

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7619268号
(P7619268)

(45)発行日 令和7年1月22日(2025.1.22)

(24)登録日 令和7年1月14日(2025.1.14)

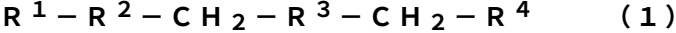
(51)国際特許分類		F I		
C 0 7 C	43/13 (2006.01)	C 0 7 C	43/13	D C S P
C 0 7 C	43/196 (2006.01)	C 0 7 C	43/196	
C 0 7 C	217/52 (2006.01)	C 0 7 C	217/52	
C 0 7 C	235/40 (2006.01)	C 0 7 C	235/40	
C 0 7 C	255/46 (2006.01)	C 0 7 C	255/46	
請求項の数 9 (全51頁) 最終頁に続く				
(21)出願番号	特願2021-546626(P2021-546626)	(73)特許権者	000004455	
(86)(22)出願日	令和2年9月8日(2020.9.8)		株式会社レゾナック	
(86)国際出願番号	PCT/JP2020/033971		東京都港区東新橋一丁目9番1号	
(87)国際公開番号	WO2021/054202	(74)代理人	100141139	
(87)国際公開日	令和3年3月25日(2021.3.25)		弁理士 及川 周	
審査請求日	令和5年7月13日(2023.7.13)	(74)代理人	100163496	
(31)優先権主張番号	特願2019-169489(P2019-169489)		弁理士 荒 則彦	
(32)優先日	令和1年9月18日(2019.9.18)	(74)代理人	100134359	
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		弁理士 勝俣 智夫	
		(74)代理人	100137017	
			弁理士 眞島 竜一郎	
		(72)発明者	浅野 綾乃	
			東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭	
			和電工株式会社内	
		審査官	早川 裕之	
				最終頁に続く

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

(57)【特許請求の範囲】

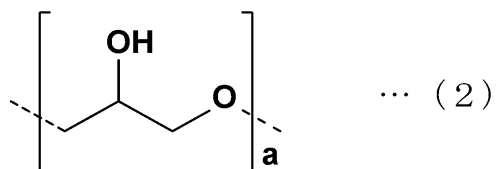
【請求項1】

下記式(1)で表されることを特徴とする含フッ素エーテル化合物。

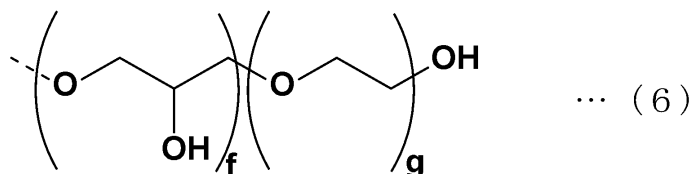


(式(1)中、 R^1 はシクロプロパン、シクロブタン、シクロペンタン、シクロヘキサンからなる群から選ばれる1種であって、1つまたは2つ以上の置換基を有していてもよい脂環式構造を有する有機基であり、前記置換基が、 $-OH$ 、 $-CH_2OH$ 、 $-CH_2CH_2OH$ 、 $-CH_2CH_2CH_2OH$ ； $-OCH_3$ 、 $-OCH_2CH_3$ 、 $-OCH_2CH_2CH_3$ ； $-OCH_2OH$ 、 $-OCH_2CH_2OH$ 、 $-OCH_2CH_2CH_2OH$ ； $-CONH_2$ 、 $-CH_2NH_2$ 、 $-CH_2CH_2NH_2$ 、 $-CH_2CH_2CH_2NH_2$ ； $-CN$ からなる群から選ばれ、前記脂環式構造をZとした場合、前記脂環式構造Zと R^2 に含まれる炭素原子との結合が、 $Z-R^2$ 、 $Z-O-R^2$ 、 $Z-NH-R^2$ 、 $Z-CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2CH_2-R^2$ から選ばれる1種である； R^2 は下記式(2)で表され、式(2)中のaは1～3の整数である； R^3 はパーフルオロポリエーテル鎖である； R^4 は下記式(6)～(9)のいずれかの末端基である。)

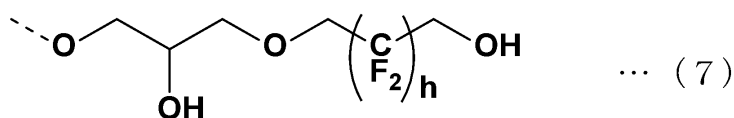
【化 1】



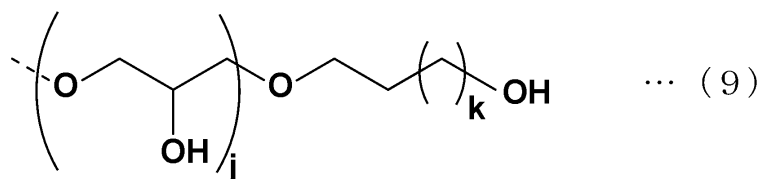
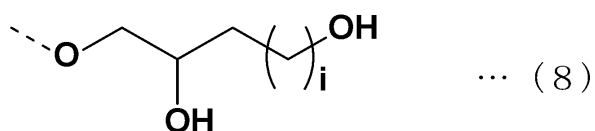
【化 2】



10



20



30

(式 (6) 中、f は 1 ～ 2 の整数を表し、g は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (7) 中、h は 2 ～ 5 の整数を表す。)

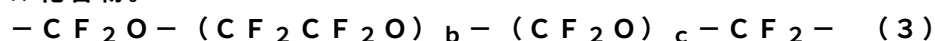
(式 (8) 中、i は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (9) 中、j は 1 ～ 2 の整数を表し、k は 1 ～ 2 の整数を表す。)

【請求項 2】

前記 R³ が、下記式 (3) ～ (5) のいずれかである請求項 1 に記載の含フッ素エーテル化合物。

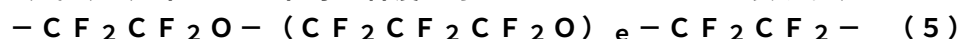
40



(式 (3) 中の b、c は平均重合度を示し、それぞれ独立に 0 ～ 30 を表す。但し、b、c が同時に 0 となることは無い。)



(式 (4) 中の d は平均重合度を示し、0.1 ～ 30 を表す。)



(式 (5) 中の e は平均重合度を示し、0.1 ～ 30 を表す。)

【請求項 3】

前記置換基が、 $\text{---} \text{OH}$ 、 $\text{---} \text{CH}_2 \text{OH}$ 、 $\text{---} \text{OCH}_3$ 、 $\text{---} \text{OCH}_2 \text{CH}_2 \text{OH}$ 、 $\text{---} \text{OCH}_2 \text{C}$

50

$\text{H}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CONH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 $-\text{CN}$ からなる群から選ばれ、前記脂環式構造を Z とした場合、前記脂環式構造 Z と R^2 に含まれる炭素原子との結合が、 $Z-\text{O}-R^2$ 、 $Z-\text{NH}-R^2$ 、 $Z-\text{CH}_2\text{O}-R^2$ 、 $Z-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-R^2$ から選ばれる１種である、請求項１または請求項２に記載の含フッ素エーテル化合物。

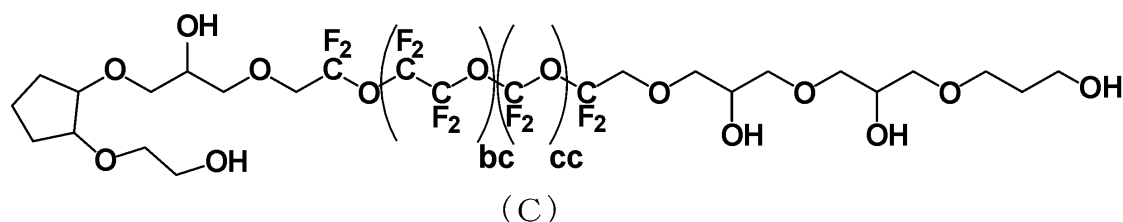
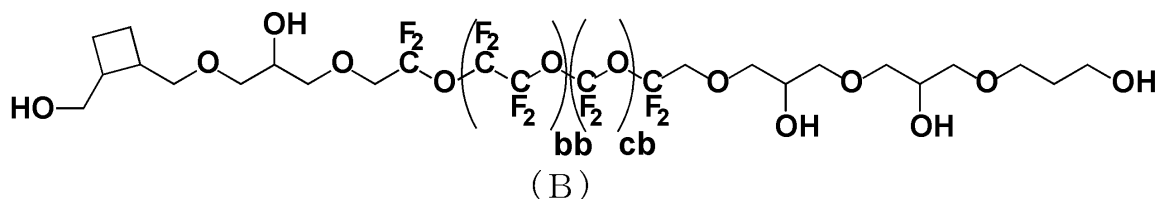
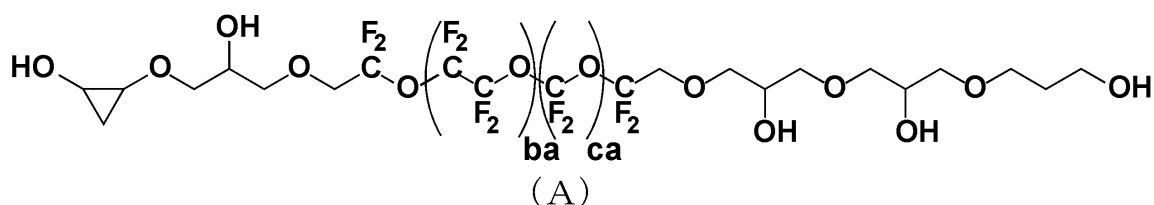
【請求項４】

数平均分子量が５００～１００００の範囲内にある請求項１～請求項３のいずれか一項に記載の含フッ素エーテル化合物。

【請求項５】

前記式（１）で表される化合物が、下記式（Ａ）～（Ｃ）および（Ｇ）～（Ｏ）で表される化合物のいずれかである、請求項１～請求項４のいずれか一項に記載の含フッ素エーテル化合物。

【化３】



（式（Ａ）中、 ba 、 ca は平均重合度を示し、 ba は０～３０を表し、 ca は０～３０を表す。但し、 ba 、 ca が同時に０となることは無い。）

（式（Ｂ）中、 bb 、 cb は平均重合度を示し、 bb は０～３０を表し、 cb は０～３０を表す。但し、 bb 、 cb が同時に０となることは無い。）

（式（Ｃ）中、 bc 、 cc は平均重合度を示し、 bc は０～３０を表し、 cc は０～３０を表す。但し、 bc 、 cc が同時に０となることは無い。）

10

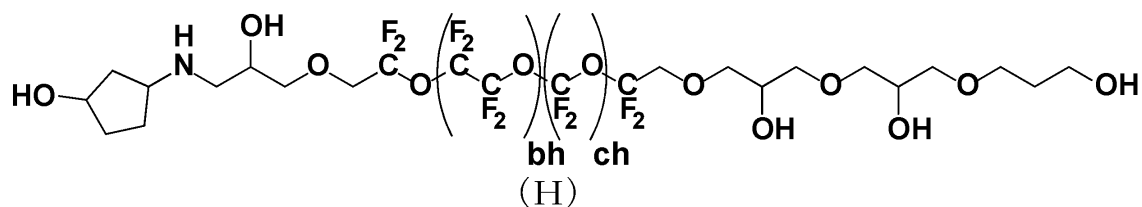
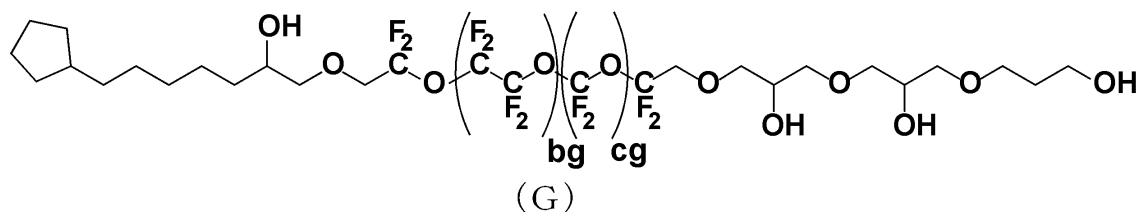
20

30

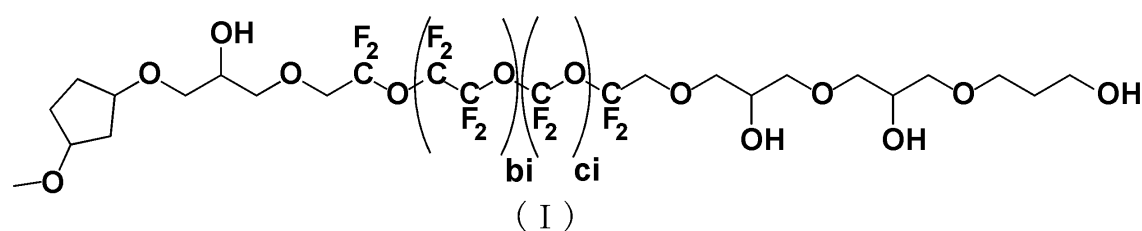
40

50

【化 4】



10



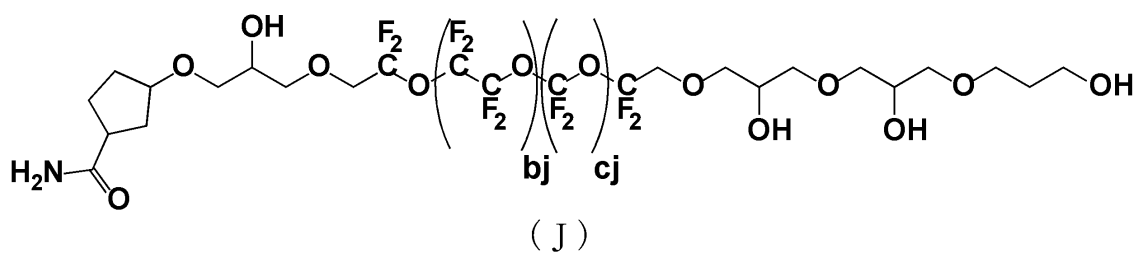
20

(式 (G) 中、 bg 、 cg は平均重合度を示し、 bg は 0～30 を表し、 cg は 0～30 を表す。但し、 bg 、 cg が同時に 0 となることは無い。)

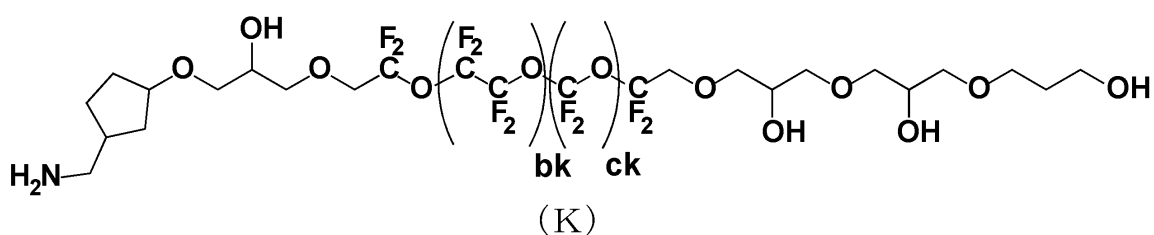
(式 (H) 中、 bh 、 ch は平均重合度を示し、 bh は 0～30 を表し、 ch は 0～30 を表す。但し、 bh 、 ch が同時に 0 となることは無い。)

(式 (I) 中、 bi 、 ci は平均重合度を示し、 bi は 0～30 を表し、 ci は 0～30 を表す。但し、 bi 、 ci が同時に 0 となることは無い。)

【化 5】



30



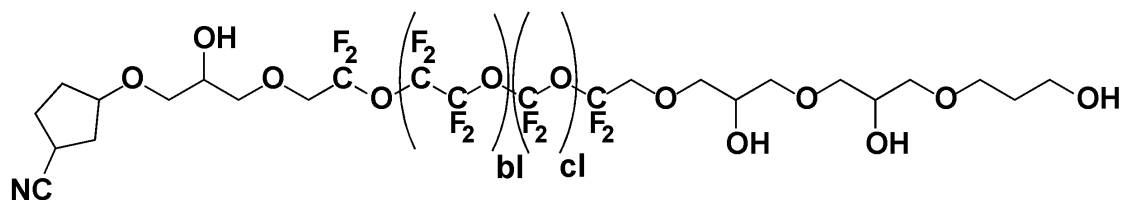
40

(式 (J) 中、 bj 、 cj は平均重合度を示し、 bj は 0～30 を表し、 cj は 0～30 を表す。但し、 bj 、 cj が同時に 0 となることは無い。)

(式 (K) 中、 bk 、 ck は平均重合度を示し、 bk は 0～30 を表し、 ck は 0～30 を表す。但し、 bk 、 ck が同時に 0 となることは無い。)

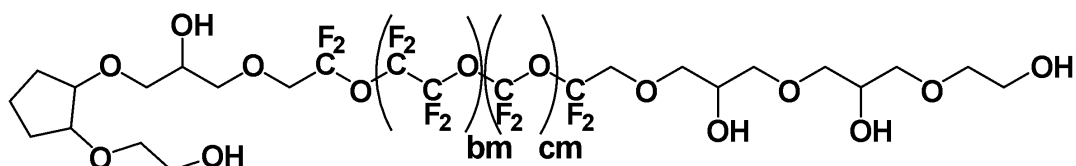
50

【化 6】



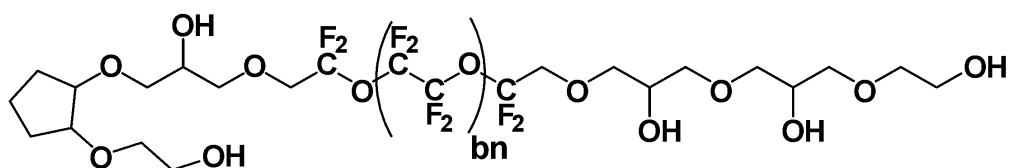
(L)

10



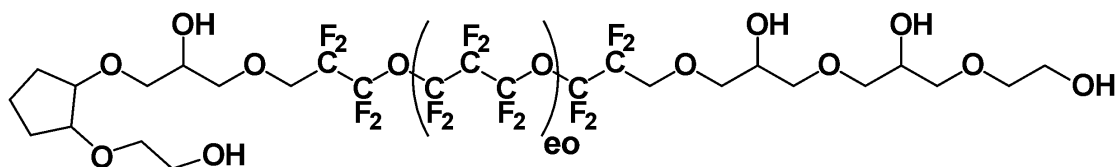
(M)

