

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-245492

(P2009-245492A)

(43) 公開日 平成21年10月22日(2009.10.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
G 1 1 B 5/725 (2006.01)	G 1 1 B 5/725	4 H 1 0 4
G 1 1 B 5/84 (2006.01)	G 1 1 B 5/84 B	5 D 0 0 6
C 1 O M 105/54 (2006.01)	C 1 O M 105/54	5 D 1 1 2
C 1 O M 107/38 (2006.01)	C 1 O M 107/38	
C 1 O N 20/04 (2006.01)	C 1 O N 20:04	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-88953 (P2008-88953)
 (22) 出願日 平成20年3月30日 (2008. 3. 30)

(71) 出願人 000113263
 H O Y A 株式会社
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
 (74) 代理人 100113343
 弁理士 大塚 武史
 (72) 発明者 下川 貢一
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 H O
 Y A 株式会社内
 Fターム(参考) 4H104 BD06A CD04A EA03A LA03 LA20
 PA16
 5D006 AA01 AA02 AA06
 5D112 AA07 BC01 BC05 FA10

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク及びその製造方法

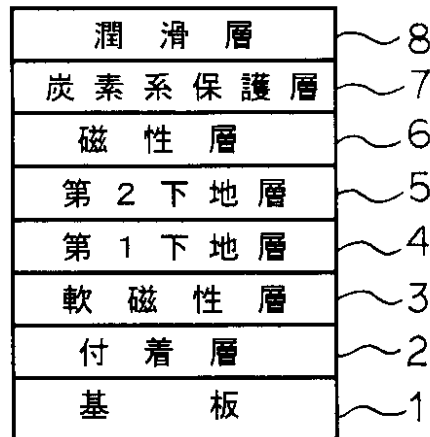
(57) 【要約】

【課題】潤滑層を構成する潤滑剤特性、特に流動性、表面エネルギー、C F T特性などの特性に優れ、近年の急速な高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量のもとで、また用途の多様化に伴う非常に厳しい環境耐性のもとで高信頼性を有する磁気ディスクを提供する。

【解決手段】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ディスクであって、かかる潤滑層は、特定のパーフルオロポリエーテル系潤滑剤と、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも2個のヒドロキシル基を有する2価の連結基を介して結合している化合物からなる潤滑剤とを混合した潤滑剤が成膜されてなる。

【選択図】 図1

磁気ディスク 10



【特許請求の範囲】

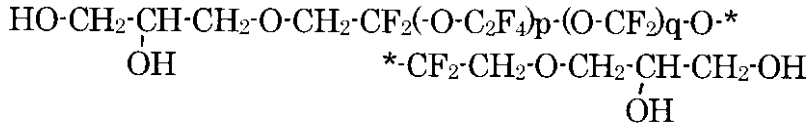
【請求項 1】

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ディスクであって、

前記潤滑層は、

化学式

【化 1】



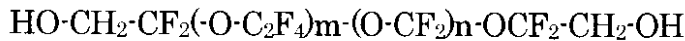
10

[式中の p、q は自然数である。]

で示される化合物、及び、

化学式

【化 2】



[式中の m、n は自然数である。]

20

で示される化合物から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤 a と、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも 2 個のヒドロキシル基を有する 2 価の連結基を介して結合している化合物を含有する潤滑剤 b と、を含有する潤滑剤 c が成膜されてなることを特徴とする磁気ディスク。

【請求項 2】

前記潤滑剤 b の数平均分子量 (Mn) が、1000 ~ 10000 の範囲であることを特徴とする請求項 1 に記載の磁気ディスク。

【請求項 3】

30

前記潤滑剤 c は、前記潤滑剤 a / 前記潤滑剤 b の重量比が 8 : 2 ~ 2 : 8 であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の磁気ディスク。

【請求項 4】

前記保護層は、プラズマ CVD 法により成膜された炭素系保護層であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れかに記載の磁気ディスク。

【請求項 5】

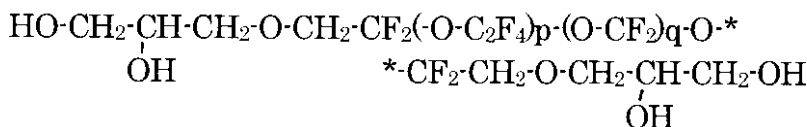
ロードアンロード方式の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクであることを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れかに記載の磁気ディスク。

【請求項 6】

基板上に、少なくとも磁性層と保護層と潤滑層を順次形成する磁気ディスクの製造方法であって、

化学式

【化 3】

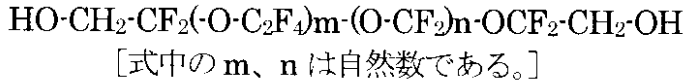


[式中の p、q は自然数である。]

