

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4090678号  
(P4090678)

(45) 発行日 平成20年5月28日 (2008. 5. 28)

(24) 登録日 平成20年3月7日 (2008. 3. 7)

(51) Int. Cl.

F I

C 1 O M 105/54 (2006. 01)

C 1 O M 105/54

G 1 1 B 5/725 (2006. 01)

G 1 1 B 5/725

G 1 1 B 5/84 (2006. 01)

G 1 1 B 5/84

B

C 1 O N 40/18 (2006. 01)

C 1 O N 40:18

請求項の数 5 (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願2000-271560 (P2000-271560)  
 (22) 出願日 平成12年9月7日 (2000. 9. 7)  
 (65) 公開番号 特開2002-80874 (P2002-80874A)  
 (43) 公開日 平成14年3月22日 (2002. 3. 22)  
 審査請求日 平成16年10月26日 (2004. 10. 26)

(73) 特許権者 000005821  
 松下電器産業株式会社  
 大阪府門真市大字門真1006番地  
 (74) 代理人 100062144  
 弁理士 青山 稔  
 (74) 代理人 100083356  
 弁理士 柴田 康夫  
 (74) 代理人 100100158  
 弁理士 鮫島 睦  
 (72) 発明者 桑原 賢次  
 大阪府門真市大字門真1006番地 松下  
 電器産業株式会社内  
 (72) 発明者 大地 幸和  
 大阪府門真市大字門真1006番地 松下  
 電器産業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑剤組成物ならびに磁気記録媒体

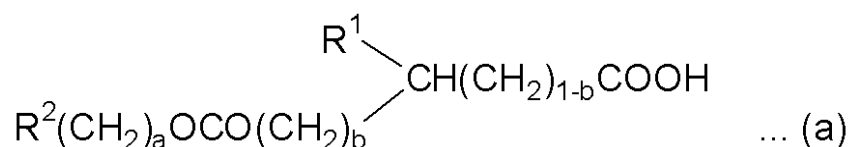
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

I) 分子内にパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基と、アルキル基またはアルケニル基とを有する、一般式 (a) および (b) で示される化合物から選ばれる少なくとも1種類の化合物；ならびに

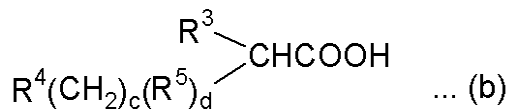
II) 一般式 (c) で示される化合物から選ばれる少なくとも1種類の化合物を含んで成る潤滑剤組成物；

【化 1】



(式中、 $\text{R}^1$ はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $\text{R}^2$ はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基を示し、 $a$ は0～20の整数であり、 $b$ は0または1である)

## 【化 2】



(式中、 $\text{R}^3$ はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $\text{R}^4$ はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基を示し、 $\text{R}^5$ は - O - または - S - を示し、 $c$  は 0 ~ 20 の整数であり、 $d$  は 0 または 1 である)

## 【化 3】

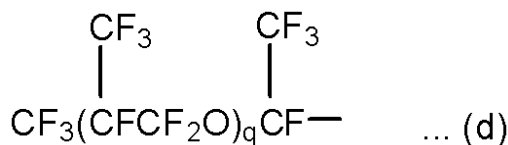


(式中、 $\text{R}^6$ はフルオロアルキル基、パーフルオロアルキル基、フルオロアルケニル基またはパーフルオロアルケニル基を示し、 $\text{R}^7$ はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $n$  は 0 ~ 12 の整数である)。

## 【請求項 2】

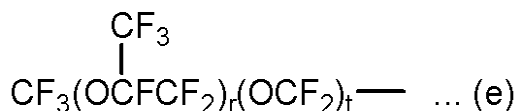
一般式 (a) または (b) で示される化合物において、パーフルオロポリエーテル基が、一般式 (d)、(e) および (f) のいずれかで示されるものである、請求項 1 または請求項 1 に記載の潤滑剤組成物：

## 【化 4】



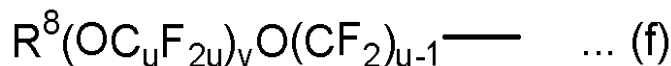
(式中、 $q$  は 1 以上の整数である)

## 【化 5】



(式中、 $r$ 、 $t$  は 1 以上の整数である)

## 【化 6】



(式中、 $\text{R}^8$ はパーフルオロアルキル基を示し、 $u$  は 1 ~ 6 の整数であり、 $v$  は 1 ~ 30 の整数である)。

## 【請求項 3】

一般式 (a) および (b) で示される化合物から選ばれる少なくとも 1 種類の化合物と一般式 (c) で示される化合物から選ばれる少なくとも 1 種類の化合物との混合割合がモル比で 1 : 9 ~ 8 : 2 の範囲にあることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の潤滑剤組成物。

## 【請求項 4】

非磁性基板の一方の面に強磁性金属薄膜が設けられ、その強磁性金属薄膜の上に炭素膜を介して潤滑剤層が設けられて成る磁気記録媒体であって、潤滑剤層が請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の潤滑剤組成物を含有することを特徴とする磁気記録媒体。

## 【請求項 5】

炭素膜が表層部に含窒素プラズマ重合膜を有し、潤滑剤層が炭素膜の含窒素プラズマ重合膜上に形成されていることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、優れた潤滑性能を呈する潤滑剤組成物、ならびに、例えばデジタルビデオテープレコーダ、高精細度ビデオテープレコーダ、およびコンピュータのデータストレージ機器に最適の、磁気記録層として強磁性金属薄膜、その上の炭素膜、および更にその上の潤滑剤層を有する磁気記録媒体ならびにその製造方法に関するものである。

## 【0002】

## 【従来の技術】

近年、磁気記録の分野においては、記録、再生機器のデジタル化、小型化および使用時間の長時間化等の高性能化に伴い、それに適した高密度磁気記録媒体の開発が活発に行なわれており、最近では塗布型磁気記録媒体に代わって、短波長記録に極めて有利な、金属薄膜型磁気記録媒体が実用化されている。一般に、金属薄膜型磁気記録媒体とは、非磁性基板の一方の面に、記録層として強磁性金属薄膜から成る磁性層を設けたテープおよびディスク等をいう。

## 【0003】

しかしながら、金属薄膜型磁気記録媒体の磁性層は、極めて良好な表面性を有する、すなわち磁性層の面の粗度が小さいために磁気ヘッドとの接触面積が増えるので、信号の記録・再生の過程において磁気ヘッドと高速摺動する間に大きな摩擦力を受けて摩擦されやすい。磁性層の摩擦は、磁気記録媒体の走行耐久性あるいはスチル耐久性等に大きな影響を与えるため、これを低減させることは金属薄膜型磁気記録媒体の研究開発において大きな課題となっている。

## 【0004】

そこで、磁性層表面に潤滑剤層を設けることによって摩擦を低減し、走行耐久性およびスチル耐久性を改善しようとする試みがなされている。潤滑剤層を設ける場合、磁気記録媒体と磁気ヘッドとのスペーシングロスによる出力低下を極力抑えて高出力化を図るべく、磁性層表面の潤滑剤層は僅か数nmの厚さで潤滑特性を発揮することが求められている。そのため、優れた潤滑特性を示すフッ素系化合物を用いることが広く検討され、各種化合物の使用が提案されている。そのような化合物としては、例えば、化学式(×1)：