20



(N)

30



(O)

(式 (L) 中、 bl 、 cl は平均重合度を示し、 bl は 0 ～ 30 を表し、 cl は 0 ～ 30 を表す。但し、 bl 、 cl が同時に 0 となることは無い。)

(式 (M) 中、 bm 、 cm は平均重合度を示し、 bm は 0 ～ 30 を表し、 cm は 0 ～ 30 を表す。但し、 bm 、 cm が同時に 0 となることは無い。)

(式 (N) 中、 bn は平均重合度を示し、 bn は 0.1 ～ 30 を表す。)

(式 (O) 中、 eo は平均重合度を示し、 eo は 0.1 ～ 30 を表す。)

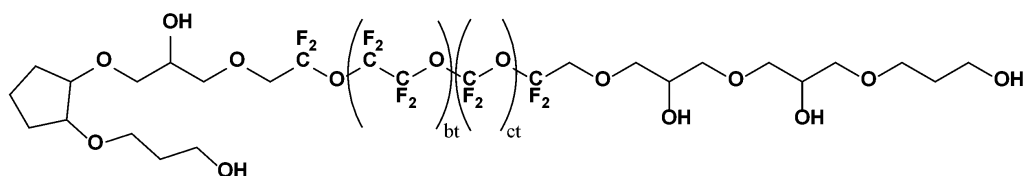
【請求項 6】

前記式 (1) で表される化合物が、下記式 (T) ～ (X) で表される化合物のいずれかである、請求項 1 ～ 請求項 4 のいずれか一項に記載の含フッ素エーテル化合物。

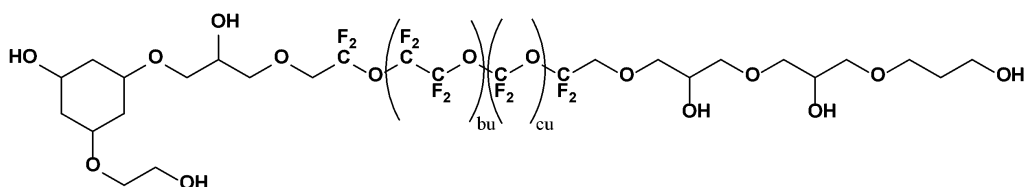
40

50

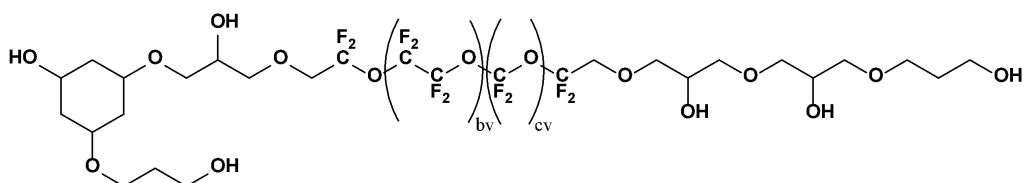
【化 7】



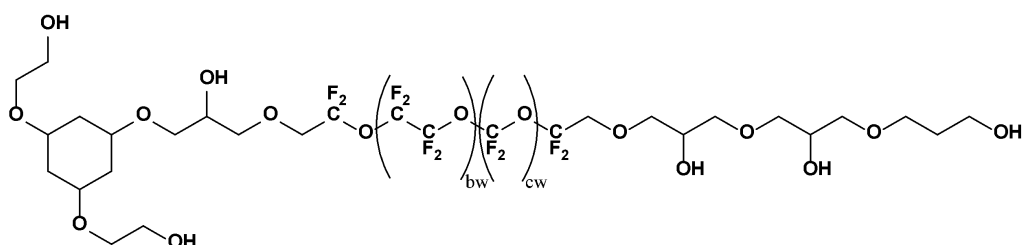
(T)



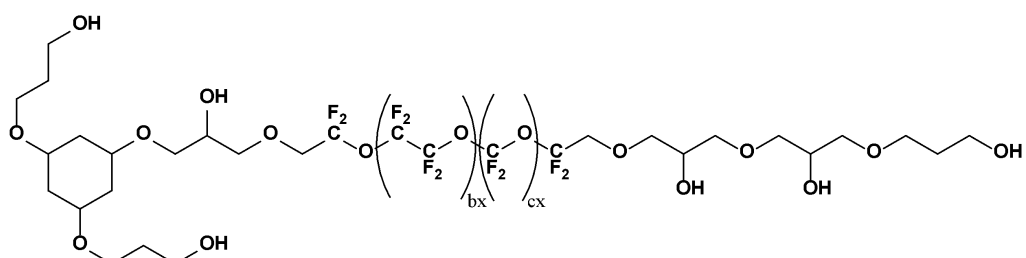
(U)



(V)



(W)



(X)

(式 (T) 中、 bt 、 ct は平均重合度を示し、 bt は 0～30 を表し、 ct は 0～30 を表す。但し、 bt 、 ct が同時に 0 となることは無い。)

(式 (U) 中、 bu 、 cu は平均重合度を示し、 bu は 0～30 を表し、 cu は 0～30 を表す。但し、 bu 、 cu が同時に 0 となることは無い。)

(式 (V) 中、 bv 、 cv は平均重合度を示し、 bv は 0～30 を表し、 cv は 0～30 を表す。但し、 bv 、 cv が同時に 0 となることは無い。)

(式 (W) 中、 bw 、 cw は平均重合度を示し、 bw は 0～30 を表し、 cw は 0～30 を表す。但し、 bw 、 cw が同時に 0 となることは無い。)

(式 (X) 中、 bx 、 cx は平均重合度を示し、 bx は 0～30 を表し、 cx は 0～30

10

20

30

40

50

を表す。但し、 $b \times$ 、 $c \times$ が同時に0となることは無い。)

【請求項7】

請求項1～請求項6のいずれか一項に記載の含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤。

【請求項8】

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

前記潤滑層が、請求項1～請求項6のいずれか一項に記載の含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項9】

前記潤滑層の平均膜厚が0.5nm～2nmである請求項8に記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

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

本願は、2019年9月18日に、日本に出願された特願2019-169489号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

【背景技術】

【0002】

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

従来、磁気記録媒体として、基板上に記録層を形成し、記録層上にカーボン等の保護層を形成したものがあ

【0003】

る。保護層は、記録層に記録された情報を保護するとともに、磁気ヘッドの摺動性を高める。しかし、記録層上に保護層を設けただけでは、磁気記録媒体の耐久性は十分に得られない。このため、一般に、保護層の表面に潤滑剤を塗布して潤滑層を形成している。

【0004】

磁気記録媒体の潤滑層を形成する際に用いる潤滑剤として、例えば、 CF_2 を含む繰返し構造を有するフッ素系ポリマーがある。フッ素系ポリマーとしては、末端に水酸基等の極性基を有する化合物を、芳香環および／または飽和の脂環式構造で連結したものが提案されている。

【0005】

特許文献1には、トリアジン、ベンゼン、ジフェニルエーテル、ポリフェニルエーテル、環状炭化水素またはそれらの誘導体からなる群より選択される中核と、前記中核から延在する1つ以上のアームとを含む組成物が開示されている。また、特許文献1には、1つ以上のアームが、パーフルオロポリエーテルまたはパーフルオロポリエーテルの誘導体を有することが開示されている。

特許文献2には、三価の原子または三価の原子団に、末端に極性基を有する3つの含フッ素エーテル基が接続された含フッ素エーテル化合物が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【文献】特表2014-509677号公報

【文献】国際公開第2018/159232号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

磁気記録再生装置においては、より一層、磁気ヘッドの浮上量を小さくすることが要求されている。このため、磁気記録媒体における潤滑層の厚みを、より薄くすることが求め

10

20

30

40

50

られている。

しかし、一般的に潤滑層の厚みを薄くすると、潤滑層の被覆性が低下して、磁気記録媒体の化学物質耐性が低下する傾向がある。また、潤滑層の厚みを薄くすると、保護層の表面を被覆している潤滑層と保護層との密着性が不足して、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が磁気ヘッドに付着するピックアップが発生し易くなる。

【0007】

また、磁気記録再生装置は、通常、パーソナルコンピュータなどに備えられる筐体内に設置される。このため、磁気記録再生装置は、局所的に高温環境にさらされる場合がある。このことから、磁気記録媒体の潤滑層として、熱安定性（耐熱性）に優れたものが求められている。

【0008】

本発明は、上記事情を鑑みてなされたものであり、厚みを薄くしても、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成でき、磁気記録媒体用潤滑剤の材料として好適に用いることができる含フッ素エーテル化合物を提供することを課題とする。

また、本発明は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含む磁気記録媒体用潤滑剤を提供することを課題とする。

また、本発明は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が設けられ、優れた信頼性および耐久性を有する磁気記録媒体を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

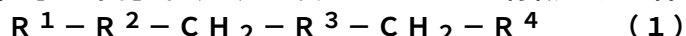
本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた。

その結果、パーフルオロポリエーテル鎖の第1端部に炭素数3～13の脂環式構造を有する有機基を、特定の連結基とメチレン基を介して配置し、第2端部に2つまたは3つの極性基を含む特定の末端基を、メチレン基を介して配置した含フッ素エーテル化合物とすればよいことを見出し、本発明を想到した。

すなわち、本発明の第一の態様は以下の含フッ素エーテル化合物である。

【0010】

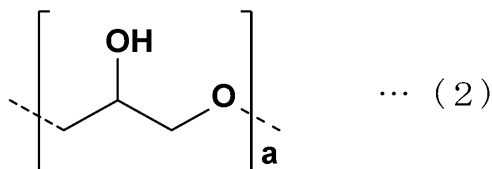
〔1〕 下記式（1）で表されることを特徴とする含フッ素エーテル化合物。



（式（1）中、 R^1 は炭素数3～13の脂環式構造を有する有機基である； R^2 は下記式（2）で表され、式（2）中の a は1～3の整数である； R^3 はパーフルオロポリエーテル鎖である； R^4 は2つまたは3つの極性基を含み、各極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、前記極性基の結合している炭素原子同士が、極性基の結合していない炭素原子を含む連結基を介して結合している末端基である。）

【0011】

〔化1〕



【0012】

本発明の第一の態様の上記含フッ素エーテル化合物は、次に述べるように、以下の特徴を好ましく含むことができる。以下の特徴は2つ以上を好ましく組み合わせてよい。

〔2〕 前記 R^1 の脂環式構造が、飽和脂環式構造である〔1〕に記載の含フッ素エーテル化合物。

【0013】

〔3〕 前記 R^1 の脂環式構造が、シクロプロパン、シクロブタン、シクロペンタン、シ

10

20

30

40

50

クロヘキサン、シクロヘプタン、シクロオクタン、シクロノナン、シクロデカン、シクロウンデカン、シクロドデカン、シクロトリデカン、アダマンタンからなる群から選ばれる１種である〔１〕または〔２〕に記載の含フッ素エーテル化合物。

【００１４】

〔４〕 前記 R^1 に含まれる炭素原子、酸素原子、窒素原子のうちいずれかの原子と、前記 R^2 に含まれる炭素原子とが結合されている〔１〕～〔３〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

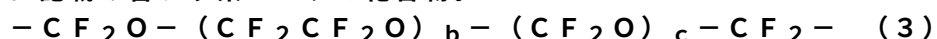
【００１５】

〔５〕 前記 R^1 の脂環式構造が、水酸基、アルコキシ基、アミド基、アミノ基、カルボニル基、カルボキシ基、ニトロ基、シアノ基、スルホ基からなる群から選ばれる官能基、または前記官能基を有するアルキル基から選ばれる置換基を有する〔１〕～〔４〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

10

【００１６】

〔６〕 前記 R^3 が、下記式（３）～（５）のいずれかである〔１〕～〔５〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

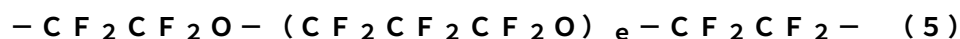


（式（３）中の b 、 c は平均重合度を示し、それぞれ独立に ０～３０を表す。但し、 b 、 c が同時に ０となることは無い。）



（式（４）中の d は平均重合度を示し、０．１～３０を表す。）

20



（式（５）中の e は平均重合度を示し、０．１～３０を表す。）

【００１７】

〔７〕 前記 R^4 の極性基が水酸基である〔１〕～〔６〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

【００１８】

〔８〕 前記 R^4 が、下記式（６）～（９）のいずれかの末端基である〔１〕～〔７〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

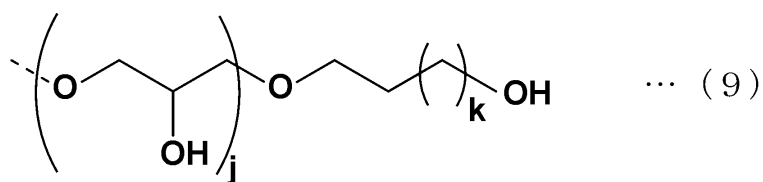
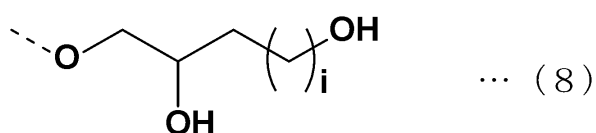
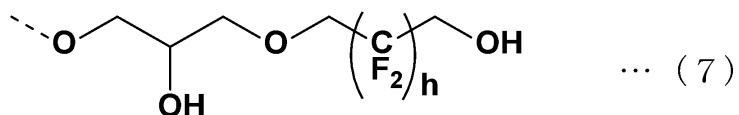
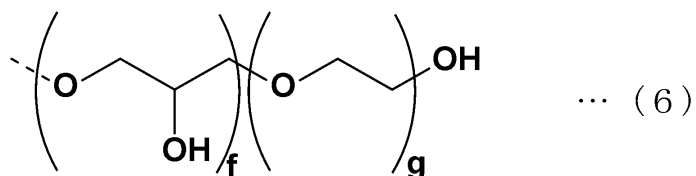
【００１９】

30

40

50

【化 2】



(式 (6) 中、 f は 1 ～ 2 の整数を表し、 g は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (7) 中、 h は 2 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (8) 中、 i は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (9) 中、 j は 1 ～ 2 の整数を表し、 k は 1 ～ 2 の整数を表す。)

【0020】

〔9〕 数平均分子量が 500 ～ 10000 の範囲内にある〔1〕～〔8〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

〔10〕 前記式 (1) で表される化合物が、下記式 (A) ～ (C) および (G) ～ (O) で表される化合物のいずれかである、〔1〕～〔9〕のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

【0021】

10

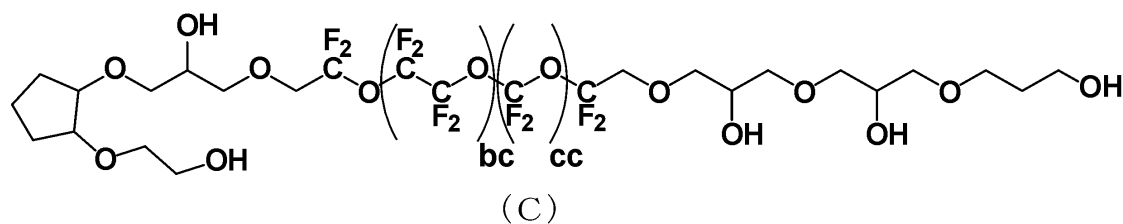
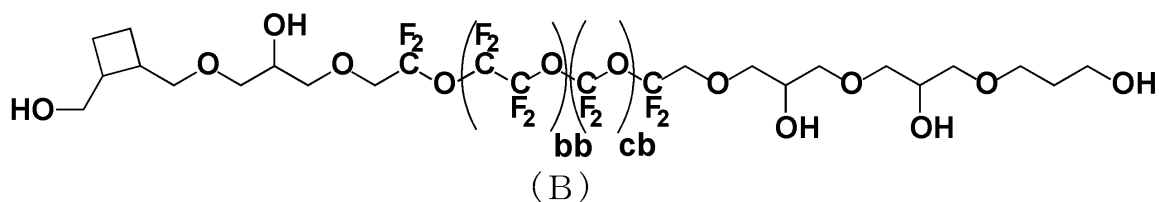
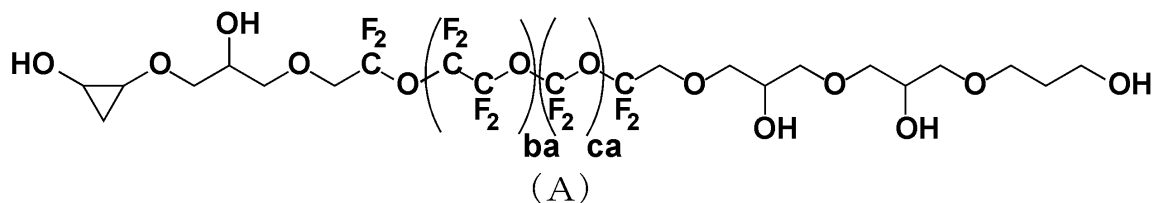
20

30

40

50

【化 3】



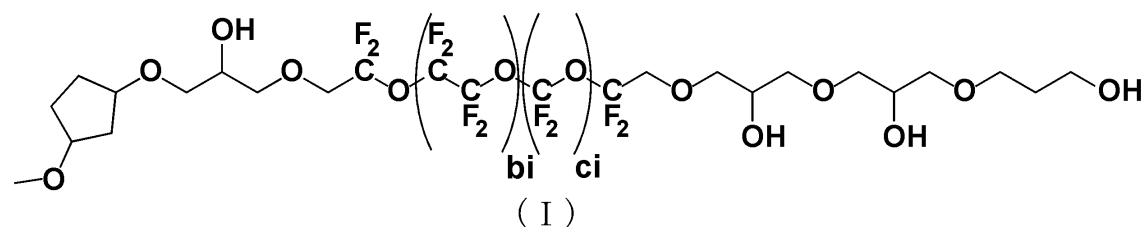
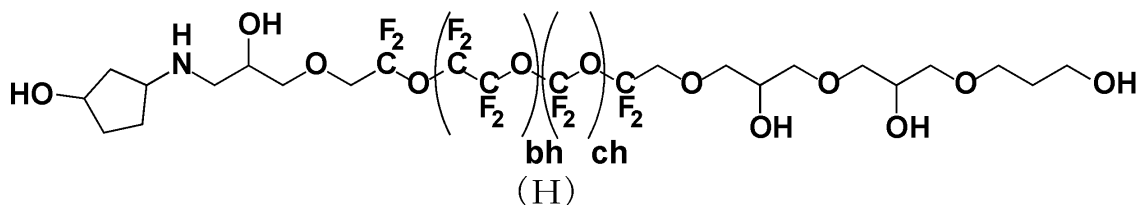
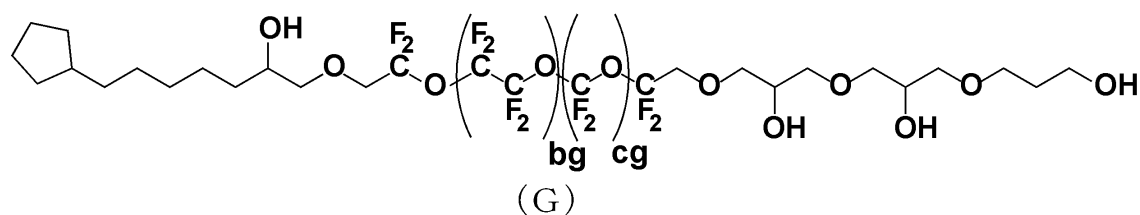
(式 (A) 中、 ba 、 ca は平均重合度を示し、 ba は 0 ～ 30 を表し、 ca は 0 ～ 30 を表す。但し、 ba 、 ca が同時に 0 となることは無い。)