40

50

で示される化合物、及び、
化学式
【化 4】



で示される化合物から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤 を分子量分画して、重量平均分子量 (Mw) が 3000 ~ 7000、分子量分散度を 1.2 以下とした潤滑剤 a を作製し、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも 2 個のヒドロキシル基を有する 2 価の連結基を介して結合している化合物からなる潤滑剤 b を作製し、前記潤滑剤 a と前記潤滑剤 b とを混合した潤滑剤 c を作製し、該潤滑剤 c を前記保護層上に成膜して前記潤滑層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

10

【請求項 7】

前記分子量分画は超臨界抽出法で行うことを特徴とする請求項 6 に記載の磁気ディスクの製造方法。

【請求項 8】

前記潤滑層を成膜した後に、前記磁気ディスクを 50 ~ 150 の雰囲気中に曝すことを特徴とする請求項 6 又は 7 に記載の磁気ディスクの製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はハードディスクドライブ (以下、HDD と略記する) などの磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスク及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年の情報処理の大容量化に伴い、各種の情報記録技術が開発されている。特に磁気記録技術を用いた HDD の面記録密度は年率 100% 程度の割合で増加し続けている。最近では、HDD 等に用いられる 2.5 インチ径磁気ディスクにして、1 枚当り 60 G バイトを超える情報記録容量が求められるようになってきており、このような所要に應えるためには 1 平方インチ当り 100 G ビットを超える情報記録密度を実現することが求められる。HDD 等に用いられる磁気ディスクにおいて高記録密度を達成するためには、情報信号の記録を担う磁気記録層を構成する磁性結晶粒子を微細化すると共に、その層厚を低減していく必要があった。ところが、従来より商業化されている面内磁気記録方式 (長手磁気記録方式、水平磁気記録方式とも呼称される) の磁気ディスクの場合、磁性結晶粒子の微細化が進展した結果、超常磁性現象により記録信号の熱的安定性が損なわれ、記録信号が消失してしまう、熱揺らぎ現象が発生するようになり、磁気ディスクの高記録密度化への阻害要因となっていた。

30

40

【0003】

この阻害要因を解決するために、近年、垂直磁気記録方式用の磁気記録媒体が提案されている。垂直磁気記録方式の場合では、面内磁気記録方式の場合とは異なり、磁気記録層の磁化容易軸は基板面に対して垂直方向に配向するよう調整されている。垂直磁気記録方式は面内記録方式に比べて、熱揺らぎ現象を抑制することができるので、高記録密度化に対して好適である。このような垂直磁気記録媒体としては、例えば特開 2002-74648 号公報に記載されたような、基板上に軟磁性体からなる軟磁性下地層と、硬磁性体からなる垂直磁気記録層を備える、いわゆる二層型垂直磁気記録ディスクが知られている。

【0004】

ところで、従来の磁気ディスクは、磁気ディスクの耐久性、信頼性を確保するために、基

50

板上に形成された磁気記録層の上に、保護層と潤滑層を設けている。特に最表面に用いられる潤滑層は、長期安定性、化学物質耐性、摩擦特性、耐熱特性等の様々な特性が求められる。

【0005】

このような要求に対し、従来は磁気ディスク用潤滑剤として、分子中にヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル系潤滑剤が多く用いられてきた。例えば、特開昭62-66417号公報(特許文献1)などには、 $\text{HOCH}_2\text{CF}_2\text{O}(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_p(\text{CF}_2\text{O})_q\text{CH}_2\text{OH}$ の構造をもつパーフルオロアルキルポリエーテル潤滑剤を塗布した磁気記録媒体などが知られている。潤滑剤の分子中にヒドロキシル基が存在すると、保護層とヒドロキシル基との相互作用により、潤滑剤の保護層への付着特性が得られることが知られている。

10

【0006】

【特許文献1】特開昭62-66417号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

上述したように、最近のHDDでは100Gbit/inch²以上の情報記録密度が要求されるようになってきたが、これは一つに、HDDが従来のコンピュータ用記憶装置としてのニーズに加えて、携帯電話やカーナビゲーションシステム、デジタルカメラ等に搭載されるようになってきたことと関係がある。

これらの新規用途の場合、HDDを搭載する筐体スペースがコンピュータに比べて著しく小さいので、HDDを小型化する必要がある。このためには、HDDに搭載する磁気ディスクの径を小径化する必要がある。例えば、コンピュータ用途では3.5インチ型や2.5インチ型の磁気ディスクを用いることが出来たが、上記新規用途の場合では、これよりも小径の、例えば1.8インチ型~0.8インチ型などの小径磁気ディスクが用いられる。このように磁気ディスクを小径化した場合であっても一定以上の情報容量を格納させる必要があるので、勢い、情報記録密度の向上に拍車がかかることになる。

