含表2所示預定量(毫克/平方米)之預定潤滑劑層替代包含本發

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (26)

明之潤滑劑組合物層。實例2至30及比較例1至29使用之潤滑劑之結構式如下：

• A組

- A-1 $C_{13}H_{27}COOCH_2CH_2C_8F_{17}$
 A-2 $C_{13}H_{27}COOC_4H_9$
 A-3 $C_{15}H_{31}COOCH_2CH_2C_8F_{17}$
 A-4 $C_{17}H_{35}COOCH_2CH_2C_8F_{17}$
 A-5 $C_{17}H_{33}COOCH_2CH_2C_8F_{17}$
 A-6 $C_{13}H_{27}COOCH_2CH_2OCH_2CH_2OC_9F_{17}$
 A-7 $C_{15}H_{31}COOC_4H_9$
 A-8 $C_{17}H_{35}COOC_4H_9$
 A-9 $C_{17}H_{33}COOC_4H_9$
 A-10 $C_{17}H_{31}COOCH_2CH_2C_8F_{17}$

• B組

- B-1 $C_{18}H_{37} - \begin{array}{c} CH - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \\ | \\ CH_2 - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \end{array}$
 B-2 $C_{14}H_{29} - \begin{array}{c} CH - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \\ | \\ CH_2 - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \end{array}$
 B-3 $C_{18}H_{35} - \begin{array}{c} CH - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \\ | \\ CH_2 - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \end{array}$
 B-4 $C_{18}H_{37} - \begin{array}{c} CH - COO - CH_2CH_2C_8F_{17} \\ | \\ CH_2 - COOH \end{array}$
 B-5 $C_{18}H_{37} - \begin{array}{c} CH - COO - CH_2CH_2OCH_2CH_2OC_9F_{17} \\ | \\ CH_2 - COO - CH_2CH_2OCH_2CH_2OC_9F_{17} \end{array}$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (27)

實驗例 1

DVC帶特徵之研究

實例 3 至 30 及比較例 1 至 29 所得 DVC 帶之摩擦係數及靜止壽命係藉下列方法測量。藉下述方法觀察，晶體於各 DVC 帶潤滑層上之沉澱。

[摩擦係數之測量]

各 DVC 帶以 90 度角捲繞於 2 mm φ (直徑) 及 0.2S 之 SUS303 銷周圍，施加 0.1 N 載荷接著於 18.8 mm/S 通過 100 回合。利用張力拾取器測量張力，各回合之摩擦係數係根據伊勒氏 (Euler's) 方程式計算。最大計算值顯示於表 1 「摩擦係數」欄。

• 判定標準

一般而言當摩擦係數為 0.32 或以下時磁性記錄媒體適合實際用途。當 DVC 帶之摩擦係數為 0.25 或以下時為特佳。

[靜止壽命之測量]

使用各 DVC 帶於 0°C 或 20°C 記錄 10 分鐘接著回放。回放開始後 5 分鐘，DVC 帶保持靜止並檢查影像及輸出。靜止壽命定義為影像或輸出發生異常所需時間。

• 判定標準

靜止壽命較佳儘量長時間。供實際用途較佳為 30 分鐘或以上。

[潤滑層上晶體沉澱之觀察]

各 DVC 帶於 30°C 及濕度 90% 儲存 3 週，於 100 倍放大之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

五、發明說明(28)

光學顯微鏡下觀察潤滑層表面之晶體沉澱。

• 判定標準

○：未特別觀察得晶體(絕佳耐風蝕性)。

△：於某些位置觀察得粒狀晶體但實際上可忽略(良好耐風蝕性)。

×：於全潤滑層表面觀察得粒狀晶體且構成實用之障礙(耐風蝕性不良)。

[結果]

表1顯示實例3至30所得DVC帶之結果。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (30)

27	A-9 (2.5)	B-1 (2.5)	0.30	>60	>60	○
28	A-1 (2.0)	B-1,B-2 (1.5)(1.5)	0.25	55	>60	○
29	A-1 (3.0)	B-1,B-2 (1.0)(1.0)	0.25	40	>60	○
30	A-10 (2.5)	B-1 (2.5)	0.29	>60	>60	○