(式 (B) 中、 bb 、 cb は平均重合度を示し、 bb は 0 ～ 30 を表し、 cb は 0 ～ 30 を表す。但し、 bb 、 cb が同時に 0 となることは無い。)

(式 (C) 中、 bc 、 cc は平均重合度を示し、 bc は 0 ～ 30 を表し、 cc は 0 ～ 30 を表す。但し、 bc 、 cc が同時に 0 となることは無い。)

【 0 0 2 2 】

【化 4】



10

20

30

40

50

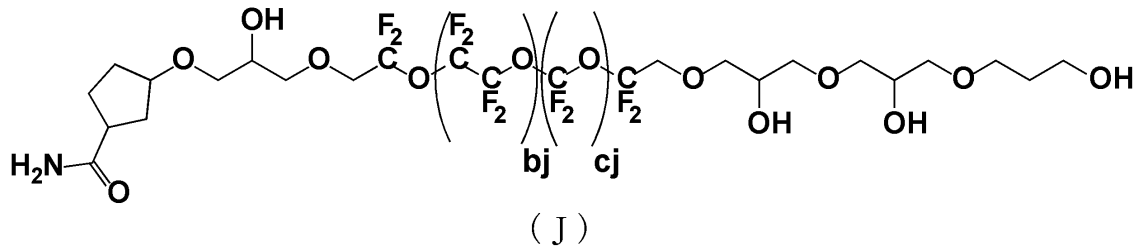
(式 (G) 中、 b_g 、 c_g は平均重合度を示し、 b_g は 0 ～ 30 を表し、 c_g は 0 ～ 30 を表す。但し、 b_g 、 c_g が同時に 0 となることは無い。)

(式 (H) 中、 b_h 、 c_h は平均重合度を示し、 b_h は 0 ～ 30 を表し、 c_h は 0 ～ 30 を表す。但し、 b_h 、 c_h が同時に 0 となることは無い。)

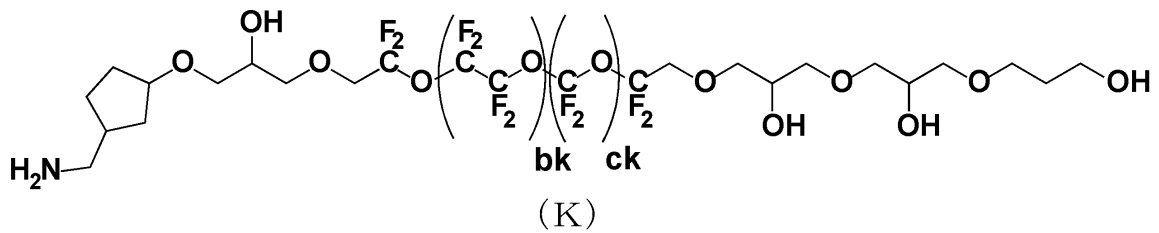
(式 (I) 中、 b_i 、 c_i は平均重合度を示し、 b_i は 0 ～ 30 を表し、 c_i は 0 ～ 30 を表す。但し、 b_i 、 c_i が同時に 0 となることは無い。)

【0023】

【化5】



10



20

(式 (J) 中、 b_j 、 c_j は平均重合度を示し、 b_j は 0 ～ 30 を表し、 c_j は 0 ～ 30 を表す。但し、 b_j 、 c_j が同時に 0 となることは無い。)

(式 (K) 中、 b_k 、 c_k は平均重合度を示し、 b_k は 0 ～ 30 を表し、 c_k は 0 ～ 30 を表す。但し、 b_k 、 c_k が同時に 0 となることは無い。)

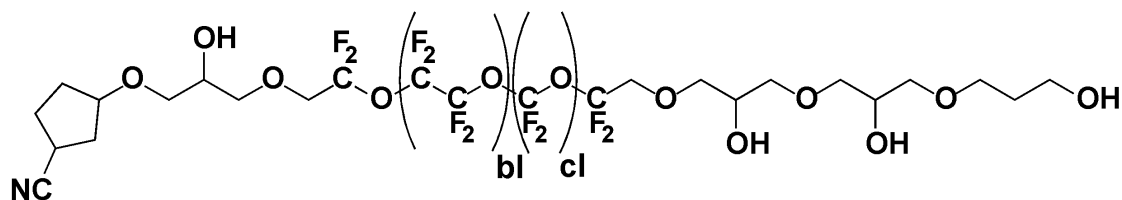
【0024】

30

40

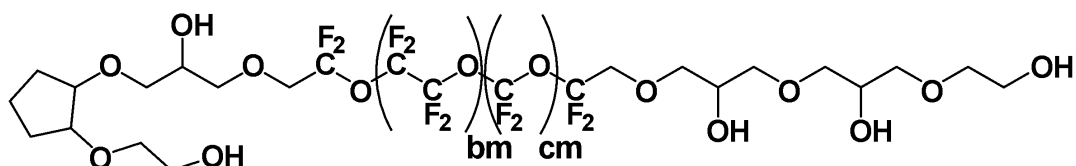
50

【化 6】



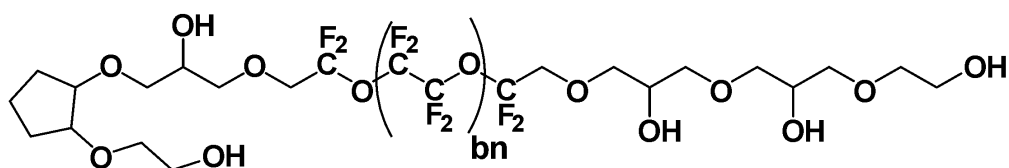
(L)

10



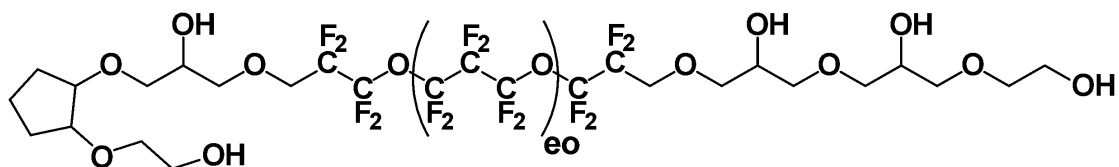
(M)

20



(N)

30



(O)

(式 (L) 中、b l、c l は平均重合度を示し、b l は 0 ~ 3 0 を表し、c l は 0 ~ 3 0 を表す。但し、b l、c l が同時に 0 となることは無い。)

(式 (M) 中、b m、c m は平均重合度を示し、b m は 0 ~ 3 0 を表し、c m は 0 ~ 3 0 を表す。但し、b m、c m が同時に 0 となることは無い。)

(式 (N) 中、b n は平均重合度を示し、b n は 0 . 1 ~ 3 0 を表す。)

(式 (O) 中、e o は平均重合度を示し、e o は 0 . 1 ~ 3 0 を表す。)

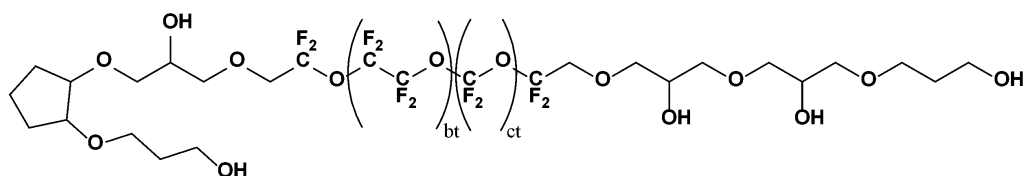
【 0 0 2 5 】

【 1 1 】 前記式 (1) で表される化合物が、下記式 (T) ~ (X) で表される化合物のいずれかである、【 1 】 ~ 【 9 】 のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物。

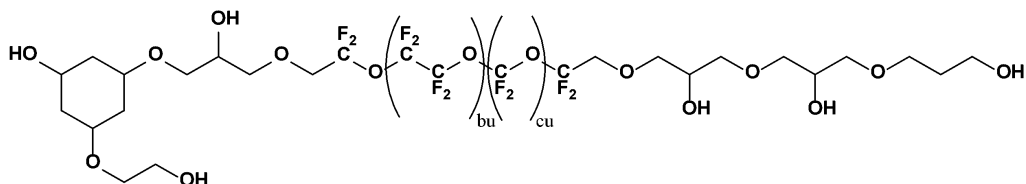
40

50

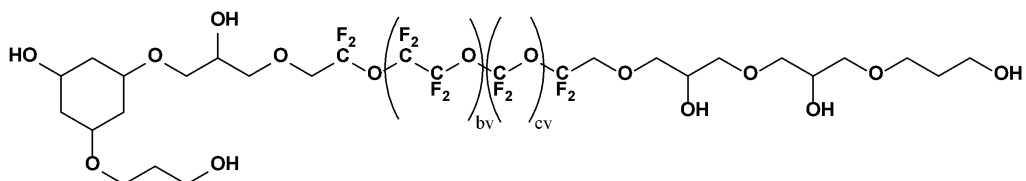
【化 7】



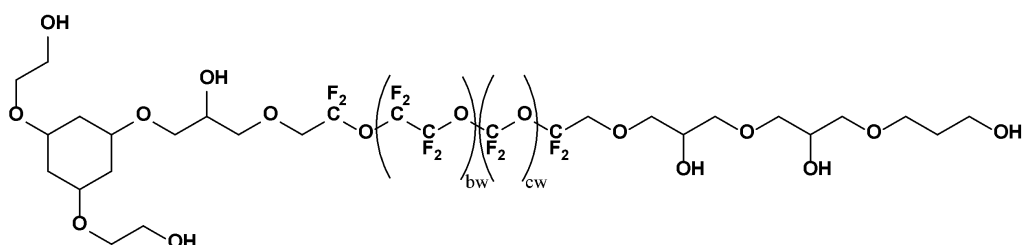
(T)



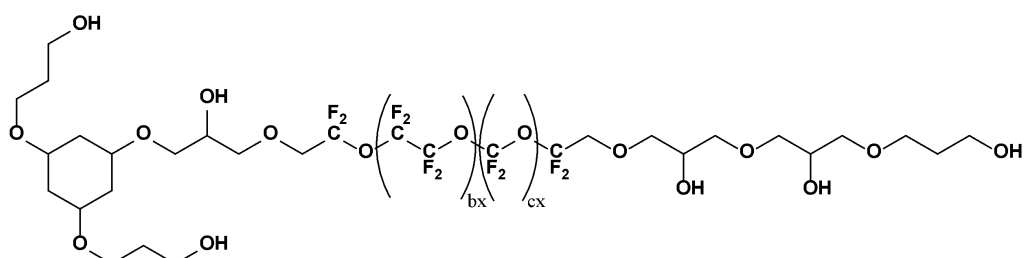
(U)



(V)



(W)



(X)

(式 (T) 中、 bt 、 ct は平均重合度を示し、 bt は 0～30 を表し、 ct は 0～30 を表す。但し、 bt 、 ct が同時に 0 となることは無い。)

(式 (U) 中、 bu 、 cu は平均重合度を示し、 bu は 0～30 を表し、 cu は 0～30 を表す。但し、 bu 、 cu が同時に 0 となることは無い。)

(式 (V) 中、 bv 、 cv は平均重合度を示し、 bv は 0～30 を表し、 cv は 0～30 を表す。但し、 bv 、 cv が同時に 0 となることは無い。)

(式 (W) 中、 bw 、 cw は平均重合度を示し、 bw は 0～30 を表し、 cw は 0～30 を表す。但し、 bw 、 cw が同時に 0 となることは無い。)

(式 (X) 中、 bx 、 cx は平均重合度を示し、 bx は 0～30 を表し、 cx は 0～30

10

20

30

40

50

を表す。但し、 $b \times$ 、 $c \times$ が同時に0となることは無い。)

【12】 【1】～【11】のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体用潤滑剤。

【0026】

【13】 基板上に、少なくとも磁性層と、保護層と、潤滑層が順次設けられた磁気記録媒体であって、

前記潤滑層が、【1】～【11】のいずれかに記載の含フッ素エーテル化合物を含むことを特徴とする磁気記録媒体。

【0027】

【14】 前記潤滑層の平均膜厚が0.5nm～2nmである【13】に記載の磁気記録媒体。

10

【発明の効果】

【0028】

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

本発明の磁気記録媒体用潤滑剤は、本発明の含フッ素エーテル化合物を含むため、厚みが薄くても、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できる。

本発明の磁気記録媒体は、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層が設けられているため、優れた信頼性および耐久性を有する。

20

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】本発明の磁気記録媒体の一実施形態を示した概略断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0030】

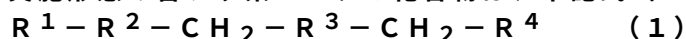
以下、本発明の含フッ素エーテル化合物、磁気記録媒体用潤滑剤（以下、「潤滑剤」と略記する場合がある。）および磁気記録媒体について詳細に説明する。なお、本発明は、以下に示す実施形態のみに限定されるものではない。

【0031】

【含フッ素エーテル化合物】

30

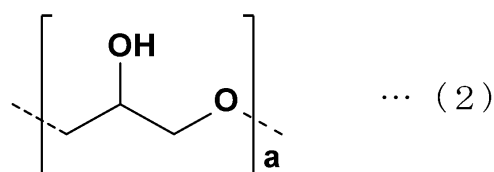
本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、下記式(1)で表される。



(式(1)中、 R^1 は炭素数3～13の脂環式構造を有する有機基である。 R^2 は下記式(2)で表される。式(2)中の a は1～3の整数である。 R^3 はパーフルオロポリエーテル鎖である。 R^4 は2つまたは3つの極性基を含み、各極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、前記極性基の結合している炭素原子同士が、極性基の結合していない炭素原子を含む連結基を介して結合している末端基である。)

【0032】

【化8】



40

【0033】

ここで、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いて、磁気記録媒体の保護層上に潤滑層を形成した場合に、厚みが薄くても、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できる理由について説明する。

【0034】

50

本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、式（１）に示すように、 R^3 で表されるパーフルオロポリエーテル鎖（以下「PFPE鎖」と略記する場合がある。）を有している。PFPE鎖は、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を保護層上に塗布して潤滑層を形成した場合に、保護層の表面を被覆するとともに、潤滑層に潤滑性を付与して磁気ヘッドと保護層との摩擦力を低減させる。

【００３５】

式（１）に示すように、 R^3 で表されるPFPE鎖の第１端部には、炭素数３～１３の脂環式構造を有する有機基（ R^1 ）が、式（２）で表される連結基（ R^2 ）とメチレン基（ $-CH_2-$ ）とを介して配置されている。

式（１）に示す含フッ素エーテル化合物において、 R^1 で示される有機基の有する炭素数３～１３の脂環式構造は熱に安定である。このため、 R^1 で示される有機基は、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層における耐熱性向上に寄与する。このことから、式（１）に示す含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いることで、優れた耐熱性を有する潤滑層が得られる。

【００３６】

また、式（１）に示す含フッ素エーテル化合物では、 R^1 で示される有機基と R^3 で示されるPFPE鎖との間に、式（２）で表される連結基（ R^2 ）が配置されている。式（２）で表される連結基（ R^2 ）は、水酸基（ $-OH$ ）を１個～３個含む。このことにより、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層では、保護層に対する優れた付着性（密着性）が得られる。また、式（２）で表される連結基（ R^2 ）は、エーテル結合（ $-O-$ ）を含むため、式（１）で示される含フッ素エーテル化合物の分子構造に適度な柔軟性を付与する。これらのことから、本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、例えば、 R^1 で示される有機基と R^3 で示されるPFPE鎖とが直接結合している含フッ素エーテル化合物と比較して、これを含む潤滑層が保護膜に吸着しやすく、潤滑層と保護層との密着性に優れる。

【００３７】

また、式（１）に示すように、 R^3 で表されるPFPE鎖の R^2 と反対側の端部（第２端部）には、２つまたは３つの極性基を含む R^4 で示される末端基が、メチレン基（ $-CH_2-$ ）を介して配置されている。 R^4 で表される末端基は、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤の塗布される保護層と、潤滑剤を塗布して形成した潤滑層との密着性に寄与する。 R^4 で示される末端基に含まれる２つまたは３つの極性基は、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層において、含フッ素エーテル化合物と保護層とを密着させてピックアップを抑制する。

【００３８】

また、 R^4 で表される末端基に含まれる２つまたは３つの極性基は、それぞれ異なる炭素原子に結合し、前記極性基の結合している炭素原子同士が、極性基の結合していない炭素原子を含む連結基を介して結合している。このため、 R^4 中に含まれる２つまたは３つの極性基は、極性基同士の間の距離が適正となる。その結果、 R^4 で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物は、例えば、 R^4 で表される末端基に含まれる極性基の結合している炭素原子のうち、少なくとも一部同士が結合している含フッ素エーテル化合物と比較して、凝集しにくい。よって、式（１）で示される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層では、保護層に密着（吸着）せずに存在している含フッ素エーテル化合物が凝集して、異物（スミア）として磁気ヘッドに付着することを防止でき、ピックアップが抑制される。また、含フッ素エーテル化合物同士が凝集しにくいため、潤滑層中の含フッ素エーテル化合物が、保護層上で面方向に広がって均一に延在した状態で配置されやすい。このことから、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、厚みが薄くても、高い被覆率で保護層の表面を被覆でき、優れた化学物質耐性を有する潤滑層を形成できる。よって、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、潤滑層の薄膜化（磁気スピングの低減）に寄与する。