20

【0008】

また、限られたディスク面積を有効に利用するために、従来のCSS(Contact Start and Stop)方式に代えてLUL(Load Unload:ロードアンロード)方式のHDDが用いられるようになってきた。LUL方式では、HDDの停止時には、磁気ヘッドを磁気ディスクの外に位置するランプと呼ばれる傾斜台に退避させておき、起動動作時には磁気ディスクが回転開始した後に、磁気ヘッドをランプから磁気ディスク上に滑動させ、浮上飛行させて記録再生を行なう。停止動作時には磁気ヘッドを磁気ディスク外のランプに退避させたのち、磁気ディスクの回転を停止する。この一連の動作はLUL動作と呼ばれる。LUL方式のHDDに搭載される磁気ディスクでは、CSS方式のような磁気ヘッドとの接触摺動領域(CSS領域)を設ける必要がなく、記録再生領域を拡大させることができ、高情報容量化にとって好ましいからである。

30

【0009】

このような状況の下で情報記録密度を向上させるためには、磁気ヘッドの浮上量を低減させることにより、スペーシングロスを取りなく低減する必要がある。1平方インチ当り100Gビット以上の情報記録密度を達成するためには、磁気ヘッドの浮上量は10nm以下にする必要がある。LUL方式ではCSS方式と異なり、磁気ディスク面上にCSS用の凸凹形状を設ける必要がなく、磁気ディスク面上を極めて平滑化することが可能となる。よってLUL方式のHDDに搭載される磁気ディスクでは、CSS方式に比べて磁気ヘッド浮上量を一段と低下させることができるので、記録信号の高S/N比化を図ることができ、磁気ディスク装置の高記録容量化に資することができるという利点もある。

40

【0010】

最近のLUL方式の導入に伴う、磁気ヘッド浮上量の一段の低下により、10nm以下の低浮上量においても、磁気ディスクが安定して動作することが求められるようになってきた。とりわけ上述したように、近年、磁気ディスクは面内磁気記録方式から垂直磁気記録

50

方式に移行しており、磁気ディスクの大容量化、それに伴うフライングハイトの低下が強く要求されている。

【0011】

磁気ヘッドの浮上量が例えば10nm以下の低浮上量となると、磁気ヘッドは浮上飛行中に空気分子を介して磁気ディスク面上の潤滑層に断熱圧縮及び断熱膨張を繰り返し作用させるようになり、潤滑層は繰り返し加熱冷却を受けやすくなり、このため潤滑層を構成する潤滑剤の低分子化が促進され易くなっている。潤滑剤が低分子化すると流動性が高まり、保護層との密着性が低下する。そして、流動性の高まった潤滑剤は、極狭な位置関係にある磁気ヘッドに移着堆積し、その結果、浮上姿勢が不安定となりフライングスティクション障害を発生させるものと考えられる。特に、最近導入されてきたNPAB（負圧）スライダ

10

【0012】

また一方で、潤滑剤の流動性が低いと、修復性がなくなり、好適な潤滑性能を発揮できなくなり、特に低浮上量の下では潤滑剤が適度な修復性を有することは重要な課題である。また、成膜した潤滑層の表面エネルギーが高いと、潤滑層の表面に水分や有機コンタミ等を吸着し易くなり、特に低浮上量の下では、潤滑層表面に吸着された水分や有機コンタミ等が磁気ヘッドへ移着する可能性が高くなる。

20

【0013】

さらに、最近では磁気ディスク装置の応答速度を敏速化するために、磁気ディスクの回転速度を高めることが行なわれている。たとえばモバイル用途に好適な小径の1.8インチ型磁気ディスク装置は、5400rpm以上の高速で回転させることで応答特性を高めることが行なわれている。このような高速で磁気ディスクを回転させると、回転に伴う遠心力により潤滑層が移動（マイグレーション）して、磁気ディスク面内で潤滑層膜厚が不均一となり、低浮上量の下では磁気ディスク表面と磁気ヘッドとの接触による障害が顕在化してきた。

【0014】

前述したように、最近では、磁気ディスク装置は、従来のパーソナルコンピュータの記憶装置としてだけでなく、携帯電話、カーナビゲーションシステムなどのモバイル用途にも多用されるようになってきており、使用される用途の多様化により、磁気ディスクに求められる環境耐性は非常に厳しいものになってきている。したがって、これらの状況に鑑みると、従来にもまして、磁気ディスク表面の耐久性や、潤滑層を構成する潤滑剤の例えば流動性、表面エネルギー、定点浮上特性（CFT特性）などの特性の更なる向上が急務となっている。

30

【0015】

また、近年の磁気ディスクの急速な情報記録密度向上に伴い、磁気ヘッドと磁気ディスクの記録層間の磁気スペーシングの低減が求められており、磁気ヘッドと磁気ディスクの記録層の間に存在する潤滑層は、より一層の薄膜化が必要となってきている。磁気ディスクの最表面の潤滑層に用いられる潤滑剤は、磁気ディスクの耐久性に大きな影響を及ぼすが、たとえ薄膜化しても、磁気ディスクにとって安定性、信頼性は不可欠である。