表2顯示比較例1至29所得DVC帶結果。

表 2

比較例	A組 (塗布量毫克/ 平方米)	B組 (塗布量毫克/ 平方米)	摩擦係數(運 轉耐久性)	靜止壽命 (分鐘)		潤滑劑之沉澱(耐風蝕性)
				0℃	20℃	
1	無	B-1 (3.0)	0.22	10	>60	△
2	無	B-1 (4.0)	0.22	20	>60	×
3	無	B-1 (5.0)	0.23	20	>60	×
4	無	B-1 (6.0)	0.23	25	>60	×
5	無	B-2 (3.0)	0.22	10	>60	△
6	無	B-2 (4.0)	0.23	25	>60	△
7	無	B-2 (5.0)	0.25	25	>60	×
8	無	B-2 (6.0)	0.28	25	>60	×
9	無	B-3 (3.0)	0.22	10	>60	△
10	無	B-3 (4.0)	0.23	25	>60	△
11	無	B-3 (5.0)	0.25	25	>60	×
12	無	B-3 (6.0)	0.29	25	>60	×
13	無	B-4 (5.0)	0.22	20	>60	△
14	無	B-5 (5.0)	0.26	20	>60	△
15	A-1 (3.0)	無	0.31	10	>60	○
16	A-1 (4.0)	無	0.33	55	>60	○
17	A-1 (5.0)	無	0.34	>60	>60	○
18	A-1 (6.0)	無	0.36	>60	>60	○
19	A-2 (3.0)	無	0.33	25	>60	○

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (31)

20	A-2 (4.0)	無	0.35	>60	>60	○
21	A-2 (5.0)	無	0.36	>60	>60	○
22	A-2 (6.0)	無	0.38	>60	>60	○
23	A-3 (5.0)	無	0.34	>60	>60	○
24	A-4 (5.0)	無	0.33	55	>60	○
25	A-5 (5.0)	無	0.40	>60	>60	○
26	A-6 (5.0)	無	0.36	45	>60	△
27	A-7 (5.0)	無	0.35	>60	>60	○
28	A-8 (5.0)	無	0.34	55	>60	○
29	A-9 (5.0)	無	0.42	50	>60	○

由表1及2顯然易知，不似僅使用A組或B組化合物所得磁性記錄媒體，包含本發明之潤滑劑組合物之磁性記錄媒體亦即包含A組化合物及B組化合物之潤滑劑組合物其摩擦性質絕佳，具有夠長之靜止壽命及不含因某種程度之溫度及濕度變化引起的晶體沉澱(換言之耐風蝕性絕佳)而與化合物之組合及其間之比例無關。

又，使用A-1之實例5至7比使用A-2之實例12至14之運轉耐久性更佳。此外實例5比實例21至27及30其中使用A-3至A-10具有全然改良之性質。如此表示式[5]化合物之性質比A-2至A-10優異。

本發明提供一種潤滑劑組合物可生產運轉耐久性、靜止壽命及耐風蝕性絕佳之磁性記錄媒體及使用該潤滑劑組合物之磁性記錄媒體。

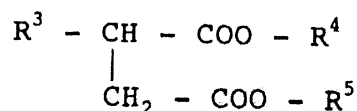
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 潤滑劑組成物及利用其之磁性記錄媒體)

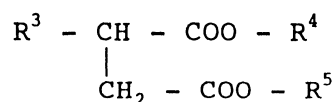
一種潤滑劑組合物包含(A)一種式： $R^1-COO-R^2$ 化合物，其中 R^1 為高碳脂族烴殘基及 R^2 為可含氟原子及/或氧原子之脂族烴殘基，及(B)下式化合物：



其中 R^3 為高碳脂族烴殘基； R^4 及 R^5 分別為氫原子或脂族烴殘基其可含有氟原子及/或氧原子，於磁性記錄媒體產生一層具有良好運轉耐久性、靜止壽命及耐風蝕性之潤滑層。

英文發明摘要(發明之名稱： LUBRICANT COMPOSITION AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE SAME)

A lubricant composition comprising (A) a compound of the formula: $R^1 - COO - R^2$ wherein R^1 is a higher aliphatic hydrocarbon residue and R^2 is an aliphatic hydrocarbon residue which may contain fluorine atom(s) and/or oxygen atom(s), and (B) a compound of the formula:



wherein R^3 is a higher aliphatic hydrocarbon residue; R^4 and R^5 are independently a hydrogen atom or an aliphatic hydrocarbon residue which may contain fluorine atom(s) and/or oxygen atom(s), gives a lubricant layer in a magnetic recording medium having good running durability, still life and weather resistance.