【００３９】

以上のことから、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、厚みが薄くても、高い被覆率で保護層の表面を被覆でき、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できると推定される。

【0040】

(R¹で示される有機基)

式(1)で示される本実施形態の含フッ素エーテル化合物において、R¹で示される有機基は、炭素数3～13の脂環式構造を有する。炭素数3～13の脂環式構造は、より一層優れた耐熱性を有する潤滑層が得られる含フッ素エーテル化合物となるため、飽和脂環式構造であることが好ましい。炭素数3～13の飽和脂環式構造としては、例えば、シクロプロパン、シクロブタン、シクロペンタン、シクロヘキサン、シクロヘプタン、シクロオクタン、シクロノナン、シクロデカン、シクロウンデカン、シクロドデカン、シクロトリデカン、アダマンタン等を挙げることができる。R¹で示される有機基における炭素数3～13の脂環式構造としては、より一層優れた耐熱性を有する潤滑層が得られる含フッ素エーテル化合物となるため、上記の中でも特に、炭素数3～9の飽和脂環式構造または熱に対する安定性の良好なアダマンタンであることが好ましい。

【0041】

R¹で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造の数は、1つのみであってもよいし、複数個であってもよい。R¹で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造の数が複数個である場合、複数個のうち一部または全部が同じであってもよいし、各々異なってもよい。R¹で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造の数は、含フッ素エーテル化合物同士が凝集しにくいものとなるため、1つのみであることが好ましい。

【0042】

R¹で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造は、1つまたは2つ以上の置換基を有していてもよい。脂環式構造が2つ以上の置換基を有している場合、2つ以上の置換基のうち一部または全部が同じであってもよいし、各々異なってもよい。炭素数3～13の脂環式構造が置換基を有する場合、置換基の数は炭素数3～13の脂環式構造の種類に応じて適宜決定でき、特に限定されない。

炭素数3～13の脂環式構造が置換基を有する場合の置換基としては、炭素数0～10の置換基であることが好ましい。必要に応じて、炭素数は1～8や、2～6であってもよい。置換基の炭素数が0～10であると、炭素数が多すぎることにより置換基が立体障害となって、潤滑層の保護層に対する吸着力が抑制されることがなく、被覆性の良好な潤滑層が得られるため、好ましい。置換基の炭素数は、より好ましくは0～5であり、さらに好ましくは0～2である。

【0043】

R¹で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造が置換基を有する場合の置換基としては、具体的には、水酸基、アルコキシ基、アミド基、アミノ基、カルボニル基、カルボキシ基、ニトロ基、シアノ基、スルホ基からなる群から選ばれる少なくとも1種の官能基、または前記官能基を有するアルキル基から選ばれる置換基などが挙げられる。前記官能基を有するアルキル基において、アルキル基の炭素数は、1～3であることが好ましく、1または2であることがより好ましい。

これらの置換基の中でも、水酸基、アルコキシ基、アミド基、アミノ基、シアノ基、またはこれらを有するアルキル基から選ばれる置換基であることがより好ましい。具体的には、前記置換基として、 $-\text{OH}$ 、 $-\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ； $-\text{OCH}_3$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CH}_3$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ； $-\text{OCH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ； $-\text{CONH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{CONH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$ ； $-\text{NH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ ； $-\text{CN}$ 、 $-\text{CH}_2\text{CN}$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN}$ 、などが挙げられる。

また、これらの置換基の中でも、水素結合可能な極性基であるため、水酸基、アミノ基、アミド基、またはこれらを有するアルキル基から選ばれる置換基であることが特に好ま

しい。炭素数3～13の脂環式構造が、これらから選ばれる1つ以上の置換基を有する場合、上記置換基と、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層に接して配置されている保護膜との相互作用により、潤滑層の保護層に対する吸着力が高まる。その結果、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤が、より一層化学物質耐性に優れるものとなり、好ましい。

【0044】

式(1)で示される含フッ素エーテル化合物において、 R^1 で示される有機基と、式(2)で表される連結基 R^2 との結合は、合成容易の観点から、 R^1 に含まれる炭素原子、酸素原子、窒素原子のうちいずれかの原子と、 R^2 に含まれる炭素原子との結合であることが好ましく、 R^1 に含まれる酸素原子または窒素原子と、 R^2 に含まれる炭素原子との結合であることがより好ましい。特に、 R^1 に含まれる酸素原子によって、 R^1 で示される有機基と R^2 に含まれる炭素原子とが、エーテル結合(—O—)していることが好ましい。この場合、式(1)で示される含フッ素エーテル化合物の分子構造が適度に柔軟性を有するものとなる。その結果、式(1)で示される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が、より一層保護層との密着性に優れるものとなり、好ましい。

R^1 で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造をZとした場合、前記脂環式構造Zと、 R^2 に含まれる炭素原子との結合としては、具体的には、 $Z-R^2$ 、 $Z-O-R^2$ 、 $Z-NH-R^2$ 、 $Z-CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2O-R^2$ 、 $Z-CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2-R^2$ 、 $Z-CH_2CH_2CH_2CH_2-R^2$ 、などが挙げられる。

【0045】

式(1)で示される含フッ素エーテル化合物では、 R^1 で示される有機基と、式(2)で表される連結基 R^2 の炭素原子とが、 R^1 で示される有機基の有する炭素数3～13の脂環式構造に結合している酸素原子によって、エーテル結合(—O—)していることが好ましい(すなわち、前記脂環式構造Zと、 R^2 に含まれる炭素原子との結合は、 $Z-O-R^2$ であることが好ましい)。この場合においても、式(1)で示される含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が、より一層保護層との密着性に優れるものとなり、好ましい。

【0046】

本実施形態の含フッ素エーテル化合物では、 R^1 で表される有機基が、水酸基(—OH)を1～3個含む R^2 に結合されている。このため、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層では、 R^2 に含まれる水酸基による保護層との密着性向上効果によって、 R^1 で表される有機基と保護層とが近接しやすく、 R^1 で表される有機基による耐熱性向上機能が効果的に働く。

【0047】

(式(2)で表される連結基(R^2))

式(1)で示される本実施形態の含フッ素エーテル化合物において、 R^2 は式(2)で表される。式(2)中のaは1～3の整数である。式(2)におけるaが1以上であるので、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤が、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できるものとなる。また、式(2)におけるaが3以下であるので、 R^2 中の水酸基の数が適正となり、 R^2 中の水酸基が多すぎることによって、含フッ素エーテル化合物の極性が高くなりすぎることがない。よって、含フッ素エーテル化合物の極性が高すぎるために、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が異物(スメア)として磁気ヘッドに付着することを防止でき、ピックアップを抑制できる。また、 R^2 は式(2)で表されるものであるため、aが2または3である場合、 R^2 に含まれる水酸基同士が適正な距離で配置されたものとなる。式(2)におけるaは1～2であることが好ましく、1であることがより好ましい。

【0048】

(R^3 で表されるパーフルオロポリエーテル鎖)

式(1)で表される含フッ素エーテル化合物において、 R^3 はパーフルオロポリエーテル鎖(PFPE鎖)である。式(1)で表される含フッ素エーテル化合物では、分子中に含まれるPFPE鎖が1つのみであることが好ましい。分子中に含まれるPFPE鎖が1

つのみである場合、式(1)中の R^1 および R^4 はPFP鎖を含まない。分子中に含まれるPFP鎖が1つであると、含フッ素エーテル化合物同士が凝集しにくい。このため、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層では、含フッ素エーテル化合物が保護層上で面方向に広がって均一に延在した状態で配置されやすく、好ましい。

【0049】

R^3 は、特に限定されるものではなく、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤に求められる性能などに応じて適宜選択できる。

R^3 は下記式(3)～式(5)で表されるいずれかであることが好ましい。 R^3 が、式(3)～式(5)のいずれかである場合、含フッ素エーテル化合物の合成が容易であり好ましい。

【0050】

また、 R^3 が、式(3)～式(5)のいずれかである場合、パーフルオロポリエーテル鎖中の炭素原子数に対する酸素原子数(エーテル結合(—O—)数)の割合が適正である。このため、適度な硬さを有する含フッ素エーテル化合物となる。よって、保護層上に塗布された含フッ素エーテル化合物が、保護層上で凝集しにくく、より一層厚みの薄い潤滑層を十分な被覆率で形成できる。また、 R^3 が式(3)～式(5)のいずれかである場合、良好な化学物質耐性を有する潤滑層が得られる含フッ素エーテル化合物となる。

【0051】

—CF₂O—(CF₂CF₂O)_b—(CF₂O)_c—CF₂— (3)

(式(3)中のb、cは平均重合度を示し、それぞれ独立に0～30を表す。但し、b、cが同時に0となることは無い。)

【0052】

式(3)において、繰り返し単位である(CF₂—CF₂—O)と(CF₂—O)との配列順序には、特に制限はない。式(3)において、(CF₂—CF₂—O)の数bと(CF₂—O)の数cは同じであってもよいし、異なってもよい。但し、b、cが同時に0となることは無い。式(3)は、モノマー単位(CF₂—CF₂—O)と(CF₂—O)とからなるランダム共重合体、ブロック共重合体、交互共重合体のいずれかを含むものであってもよい。

【0053】

式(1)における R^3 が式(3)である場合、平均重合度を示すbは0～30であり、1～20であることが好ましく、さらに1～15であることが好ましい。bは、1～10や1～5であってもよい。式(1)において R^3 が式(3)である場合、平均重合度を示すcは0～30であり、0～20であることが好ましく、さらに0～15であることが好ましい。cは、1～10や、1～5であってもよい。また、cが0の場合、bは1～17であることが好ましい。

【0054】

—CF(CF₃)—(OCF(CF₃)CF₂)_d—OCF(CF₃)— (4)

(式(4)中のdは平均重合度を示し、0.1～30を表す。)

式(4)において、平均重合度を示すdが0.1～30である場合、本実施形態の含フッ素エーテル化合物の数平均分子量が好ましい範囲になりやすい。dは1～30であることが好ましく、2～20であることがより好ましく、3～10であることがさらに好ましい。

【0055】

—CF₂CF₂O—(CF₂CF₂CF₂O)_e—CF₂CF₂— (5)

(式(5)中のeは平均重合度を示し、0.1～30を表す。)

式(5)において、平均重合度を示すeが0.1～30である場合、本実施形態の含フッ素エーテル化合物の数平均分子量が好ましい範囲になりやすい。eは1～20であることが好ましく、2～15であることがより好ましく、2～8であることがさらに好ましい。

【0056】

(R^4 で表される末端基)

式(1)で表される含フッ素エーテル化合物において、 R^4 は、2つまたは3つの極性基を含み、各極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、前記極性基の結合している炭素原子同士が、極性基の結合していない炭素原子を含む連結基を介して結合している末端基である。 R^4 で表される末端基は、パーフルオロポリエーテル鎖(PFPE鎖)を含まないことが好ましい。

R^4 に含まれる極性基の数が2個または3個であるため、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤は、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できる。 R^4 に含まれる極性基の数は、2個であることが好ましい。 R^4 に含まれる極性基の数が多すぎると、含フッ素エーテル化合物の極性が高くなりすぎて、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が異物(スミア)として磁気ヘッドに付着するピックアップが発生しやすくなる。本実施形態では、 R^4 に含まれる極性基の数が2個または3個であるため、含フッ素エーテル化合物の極性が高すぎることによるピックアップの発生を抑制できる。

10

【0057】

R^4 で表される末端基における2つまたは3つの極性基としては、例えば、水酸基($-OH$)、アミノ基($-NH_2$)、カルボキシ基($-COOH$)およびメルカプト基($-SH$)などが挙げられる。なお、エーテル結合($-O-$)は、 R^4 における極性基には含まれない。上記の極性基の中でも特に、極性基が水酸基であることが好ましい。 R^4 で表される末端基に含まれる2つまたは3つの極性基は、それぞれ異なってもよいし、全て同じであってもよく、全てが水酸基であることが好ましい。

【0058】

水酸基は、磁気記録媒体の保護層、特に炭素系の材料で形成された保護層との相互作用が大きい。したがって、 R^4 で表される末端基における2つまたは3つの極性基のうち一部または全部が水酸基であると、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層が、より一層保護膜に対する吸着力の高いものとなり、好ましい。

20

【0059】

R^4 で表される末端基は、エーテル結合を含むことが好ましい。さらに、 R^4 で表される末端基は、2つまたは3つの極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、極性基の結合している炭素原子同士が、酸素原子を含む連結基($-O-$ (エーテル結合)を含む連結基)を介して結合していることが好ましい。エーテル結合を含む連結基は、 R^4 で表される末端基を有する含フッ素エーテル化合物の分子構造に柔軟性を付与する。極性基の結合している炭素原子同士が、エーテル結合を含む連結基を介して結合している場合、例えば、末端基に含まれる2つの極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、極性基の結合している炭素原子同士が結合している含フッ素エーテル化合物と比較して、これを含む潤滑層が保護膜に吸着しやすく、潤滑層と保護層との密着性に優れる。

30

【0060】

式(1)における R^4 で表される末端基は、含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤に求められる性能などに応じて適宜選択できる。

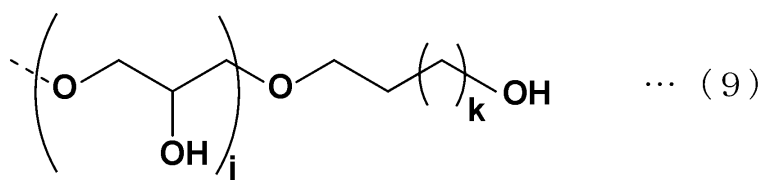
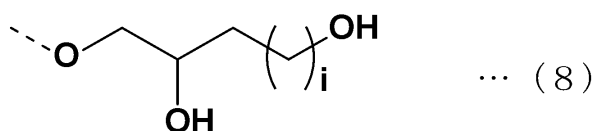
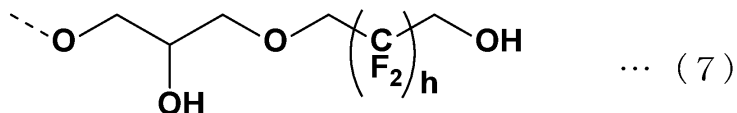
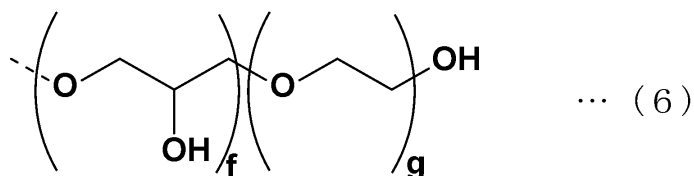
式(1)における R^4 は、下記式(6)～(9)のいずれかの末端基であることが好ましい。このような R^4 は、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤の塗布される保護層と、潤滑剤を塗布して形成した潤滑層との高い密着性および被覆率に寄与する。

40

【0061】

50

【化 9】



(式 (6) 中、 f は 1 ～ 2 の整数を表し、 g は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (7) 中、 h は 2 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (8) 中、 i は 1 ～ 5 の整数を表す。)

(式 (9) 中、 j は 1 ～ 2 の整数を表し、 k は 1 ～ 2 の整数を表す。)

【0062】

式 (6) において、 f は 1 ～ 2 の整数を表し、保護層との密着性の観点から、2 であることが好ましい。

式 (6) において、 g は 1 ～ 5 の整数を表す。 g が 1 ～ 5 の整数である場合、式 (6) で表される末端基中の水酸基間の距離が適正となり、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 g は、保護層との密着性の観点から、1 または 2 であることが好ましく、1 であることが最も好ましい。

【0063】

式 (7) において、 h は 2 ～ 5 の整数を表す。この場合、 R^3 側の水酸基と末端の水酸基との間の距離が適正となり、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 h は、保護層との密着性の観点から、2 または 3 であることが好ましく、2 であることが最も好ましい。

【0064】

式 (8) において、 i は 1 ～ 5 の整数を表す。この場合、 R^3 側の水酸基と末端の水酸基との間の距離が適正となり、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 i は、保護層との密着性の観点から、1 または 2 であることが好ましく、1 であることが最も好ましい。

【0065】

式 (9) において、 j は 1 ～ 2 の整数を表し、保護層との密着性の観点から、2 である

10

20

30

40

50

ことが好ましい。

式(9)において、 k は1～2の整数を表す。この場合、 R^3 側の水酸基と末端の水酸基との間の距離が適正となり、保護層との密着性に優れ、被覆率の高い潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物となる。 k は、保護層との密着性の観点から、1であることが好ましい。

【0066】

また、本実施形態の含フッ素エーテル化合物では、 R^2 に含まれる1～3個の水酸基と、 R^4 に含まれる適正な距離で配置された2個または3個の極性基が、それぞれメチレン基($-CH_2-$)を介して R^3 の両末端にバランス良く配置されている。このことから、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護層との付着性(密着性)に優れ、高い被覆率で保護層の表面を被覆できる。そのため、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、化学物質耐性が良好で、さらなる薄膜化が可能であり、磁気記録媒体における磁気スペーシングの低減に寄与できる。

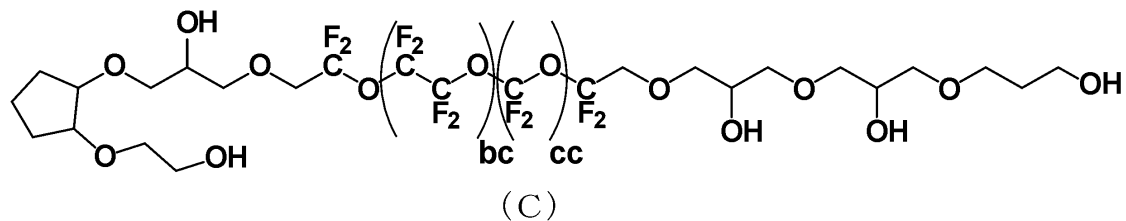
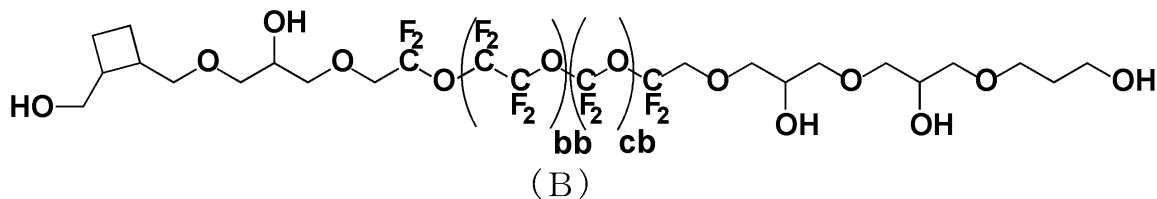
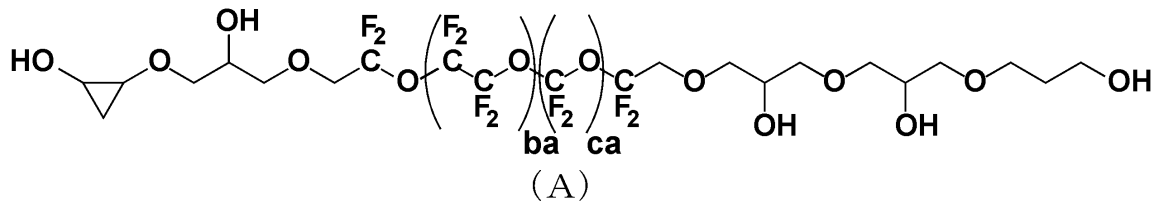
【0067】