40

【0016】

このように、潤滑層の長期安定性に優れ、近年の高記録密度化に伴う磁気スペーシングの低減や、磁気ヘッドの低浮上量のもとでの高信頼性を有する磁気ディスクの実現が求められ、さらには使用される用途の多様化などにより、磁気ディスクに求められる環境耐性は非常に厳しいものになってきているため、従来にもまして、磁気ディスク表面の耐久性や、潤滑層を構成する潤滑剤特性のより一層の向上が求められている。

【0017】

本発明は、このような従来の場合に鑑みなされたもので、その目的とするところは、潤滑

50

層を構成する潤滑剤特性、特に流動性、表面エネルギー、CFT特性などの特性に優れ、近年の急速な高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量のもとで、また用途の多様化に伴う非常に厳しい環境耐性のもとで高信頼性を有する磁気ディスク及びその製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明者は、磁気ディスク用潤滑剤について鋭意検討した結果、以下の発明により、前記課題が解決できることを見出し、本発明を完成させた。

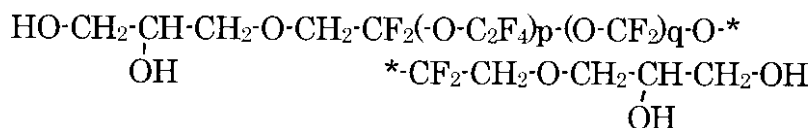
すなわち、本発明は以下の構成を有する。

(構成1) 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ディスクであって、前記潤滑層は、

化学式

【0019】

【化1】



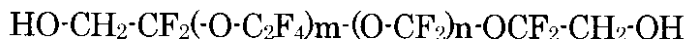
[式中のp、qは自然数である。]

で示される化合物、及び、

化学式

【0020】

【化2】



[式中のm、nは自然数である。]

で示される化合物から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤aと、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも2個のヒドロキシル基を有する2価の連結基を介して結合している化合物を含有する潤滑剤bと、を含有する潤滑剤cが成膜されてなることを特徴とする磁気ディスクである。

【0021】

(構成2) 前記潤滑剤bの数平均分子量(Mn)が、1000~10000の範囲であることを特徴とする構成1に記載の磁気ディスクである。

(構成3) 前記潤滑剤cは、前記潤滑剤a/前記潤滑剤bの重量比が8:2~2:8であることを特徴とする構成1又は2に記載の磁気ディスクである。

【0022】

(構成4) 前記保護層は、プラズマCVD法により成膜された炭素系保護層であることを特徴とする構成1乃至3の何れかーに記載の磁気ディスクである。

(構成5) ロードアンロード方式の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクであることを特徴とする構成1乃至4の何れかーに記載の磁気ディスクである。

【0023】

(構成6) 基板上に、少なくとも磁性層と保護層と潤滑層を順次形成する磁気ディスクの製造方法であって、

化学式

【0024】

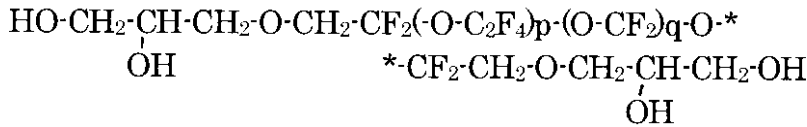
10

20

30

40

【化3】



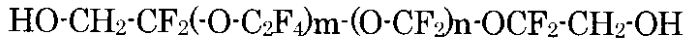
[式中の p、q は自然数である。]

で示される化合物、及び、

化学式

【0025】

【化4】



[式中の m、n は自然数である。]

で示される化合物から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤を分子量分画して、重量平均分子量 (Mw) が 3000 ~ 7000、分子量分散度を 1.2 以下とした潤滑剤 a を作製し、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも 2 個のヒドロキシル基を有する 2 価の連結基を介して結合している化合物からなる潤滑剤 b を作製し、前記潤滑剤 a と前記潤滑剤 b とを混合した潤滑剤 c を作製し、該潤滑剤 c を前記保護層上に成膜して前記潤滑層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法である。

【0026】

(構成7) 前記分子量分画は超臨界抽出法で行うことを特徴とする構成6に記載の磁気ディスクの製造方法である。

(構成8) 前記潤滑層を成膜した後に、前記磁気ディスクを 50 ~ 150 の雰囲気曝すことを特徴とする構成6又は7に記載の磁気ディスクの製造方法である。

【0027】

構成1に係る発明によれば、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ディスクであって、前記潤滑層は、特定の潤滑剤化合物、すなわち前記潤滑剤 a と前記潤滑剤 b とを混合して含有する潤滑剤 c を成膜してなることにより、潤滑層を構成する潤滑剤特性、特に流動性、表面エネルギー、CFT 特性などの特性に優れ、近年の急速な高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量のもとで、しかも用途の多様化に伴う非常に厳しい環境耐性のもとで高信頼性を有する磁気ディスクが得られる。