92115

五、發明說明 (29)

表 1

實 例	A組 (塗布量毫克 /平方米)	B組 (塗布量毫克 /平方米)	摩擦係數 (運轉耐久性)	靜止壽命 (分鐘)		潤滑劑之沉澱 (耐風蝕性)
				0℃	20℃	
3	A-1 (4.0)	B-1 (1.0)	0.29	>60	>60	○
4	A-1 (3.0)	B-1 (2.0)	0.28	>60	>60	○
5	A-1 (2.5)	B-1 (2.5)	0.25	>60	>60	○
6	A-1 (2.0)	B-1 (3.0)	0.23	45	>60	○
7	A-1 (1.0)	B-1 (4.0)	0.21	35	>60	△
8	A-1 (2.0)	B-1 (2.0)	0.24	35	>60	○
9	A-1 (3.0)	B-1 (3.0)	0.28	55	>60	○
10	A-2 (4.0)	B-1 (1.0)	0.29	>60	>60	○
11	A-2 (3.0)	B-1 (2.0)	0.29	>60	>60	○
12	A-2 (2.5)	B-1 (2.5)	0.26	>60	>60	○
13	A-2 (2.0)	B-1 (3.0)	0.25	55	>60	○
14	A-2 (1.0)	B-1 (4.0)	0.22	30	>60	△
15	A-2 (2.0)	B-1 (2.0)	0.24	45	>60	○
16	A-2 (3.0)	B-1 (3.0)	0.28	55	>60	○
17	A-1 (2.5)	B-2 (2.5)	0.27	60	>60	○
18	A-1 (2.5)	B-3 (2.5)	0.24	40	>60	○
19	A-1 (2.5)	B-4 (2.5)	0.27	45	>60	○
20	A-1 (2.5)	B-5 (2.5)	0.27	35	>60	○
21	A-3 (2.5)	B-1 (2.5)	0.26	60	>60	○
22	A-4 (2.5)	B-1 (2.5)	0.25	55	>60	○
23	A-5 (2.5)	B-1 (2.5)	0.28	>60	>60	○
24	A-6 (2.5)	B-1 (2.5)	0.27	45	>60	○
25	A-7 (2.5)	B-1 (2.5)	0.28	>60	>60	○
26	A-8 (2.5)	B-1 (2.5)	0.27	60	>60	○

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



公告本

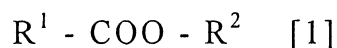
六、申請專利範圍

第087116081號專利再審查案申請專利範圍修正本

修正日期：92年6月

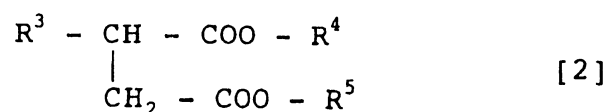
1. 一種潤滑劑組合物，其包含

(A) 下式化合物：



其中 R^1 為具有6-24個碳原子之脂族烴殘基，並且其可含一或多個氟原子；及 R^2 為脂族烴殘基其可具有一或多個氟原子或氧原子或二者及

(B) 下式化合物：



其中 R^3 為具有6-24個碳原子之脂族烴殘基，並且其可含一或多個氟原子；及 R^4 及 R^5 分別為氫原子或脂族氟烴殘基其可含一或多個氧原子，並且為下式所代表：



其中 R^6 為亞甲基鏈，其可含有一或多個氧原子；及Y為氟烷基，但 R^4 及 R^5 中之至少一者為脂族氟烴殘基其可含一或多個氧原子；

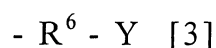
其中該式[1]化合物與式[2]化合物係以一介於5/95至80/20之範圍內的重量比例被納入。

2. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中 R^1 為含6至24個碳原子之脂族烴殘基且不含雙鍵或可含1至4個雙鍵。3. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中 R^2 為含1

六、申請專利範圍

至26個碳原子之脂族烴殘基且不含氟原子或氧原子，或是可含1至53個氟原子及/或1至4個氧原子於該脂族烴殘基中。

4. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中 R^3 為含6至24個碳原子之脂族烴殘基且不含雙鍵或可含有1至4個雙鍵。
5. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中 R^4 及 R^5 分別為含1至26個碳原子之脂族烴殘基且不含氟原子或氧原子，或是可含1至53個氟原子及/或1至4個氧原子於該脂族烴殘基中。
6. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中 R^2 為下式基：



其中 R^6 為亞甲基鏈其可含有一或多個氧原子；及Y為氟烷基。

7. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中式[1]化合物具有比式[2]化合物更低的熔點。
8. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其係用來作為形成磁性記錄媒體之潤滑層。
9. 如申請專利範圍第8項之潤滑劑組合物，其中該磁性記錄媒體為薄金屬膜磁性記錄媒體。
10. 一種磁性記錄媒體，其包含一非磁性基材，一磁性記錄層成形於基材上，一保護層成形於磁性記錄層上，及於其上形成一層含如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物之潤滑層。