式(1)で表される含フッ素エーテル化合物は、具体的には下記式(A)～(O)、(T)～(X)で表されるいずれかの化合物であることが好ましい。

式(A)～(M)中の $ba \sim bm$ および $ca \sim cm$ 、式(N)中の bn 、式(O)中の eo 、(T)～(X)中の $bt \sim bx$ および $ct \sim cx$ で示される繰り返し数は、いずれも平均重合度を示す値であるため、必ずしも整数とはならない。

【0068】

【化10】



(式(A)中、 ba 、 ca は平均重合度を示し、 ba は0～30を表し、 ca は0～30を表す。但し、 ba 、 ca が同時に0となることは無い。)

(式(B)中、 bb 、 cb は平均重合度を示し、 bb は0～30を表し、 cb は0～30を表す。但し、 bb 、 cb が同時に0となることは無い。)

(式(C)中、 bc 、 cc は平均重合度を示し、 bc は0～30を表し、 cc は0～30を表す。但し、 bc 、 cc が同時に0となることは無い。)

【0069】

10

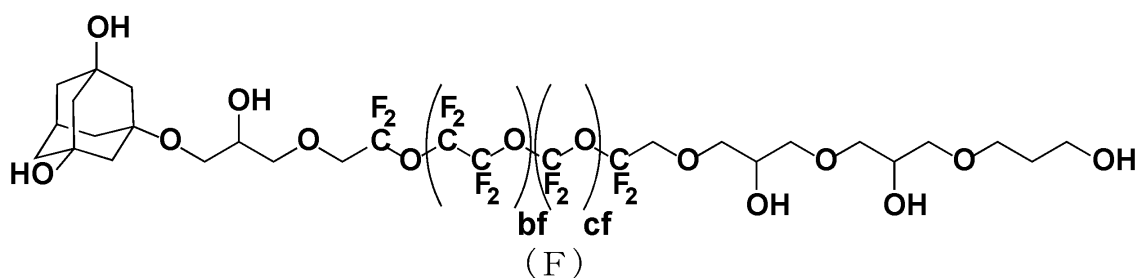
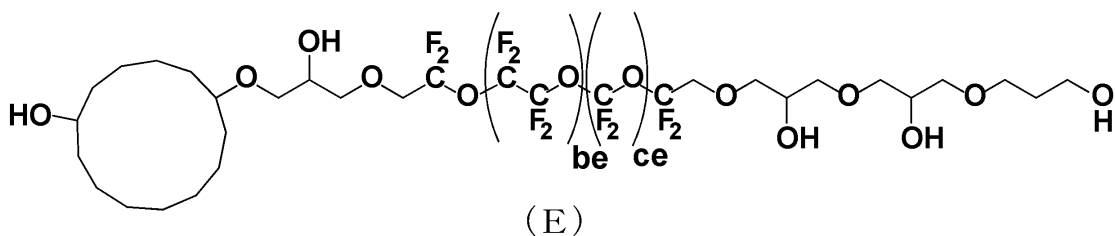
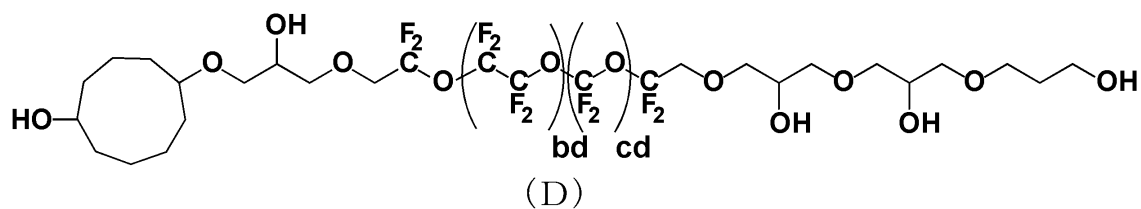
20

30

40

50

【化 1 1】



(式 (D) 中、 bd 、 cd は平均重合度を示し、 bd は 0 ～ 30 を表し、 cd は 0 ～ 30 を表す。但し、 bd 、 cd が同時に 0 となることは無い。)

(式 (E) 中、 be 、 ce は平均重合度を示し、 be は 0 ～ 30 を表し、 ce は 0 ～ 30 を表す。但し、 be 、 ce が同時に 0 となることは無い。)

(式 (F) 中、 bf 、 cf は平均重合度を示し、 bf は 0 ～ 30 を表し、 cf は 0 ～ 30 を表す。但し、 bf 、 cf が同時に 0 となることは無い。)

【0070】

10

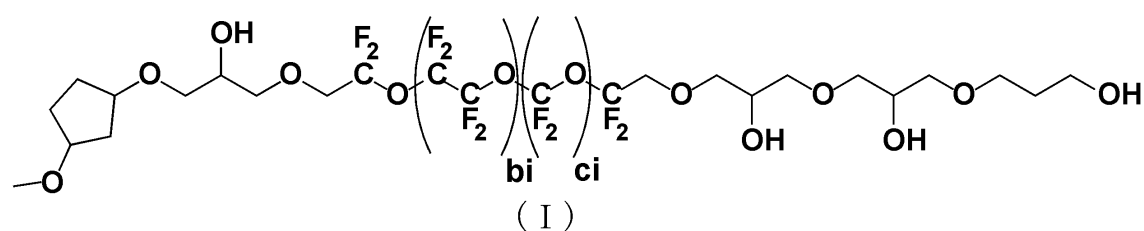
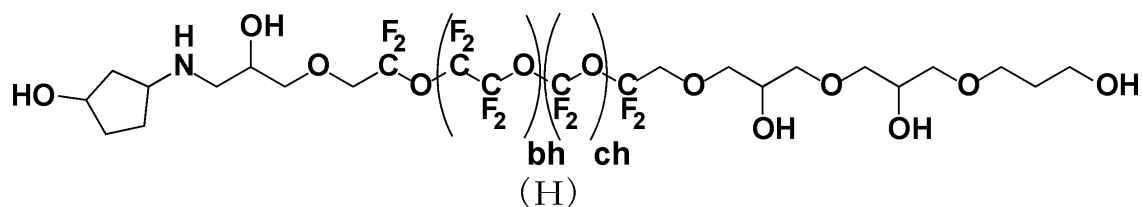
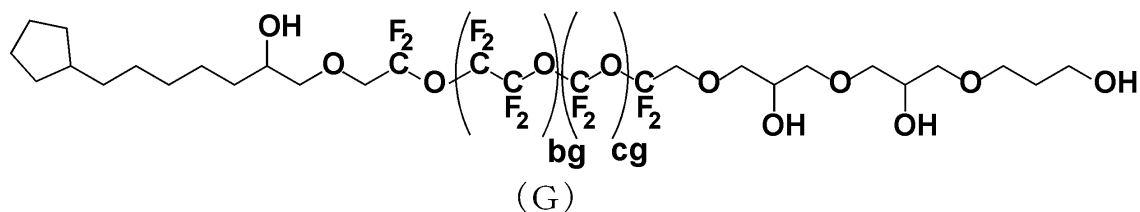
20

30

40

50

【化 1 2】



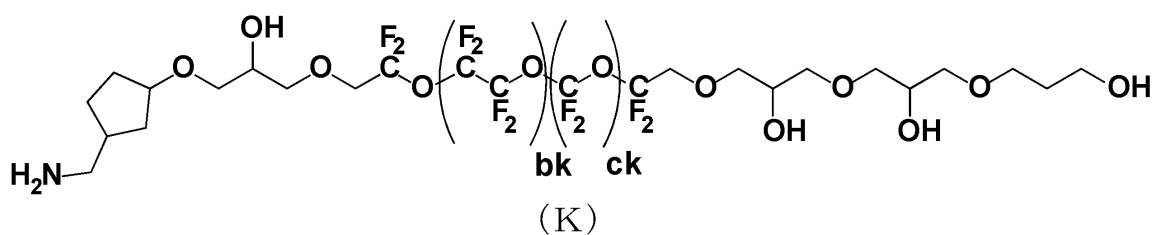
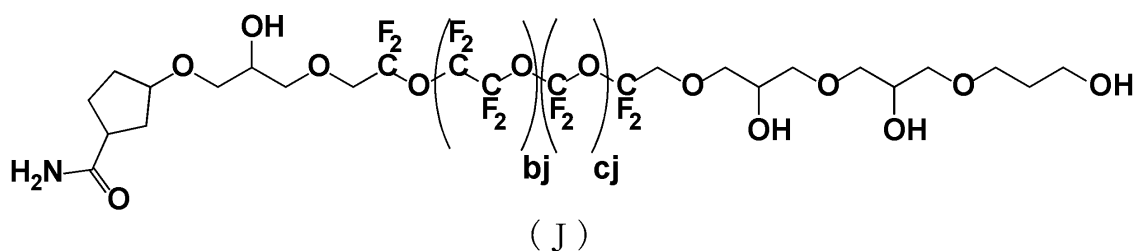
(式 (G) 中、 bg 、 cg は平均重合度を示し、 bg は 0～30 を表し、 cg は 0～30 を表す。但し、 bg 、 cg が同時に 0 となることは無い。)

(式 (H) 中、 bh 、 ch は平均重合度を示し、 bh は 0～30 を表し、 ch は 0～30 を表す。但し、 bh 、 ch が同時に 0 となることは無い。)

(式 (I) 中、 bi 、 ci は平均重合度を示し、 bi は 0～30 を表し、 ci は 0～30 を表す。但し、 bi 、 ci が同時に 0 となることは無い。)

【0071】

【化 1 3】



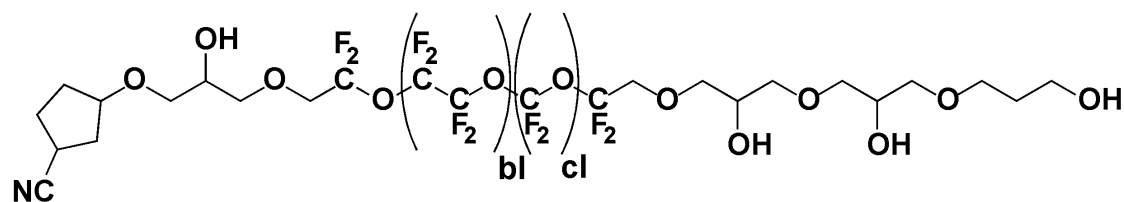
(式 (J) 中、 bj 、 cj は平均重合度を示し、 bj は 0～30 を表し、 cj は 0～30 を表す。但し、 bj 、 cj が同時に 0 となることは無い。)

(式 (K) 中、 bk 、 ck は平均重合度を示し、 bk は 0～30 を表し、 ck は 0～30

を表す。但し、 b_k 、 c_k が同時に0となることは無い。)

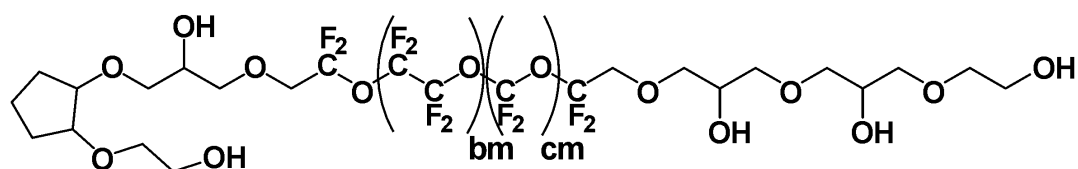
【0072】

【化14】



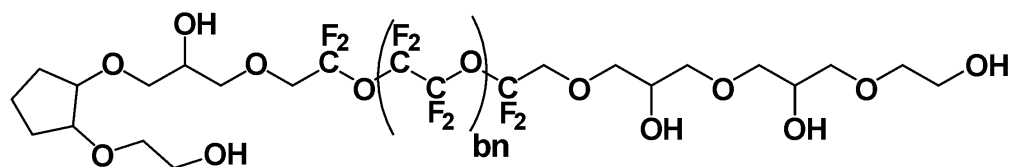
(L)

10



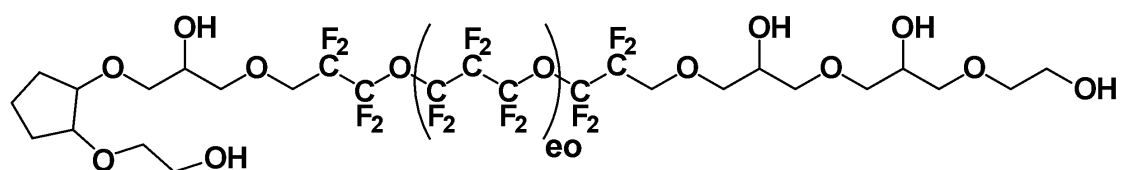
(M)

20



(N)

30



(O)

(式(L)中、 b_l 、 c_l は平均重合度を示し、 b_l は0～30を表し、 c_l は0～30を表す。但し、 b_l 、 c_l が同時に0となることは無い。)

(式(M)中、 b_m 、 c_m は平均重合度を示し、 b_m は0～30を表し、 c_m は0～30を表す。但し、 b_m 、 c_m が同時に0となることは無い。)

(式(N)中、 b_n は平均重合度を示し、 b_n は0.1～30を表す。)

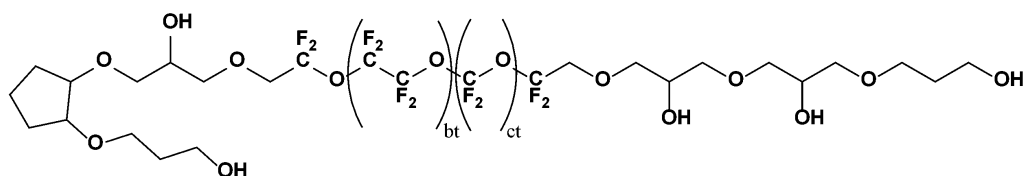
(式(O)中、 e_o は平均重合度を示し、 e_o は0.1～30を表す。)

40

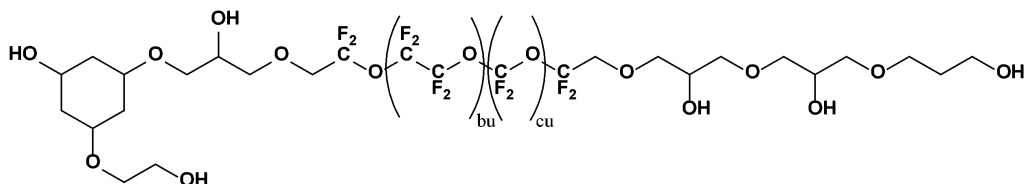
【0073】

50

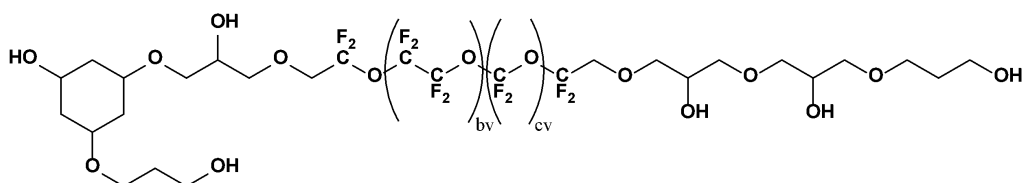
【化 1 5】



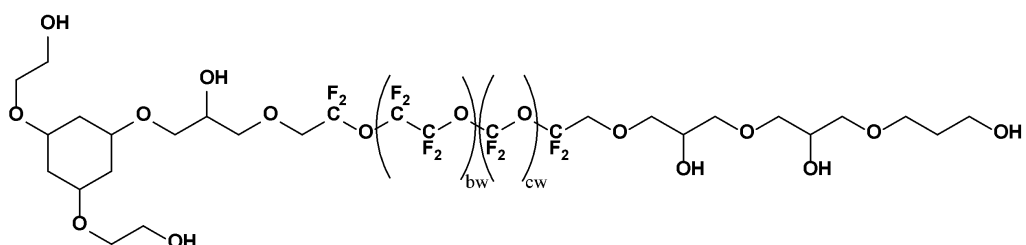
(T)



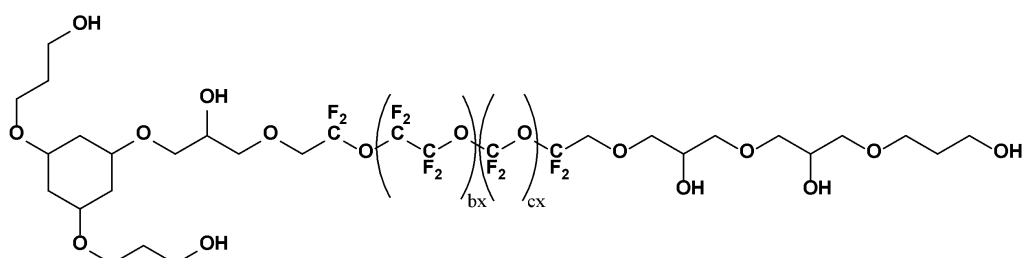
(U)



(V)



(W)



(X)

(式 (T) 中、 bt 、 ct は平均重合度を示し、 bt は 0～30 を表し、 ct は 0～30 を表す。但し、 bt 、 ct が同時に 0 となることは無い。)

(式 (U) 中、 bu 、 cu は平均重合度を示し、 bu は 0～30 を表し、 cu は 0～30 を表す。但し、 bu 、 cu が同時に 0 となることは無い。)

(式 (V) 中、 bv 、 cv は平均重合度を示し、 bv は 0～30 を表し、 cv は 0～30 を表す。但し、 bv 、 cv が同時に 0 となることは無い。)