## 【0005】

## 【化7】

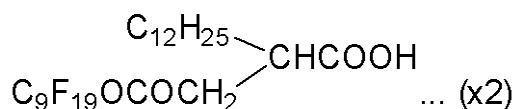


で示される含フッ素長鎖カルボン酸エステル（特開昭62 - 46431号公報参照）や

## 【0006】

化学式(×2)：

## 【化8】



で示されるカルボキシ基を有する含フッ素カルボン酸モノエステル（特開昭61 - 107529号公報参照）等を使用することが提案されている。

## 【0007】

## 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、磁気記録媒体の性能向上に関する要求は厳しく、上記した従来の潤滑剤では十分な潤滑特性を得ることが困難であり、走行耐久性および耐候保存性において一層の改善が望まれている。なお、保存性は長時間放置された後の走行耐久性等の諸性能の低下の度合いによって判断され、「耐候」保存性が良いというときには、高温高湿のような

10

20

30

40

50

苛酷な条件を含むあらゆる環境条件下で長時間放置された後でも走行耐久性等の低下が小さいことをいうものとする。

【 0 0 0 8 】

本発明は、上記問題に鑑み、電磁変換特性を損なうことなく、走行耐久性および耐候保存性に優れ、実用信頼性の高い磁気記録媒体を得ることを可能にする潤滑剤組成物、ならびにその潤滑剤組成物を含有する潤滑剤層を有する磁気記録媒体およびその製造方法を提供することを課題とする。

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】

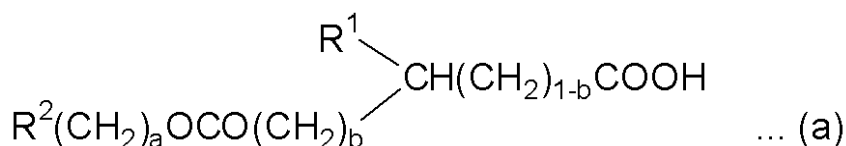
上記課題を解決するため、本発明は、

I) 分子内にパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基と、アルキル基またはアルケニル基とを有する、一般式 (a) および (b) で示される化合物から選ばれる少なくとも 1 種類の化合物；ならびに

II) 一般式 (c) で示される化合物から選ばれる少なくとも 1 種類の化合物を含んで成る潤滑剤組成物：

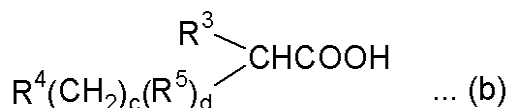
【 0 0 1 0 】

【化 9】



(式中、 $\text{R}^1$  はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $\text{R}^2$  はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基を示し、 $a$  は 0 ~ 20 の整数であり、 $b$  は 0 または 1 である)

【化 10】



(式中、 $\text{R}^3$  はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $\text{R}^4$  はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基を示し、 $\text{R}^5$  は - O - または - S - を示し、 $c$  は 0 ~ 20 の整数であり、 $d$  は 0 または 1 である)

【化 11】



(式中、 $\text{R}^6$  は フルオロアルキル基、パーフルオロアルキル基、フルオロアルケニル基またはパーフルオロアルケニル基 を示し、 $\text{R}^7$  はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $n$  は 0 ~ 12 の整数である)

を提供する。

【 0 0 1 1 】

本発明の潤滑剤組成物は、特定の二種以上の含フッ素化合物を含んで成り、一般式 (a) ~ (c) で示される化合物はいずれも含フッ素化合物である。この潤滑剤組成物は、

I) 一般式 (a) および (b) で示される含フッ素モノカルボン酸から選択される少なくとも 1 種類の化合物；ならびに

II) 一般式 (c) で示される含フッ素カルボン酸エステルから選択される少なくとも 1 種の化合物

を含んで成るといえる。一般式 (a) で示される化合物は、1 つのカルボキシル基を有する含フッ素カルボン酸モノエステルともいえる。

## 【 0 0 1 2 】

この潤滑剤組成物が、例えば、非磁性基板の一方の面に、強磁性金属薄膜、炭素膜および潤滑剤層がこの順に形成されて成る磁気記録媒体（これを単に金属薄膜型磁気記録媒体という場合がある）の潤滑剤層に含まれる場合には、潤滑剤層のその下に位置する炭素膜への付着強度が向上し、かつ優れた潤滑特性が磁気記録媒体に付与される。そしてこれらの相乗効果により、電磁変換特性が損なわれることなく向上した走行耐久性および耐候保存性を有し、また、使用中の潤滑剤の飛散が極めて少ない、実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

## 【 0 0 1 3 】

また、上記課題を解決するため、本発明は、非磁性基板の一方の面に強磁性金属薄膜が設けられ、その強磁性金属薄膜の上に炭素膜を介して潤滑剤層が設けられて成る磁気記録媒体であって、潤滑剤層が上記本発明の潤滑剤組成物を含有することを特徴とする磁気記録媒体を提供する。上記特定の含フッ素化合物を二種以上組み合わせた潤滑剤組成物を用いることにより、潤滑剤層のその下に位置する炭素膜への付着強度が向上し、かつ優れた潤滑特性が磁気記録媒体に付与される。そしてこれらの相乗効果により、電磁変換特性が損なわれることなく向上した走行耐久性および耐候保存性を有し、また、使用中の潤滑剤の飛散が極めて少ない、実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

## 【 0 0 1 4 】

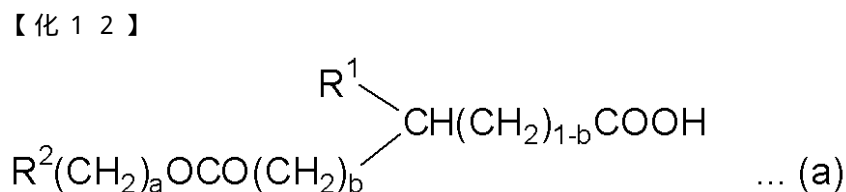
本発明の磁気記録媒体の好ましい態様では、その炭素膜が表層部に含窒素プラズマ重合膜を有し、潤滑剤層が炭素膜の含窒素プラズマ重合膜上に形成されている。含窒素プラズマ重合により炭素膜の表層部にアミノ基が存在することとなり、その結果、潤滑剤層と炭素膜との間の付着強度がより大きくなり、磁気記録媒体の耐久性がより向上することとなる。そして、潤滑剤層に特定の含フッ素化合物等を含有させることと相俟って、電磁変換特性が損なわれることなく優れた潤滑特性を有する走行耐久性および耐候保存性が向上した実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

## 【 0 0 1 5 】

## 【発明の実施の形態】

本発明の潤滑剤組成物に含まれる含フッ素化合物は、一般式（a）～（c）で示される化合物である。

一般式（a）：



で示される化合物は1つのカルボキシル基を有する含フッ素カルボン酸モノエステルともいえるものである。この化合物は、例えば、コハク酸のようなジカルボン酸に含まれる二つのカルボキシル基のうち、1つのカルボキシル基をエステルにすることにより得られる。

## 【 0 0 1 6 】

一般式（a）において、 $\text{R}^1$ はアルキル基またはアルケニル基であり、 $\text{R}^2$ はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基である。aは通常0～20の整数であり、好ましくは1～10の整数である。bは0または1である。