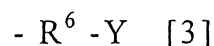
六、申請專利範圍

11. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中於式[1]中 R^1 為含6至24個碳原子之烷基，含6至24個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含6至24個碳原子及1至41個氟原子之氟烷基，或含6至24個碳原子及1至41個氟原子且含1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基； R^2 為含1至26個碳原子之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至4個氧原子於其中之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於其中之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子之氟烷基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子及1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子且含1至4個氧原子於其中之氟烷基，或含1至26個碳原子，1至53個氟原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於其中之脂族氟烴殘基；及式[2]中， R^3 為含6至24個碳原子之烷基，含6至24個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含6至24個碳原子及1至49個氟原子之氟烷基，或含6至24個碳原子及1至49個氟原子且有1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基； R^4 及 R^5 分別為含1至26個碳原子之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至4個氧原子於其中之烷基，含1至26個碳原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於其中之脂族烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子之氟烷基，含1至26個碳原子，1至53個氟原子及1至4個雙鍵之脂族氟烴殘基，含1至26個碳原子及1至53個氟原子且含1至4個氧原子於其中之氟烷基，或含1至26個碳原子，1至53

六、申請專利範圍

個氟原子及1至4個雙鍵且含1至4個氧原子於主鏈之脂族氟烴殘基。

12. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中式[1]之 R^2 如下式：



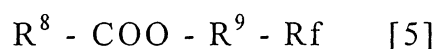
其中 R^6 為含1至6個碳原子之亞甲基鏈或含1至6個碳原子及1至4個氧原子於其中之亞甲基鏈；及Y為含1至20個碳原子及1至41個氟原子之氟烷基。

13. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中式[2]之 R^4 及 R^5 如下式：



其中 R^6 為含1至6個碳原子之亞甲基鏈或含1至6個碳原子及1至4個氧原子於其中之亞甲基鏈；及Y為含1至20個碳原子及1至41個氟原子之氟烷基。

14. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組合物，其中成分(A)為下式表示之化合物：



其中 R^8 為含13個碳原子之烷基； R^9 為含2至6個碳原子之亞甲基及 R_f 為含7至20個碳原子之全氟烷基。

15. 一種磁性記錄媒體，其包含一非磁性基材，一磁性記錄層成形於基材上，一保護層成形於磁性記錄層上，及於其上形成一層含如申請專利範圍第11項之潤滑劑組合物之潤滑層。

16. 一種磁性記錄媒體，其包含一非磁性基材，一磁性記錄層成形於基材上，一保護層成形於磁性記錄層上，及於

六、申請專利範圍

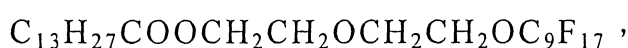
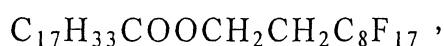
其上形成一層含如申請專利範圍第12項之潤滑劑組合物之潤滑層。

17. 一種磁性記錄媒體，其包含一非磁性基材、一形成於該基材上之磁性記錄層、一形成於該磁性記錄層上之保護層及一層形成於其上之潤滑層，該潤滑層含如申請專利範圍第13項之潤滑劑組合物。

18. 如申請專利範圍第1項之潤滑劑組成物，其中 R^6 為一不具有氧原子之亞甲基鏈。

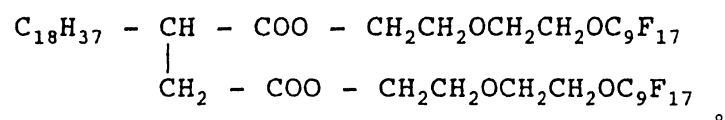
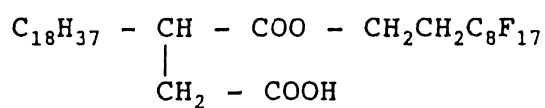
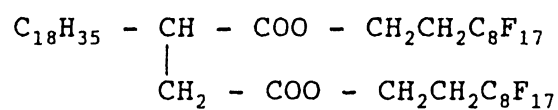
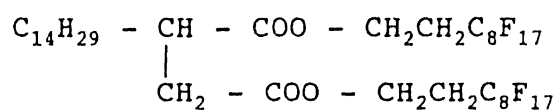
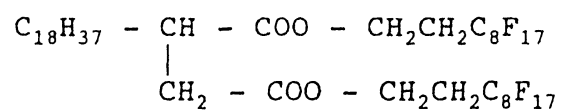
19. 如申請專利範圍第16項之潤滑劑組成物，其中 R^6 為一具有1至6個碳原子並且沒有氧原子之亞甲基鏈。

20. 如申請專利範圍1項之潤滑劑組成物，其中具有式[1]之化合物係擇自下列化合物所構成之群組中的至少一者：



以及該式[2]之化合物係擇自下列化合物所構成之群組中的至少一者：

六、申請專利範圍



21. 一種磁性記錄媒體，其包含有一非磁性基材、一形成在該基材上的磁性記錄層及一形成於其上之潤滑層，該潤滑層含有如申請專利範圍第1項之組成物。