【0028】

また、構成2に係る発明にあるように、前記潤滑剤 b の数平均分子量 (Mn) が、1000 ~ 10000 の範囲であることが特に好ましい。前記潤滑剤 a と混合して用いた場合、適度な粘度による修復性を備え、好適な潤滑性能を発揮し、しかも優れた耐熱性を兼ね備えることができるからである。

【0029】

また、構成3に係る発明にあるように、前記潤滑剤 c は、前記潤滑剤 a / 前記潤滑剤 b の重量比が 8 : 2 ~ 2 : 8 であることが本発明による作用効果を好適に発揮されるため、特に好ましい。

また、構成4に係る発明にあるように、前記保護層は、プラズマ CVD 法により成膜された炭素系保護層であることが特に好ましい。プラズマ CVD 法によれば、表面が均一で密に成膜された炭素系保護層を形成でき、本発明にとっては好適だからである。

【0030】

また、構成5に係る発明にあるように、本発明の磁気ディスクは、特に LUL 方式の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクとして好適である。LUL 方式の導入に伴う磁気

10

20

30

40

50

ヘッド浮上量の一段の低下により、10nm以下の低浮上量においても磁気ディスクが安定して動作することが求められるようになってきており、低浮上量のもとで高い信頼性を有する本発明の磁気ディスクは好適である。

【0031】

また、構成6に係る発明にあるように、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ディスクの製造方法であって、前記潤滑剤aと前記潤滑剤bを作製し、さらにこれらを混合した潤滑剤cを作製して、保護層上に成膜して潤滑層を形成することにより、潤滑層を構成する潤滑剤特性、特に流動性、表面エネルギー、CFT特性などの特性に優れ、近年の急速な高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量のもとで、しかも用途の多様化に伴う非常に厳しい環境耐性のもとで高信頼性を有する磁気ディスクが得られる。

10

【0032】

また、構成7に係る発明にあるように、上記分子量分画を超臨界抽出法で行うことが好適である。

また、構成8に係る発明にあるように、上記潤滑層を成膜した後に、磁気ディスクを50～150の雰囲気中に曝すことにより、成膜した潤滑層の保護層への付着性をより向上させることができる。

【発明の効果】

【0033】

本発明によれば、潤滑層を構成する潤滑剤特性、特に流動性、表面エネルギー、CFT特性などの特性に優れ、近年の急速な高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量のもとで、しかも用途の多様化に伴う非常に厳しい環境耐性のもとで高信頼性を有する磁気ディスクを提供することができる。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0034】

以下、本発明を実施の形態により詳細に説明する。

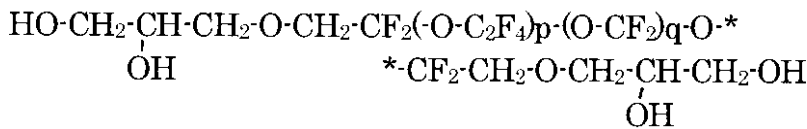
本発明の磁気ディスクは、基板上に、少なくとも磁性層と保護層と潤滑層が順次設けられた磁気ディスクであって、前記潤滑層は、

化学式

【0035】

30

【化5】



[式中のp、qは自然数である。]

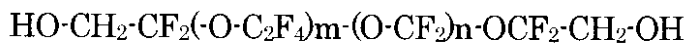
で示される化合物(以下、本発明に係る潤滑剤化合物(I)と称する)、及び、

化学式

40

【0036】

【化6】



[式中のm、nは自然数である。]

で示される化合物(以下、本発明に係る潤滑剤化合物(II)と称する)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤aと、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも2個のヒドロキシル基を有する2価の連結基を介して結合している化合物(以下、

50

本発明に係る潤滑剤化合物(III)と称する)を含有する潤滑剤bと、を含有する潤滑剤cが成膜されてなる。

【0037】

本発明の磁気ディスクにおける潤滑層に含有される本発明に係る潤滑剤化合物(I)は、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し、且つ末端には4個のヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル系化合物である。また、本発明に係る潤滑剤化合物(II)は、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し、且つ末端には2個のヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル系化合物である。なお、これらのパーフルオロポリエーテル系潤滑剤は、市販品としては、例えばソルベイソレクス社製のフォンブリンゼットトラオール(商品名)およびフォンブリンゼットドール(商品名)を用いることができる。

10

【0038】

また、本発明に係る潤滑剤(III)は、構造中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し、且つ末端にはヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル基同士が、構造中に少なくとも2個のヒドロキシル基を有する2価の連結基を介して結合している化合物である。上記2価の連結基は、構造中に少なくとも2個のヒドロキシル基を有するものであればよく、たとえば、 $-(CR_1R_2)-$ で示される基を有する基である。ここで、 R_1 、 R_2 はそれぞれ水素原子またはヒドロキシル基である。