## 【 0 0 1 7 】

一般式（a）における $\text{R}^1$ の炭素数は6～30であることが好ましく、10～24であることがより好ましい。炭素数が6未満である場合または30を超える場合には潤滑剤組成物の潤滑性が低下することがある。 $\text{R}^1$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。

## 【 0 0 1 8 】

$R^2$ がパーフルオロアルキル基である場合、その炭素数は6～12であることが好ましく、6～10であることがより好ましい。 $R^2$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。 $R^2$ がパーフルオロポリエーテル基である場合、その分子量は約200～約6000程度であることが好ましく、約300～約4000であることがより好ましい。分子量が200未満である場合または6000を超える場合には潤滑剤組成物の潤滑性および保存信頼性が低下する場合がある。

【0019】

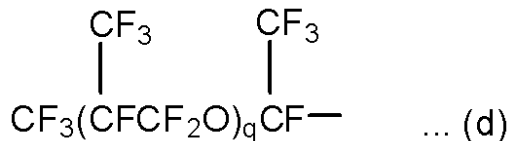
$R^2$ がパーフルオロポリエーテル基である場合、そのパーフルオロポリエーテル基は、下記の一般式(d)、(e)および(f)のいずれかで示されるものであることが好ましい。下記のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物が潤滑剤組成物に含まれることにより、例えば、この組成物が金属薄膜型磁気記録媒体の潤滑剤層に含まれる場合には、潤滑剤層の炭素膜への付着強度がより向上し、かつより優れた潤滑特性が磁気記録媒体に付与される。そしてこれらの相乗効果により、電磁変換特性が損なわれることなく向上した走行耐久性および耐候保存性を有し、また、使用中の潤滑剤の飛散が極めて少ない、実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

10

【0020】

一般式(d)：

【化13】



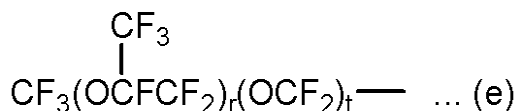
20

において、 $q$ は1以上の整数である。

【0021】

一般式(e)：

【化14】



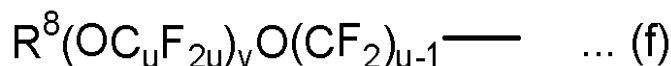
30

において、 $r$ および $t$ は1以上の整数である。

【0022】

一般式(f)：

【化15】



において、 $R^8$ はパーフルオロアルキル基を示し、 $u$ は1～6の整数であり、 $v$ は1～30の整数である。 $v$ は、より好ましくは1～8である。 $R^8$ の炭素数は、1～30であることが好ましく、1～8であることがより好ましい。また、 $R^8$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。

40

【0023】

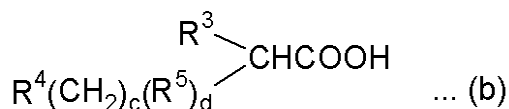
一般式(d)、(e)および(f)における、 $q$ 、 $r$ 、 $t$ 、 $u$ および $v$ が上記の範囲外であると、例えば、そのようなパーフルオロポリエーテル基を有する化合物を含む潤滑剤組成物が磁気記録媒体の潤滑剤層に含まれる場合に当該磁気記録媒体の潤滑性および保存信頼性が低下することがある。また、 $q$ 、 $r$ 、 $t$ 、 $u$ および $v$ ならびに $R^8$ の炭素数は、パーフルオロポリエーテル基の分子量が上述の好ましい範囲、すなわち約200～約6000程度、より好ましくは約300～約4000の範囲内にあるように、適宜選択することが好ましい。

50

【 0 0 2 4 】

一般式 ( b ) :

【 化 1 6 】



で示される化合物において、 $\text{R}^3$ はアルキル基またはアルケニル基であり、 $\text{R}^4$ はパーフルオロアルキル基またはパーフルオロポリエーテル基である。 $\text{R}^5$ は酸素原子または硫黄原子である。 $c$ は通常0～20の整数であり、好ましくは1～10の整数である。 $d$ は0または1である。

10

【 0 0 2 5 】

一般式 ( b ) における $\text{R}^3$ の炭素数は6～30であることが好ましく、10～24であることがより好ましい。炭素数が6未満である場合または30を超える場合には潤滑剤組成物の潤滑性が低下することがある。 $\text{R}^3$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。

【 0 0 2 6 】

$\text{R}^4$ がパーフルオロアルキル基である場合、その炭素数は1～12であることが好ましく、6～10であることがより好ましい。 $\text{R}^4$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。 $\text{R}^4$ がパーフルオロポリエーテル基である場合、その分子量は約200～約6000程度であることが好ましく、約300～約4000であることがより好ましい。分子量が200未満である場合または6000を超える場合には潤滑剤組成物の潤滑性および保存信頼性が低下する場合がある。

20

【 0 0 2 7 】

$\text{R}^4$ がパーフルオロポリエーテル基である場合には、一般式 ( a ) における $\text{R}^2$ と同様、 $\text{R}^4$ は上記一般式 ( d )、( e ) および ( f ) のいずれかで示される基であることが好ましい。一般式 ( d )、( e ) および ( f ) については先に一般式 ( a ) に関連して説明したとおりであり、ここではその説明を引用することにより、詳細な説明を省略する。

【 0 0 2 8 】

次に一般式 ( c ) で示される含フッ素カルボン酸エステルについて説明する。

30

一般式 ( c ) :

【 化 1 7 】



において、 $\text{R}^6$ はフルオロアルキル基、パーフルオロアルキル基、フルオロアルケニル基またはパーフルオロアルケニル基を示し、 $\text{R}^7$ はアルキル基またはアルケニル基を示し、 $n$ は0～12の整数である。

【 0 0 2 9 】

ここで、 $\text{R}^6$ は、水素の1又は複数がフッ素原子で置換されたフルオロアルキル基、フルオロアルケニル基、パーフルオロアルキル基、またはパーフルオロアルケニル基である。 $\text{R}^6$ は、パーフルオロアルキル基またはパーフルオロアルケニル基であることがより好ましい。 $\text{R}^6$ の炭素数は4～14であることが好ましく、6～12であることがより好ましい。 $\text{R}^6$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。

40

【 0 0 3 0 】

一般式 ( c ) において $n$ は1～6であることがより好ましい。

$\text{R}^7$ の炭素数は8～22であることが好ましく、12～18であることがより好ましい。 $\text{R}^7$ は、直鎖状であっても、枝分かれたものであってもよい。

【 0 0 3 1 】

本発明の潤滑剤組成物は、第I群、即ち、一般式 ( a ) および ( b ) で示される化合物

50

から選ばれる少なくとも１種類の化合物；ならびに第Ⅱ群、即ち、一般式（ｃ）で示される化合物から選ばれる少なくとも１種類の化合物が混合されて成るものである。両者の混合比率は、モル比で、１：９～８：２（第Ⅰ群：第Ⅱ群）の範囲であることが好ましく、１：９～５：５の範囲であることがより好ましい。

#### 【００３２】

潤滑剤組成物において各群から選ばれる化合物の割合が小さいと、本発明の潤滑剤組成物で磁気記録媒体の潤滑剤層を形成した場合に次のような問題が生じるおそれがある。第Ⅰ群から選ばれる化合物の占める割合が小さいと潤滑性能が低下するおそれがある。第Ⅱ群から選ばれる化合物の占める割合が小さいと、潤滑性能が低下し、また、磁気記録媒体の潤滑剤層の炭素膜への付着強度が低下するおそれがある。