(式 (W) 中、 bw 、 cw は平均重合度を示し、 bw は 0～30 を表し、 cw は 0～30 を表す。但し、 bw 、 cw が同時に 0 となることは無い。)

(式 (X) 中、 bx 、 cx は平均重合度を示し、 bx は 0～30 を表し、 cx は 0～30 を表す。)

10

20

30

40

50

す。但し、 b_x 、 c_x が同時に0となることは無い。)

【0074】

式(A)～(O)、(T)～(X)で表される化合物は、いずれも R^2 は式(2)で表され、 R^2 中のaが1である。式(A)～(N)、(T)～(X)で表される化合物は、 R^3 が式(3)であり、式(O)で表される化合物は、 R^3 が式(5)である。

また、式(A)～(L)、(T)～(X)で表される化合物は、いずれも R^4 が式(9)であり、式(9)中のjが2であり、kが1である。式(M)～(O)で表される化合物は、 R^4 が式(6)であり、式(6)中fが2であり、gが1である。

【0075】

式(A)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロプロパンである。

式(B)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロブタンである。

式(C)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロペンタンである。

式(D)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロノナンである。

式(E)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロトリデカンである。

式(F)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がアダマンタンである。

式(G)～(O)、(T)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロペンタンである。

式(U)～(X)で表される化合物は、 R^1 の脂環式構造がシクロヘキサンである。

上記式において、 $b_a \sim b_m$ 、 $b_t \sim b_x$ は、0であってよく、1～20であってよく、1～10であってよく、1～5であってよい。 $c_a \sim c_m$ 、 $c_t \sim c_x$ は、0であってよく、1～20であってよく、1～10であってよく、1～5であってよい。 b_n 、 e_o は、1～20であってよく、1～10であってよく、1～5であってよい。

【0076】

式(1)で表わされる化合物が上記式(A)～(O)、(T)～(X)で表されるいずれかの化合物であると、原料が入手しやすく、しかも、厚みが薄くても、より一層優れた耐熱性および化学物質耐性を有し、より一層ピックアップの抑制された潤滑層を形成できるため好ましい。

【0077】

本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、数平均分子量(M_n)が500～10000の範囲内であることが好ましく、700～7000の範囲内であることがより好ましく、1000～3000の範囲内であることが特に好ましい。数平均分子量が500以上であると、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤が蒸散しにくいものとなり、潤滑剤が蒸散して磁気ヘッドに移着することを防止できる。また、数平均分子量が10000以下であると、含フッ素エーテル化合物の粘度が適正なものとなり、これを含む潤滑剤を塗布することによって、容易に厚みの薄い潤滑層を形成できる。数平均分子量が3000以下であると、潤滑剤に適用した場合に扱いやすい粘度となるため、より好ましい。

【0078】

含フッ素エーテル化合物の数平均分子量(M_n)は、ブルカー・バイオスピン社製AVANCEII400による ^1H -NMRおよび ^{19}F -NMRによって測定された値である。NMR(核磁気共鳴)の測定において、試料をヘキサフルオロベンゼン、 d_6 -アセトン、 d_4 -テトラヒドロフランなどの単独または混合溶媒へ希釈し、測定に使用した。 ^{19}F -NMRケミカルシフトの基準は、ヘキサフルオロベンゼンのピークを -164.7 ppmとし、 ^1H -NMRケミカルシフトの基準は、アセトンのピークを 2.2 ppmとした。

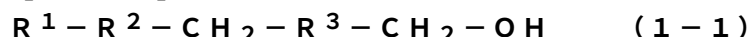
【0079】

「製造方法」

本実施形態の含フッ素エーテル化合物の製造方法は、特に限定されるものではなく、従来公知の製造方法を用いて製造できる。本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、例えば、以下に示す製造方法を用いて製造できる。

まず、式(1)における $\text{—CH}_2\text{—R}^3\text{—CH}_2\text{—}$ に対応する化合物である、 $\text{HO—CH}_2\text{—R}^3\text{—CH}_2\text{—OH}$ を合成する。次に、この化合物に、式(1)における $\text{R}^1\text{—R}^2\text{—}$ に対応する脂環式構造を与えるエポキシドを付加反応させる。このことにより、下記式(1-1)で示される化合物を生成する。

【0080】



(式(1-1)中、 R^1 、 R^2 、 R^3 は、それぞれ式(1)中の R^1 、 R^2 、 R^3 と同じである。)

【0081】

式(1-1)で示される化合物の原料として使用する式(1)における $\text{R}^1\text{—R}^2\text{—}$ に対応する脂環式構造を与えるエポキシドは、例えば、式(1)における R^1 に対応する脂環式構造を有するアルコールに、エピブロモヒドリンを付加反応させる方法により製造できる。

10

具体的には、例えば、式(1)における R^1 に対応する脂環式構造が、シクロペンタンである場合、シクロペンタノールとエピブロモヒドリンとを付加反応させることにより、式(1)における $\text{R}^1\text{—R}^2\text{—}$ に対応する脂環式構造を与えるエポキシドを製造できる。

【0082】

次に、式(1-1)で示される化合物と、1つ以上の極性基を含むエポキシドとを反応させて、式(1-1)で示される化合物の末端の水酸基(—OH)を、式(1)における R^4 に置換した式(1)で示される含フッ素エーテル化合物を生成させる。

20

1つ以上の極性基を含むエポキシドは、例えば、エチレングリコールとエピブロモヒドリンとを付加反応させることにより製造できる。

【0083】

生成した式(1)で示される含フッ素エーテル化合物は、例えば、カラムクロマトグラフィーを用いる方法により精製することが好ましい。

以上の方法により、式(1)で表される含フッ素エーテル化合物が得られる。

【0084】

本実施形態の含フッ素エーテル化合物は、上記式(1)で表される化合物である。したがって、これを含む潤滑剤を用いて保護層上に潤滑層を形成すると、式(1)において R^3 で表されるPFPE鎖によって、保護層の表面が被覆されるとともに、磁気ヘッドと保護層との摩擦力が低減される。また、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑剤を用いて形成した潤滑層は、 R^1 で示される有機基の有する脂環式構造が熱に安定であるため、耐熱性に優れる。

30

【0085】

また、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、含フッ素エーテル化合物中の R^2 で表される連結基に含まれる1～3個の水酸基と保護層との結合、および R^4 で表される末端基に含まれる2つまたは3つの極性基と保護層との結合によって、保護層上に密着される。

【0086】

しかも、本実施形態の含フッ素エーテル化合物では、 R^4 で表される末端基に含まれる2つまたは3つの極性基がそれぞれ異なる炭素原子に結合し、前記極性基の結合している炭素原子同士が連結基を介して結合している。このため、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、柔軟性が良好である。したがって、本実施形態の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層は、保護膜に吸着しやすく、保護層との密着性に優れる。

40

以上のことから、本実施形態の含フッ素エーテル化合物によれば、潤滑層と保護層とが強固に結合され、優れた耐熱性および化学物質耐性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層が得られる。

【0087】

[磁気記録媒体用潤滑剤]

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

50

含む。

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

【００８８】

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

10

【００８９】

本実施形態の潤滑剤が、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物の他の材料を含む場合、本実施形態の潤滑剤中の式（１）で表される含フッ素エーテル化合物の含有量が50質量%以上であることが好ましく、70質量%以上であることがより好ましい。式（１）で表される含フッ素エーテル化合物の含有量は、80質量%以上であってもよいし、90質量%以上であってもよい。上限は任意に選択できるが、例えば、99質量%以下や、95質量%以下や、90質量%以下であってもよい。

【００９０】

本実施形態の潤滑剤は、式（１）で表される含フッ素エーテル化合物を含むため、厚みを薄くしても、高い被覆率で保護層の表面を被覆でき、保護層との密着性に優れる潤滑層を形成できる。よって、本実施形態の潤滑剤によれば、厚みが薄くても、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層が得られる。

20

【００９１】

〔磁気記録媒体〕

本実施形態の磁気記録媒体は、基板上に、少なくとも磁性層と保護層と潤滑層が順次設けられたものである。

本実施形態の磁気記録媒体では、基板と磁性層との間に、必要に応じて1層または2層以上の下地層を設けることができる。また、下地層と基板との間に付着層および／または軟磁性層を設けることもできる。

【００９２】

30

図１は、本発明の磁気記録媒体の一実施形態を示した概略断面図である。

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

【００９３】

「基板」

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

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

40

【００９４】

「付着層」

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

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

【００９５】

50

「軟磁性層」

軟磁性層 13 は、第 1 軟磁性膜と、Ru 膜からなる中間層と、第 2 軟磁性膜とが順に積層された構造を有していることが好ましい。すなわち、軟磁性層 13 は、2 層の軟磁性膜の間に Ru 膜からなる中間層を挟み込むことによって、中間層の上下の軟磁性膜がアンチ・フェロ・カップリング (AFC) 結合した構造を有していることが好ましい。

【0096】

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

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

軟磁性層 13 は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

【0097】

「第 1 下地層」

第 1 下地層 14 は、その上に設けられる第 2 下地層 15 および磁性層 16 の配向や結晶サイズを制御するための層である。

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

第 1 下地層 14 は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

【0098】

「第 2 下地層」

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

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

第 2 下地層 15 は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

【0099】

「磁性層」

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

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

【0100】

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

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

【0101】

第 1 磁性層は、Co、Cr、Pt、酸化物の他に、B、Ta、Mo、Cu、Nd、W、Nb、Sm、Tb、Ru、Re の中から選ばれる 1 種類以上の元素を含むことができる。第 2 磁性層には、第 1 磁性層と同様の材料を用いることができる。第 2 磁性層は、グラニ

10

20

30

40

50

ユラー構造であることが好ましい。

【0102】

第3磁性層は、Co、Cr、Ptを含み、酸化物を含まない材料からなる非グラニユラー構造であることが好ましい。第3磁性層は、Co、Cr、Ptの他に、B、Ta、Mo、Cu、Nd、W、Nb、Sm、Tb、Ru、Re、Mnの中から選ばれる1種類以上の元素を好ましく含むことができる。

【0103】

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

10

【0104】

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

【0105】

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

20

非磁性層は、例えば、スパッタリング法により形成できる。

【0106】

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

磁性層16は、蒸着法、イオンビームスパッタ法、マグネトロンスパッタ法等、従来の公知のいかなる方法によって形成してもよい。磁性層16は、通常、スパッタリング法により形成される。

30

【0107】

「保護層」

保護層17は、磁性層16を保護する。保護層17は、一層から構成されていてもよいし、複数層から構成されていてもよい。保護層17の材料としては、炭素、窒素を含む炭素、炭化ケイ素などが挙げられる。

保護層17としては、炭素系保護層を好ましく用いることができ、特にアモルファス炭素保護層が好ましい。保護層17が炭素系保護層であると、潤滑層18中の含フッ素エーテル化合物に含まれる水酸基との相互作用が一層高まるため、好ましい。

【0108】

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

40

【0109】

炭素系保護層に含まれる水素および／または窒素は、炭素系保護層全体に均一に含有される必要はない。炭素系保護層は、例えば、保護層17の潤滑層18側に窒素を含有させ、保護層17の磁性層16側に水素を含有させた組成傾斜層とすることが好適である。こ

50

の場合、磁性層 16 および潤滑層 18 と、炭素系保護層との付着力が、より一層向上する。

【0110】

保護層 17 の膜厚は任意に選択できるが、1 nm～7 nm とするのがよい。保護層 17 の膜厚が 1 nm 以上であると、保護層 17 としての性能が十分に得られる。保護層 17 の膜厚が 7 nm 以下であると、保護層 17 の薄膜化の観点から好ましい。

【0111】

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

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

【0112】

「潤滑層」

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

潤滑層 18 は、図 1 に示すように、保護層 17 上に接して形成されている。潤滑層 18 は、上述の含フッ素エーテル化合物を含む。

【0113】

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

【0114】

潤滑層 18 の平均膜厚は任意に選択できるが、0.5 nm (5 Å)～2 nm (20 Å) であることが好ましく、0.5 nm (5 Å)～1 nm (10 Å) であることがより好ましい。潤滑層 18 の平均膜厚が 0.5 nm 以上であると、潤滑層 18 がアイランド状または網目状とならずに均一の膜厚で形成される。このため、潤滑層 18 によって、保護層 17 の表面を高い被覆率で被覆できる。また、潤滑層 18 の平均膜厚を 2 nm 以下にすることで、潤滑層 18 を十分に薄膜化でき、磁気ヘッドの浮上量を十分小さくできる。

【0115】

保護層 17 の表面が潤滑層 18 によって十分に高い被覆率で被覆されていない場合、磁気記録媒体 10 の表面に吸着した環境物質が、潤滑層 18 の隙間を通り抜けて、潤滑層 18 の下に侵入する。潤滑層 18 の下層に侵入した環境物質は、保護層 17 と吸着、結合し汚染物質を生成する。そして、磁気記録再生の際に、この汚染物質（凝集成分）がスミアとして磁気ヘッドに付着（転写）して、磁気ヘッドを破損したり、磁気記録再生装置の磁気記録再生特性を低下させたりする。

【0116】

汚染物質を生成させる環境物質としては、例えば、シロキサン化合物（環状シロキサン、直鎖シロキサン）、イオン性不純物、オクタコサン等の比較的分子量の高い炭化水素、フタル酸ジオクチル等の可塑剤等が挙げられる。イオン性不純物に含まれる金属イオンとしては、例えば、ナトリウムイオン、カリウムイオン等を挙げることができる。イオン性不純物に含まれる無機イオンとしては、例えば、塩素イオン、臭素イオン、硝酸イオン、硫酸イオン、アンモニウムイオン等を挙げることができる。イオン性不純物に含まれる有機物イオンとしては、例えば、シュウ酸イオン、蟻酸イオン等を挙げることができる。

【0117】

「潤滑層の形成方法」

潤滑層 18 を形成する方法としては任意に選択できるが、例えば、基板 11 上に保護層 17 までの各層が形成された製造途中の磁気記録媒体を用意し、保護層 17 上に潤滑層形成用溶液を塗布し、乾燥させる方法が挙げられる。

【0118】

潤滑層形成用溶液は、例えば、上述の実施形態の磁気記録媒体用潤滑剤を必要に応じて、溶媒に分散溶解させ、塗布方法に適した粘度および濃度とすることにより得られる。

潤滑層形成用溶液に用いられる溶媒としては、例えば、パートレル（登録商標）XF（商品名、三井デュポンフロロケミカル社製）等のフッ素系溶媒等が挙げられる。

【0119】

潤滑層形成用溶液の塗布方法は、特に限定されないが、例えば、スピンコート法、スプレイ法、ペーパーコート法、ディップ法等が挙げられる。

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

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

【0120】

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

熱処理温度は任意に選択できるが、100～180℃とすることが好ましい。熱処理温度が100℃以上であると、潤滑層 18 と保護層 17 との密着性を向上させる効果が十分に得られる。また、熱処理温度を180℃以下にすることで、潤滑層 18 の熱分解を防止できる。熱処理時間は10～120分とすることが好ましい。

【0121】

本実施形態においては、潤滑層 18 の保護層 17 に対する付着力をより一層向上させるために、熱処理前もしくは熱処理後の基板 11 の潤滑層 18 に、紫外線（UV）を照射する処理を行ってもよい。

【0122】

本実施形態の磁気記録媒体 10 は、基板 11 上に、少なくとも磁性層 16 と、保護層 17 と、潤滑層 18 とが順次設けられたものである。本実施形態の磁気記録媒体 10 では、保護層 17 上に接して上述の含フッ素エーテル化合物を含む潤滑層 18 が形成されている。この潤滑層 18 は、厚みが薄くても、高い被覆率で保護層 17 の表面を被覆している。よって、本実施形態の磁気記録媒体 10 では、イオン性不純物などの汚染物質を生成させる環境物質が、潤滑層 18 の隙間から侵入することが防止されている。したがって、本実施形態の磁気記録媒体 10 は、表面上に存在する汚染物質が少ないものである。また、本実施形態の磁気記録媒体 10 における潤滑層 18 は、異物（スメア）を生じさせにくく、ピックアップを抑制できる。また、本実施形態の磁気記録媒体 10 における潤滑層 18 は、優れた化学物質耐性および耐熱性を有する。このため、本実施形態の磁気記録媒体 10 は、優れた信頼性および耐久性を有する。

【実施例】

【0123】

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

【0124】

〔実施例 1〕

以下に示す方法により、上記式（A）で表される化合物（式（A）中、平均重合度を示す b は 4.5 であり、平均重合度を示す c は 4.5 である。）を得た。

まず、1,2-シクロプロパンジオールとエピブロモヒドリンとを反応させて、下記式

10

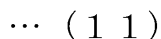
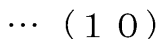
20

30

40

50

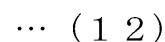
【化 1 6】



20

30

【化 1 7】



50

【0130】

その後、得られた反応生成物を25℃に冷却し、水(3.3mL)と、5-10%塩酸／メタノール(商品名:X0041、塩化水素-メタノール試薬(5-10%)東京化成工業株式会社製)(21.5mL)とを加え、室温で3時間攪拌した。得られた残渣に5%重曹水(100mL)を加え、酢酸エチルで抽出し、有機層を水洗した。その後、有機層に無水硫酸マグネシウムを加えて脱水し、乾燥剤を濾別した後、濾液を濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーによって精製し、化合物(A)を11.1g得た。

【0131】

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

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2~2.0 (4H)、3.20~4.20 (30H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = -51.99~-55.72 (9F)、-78.48 (2F)、-80.66 (2F)、-89.16~-91.14 (18F)

【0132】

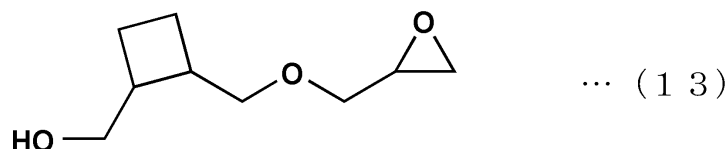
[実施例2]

以下に示す方法により、上記式(B)で表される化合物(式(B)中、平均重合度を示すbbは4.5であり、平均重合度を示すcbは4.5である。)を得た。

まず、1,2-シクロブタンジメタノールとエピブロモヒドリンとを反応させて、下記式(13)で表される化合物を合成した。

【0133】

[化18]



【0134】

そして、実施例1において用いた式(10)で表される化合物の代わりに、式(13)で表される化合物を6.10g用いたこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、化合物(B)を10.5g得た。