【0039】

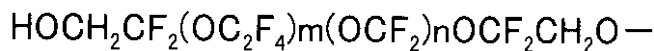
上記パーフルオロポリエーテル基は、その構造中に例えば、 $-(OC_2F_4)_m-(OCF_2)_n-$ (m 、 n はそれぞれ1以上の整数である。)で示されるパーフルオロポリエーテル主鎖を有し、且つ末端にはヒドロキシル基を有するものであり、かかるパーフルオロポリエーテル基としては、例えば下記式(1)で示される基が好ましく挙げられる。

20

式(1)

【0040】

【化7】



30

式中、 m 、 n はそれぞれ1以上の整数である。

【0041】

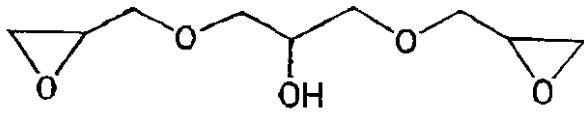
本発明に係る潤滑剤(III)の製造方法としては、たとえば、分子中にパーフルオロポリエーテル主鎖を有し且つ末端にヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル化合物の2当量と、該パーフルオロポリエーテル化合物と反応してヒドロキシル基を生成しうる構造を有する脂肪族化合物の1当量とを反応させることによる製造方法が好ましく挙げられる。

上記脂肪族化合物としては、例えば、末端にエポキシド構造を有するジエポキシ化合物が好ましく挙げられる。このような化合物を用いることにより、本発明に係る潤滑剤(III)を高純度、高収率で得ることが可能である。このようなジエポキシ化合物の具体的例示を以下に挙げるが、本発明はこれには限定されない。

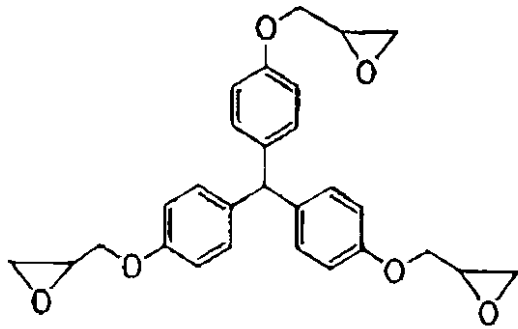
40

【0042】

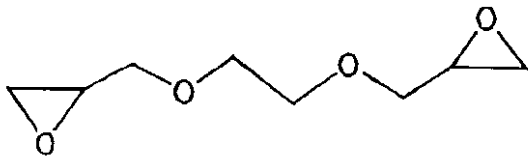
【化 8】



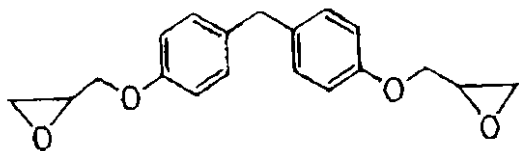
10



20



30



40

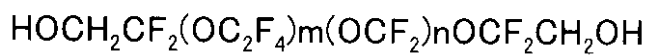
【 0 0 4 3 】

また、上記パーフルオロポリエーテル化合物としては、たとえば分子末端にヒドロキシル基を有する下記式(II)で示されるパーフルオロジオール化合物が挙げられる。

式(II)

【 0 0 4 4 】

【化 9】



式中、 m 、 n はそれぞれ1以上の整数である。

【 0 0 4 5 】

50

つまり、塩基条件下で、末端にヒドロキシル基を有するパーフルオロポリエーテル化合物を塩基に作用させアルコキッドとし、このアルコキッドが、末端にエポキッド構造を有する脂肪族化合物と求核開環反応を行うことにより、パーフルオロポリエーテル化合物同士が上記脂肪族化合物から変じた連結基を介して結合された2量体化合物が得られる。

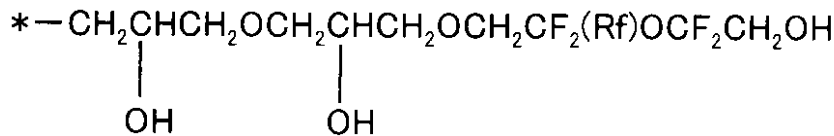
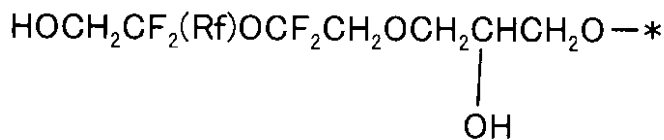
以下に、本発明に係る潤滑剤(III)の例示化合物を挙げるが、本発明はこれらの化合物には限定されない。

【0046】

【化10】

例示化合物

10



20

Rf : $-(\text{OC}_2\text{F}_4)_m(\text{OCF}_2)_n-$ (m,n = 1以上の整数)