10

#### 【００３３】

本発明の潤滑剤組成物は、一般式（ａ）～（ｃ）で示される化合物以外の成分、例えば、防錆剤、または従来公知の潤滑剤を含んでよい。その場合、一般式（ａ）～（ｃ）で示される化合物以外の成分が占める割合は、組成物の全量中、２０重量％未満であることが好ましく、１０重量％未満であることがより好ましい。２０重量％以上であると、例えば、この潤滑剤組成物で磁気記録媒体の潤滑剤層を形成した場合に、良好な潤滑特性を磁気記録媒体に付与することができない場合がある。

#### 【００３４】

本発明の第２の要旨である磁気記録媒体は、非磁性基板の一方の面に、強磁性金属薄膜、炭素膜および潤滑剤層がこの順に形成されてなる磁気記録媒体であって、潤滑剤層が本発明の潤滑剤組成物を含有するものである。そこで、次に、本発明の磁気記録媒体を構成する各層について、その製造方法とともに図面を参照しながら説明する。

20

#### 【００３５】

図１は本発明の磁気記録媒体の一態様である金属薄膜型磁気テープ（以下、単に磁気テープという）の断面図である。この磁気テープ（１０）は、非磁性基板（１）の一方の面に磁性層としての強磁性金属薄膜（２）、炭素膜（３）および潤滑剤層（４）がこの順に形成され、他方の面にバックコート層（５）が形成されたものである。したがって、その構造は、下から順にバックコート層（５）、非磁性基板（１）、強磁性金属薄膜（２）、炭素膜（３）および潤滑剤層（４）が積層された構造となっている。

#### 【００３６】

潤滑剤層以外の層およびその形成方法については公知であり、常套の材料および形成方法を採用することができる。

30

#### 【００３７】

例えば、非磁性基板（１）として、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、芳香族ポリアミドもしくは芳香族ポリイミドから成るフィルム、アルミ基板またはガラス基板等を使用することができる。実用信頼性と良好なＲＦ出力を両立するために、この非磁性基板（１）の表面、すなわち強磁性金属薄膜と接する面には直径５０～７００nm、高さ５～７０nmの突起形成処理が施されていることが好ましい。突起は、具体的には、例えば、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 等の無機物質から成る超微粒子、あるいはイミド等の有機物質から成る超微粒子を非磁性基板の表面に分散、固着させることにより形成され、あるいは、そのような微粒子を含む高分子材料をフィルムに成形することにより形成される。

40

#### 【００３８】

磁性層（２）は強磁性金属薄膜であることが好ましい。強磁性金属薄膜は常套の材料および方法で形成することができる。

#### 【００３９】

磁性層に適した強磁性金属としては、Ｆｅ系金属、Ｃｏ系金属、およびＮｉ系金属がある。本発明において磁性層を構成する強磁性金属はＣｏ系金属であることが特に好ましい。ここで、「Ｃｏ系金属」とは、コバルト、およびコバルトを主成分として好ましくは５０原子％以上含む合金をいう。「Ｆｅ系金属」および「Ｎｉ系金属」も同様である。

#### 【００４０】

50



強磁性金属薄膜は、具体的には、Fe、CoおよびNi、ならびにCo-Ni、Co-Fe、Co-Cr、Co-Cu、Co-Pt、Co-Pd、Co-Sn、Co-Au、Fe-Cr、Fe-Co-Ni、Fe-Cu、Ni-Cr、Fe-Co-Cr、Co-Ni-Cr、Co-Pt-CrおよびFe-Co-Ni-Cr等の合金から選択される1または複数の材料で形成される。強磁性金属薄膜は酸素を含んでいてよく、酸素はこれらの金属または合金の酸化物の形態で含まれていてよい。強磁性金属薄膜は、単層膜の形態であってもよく、あるいは多層膜の形態であってもよい。

#### 【0041】

強磁性金属薄膜はイオンプレーティング法、スパッタリング法または電子ビーム蒸着法等で形成することができる。強磁性金属薄膜を酸素雰囲気下で形成すれば、強磁性金属薄膜には、酸素が例えば強磁性金属の酸化物の形態で含まれることとなる。強磁性金属薄膜の厚さは50nm~300nmが一般的である。

#### 【0042】

炭素膜(3)は、ビッカース硬度が約 $2.45 \times 10^4 \text{ N/mm}^2$  (約2500 kgf/mm<sup>2</sup>)と高く、保護層として、磁気テープのダメージを潤滑剤層(4)と共に防止する。実用信頼性と出力とのバランスを考慮すれば、その厚さは10nm~20nmであることが好ましい。この炭素膜(3)もまた、公知の材料および方法を用いて形成することができ、例えば、炭化水素ガスのみ、あるいは炭化水素ガスと不活性ガスとの混合ガスを用いたプラズマCVD法により形成される。

#### 【0043】

具体的には、真空容器中に炭化水素ガスまたは炭化水素ガスとアルゴン等の不活性ガスの混合ガスを導入し、容器内の圧力を $1.33 \times 10^{-1} \sim 1.33 \times 10^2 \text{ Pa}$  (0.001~1 Torr)に保った状態で真空容器内部で放電を発生させ、炭化水素ガスのプラズマを発生させて、炭素膜(3)を強磁性金属薄膜(2)上に形成させる。放電形式は外部電極方式および内部電極方式のいずれでも良く、放電周波数は実験的に決めることができる。また、非磁性基板(1)側に配置される電極に0KVから-3KVの電圧を印加することによって、炭素膜(3)の硬度を増大させることができ、また炭素膜(3)と強磁性金属薄膜(2)との密着性を向上させることができる。炭化水素ガスとして、メタン、エタン、プロパン、ブタン、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタンまたはベンゼン等を用いることができる。

#### 【0044】

硬質の炭素膜(3)を形成するためには、放電エネルギーを大きくすることが望ましく、併せて非磁性基板(1)の温度を高温に維持することが望ましい。例えば、放電エネルギーは、交流電流、例えば高周波電流と直流電流とを重畳して実効値を600V以上にすることが望ましい。

#### 【0045】

本発明においては、炭素膜(3)の表層部に含窒素プラズマ重合膜(図示省略)を形成し、潤滑剤層(4)が炭素膜の含窒素プラズマ重合膜上に形成されていることが好ましい。含窒素プラズマ重合膜が形成されることにより、炭素膜の表層部にアミノ基が存在することとなり、その結果、潤滑剤層と炭素膜との間の付着強度がより大きくなり、磁気記録媒体の耐久性がより向上することとなる。そして、潤滑剤層に特定の含フッ素化合物を含有させることと相俟って、電磁変換特性が損なわれることなく優れた潤滑性能を有する走行耐久性および耐候保存性が向上した実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

#### 【0046】

含窒素プラズマ重合膜は、真空容器中にプロピルアミン、ブチルアミン、エチレンジアミン、プロピレンジアミンまたはテトラメチレンジアミン等のアミン化合物をガス化して導入し、容器内の圧力を $1.33 \times 10^{-1} \sim 1.33 \times 10^2 \text{ Pa}$  (0.001~1 Torr)に保った状態で真空容器内部に高周波放電を生じさせて形成する。含窒素プラズマ重合膜を形成することにより潤滑剤組成物の化学吸着力が向上し、その結果、潤滑剤層と炭素膜との間の付着強度が向上する。含窒素プラズマ重合膜の膜厚は3nm未満が適当であり、こ