【0135】

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

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2~2.0 (6H)、3.20~4.20 (34H)

【0136】

[実施例3]

以下に示す方法により、上記式(C)で表される化合物(式(C)中、平均重合度を示すbcは4.5であり、平均重合度を示すccは4.5である。)を得た。

まず、1,2-シクロペンタンジオールとエピブロモヒドリンと、2-(ブロモエトキシ)テトラヒドロ-2H-ピランとを反応させて、下記式(14)で表される化合物を合成した。

【0137】

10

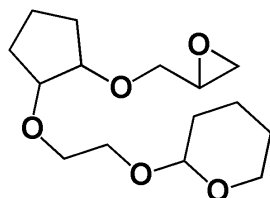
20

30

40

50

【化 19】



… (14)

【0138】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに、式 (14) で表される化合物を 6.10 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (C) を 11.9 g 得た。

10

【0139】

得られた化合物 (C) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (8H)、3.20 ~ 4.20 (34H)

【0140】

[実施例 4]

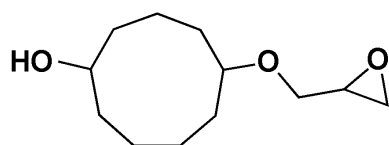
以下に示す方法により、上記式 (D) で表される化合物 (式 (D) 中、平均重合度を示す $b d$ は 4.5 であり、平均重合度を示す $c d$ は 4.5 である。) を得た。

20

まず、1, 5-シクロノナンジオールとエピブロモヒドリンとを反応させて、下記式 (15) で表される化合物を合成した。

【0141】

【化 20】



… (15)

【0142】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに、式 (15) で表される化合物を 6.10 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (D) を 11.9 g 得た。

30

【0143】

得られた化合物 (D) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (16H)、3.20 ~ 4.20 (30H)

【0144】

[実施例 5]

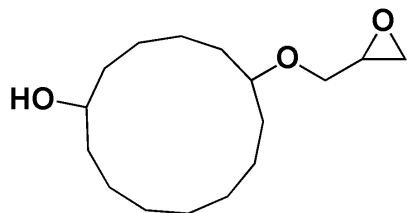
以下に示す方法により、上記式 (E) で表される化合物 (式 (E) 中、平均重合度を示す $b e$ は 4.5 であり、平均重合度を示す $c e$ は 4.5 である。) を得た。

40

まず、1, 6-シクロトリデカンジオールとエピブロモヒドリンとを反応させて、下記式 (16) で表される化合物を合成した。

【0145】

【化 2 1】



… (1 6)

【0 1 4 6】

そして、実施例 1 において用いた式 (1 0) で表される化合物の代わりに式 (1 6) で表される化合物を 6.78 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (E) を 12.4 g 得た。

10

【0 1 4 7】

得られた化合物 (E) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (24 H)、3.20 ~ 4.20 (30 H)

【0 1 4 8】

[実施例 6]

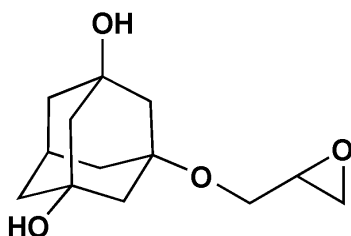
以下に示す方法により、上記式 (F) で表される化合物 (式 (F) 中、平均重合度を示す b_f は 4.5 であり、平均重合度を示す c_f は 4.5 である。) を得た。

20

まず、1, 3, 5-アダマンタントリオールとエピブロモヒドリンとを反応させて、下記式 (1 7) で表される化合物を合成した。

【0 1 4 9】

【化 2 2】



… (1 7)

30

【0 1 5 0】

そして、実施例 1 において用いた式 (1 0) で表される化合物の代わりに式 (1 7) で表される化合物を 3.81 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様な操作を行い、化合物 (F) を 12.3 g 得た。

【0 1 5 1】

得られた化合物 (F) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (13 H)、3.20 ~ 4.20 (33 H)

40

【0 1 5 2】

[実施例 7]

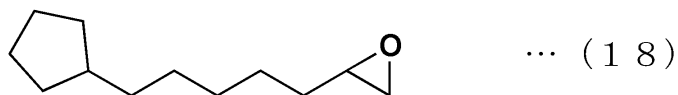
以下に示す方法により、上記式 (G) で表される化合物 (式 (G) 中、平均重合度を示す b_g は 4.5 であり、平均重合度を示す c_g は 4.5 である。) を得た。

まず、7-シクロペンター-1-ヘプテンを酸化することで、下記式 (1 8) で表される化合物を合成した。

【0 1 5 3】

50

【化 2 3】



【0154】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに式 (18) で表される化合物を 9.99 g 使用した以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (G) を 12.5 g 得た。

【0155】

得られた化合物 (G) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (21H)、3.20 ~ 4.20 (25H)

【0156】

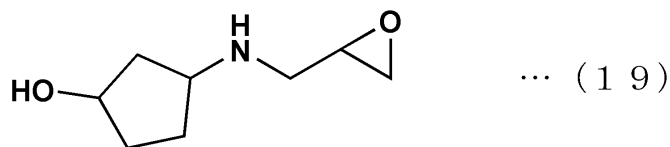
【実施例 8】

以下に示す方法により、上記式 (H) で表される化合物 (式 (H) 中、平均重合度を示す b_h は 4.5 であり、平均重合度を示す c_h は 4.5 である。) を得た。

まず、3-アミノシクロペンター 1-オールとエピプロモヒドリンを反応させて下記式 (19) で表される化合物を合成した。

【0157】

【化 2 4】



【0158】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに式 (19) で表される化合物を 2.89 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (H) を 11.3 g 得た。

【0159】

得られた化合物 (H) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (8H)、3.20 ~ 4.20 (31H)

【0160】

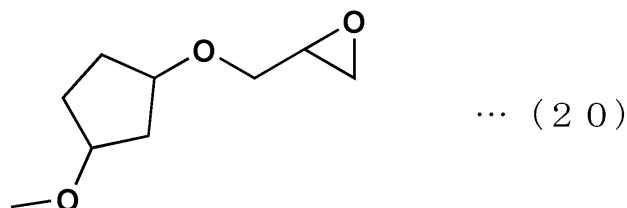
【実施例 9】

以下に示す方法により、上記式 (I) で表される化合物 (式 (I) 中、平均重合度を示す b_i は 4.5 であり、平均重合度を示す c_i は 4.5 である。) を得た。

まず、1-メトキシシクロペンター 3-オールとエピプロモヒドリンを反応させて下記式 (20) で表される化合物を合成した。

【0161】

【化 2 5】



【0162】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに式 (20) で表される化合物を 4.64 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (I) を 12.1 g 得た。

【0163】

得られた化合物 (I) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (8H)、3.20 ~ 4.20 (32H)

【0164】

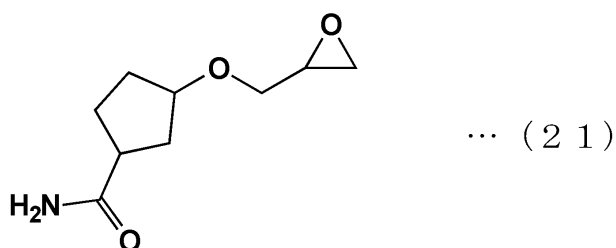
[実施例 10]

以下に示す方法により、上記式 (J) で表される化合物 (式 (J) 中、平均重合度を示す b_j は 4.5 であり、平均重合度を示す c_j は 4.5 である。) を得た。

まず、1-アミド-シクロペンター-3-オールとエピブロモヒドリンを反応させて、下記式 (21) で表される化合物を合成した。

【0165】

【化 26】



【0166】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに式 (21) で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (J) を 10.9 g 得た。

【0167】

得られた化合物 (J) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (8H)、2.6 (1H)、3.20 ~ 4.20 (30H)

【0168】

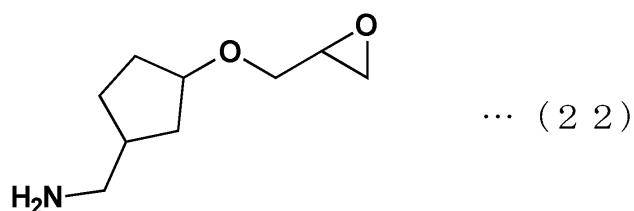
[実施例 11]

以下に示す方法により、上記式 (K) で表される化合物 (式 (K) 中、平均重合度を示す b_k は 4.5 であり、平均重合度を示す c_k は 4.5 である。) を得た。

まず、1-メチルアミノ-シクロペンター-3-オールとエピブロモヒドリンを反応させて、下記式 (22) で表される化合物を合成した。

【0169】

【化 27】



【0170】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに式 (22) で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (K) を 10.9 g 得た。

【0171】

得られた化合物（K）の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ （acetone- d_6 ）： δ [ppm] = 1.2～2.0（9H）、3.20～4.20（32H）

【0172】

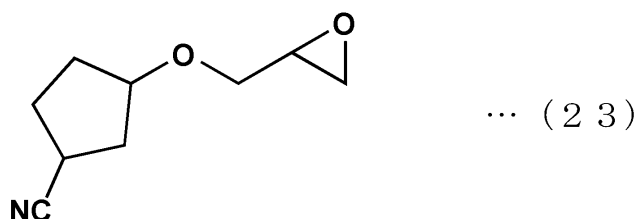
[実施例12]

以下に示す方法により、上記式（L）で表される化合物（式（L）中、平均重合度を示すbは4.5であり、平均重合度を示すcは4.5である。）を得た。

まず、1-シアノシクロペンタ-3-オールとエピブロモヒドリンを反応させて、下記式（23）で表される化合物を合成した。

【0173】

【化28】



【0174】

そして、実施例1において用いた式（10）で表される化合物の代わりに式（23）で表される化合物を2.64g用いたこと以外は、実施例1と同様の操作を行い、化合物（L）を10.9g得た。

【0175】

得られた化合物（L）の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ （acetone- d_6 ）： δ [ppm] = 1.2～2.0（8H）、2.5（1H）、3.20～4.20（28H）

【0176】

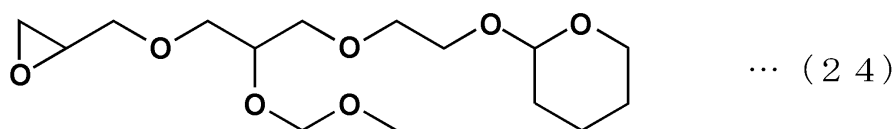
[実施例13]

以下に示す方法により、上記式（M）で表される化合物（式（M）中、平均重合度を示すbmは4.5であり、平均重合度を示すcmは4.5である。）を得た。

まず、3-アリルオキシ-1,2-プロパンジオール-2-メトキシメチルエーテルと2-(ブロモエトキシ)テトラヒドロ-2H-ピランを反応させた生成物を酸化して、下記式（24）で表される化合物を合成した。

【0177】

【化29】



【0178】

そして、実施例3において用いた式（11）で表される化合物の代わりに式（24）で表される化合物を2.64g用いたこと以外は、実施例3と同様の操作を行い、化合物（M）を10.9g得た。

【0179】

得られた化合物（M）の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ （acetone- d_6 ）： δ [ppm] = 1.2～2.0（6H）、3.20～4.20（38H）

【0180】

[実施例 14]

以下に示す方法により、上記式 (N) で表される化合物 (式 (N) 中、平均重合度を示す b_n は 6.5 である。) を得た。

実施例 13 において用いた、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_s(\text{CF}_2\text{O})_t\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中、平均重合度を示す s は 4.5 であり、平均重合度を示す t は 4.5 である。) で表されるフルオロポリエーテルの代わりに $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_u\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中、平均重合度を示す u は 6.5 である。) で表されるフルオロポリエーテルを 40.0 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様の操作を行い、化合物 (N) を 10.9 g 得た。

【0181】

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

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (6H)、3.20 ~ 4.20 (38H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = -77.85 ~ -79.00 (4F)、-88.50 ~ -91.22 (26F)

【0182】

[実施例 15]

以下に示す方法により、上記式 (O) で表される化合物 (式 (O) 中、平均重合度を示す e_o は 4.5 である。) を得た。

実施例 13 において用いた、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_s(\text{CF}_2\text{O})_t\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中、平均重合度を示す s は 4.5 であり、平均重合度を示す t は 4.5 である。) で表されるフルオロポリエーテルの代わりに $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_v\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (式中、平均重合度を示す v は 4.5 である。) で表されるフルオロポリエーテルを 40.0 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様の操作を行い、化合物 (O) を 10.7 g 得た。

【0183】

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

$^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (6H)、3.20 ~ 4.20 (38H)

$^{19}\text{F-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = -82.66 ~ -84.00 (20F)、-85.16 ~ -86.91 (4F)、-123.16 ~ -124.91 (4F)、-128.47 ~ -130.20 (4F)

【0184】

[実施例 16]

以下に示す方法により、上記式 (T) で表される化合物 (式 (T) 中、平均重合度を示す b_t は 4.5 であり、平均重合度を示す c_t は 4.5 である。) を得た。

まず、1, 2-シクロペンタンジオールとエピブロモヒドリンと、2-(プロモプロポキシ)テトラヒドロ-2H-ピランとを反応させて、下記式 (28) で表される化合物を合成した。

【0185】

10

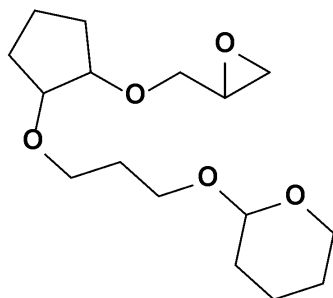
20

30

40

50

【化 30】



… (28)

10

【0186】

実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに、式 (28) で表される化合物を 5.90 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (T) を 11.9 g 得た。

【0187】

得られた化合物 (T) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (10H)、3.20 ~ 4.20 (34H)

【0188】

【実施例 17】

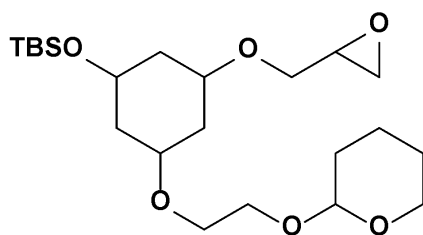
20

以下に示す方法により、上記式 (U) で表される化合物 (式 (U) 中、平均重合度を示す b_u は 4.5 であり、平均重合度を示す c_u は 4.5 である。) を得た。

まず、1, 3, 5-シクロヘキサントリオールと t -ブチルジメチルクロロシランと、エピブロモヒドリンと、2-(ブロモエトキシ)テトラヒドロ-2H-ピランとを反応させて、下記式 (29) で表される化合物を合成した。

【0189】

【化 31】



… (29)

30

(式 (29) 中、TBS は t -ブチルジメチルシリル基を表す。)

【0190】

そして、実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに、式 (29) で表される化合物を 7.20 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (U) を 10.8 g 得た。

40

【0191】

得られた化合物 (U) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (8H)、3.20 ~ 4.20 (36H)

【0192】

【実施例 18】

以下に示す方法により、上記式 (V) で表される化合物 (式 (V) 中、平均重合度を示す b_v は 4.5 であり、平均重合度を示す c_v は 4.5 である。) を得た。

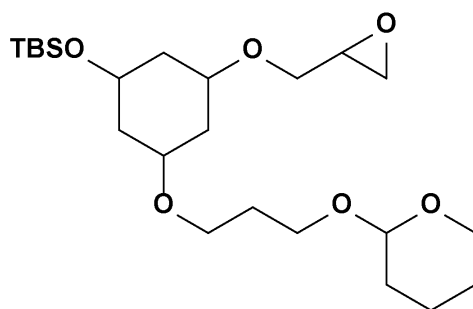
まず、1, 3, 5-シクロヘキサントリオールと t -ブチルジメチルクロロシランと、エピブロモヒドリンと、2-(ブロモプロポキシ)テトラヒドロ-2H-ピランとを反応

50

させて、下記式（３０）で表される化合物を合成した。

【０１９３】

【化３２】



…（３０）

10

（式（３０）中、ＴＢＳはｔ－ブチルジメチルシリル基を表す。）

【０１９４】

実施例１において用いた式（１０）で表される化合物の代わりに、式（３０）で表される化合物を７．５０ｇ用いたこと以外は、実施例１と同様の操作を行い、化合物（Ｖ）を１０．４ｇ得た。

【０１９５】

得られた化合物（Ｖ）の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ （acetone- d_6 ）： δ [ppm] = １．２～２．０（１０Ｈ）、３．２０～４．２０（３６Ｈ）

20

【０１９６】

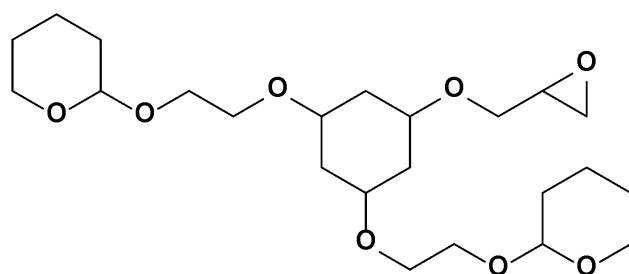
【実施例１９】

以下に示す方法により、上記式（Ｗ）で表される化合物（式（Ｗ）中、平均重合度を示すbwは４．５であり、平均重合度を示すcwは４．５である。）を得た。

まず、１，３，５－シクロヘキサントリオールと、エピブromohydrinと、２－（ブromoeトキシ）テトラヒドロ－２Ｈ－ピランとを反応させて、下記式（３１）で表される化合物を合成した。

【０１９７】

【化３３】



…（３１）

30

40

【０１９８】

実施例１において用いた式（１０）で表される化合物の代わりに、式（３１）で表される化合物を６．５０ｇ用いたこと以外は、実施例１と同様の操作を行い、化合物（Ｗ）を９．５ｇ得た。

【０１９９】

得られた化合物（Ｗ）の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ （acetone- d_6 ）： δ [ppm] = １．２～２．０（８Ｈ）、３．２０～４．２０（４０Ｈ）