【0047】

本発明では、潤滑層を構成する潤滑剤として、本発明に係る潤滑剤化合物(I)及び本発明に係る潤滑剤化合物(II)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤aと、本発明に係る潤滑剤化合物(III)を含有する潤滑剤bとを含有する潤滑剤cが用いられる。したがって、本発明に係る潤滑剤化合物(I)と本発明に係る潤滑剤化合物(III)、本発明に係る潤滑剤化合物(II)と本発明に係る潤滑剤化合物(III)、本発明に係る潤滑剤化合物(I)と本発明に係る潤滑剤化合物(II)と本発明に係る潤滑剤化合物(III)のいずれかの組み合わせにより用いられる。

30

【0048】

本発明に係る潤滑剤(I)および(II)の分子量は特に制約はされないが、市販品を用いる場合には、適当な方法で分子量分画することにより、例えば重量平均分子量(Mw)が、3000~7000程度の範囲であることが好ましく、4000~6000の範囲であることが更に好ましい。また、分子量分画することにより、分子量分散度(重量平均分子量(Mw)/数平均分子量(Mn)比)を1.2以下とするのが好ましい。

40

【0049】

また、本発明に係る潤滑剤(III)の分子量についても特に制約はされないが、例えば数平均分子量(Mn)が、1000~10000の範囲であることが好ましく、1000~6000の範囲であることが更に好ましい。前記潤滑剤aと混合して用いた場合、適度な粘度による修復性を備え、好適な潤滑性能を発揮し、しかも優れた耐熱性を兼ね備えることができるからである。また、本発明に係る潤滑剤(III)を適当な方法で分子量分画することにより、分子量分散度(重量平均分子量(Mw)/数平均分子量(Mn)比)を1.2以下とするのが好ましい。

本発明において、分子量分画する方法に特に制限を設ける必要は無いが、例えば、超臨界抽出法による分子量分画や、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法による

50

分子量分画などを用いることができる。

【0050】

本発明では、本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅰ)及び本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅱ)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤 a と、本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅲ)を含有する潤滑剤 b とを混合した潤滑剤 c を用いるが、この潤滑剤 c は、潤滑剤 a / 潤滑剤 b の重量比が 8 : 2 ~ 2 : 8 であることが本発明による作用効果が好適に発揮されるため、特に好ましい。さらに好ましくは、潤滑剤 a / 潤滑剤 b の重量比が 4 : 6 ~ 6 : 4 である。

【0051】

本発明に係る潤滑剤を用いて潤滑層を成膜するにあたっては、本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅰ)及び本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅱ)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤 を分子量分画して、例えば重量平均分子量 (M w) が 3 0 0 0 ~ 7 0 0 0 、分子量分散度を 1 . 2 以下とした潤滑剤 a を作製し、本発明に係る潤滑剤化合物(Ⅲ)を適宜分子量分画して潤滑剤 b を作製し、次いで潤滑剤 a と潤滑剤 b とを混合した潤滑剤 c を作製し、該潤滑剤 c を適当な溶媒に分散溶解させた溶液を用いて、例えばディップ法により塗布して成膜することができる。溶媒としては、例えばフッ素系溶媒 (三井デュボンフロロケミカル社製商品名パートレル X F など) を好ましく用いることができる。潤滑層の成膜方法はもちろん上記ディップ法には限らず、スピンコート法、スプレイ法、ペーパーコート法などの成膜方法を用いてもよい。

本発明においては、成膜した潤滑層の保護層への付着力をより向上させるために、成膜後に磁気ディスクを 5 0 ~ 1 5 0 の雰囲気にもよい。

【0052】

本発明にあつては、潤滑層の膜厚は、4 ~ 1 8 とするのがよい。4 未満では、潤滑層としての潤滑性能が低下する場合がある。また 1 8 を超えると、薄膜化の観点から好ましくなく、またフライスティクション障害が発生する場合があり、また L U L 耐久性が低下する場合がある。

【0053】

また、本発明における保護層としては、炭素系保護層を好ましく用いることができる。特にアモルファス炭素保護層が好ましい。保護層はとくに炭素系保護層であることにより、本発明に係る潤滑剤の極性基 (特にヒドロキシル基) と保護層との相互作用が一層高まり、本発明による作用効果がより一層発揮されるため好ましい態様である。なお、炭素系保護層と潤滑層の付着力を調節するために、炭素系保護層を水素化炭素及び / 又は窒素化炭素として、水素及び / 又は窒素の含有量を調節することにより制御することが可能である。この場合、水素の含有量は水素前方散乱法 (H F S) で測定したときに 3 ~ 2 0 原子% とするのが好ましい。また、窒素の含有量は X 線光電子分光分析法 (X P S) で測定したときに、4 ~ 1 2 原子% とするのが好ましい。