10

20

30

40

50

れよりも含窒素プラズマ重合膜が厚い場合には炭素膜の保護効果が低下する。炭素膜の表層部に含窒素プラズマ重合膜を形成する方法は、米国特許第5,540,957号および第5,637,393号に開示されており、この引用によりこれらの特許に開示された内容は本明細書の一部を構成する。

【0047】

潤滑剤層(4)を構成する潤滑剤組成物は前述したとおりである。本発明において、潤滑剤層(4)中に含まれる本発明の潤滑剤組成物の量は、潤滑剤層の表面1m<sup>2</sup>当たり0.5~30mgであることが好ましく、1.5~15mgであることがより好ましい。潤滑剤層にこのような少量の化合物を均一に存在させるために、本発明の磁気記録媒体の潤滑剤層は次の方法で形成することが望ましい。

【0048】

潤滑剤層(4)は、常套の材料および手段を用いて非磁性基板(1)の一方の面に強磁性金属薄膜(2)および炭素膜(3)をこの順に形成した後、炭素膜(3)上に形成する。潤滑剤層(4)の形成工程は、本発明の潤滑剤組成物を含む潤滑剤を炭化水素系溶媒とアルコール系溶媒の混合有機溶媒に溶解して塗布液を調製し、これを相対湿度が10~40%の範囲内にある環境下で炭素膜(3)上に塗布する工程を含む。

【0049】

本発明で使用する炭化水素系溶媒は、例えばトルエン、ヘキサン、ヘプタン、およびオクタン等であり、本発明で使用するアルコール系溶媒は、例えばメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコールおよびイソプロピルアルコール等の低級アルコールである。混合有機溶媒は、具体的には、トルエンとイソプロピルアルコールの混合溶媒、ヘキサンとイソプロピルアルコールの混合溶媒、またはヘプタンとイソプロピルアルコールの混合溶媒であることが好ましい。アルコール系溶媒の割合が大きすぎると塗布ムラが生じやすく、一方、炭化水素系溶媒の割合が大きすぎると不経済であるため、両者は混合割合が重量比で1:9~9:1の範囲、好ましくは3:7~7:3の範囲となるように混合して使用することが好ましい。塗布液の濃度および塗布厚は、溶媒が蒸発した後に炭素膜(3)上に形成される潤滑剤層(4)の厚さが所望の厚さになるように選択する。一般には、潤滑剤組成物の濃度が100ppm~4000ppmである塗布液を、1μm~50μmの厚さとなるように塗布することが好ましい。

【0050】

塗布液は、相対湿度が10~40%の範囲内にある環境下で塗布することが好ましい。相対湿度が10%未満では静電気が発生しやすく、また、そのような湿度の環境を作るための設備に費用がかかるという問題がある。相対湿度が40%を超えると塗布ムラが生じやすくなるという問題がある。

【0051】

潤滑剤層(4)は潤滑剤組成物に応じて最適膜厚が決定され、その厚さは一般に3~5nmである。塗布方法はパーコーティング法、グラビアコーティング法、リバースロールコーティング法、ダイコーティング法、ディッピング法またはスピンコート法等の湿式塗布法、あるいは有機蒸着法のいずれであってもよい。

【0052】

塗布液を塗布した後、乾燥処理して有機溶媒を蒸発させると、炭素膜(3)上に潤滑剤組成物の層(4)が形成される。乾燥処理は加熱することにより、もしくは自然乾燥によって実施することができる。そして、最終的に得られる潤滑剤層の厚さは3~5nm程度とすることが好ましい。ただし、潤滑剤の組成に応じて潤滑剤層の厚さの最適範囲が存在するため、潤滑剤層の厚さは必ずしもこの範囲に限定されるものではない。

【0053】

このように、特定の混合有機溶媒を用いて所定の相対湿度下で潤滑剤層を形成することにより、塗布ムラのない均一な厚さの潤滑剤層が得られ、しかも溶媒が最終的に蒸発した後には数nmという非常に薄い潤滑剤層を形成させることができる。その結果、優れた潤滑性能を有する実用信頼性の高い磁気記録媒体が得られる。

## 【 0 0 5 4 】

バックコート層（５）は、ポリウレタン、ニトロセルロース、ポリエステル、カーボンおよび炭酸カルシウム等から選ばれる１つもしくは複数の材料により形成される層であり、その厚さは約５００nmとすることが好ましい。バックコート層は、例えば、前記材料を適当な溶媒（例えば、トルエンとメチルエチルケトンの混合溶媒）に溶解および分散させた塗布液を補強層に塗布した後、乾燥して溶媒を蒸発させる湿式塗布法により形成できる。

## 【 0 0 5 5 】

## 【実施例】

次に、本発明の具体的な実施例を説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

10

## 【 0 0 5 6 】

## （実施例１）

非磁性基板（１）として、幅が５００mm、厚さが４．６μmであって、表面に高さが３０nm、直径が２００nmの突起が１mm<sup>2</sup>あたり１０<sup>5</sup>から１０<sup>9</sup>個形成されたポリエチレンナフタレートフィルムを使用した。なお、突起の数はＳＴＭ分析で測定した値である。この非磁性基板（１）の表面に、酸素を導入しながら斜方真空蒸着法によりＣo(80) - Ni(20)（カッコ内は混合原子％）から成る厚さ１８０nmの強磁性金属薄膜（２）を形成した。

## 【 0 0 5 7 】

次いで、非磁性基板（１）の裏面に、ポリウレタン、ニトロセルロースおよびカーボンブラックより構成された固形分３０％のメチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノン溶液をリバースロールコートにより塗布して、乾燥後の厚さが約５００nmのバックコート層（５）を形成した。

20

## 【 0 0 5 8 】

次に強磁性金属薄膜（２）上に、プラズマＣＶＤ法によって厚さ１５nmの炭素膜（３）を形成した。炭素膜は、真空容器中にヘキサンガスとアルゴンガスとを４：１の比（圧力比）で混合したガスを導入し、トータルガス圧を４．０×１０<sup>1</sup>Pa（０．３Torr）に保ちながら、周波数２０KHz、電圧１５００Vの交流と１０００Vの直流を重畳し、これを放電管内の電極に印加することにより形成した。さらに、炭素膜（３）上にプロピルアミンガスを導入し、６．６７Pa（０．０５Torr）の圧力を保った状態で１０KHzの高周波プラズマ処理を行ない、炭素膜（３）の表層部に厚さ２．５nmの含窒素プラズマ重合膜を形成した。

30

## 【 0 0 5 9 】

次に、下記の化学式（a１）で示される化合物、および化学式（c１）で示される化合物をモル比で３：７となるように配合した潤滑剤組成物を、イソプロピルアルコールとトルエンとを重量比で１：１となるように混合した混合有機溶媒にその濃度が２０００ppmとなるように溶解して塗布液を調製した。そしてこの塗布液を、２３、３０％RH環境下で、リバースロールコートを用いて湿式塗布法で厚さ４μmとなるように塗布した後、乾燥した。最終的に炭素膜（３）上には、１m<sup>2</sup>あたり５mgの潤滑剤組成物が含まれる、厚さ４nmの潤滑剤層（４）が形成された。