【０２００】

【実施例２０】

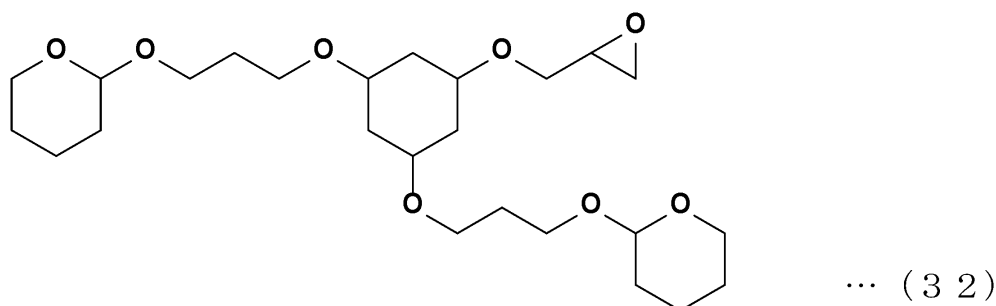
50

以下に示す方法により、上記式 (X) で表される化合物 (式 (X) 中、平均重合度を示す b_x は 4.5 であり、平均重合度を示す c_x は 4.5 である。) を得た。

まず、1, 3, 5-シクロヘキサントリオールと、エピブロモヒドリンと、2-(ブロモプロポキシ)テトラヒドロ-2H-ピランとを反応させて、下記式 (32) で表される化合物を合成した。

【0201】

【化34】



10

【0202】

実施例 1 において用いた式 (10) で表される化合物の代わりに、式 (32) で表される化合物を 5.50 g 用いたこと以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、化合物 (X) を 8.4 g 得た。

20

【0203】

得られた化合物 (X) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (12 H)、3.20 ~ 4.20 (40 H)

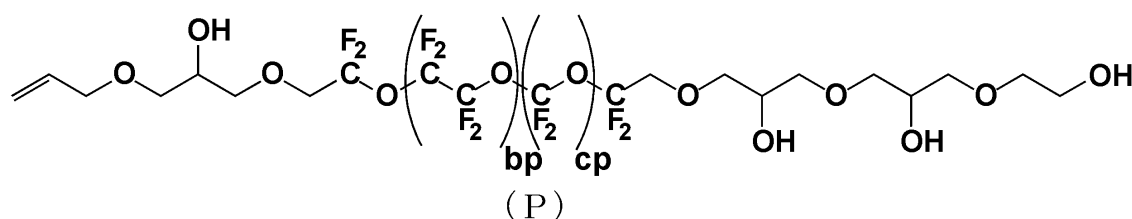
【0204】

【比較例 1】

以下に示す方法により、下記式 (P) で表される化合物を得た。

【0205】

【化35】



30

(式 (P) 中、平均重合度を示す b_p は 4.5 であり、平均重合度を示す c_p は 4.5 である。)

【0206】

まず、アリルアルコールとエピブロモヒドリンを反応させて、下記式 (25) で表される化合物を合成した。

40

【0207】

【化36】



【0208】

そして、実施例 13 において用いた式 (14) で表される化合物の代わりに式 (25)

50

で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様の操作を行い、化合物 (P) を 10.9 g 得た。

【0209】

得られた化合物 (P) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 3.20 ~ 4.20 (29H)
 、 5.00 ~ 6.00 (3H)

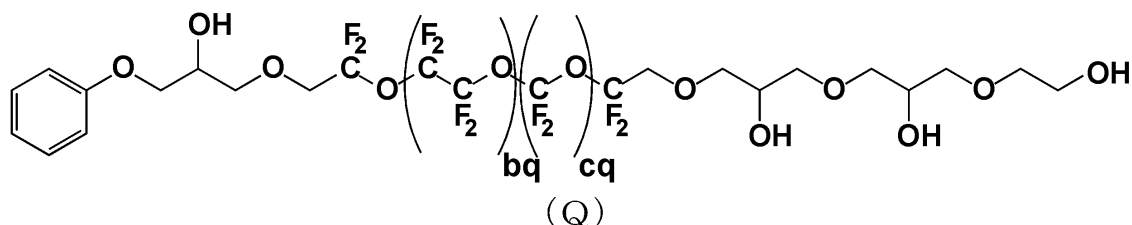
【0210】

【比較例 2】

以下に示す方法により、下記式 (Q) で表される化合物を得た。

【0211】

【化 37】



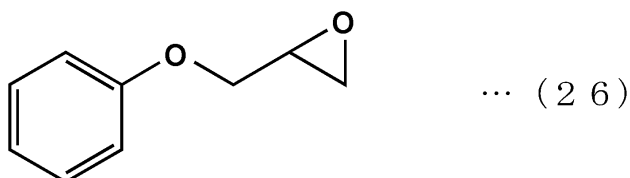
(式 (Q) 中、平均重合度を示す bq は 4.5 であり、平均重合度を示す cq は 4.5 である。)

【0212】

まず、フェノールとエピブROMヒドリンを反応させて、下記式 (26) で表される化合物を合成した。

【0213】

【化 38】



【0214】

そして、実施例 13 において用いた式 (14) で表される化合物の代わりに式 (26) で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様な操作を行い、化合物 (Q) を 10.9 g 得た。

【0215】

得られた化合物 (Q) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 3.20 ~ 4.20 (27H)
 、 6.6 ~ 7.4 (5H)

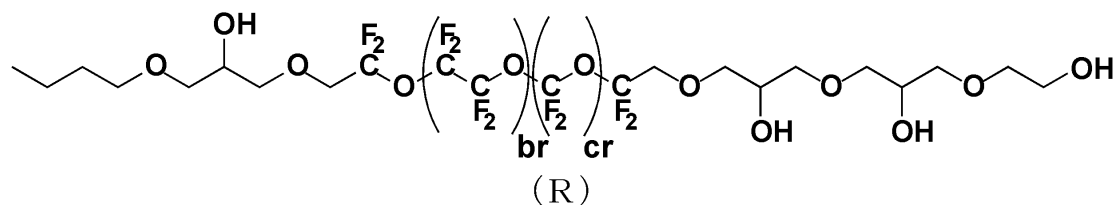
【0216】

【比較例 3】

以下に示す方法により、下記式 (R) で表される化合物を得た。

【0217】

【化 39】



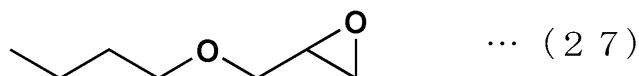
(式 (R) 中、平均重合度を示す $b r$ は 4.5 であり、平均重合度を示す $c r$ は 4.5 である。)

【0218】

まず、1-ブタノールとエピブロモヒドリンを反応させて、下記式 (27) で表される化合物を合成した。

【0219】

【化40】



10

【0220】

そして、実施例 13 において用いた式 (14) で表される化合物の代わりに式 (27) で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様な操作を行い、化合物 (R) を 10.9 g 得た。

【0221】

得られた化合物 (R) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 1.2 ~ 2.0 (7 H)、3.20 ~ 4.20 (29 H)

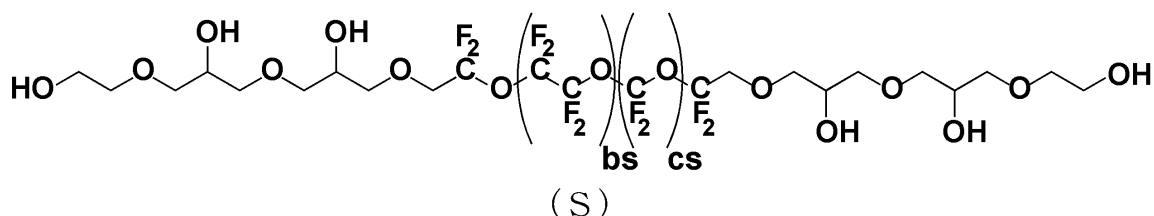
【0222】

【比較例 4】

以下に示す方法により、下記式 (S) で表される化合物を得た。

【0223】

【化41】



30

(式 (S) 中、平均重合度を示す $b s$ は 4.5 であり、平均重合度を示す $c s$ は 4.5 である。)

【0224】

実施例 13 において用いた式 (14) で表される化合物の代わりに式 (24) で表される化合物を 2.64 g 用いたこと以外は、実施例 13 と同様な操作を行い、化合物 (S) を 10.9 g 得た。

【0225】

得られた化合物 (S) の $^1\text{H-NMR}$ 測定を行い、以下の結果により構造を同定した。
 $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6) : δ [ppm] = 3.20 ~ 4.20 (38 H)

40

【0226】

このようにして得られた実施例 1 ~ 20 および比較例 1 ~ 4 の化合物の数平均分子量を、上述した $^1\text{H-NMR}$ および $^{19}\text{F-NMR}$ の測定により求めた。その結果を表 1 に示す。なお、化合物の原料として用いたフルオロポリエーテルの分子量分布、化合物を合成する際の操作の差異などによって、合成した化合物の平均分子量の値には 1 ~ 5 程度のばらつきが存在しているものと推定される。

【0227】

50

【表 1】

	化合物	数平均 分子量	膜厚 (Å)	耐熱性 試験	Si 吸着量	ピックアップ 抑制試験	総合 評価
実施例1	(A)	1336	9.0	○	0.45	◎	○
実施例2	(B)	1378	9.5	○	0.46	◎	○
実施例3	(C)	1449	9.5	○	0.32	◎	○
実施例4	(D)	1421	9.5	○	0.39	◎	○
実施例5	(E)	1477	10.0	○	0.48	◎	○
実施例6	(F)	1447	9.5	○	0.52	◎	○
実施例7	(G)	1389	9.5	○	0.55	◎	○
実施例8	(H)	1363	10.0	○	0.52	◎	○
実施例9	(I)	1378	9.5	○	0.36	◎	○
実施例10	(J)	1391	10.0	○	0.41	◎	○
実施例11	(K)	1377	10.0	○	0.37	◎	○
実施例12	(L)	1373	9.5	○	0.35	◎	○
実施例13	(M)	1439	9.5	○	0.33	◎	○
実施例14	(N)	1339	9.5	○	0.37	◎	○
実施例15	(O)	1439	10.0	○	0.35	◎	○
実施例16	(T)	1463	9.5	○	0.33	◎	○
実施例17	(U)	1479	10.0	○	0.38	◎	○
実施例18	(V)	1493	10.0	○	0.37	◎	○
実施例19	(W)	1523	9.5	○	0.35	◎	○
実施例20	(X)	1551	10.0	○	0.34	◎	○
比較例1	(P)	1306	10.0	×	1.00	○	×
比較例2	(Q)	1342	9.5	○	0.41	×	×
比較例3	(R)	1322	10.0	○	0.83	○	×
比較例4	(S)	1384	10.0	○	0.85	◎	×

【0228】

(耐熱性試験)

以下に示す方法により、実施例1～20および比較例1～4の化合物の耐熱性試験を行い、評価した。T G - D T A (メーカー名：セイコーインスツルメンツ、型番：E X S T A R 6 0 0 0) により、各化合物の温度上昇に対する重量減少を測定し、重量減5%における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200mL/minとした。その結果を表1に示す。

【0229】

「耐熱性評価」

- (良) : 熱分解温度が250℃以上
 - △ (可) : 熱分解温度が100℃以上、250℃未満
 - ×
- × (不可) : 熱分解温度が100℃未満

【0230】

次に、以下に示す方法により、実施例1～20および比較例1～4で得られた化合物を

用いて潤滑層形成用溶液を調製した。そして、得られた潤滑層形成用溶液を用いて、以下に示す方法により、磁気記録媒体の潤滑層を形成し、実施例 1～20 および比較例 1～4 の磁気記録媒体を得た。

【0231】

「潤滑層形成用溶液」

実施例 1～20 および比較例 1～4 で得られた化合物を、それぞれフッ素系溶媒であるバートレル（登録商標）XF（商品名、三井デュポンフロロケミカル社製）に溶解し、保護層上に塗布した時の膜厚が 9 Å～10 Å になるように、さらに、バートレル XF で希釈し、潤滑層形成用溶液とした。

【0232】

「磁気記録媒体」

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

保護層までの各層の形成された磁気記録媒体の保護層上に、実施例 1～20 および比較例 1～4 の潤滑層形成用溶液を、ディップ法により塗布した。ディップ法は、浸漬速度 10 mm/sec、浸漬時間 30 sec、引き上げ速度 1.2 mm/sec の条件で行った。

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

【0233】

（膜厚測定）

このようにして得られた実施例 1～20 および比較例 1～4 の磁気記録媒体の有する潤滑層の膜厚を、FT-IR（商品名：Nicolet iS50、Thermo Fisher Scientific 社製）を用いて測定した。その結果を表 1 に示す。

【0234】

また、実施例 1～20 および比較例 1～4 の磁気記録媒体に対して、以下に示す化学物質耐性試験とピックアップ抑制試験を行なった。その結果を表 1 に示す。

【0235】

（化学物質耐性試験）

以下に示す評価手法により、高温環境下において汚染物質を生成させる環境物質による磁気記録媒体の汚染を調べた。なお、以下に示す評価手法では、環境物質として Si イオンを用い、環境物質によって生成された磁気記録媒体を汚染する汚染物質の量として Si 吸着量を測定した。

【0236】

具体的には、評価対象である磁気記録媒体を、温度 85℃、湿度 0% の高温環境下で、シロキサン系 Si ゴムの存在下に 240 時間保持した。次に、磁気記録媒体の表面に存在する Si 吸着量を、二次イオン質量分析法（SIMS）を用いて分析測定し、Si イオンによる汚染の程度を Si 吸着量として評価した。Si 吸着量の評価は、比較例 1 の結果を 1.00 としたときの数値を用いて評価した。その結果を表 1 に示す。数値が小さいほど、化学物質耐性が優れている。

【0237】

（ピックアップ抑制試験）

スピンスタンドに磁気記録媒体および磁気ヘッドを装着し、常温減圧下（約 250 torr）で、磁気記録媒体を回転させながら、10 分間磁気ヘッドを定点浮上させた。その後、磁気ヘッドの磁気記録媒体と相対する面（潤滑層の表面）を、ESCA（Electron Spectroscopy for Chemical Analysis）分析装置を用いて分析した。そして、ESCA で測定したフッ素由来のピークの強度（信号強度（a.u.））から、磁気ヘッドへの潤滑剤の付着量を以下に示す基準により評価した。

【0238】

「ピックアップ抑制試験評価」

◎（優）：E S C A 信号強度が 5 0 0 以下と非常に小さい（ヘッドへの潤滑剤の付着量が非常に少ない）

○（良）：E S C A 信号強度が 5 0 1 以上 1 0 0 0 以下と小さい（ヘッドへの潤滑剤の付着量が少ない）

×（不可）：E S C A 信号強度が 1 0 0 1 以上と大きい（ヘッドへの潤滑剤の付着量が多量である）

【0239】

また、実施例 1～20 および比較例 1～4 の化合物および磁気記録媒体について、以下に示す基準に基づいて総合評価を行った。その結果を表 1 に示す。

（総合評価）

○（良）：耐熱性評価が○であり、S i 吸着量が 0.60 以下、かつピックアップ抑制試験評価が◎（優）または○（良）である。

×（不可）：総合評価の○（良）の基準を満たさない。

【0240】

表 1 に示すように、実施例 1～20 では、耐熱性試験、化学物質耐性試験（S i 吸着量）、およびピックアップ抑制試験の結果が、いずれも良好であり、総合評価が○（良）であった。

これに対し、比較例 1～4 は、耐熱性試験、化学物質耐性試験（S i 吸着量）、およびピックアップ抑制試験の結果を総合すると、実施例 1～20 と比較して劣る結果であり、総合評価が×（不可）であった。

【0241】

より詳細には、式（1）における R^1 で示される有機基に代えて、二重結合を含む鎖状構造を有する化合物（P）を用いた比較例 1 では、耐熱性試験の評価が×であり、化学物質耐性試験の結果が劣るものであった。

また、式（1）における R^1 で示される有機基に代えて、ベンゼン環を有する化合物（Q）を用いた比較例 2 では、ピックアップ抑制試験の評価が×（不可）であった。

また、式（1）における R^1 で示される有機基に代えて、直鎖アルキル基を有する化合物（R）を用いた比較例 3 では、化学物質耐性試験の結果が劣るものであった。

また、式（1）における R^1 で示される有機基に代えて、末端が水酸基で置換された直鎖アルキル基を有する化合物（S）を用いた比較例 4 では、化学物質耐性試験の結果が劣るものであった。

【0242】

以上の結果から、磁気記録媒体の保護層上に、実施例 1～20 の化合物を含む潤滑層を形成することで、厚みが 9 Å～10 Å と薄くても、ピックアップが生じにくく、化学物質耐性および耐熱性に優れた潤滑層が得られることがわかった。

【産業上の利用可能性】

【0243】

本発明は、厚みを薄くしても、優れた化学物質耐性および耐熱性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できる含フッ素エーテル化合物を提供する。

本発明の含フッ素エーテル化合物を含む磁気記録媒体用潤滑剤を用いることにより、厚みが薄くても、優れた耐熱性および化学物質耐性を有し、ピックアップの抑制された潤滑層を形成できる。

【符号の説明】

【0244】

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

10

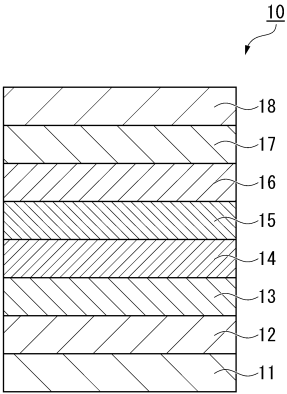
20

30

40

50

【図面】
【図 1】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

C 1 0 M 105/54 (2006.01)	C 1 0 M 105/54
C 1 0 M 105/56 (2006.01)	C 1 0 M 105/56
C 1 0 M 105/62 (2006.01)	C 1 0 M 105/62
C 1 0 M 105/68 (2006.01)	C 1 0 M 105/68
G 1 1 B 5/725(2006.01)	G 1 1 B 5/725
C 1 0 N 20/04 (2006.01)	C 1 0 N 20:04
C 1 0 N 30/00 (2006.01)	C 1 0 N 30:00
C 1 0 N 30/08 (2006.01)	C 1 0 N 30:08
C 1 0 N 40/18 (2006.01)	C 1 0 N 40:18

Z

(56)参考文献

国際公開第2018/159232 (WO, A1)

国際公開第2017/154403 (WO, A1)

国際公開第2019/049585 (WO, A1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 0 7 C 43/13
 C 0 7 C 43/196
 C 0 7 C 217/52
 C 0 7 C 235/40
 C 0 7 C 255/46
 C 1 0 M 105/54
 C 1 0 M 105/56
 C 1 0 M 105/62
 C 1 0 M 105/68
 G 1 1 B 5/725
 C 1 0 N 20/04
 C 1 0 N 30/00
 C 1 0 N 30/08
 C 1 0 N 40/18
 C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)