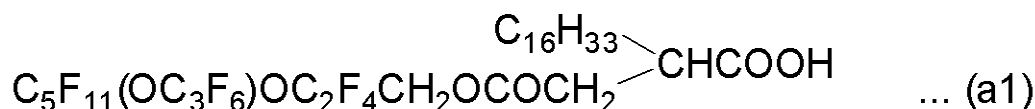
40

## 【 0 0 6 0 】

以上のようにして作成したテープ素材をスリッタで６．３５mm幅に裁断して６．３５mm幅の磁気テープ試料(全厚５．３μm、８０分長)を作製した。

## 【 0 0 6 1 】

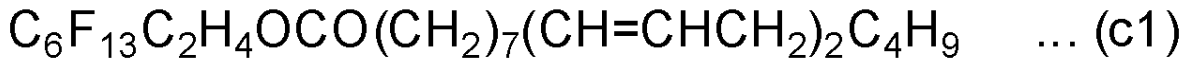
## 【化１８】



## 【 0 0 6 2 】

50

【化 1 9】



【 0 0 6 3 】

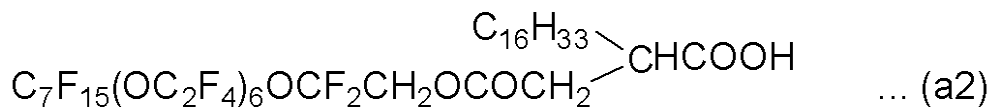
( 実施例 2 ~ 実施例 1 1 )

実施例 2 ~ 6 ではそれぞれ化学式 ( a 2 ) ~ ( a 6 ) で示される化合物を、実施例 7 ~ 1 1 ではそれぞれ化学式 ( b 1 ) ~ ( b 5 ) で示される化合物を使用し、それらの各化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比が 3 : 7 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料をそれぞれ

10

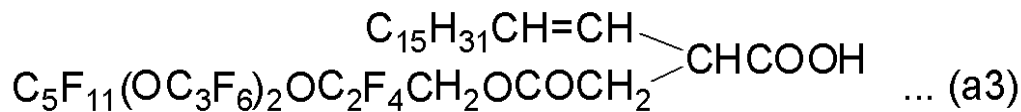
【 0 0 6 4 】

【化 2 0】



【 0 0 6 5 】

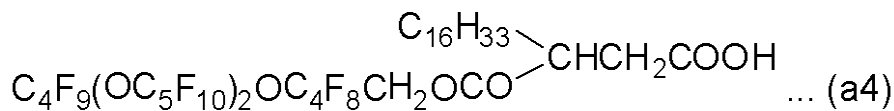
【化 2 1】



20

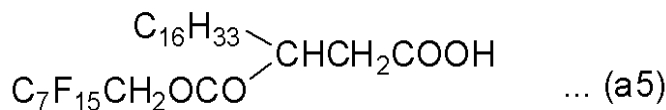
【 0 0 6 6 】

【化 2 2】



【 0 0 6 7 】

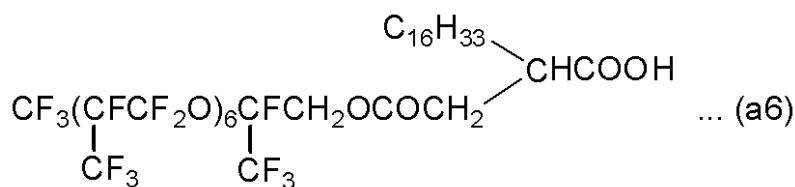
【化 2 3】



30

【 0 0 6 8 】

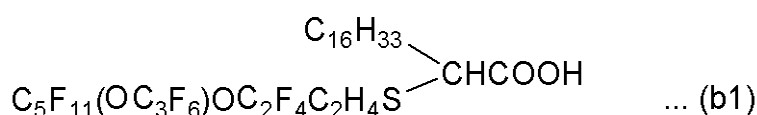
【化 2 4】



40

【 0 0 6 9 】

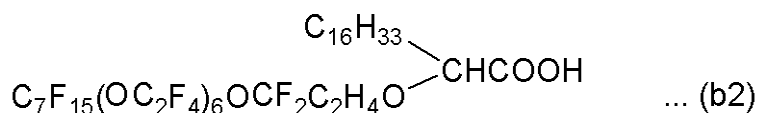
【化 2 5】



【 0 0 7 0 】

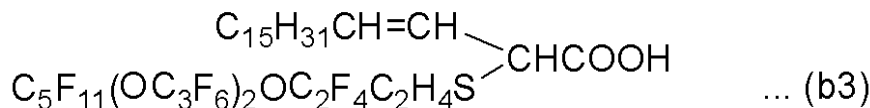
【化 2 6】

50



【 0 0 7 1 】

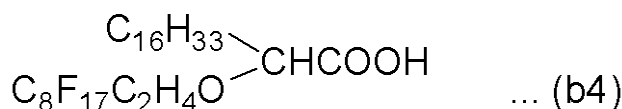
【 化 2 7 】



10

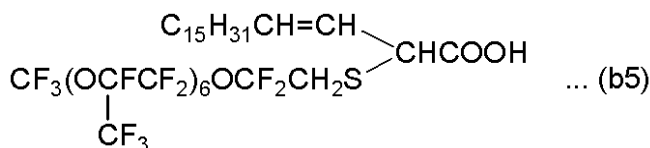
【 0 0 7 2 】

【 化 2 8 】



【 0 0 7 3 】

【 化 2 9 】



20

【 0 0 7 4 】

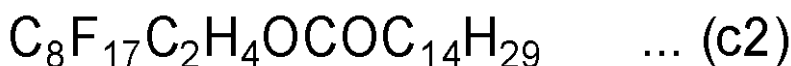
( 実施例 1 2 ~ 実施例 2 2 )

実施例 1 2 ~ 1 7 ではそれぞれ化学式 ( a 1 ) ~ ( a 6 ) で示される化合物を、実施例 1 8 ~ 2 2 ではそれぞれ化学式 ( b 1 ) ~ ( b 5 ) で示される化合物を使用し、それらの各化合物、および下記化学式 ( c 2 ) で示される化合物をモル比で 3 : 7 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料をそれぞれ作製した。

30

【 0 0 7 5 】

【 化 3 0 】



【 0 0 7 6 】

( 実施例 2 3 )

化学式 ( a 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 1 : 9 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

40

【 0 0 7 7 】

( 実施例 2 4 )

化学式 ( a 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 5 : 5 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【 0 0 7 8 】

( 実施例 2 5 )

化学式 ( a 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 7 : 3 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

50

## 【 0 0 7 9 】

( 実施例 2 6 )

化学式 ( a 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 8 : 2 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

## 【 0 0 8 0 】

( 実施例 2 7 )

化学式 ( b 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 1 : 9 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

10

## 【 0 0 8 1 】

( 実施例 2 8 )

化学式 ( b 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 5 : 5 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

## 【 0 0 8 2 】

( 実施例 2 9 )

化学式 ( b 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 7 : 3 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

20

## 【 0 0 8 3 】

( 実施例 3 0 )

化学式 ( b 1 ) で示される化合物、および化学式 ( c 1 ) で示される化合物をモル比で 8 : 2 の割合となるように配合した潤滑剤組成物を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

## 【 0 0 8 4 】

( 実施例 3 1 )

炭素膜 ( 3 ) の表層部に含窒素プラズマ重合膜を形成する工程を省略したこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

## 【 0 0 8 5 】

( 実施例 3 2 )

潤滑剤層の形成工程においてイソプロピルアルコールおよびトルエンを重量比で 8 : 1 の割合で混合した混合有機溶媒を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

30

## 【 0 0 8 6 】

( 実施例 3 3 )

潤滑剤層の形成工程においてイソプロピルアルコールおよびトルエンを重量比で 1 : 8 の割合で混合した混合有機溶媒を用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

## 【 0 0 8 7 】

( 比較例 1 )

実施例 1 で使用した 2 成分系の潤滑剤組成物に代えて、公知の潤滑剤である下記化学式 ( x 1 ) で示される化合物のみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

40

## 【 0 0 8 8 】

## 【 化 3 1 】



## 【 0 0 8 9 】

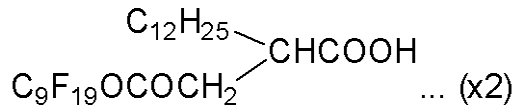
50

(比較例 2)

実施例 1 で使用した 2 成分系の潤滑剤組成物に代えて、公知の潤滑剤である下記化学式 (x2) で示される化合物のみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0090】

【化 3 2】



10

【0091】

(比較例 3)

実施例 1 で使用した 2 成分系の潤滑剤組成物に代えて、化学式 (a1) で示される化合物のみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0092】

(比較例 4)

実施例 1 で使用した 2 成分系の潤滑剤組成物に代えて、化学式 (b1) で示される化合物のみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0093】

(比較例 5)

実施例 1 で使用した 2 成分系の潤滑剤組成物に代えて、化学式 (c1) で示される化合物のみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0094】

(比較例 6)

潤滑剤層の形成工程においてイソプロピルアルコールおよびトルエンから成る混合有機溶媒に代えてイソプロピルアルコールのみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0095】

(比較例 7)

潤滑剤層の形成工程においてイソプロピルアルコールおよびトルエンから成る混合有機溶媒に代えてトルエンのみを用いたこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0096】

(比較例 8)

23、55%RH 環境下において、塗布液をリバースロールコートを用いて湿式塗布法で塗布したこと以外は、実施例 1 と同様の方法で磁気テープ試料を作製した。

【0097】

実施例 1 ~ 3 および比較例 1 ~ 8 で得られた 6.35mm 幅の磁気テープ試料について、それぞれ以下の評価試験 (1) ~ (2) を実施した。それぞれの試験で得られた結果を、表 1 ~ 表 4 に示す。

【0098】

(1) 走行耐久性試験

RF (高周波) 出力測定用に改造した市販デジタル VTR (松下電器(株)製、NV-DJ1) を用い、各 6.35mm 幅テープ試料の巻き始め部分と巻き終わり部分を除く真中の部分であって、3 分長に相当する部分を、5、80%RH の環境下で 1000 パス、50 時間繰り返し再生した後の RF 出力変化を測定した。結果は試験前に対する試験後の変化をデシベル表示で示した。

【0099】

テープダメージは、テープ表面のポスト、固定ドラムによる走行傷、ならびに磁気ヘッドおよび回転ドラムによる摺動傷等を目視観察および微分干渉顕微鏡で状態観察し、5 段

50

階で評価した。評価基準は次のとおりである。

- 5：実用上全く問題ない。
- 4：実用上問題ない。
- 3：実用可能であるが、改善が必要である。
- 2：テープダメージがひどく、実用性は殆どない。
- 1：テープダメージがあまりにもひどく、実用性は全くない。

【0100】

走行系粉付着は、テープを1000パス繰り返し再生した後のポストおよび固定ドラムの汚れ（粉付着の状態）を目視観察し、5段階で評価した。評価基準は次のとおりである。

- 5：粉付着がなく実用上全く問題ない。
- 4：僅かに粉付着が認められるが実用上問題ない。
- 3：実用可能ではあるが、粉付着があり、改善が必要である。
- 2：粉付着がひどく、実用性は殆どない。
- 1：粉付着があまりにもひどく、実用性は全くない。

【0101】

また、走行耐久性試験後におけるテープ試料表面の潤滑剤の残存量を測定するために、走行耐久性試験前後にX線光電子分光法（XPS）によりフッ素原子を分析し、その試験前後の強度の比率から残存量を算出した。

【0102】

（2）耐候保存性試験

各6.35mm幅テープ試料の耐候保存性を評価するため、試料を40、80%RHの環境下で30日間放置して耐候保存性試験を実施した。

【0103】

保存後スチル寿命は、スチル寿命測定用に改造した市販デジタルVTR（松下電器（株）製、NV-DJ1）を用い、3、5%RHの環境下において測定した。保存後スチル寿命は初期から6dB低下するまでの時間で示した。

【0104】

また、40、80%RHの環境下で30日間放置した後に、RF出力測定用に改造した市販デジタルVTR（松下電器（株）製、NV-DJ1）を用い、23、60%RHの環境下で100パス、133時間繰り返し再生を行い、再生中のRF出力からヘッド目詰まりを測定した。この繰り返し再生中、RF出力が6dB以上低下したときにヘッド目詰まりが発生したものとし、そのような低下が測定された時間を合計した時間をヘッド目詰まりとした。

【0105】

【表1】

10

20

30



実施例	走行耐久性試験				耐候保存性試験	
	出力低下 (dB)	テープ ダメージ	走行系 粉付着	潤滑剤残存 量 (%)	保存後スル 寿命 (分)	ヘッド目 詰まり (秒)
1	-1.0	5	5	93	>60	0
2	-1.2	5	5	92	>60	0
3	-1.4	4	4	91	53	0
4	-1.1	5	5	93	>60	0
5	-1.4	4	4	87	>60	0
6	-1.5	4	4	89	56	0.5
7	-1.2	5	5	92	>60	0
8	-1.1	5	5	93	>60	0
9	-1.3	4	4	91	>60	0
10	-1.4	4	4	88	55	0
11	-1.5	4	4	90	55	0.5

10

【0106】

20

【表2】

実施例	走行耐久性試験				耐候保存性試験	
	出力低下 (dB)	テープ ダメージ	走行系 粉付着	潤滑剤残存 量 (%)	保存後スル 寿命 (分)	ヘッド目 詰まり (秒)
12	-1.2	5	5	91	>60	0
13	-1.1	5	5	93	>60	0
14	-1.4	4	4	92	>60	0
15	-1.2	5	5	93	>60	0
16	-1.3	4	4	86	>60	0.5
17	-1.5	4	4	89	>60	0
18	-1.2	5	5	93	>60	0
19	-1.1	5	5	92	>60	0
20	-1.3	4	4	91	>60	0.5
21	-1.4	4	4	87	57	0
22	-1.5	4	4	89	56	0

30

40

【0107】

【表3】

実施例	走行耐久性試験				耐候保存性試験	
	出力低下 (dB)	テープ ダメージ	走行系 粉付着	潤滑剤残存 量 (%)	保存後スチル 寿命 (分)	ヘッド目 詰まり (秒)
23	-1.0	5	5	93	>60	0
24	-1.1	5	5	90	>60	0
25	-1.2	4	4	87	57	0.5
26	-1.5	4	4	86	52	0.5
27	-1.1	5	5	93	>60	0
28	-1.0	5	5	92	>60	0.5
29	-1.3	4	4	88	55	0.5
30	-1.5	4	4	86	56	0.5
31	-1.5	4	4	82	50	1.0
32	-1.4	4	4	85	56	0.5
33	-1.5	4	4	86	55	0.5

10

【0108】

20

【表4】

比較例	走行耐久性試験				耐候保存性試験	
	出力低下 (dB)	テープ ダメージ	走行系 粉付着	潤滑剤残存 量 (%)	保存後スチル 寿命 (分)	ヘッド目 詰まり (秒)
1	-6.3	1	1	51	1	29.0
2	-6.6	1	1	53	1	27.0
3	-3.1	3	3	50	5	3.0
4	-2.6	3	3	72	18	19.5
5	-2.6	3	4	77	17	12.0
6	-3.0	3	4	86	27	4.0
7	-2.8	4	3	85	26	3.0
8	-3.1	3	3	88	24	4.0

30

【0109】

上記表1～表4から明らかなように、比較例1～8との比較において、実施例1～33で得た磁気テープはいずれも、i)繰り返し走行させた後でも出力低下が小さい、ii)繰り返し走行させた後でも潤滑剤の残存量が多い(即ち、使用中の潤滑剤の飛散が少ない)、iii)テープダメージの問題が発生しない、iv)走行系粉付着が少ない、保存後の繰り返しv)走行中のヘッド目詰まりが少ない、vi)保存後のスチル寿命が良好である、という優れた特性を有するものであった。

40

【0110】

特に、走行耐久性試験において再生の繰り返し回数を1000パスと多くしても、実施例1～33の磁気テープにおいてテープダメージが小さいことは、本発明の磁気記録媒体が優れた走行耐久性を有することを示している。さらに、実施例1～33において走行系粉付着が少ないことは、本発明の磁気テープがテープ走行系を良好に走行し、テープ走行中に磁気記録媒体から粉を剥離させるような摩擦力が磁気記録媒体とテープ走行系との間で生じにくいことを示している。したがって、本発明の磁気記録媒体を用いれば、走行系

50

において粉付着に起因する走行トラブルが発生することを抑制し得る。

【0111】

実施例1～30の磁気テープは、従来の潤滑剤を用いた比較例1および2、ならびにそれぞれ一般式(a1)、(b1)または(c1)で示される化合物のみで潤滑剤層を形成した比較例3～5と比較して、いずれも優れた走行耐久性および耐候保存性を示した。このように、炭素膜(3)上に、一般式(a)および(b)で示される化合物から選ばれる少なくとも1種類の化合物、および一般式(c)で示される化合物から選ばれる少なくとも1種類の化合物を含んで成る潤滑剤組成物で潤滑剤層(4)を形成した実施例1～30の各磁気テープ試料は、走行耐久性および耐候保存性等の実用信頼性の点で明らかに優れている。

10

【0112】

実施例31の磁気テープ試料は実施例1と同じ潤滑剤組成物を用いたものであるが、炭素膜(3)上に含窒素プラズマ重合膜を形成しなかったものである。実施例31の走行耐久性および耐候保存性は実施例1のそれらに比べてやや劣っている。このことは含窒素プラズマ重合膜が磁気テープの潤滑性能の向上に寄与していることを示している。

【0113】

実施例1と比較例6および7から、潤滑剤層(4)の潤滑剤組成物を炭化水素系溶媒とアルコール系溶媒との混合有機溶媒に溶解して調製した塗布液を炭素膜(3)上に塗布して潤滑剤層(4)を形成することにより、走行耐久性および耐候保存性等の実用信頼性の点で優れた磁気テープ試料を安定して作製できることが判る。また、潤滑剤組成物を含む塗布液を高い湿度の下で塗布した比較例8は、実施例1と同じ潤滑剤組成物を使用しているにもかかわらず、その走行耐久性および耐候保存性はともに劣り、高湿度下での塗布が望ましくないことを示している。

20

【0114】

実施例1～33では、潤滑剤層(4)の形成工程において湿式塗布法であるリバースロールコーティング法を採用したが、有機蒸着法によっても同様の作用効果を有する潤滑剤層(4)を形成することが可能である。

【0115】

上記において本発明の磁気記録媒体およびその製造方法を市販デジタルVTR用テープに適用した実施例を説明したが、本発明の磁気記録媒体およびその製造方法はこれに限定されるものではなく、データストレージ用のテープ等、他の金属薄膜型磁気テープや磁気ディスク等にも適用できるものである。

30

【0116】

【発明の効果】

以上説明したように、特定の含フッ素化合物が二種類以上組み合わせられて成る本発明の潤滑剤組成物は優れた潤滑性能を呈する。そして、この潤滑剤組成物で磁気記録媒体の潤滑剤層を形成することによって、潤滑剤層の炭素膜への付着強度が向上した、良好な潤滑性能を呈する本発明の磁気記録媒体を得ることができる。従って、本発明の潤滑剤を潤滑剤層とする本発明の磁気記録媒体は、これらの相乗効果により、電磁変換特性が損なわれることなく向上した走行耐久性および耐候保存性を有し、また、使用中の潤滑剤の飛散が極めて少ない、実用信頼性の高い磁気記録媒体である。

40

【0117】

また、本発明の磁気記録媒体において炭素膜の表層部に含窒素プラズマ重合膜を形成することにより潤滑剤組成物の化学吸着力が向上するので、潤滑剤層の炭素膜への付着強度がさらに向上し、優れた潤滑性能を呈する磁気記録媒体を得ることができる。そしてこれらの相乗効果により、本発明の磁気記録媒体は、電磁変換特性が損なわれることなく、走行耐久性および耐候保存性等の実用信頼性が向上したものとなる。

【0118】

本発明の磁気記録媒体は、潤滑剤層の組成物を特定の溶媒に溶解して調製した塗布液を、特定の湿度条件下で炭素膜上に塗布する工程を含む製造方法によって製造される。この

50

塗布液を用いることにより塗布ムラのない均一な厚さの潤滑剤層が得られる。また、湿度の範囲を限定することにより、潤滑剤層の性能低下を防止している。従って、本発明の製造方法によれば、走行耐久性および耐候保存性等の実用信頼性の点で優れた本発明の磁気記録媒体を安定して作製することが可能になる。

【図面の簡単な説明】

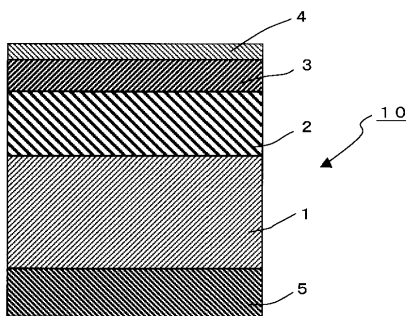
【図 1】 本発明の磁気記録媒体の一態様である金属薄膜型磁気テープの模式的断面図である。

【符号の説明】

- 1 非磁性基板
- 2 強磁性金属薄膜
- 3 炭素膜
- 4 潤滑剤層
- 5 バックコート層
- 10 磁気記録媒体（磁気テープ）

10

【図 1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 淵 鉄男

大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内

審査官 藤原 浩子

(56)参考文献 特開 2 0 0 0 - 7 3 0 8 1 ( J P , A )

特開昭 6 2 - 2 3 6 1 1 8 ( J P , A )

特開平 1 1 - 3 5 3 6 4 1 ( J P , A )

特開平 5 - 1 9 4 9 7 0 ( J P , A )

特開 2 0 0 0 - 2 1 9 8 8 7 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C10M 105/54

G11B 5/725

G11B 5/84

C10N 40/18