【0054】

本発明における炭素系保護層においては、水素及び / 又は窒素は保護層全体に均一に含有される必要はなく、とくに保護層の潤滑層側に窒素を含有させ、磁性層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。

【0055】

本発明において炭素系保護層を用いる場合は、例えば D C 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が、特にプラズマ C V D 法により成膜されたアモルファス炭素保護層とすることが好ましい。プラズマ C V D 法により成膜することで保護層表面が均一となり密に成膜される。従って、より粗さが小さい C V D 法で成膜された保護層上に本発明による潤滑層を形成することは好ましい。

本発明にあつては、保護層の膜厚は、2 0 ~ 7 0 とするのがよい。2 0 未満では、保護層としての性能が低下する場合がある。また 7 0 を超えると、薄膜化の観点から好ましくない。

【0056】

本発明の磁気ディスクにおいては、基板はガラス基板であることが好ましい。ガラス基板は剛性があり、平滑性に優れるので、高記録密度化には好適である。ガラス基板としては、例えばアルミノシリケートガラス基板が挙げられ、特に化学強化されたアルミノシリケートガラス基板が好適である。

本発明においては、上記基板の主表面の粗さは、 R_{max} が6nm以下、 R_a が0.6nm以下の超平滑であることが好ましい。なお、ここでいう表面粗さ R_{max} 、 R_a は、JIS B 0601の規定に基づくものである。

【0057】

本発明の磁気ディスクは、基板上に少なくとも磁性層と保護層と潤滑層を備えているが、本発明において、上記磁性層は特に制限はなく、面内記録方式用磁性層であっても、垂直記録方式用磁性層であってもよいが、とくに垂直記録方式用磁性層は近年の急速な高記録密度化の実現に好適である。とりわけ、C o P t系磁性層であれば、高保磁力と高再生出力を得ることができるので好適である。

10

【0058】

本発明の磁気ディスクにおいては、基板と磁性層との間に、必要に応じて下地層を設けることができる。また、該下地層と基板との間に付着層や軟磁性層等を設けることもできる。この場合、上記下地層としては、例えば、Cr層、Ta層、Ru層、あるいはCrMo、CoW、CrW、CrV、CrTi合金層などが挙げられ、上記付着層としては、例えば、CrTi、NiAl、AlRu合金層などが挙げられる。また、上記軟磁性層としては、例えばCoZrTa合金膜などが挙げられる。

20

【0059】

本発明の磁気ディスクは、特にLUL方式の磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクとして好適である。LUL方式の導入に伴う磁気ヘッド浮上量の一段の低下により、10nm以下の低浮上量においても磁気ディスクが安定して動作することが求められるようになってきており、低浮上量のもとで高い信頼性を有する本発明の磁気ディスクは好適である。

【実施例】

【0060】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。

(実施例1)

図1は、本発明の一実施例による磁気ディスク10である。

磁気ディスク10は、基板1上に、付着層2、軟磁性層3、第1下地層4、第2下地層5、磁性層6、炭素系保護層7、潤滑層8が順次形成されてなる。

30

【0061】

(潤滑剤の製造)

本発明に係る潤滑剤化合物(I)を含有するソルベイソレクシス社製のフォンブリンゼットテトラオール(商品名)を超臨界抽出法で分子量分画し、 M_w が3000、分子量分散度が1.08とした潤滑剤aを作製した。また、前記式(II)で示されるパーフルオロジオール化合物の2当量と、前記例示のジエポキシ化合物の1当量とを塩基条件下で反応させることにより、前記の例示の潤滑剤化合物(本発明に係る潤滑剤化合物(III))を製造した。具体的には、上記の両化合物をアセトン中で攪拌し、水酸化ナトリウムを加えてさらにリフラックス(reflux)した。なお、反応温度、時間等の条件はそれぞれ適宜設定した。このようにして得られた化合物からなる潤滑剤は、超臨界抽出法により適宜分子量分画を行い、NMR法を用いて測定した M_n が4000、分子量分散度が1.25とした潤滑剤bを作製した。次いで、上記潤滑剤aと潤滑剤bとを、重量比1:1で混合した潤滑剤cを作製した。

40

【0062】

(磁気ディスクの製造)

化学強化されたアルミノシリケートガラスからなる2.5インチ型ガラスディスク(外径65mm、内径20mm、ディスク厚0.635mm)を準備し、ディスク基板1とした

50

。ディスク基板 1 の主表面は、 R_{max} が 2.13 nm 、 R_a が 0.20 nm に鏡面研磨されている。

このディスク基板 1 上に、DC マグネトロンスパッタリング法により、Ar ガス雰囲気中で、順次、Ti 系の付着層 2、Fe 系の軟磁性層 3、NiW の第 1 下地層 4、Ru の第 2 下地層 5、CoCrPt 磁性層 6 を成膜した。この磁性層は垂直磁気記録方式用磁性層である。

引き続き、プラズマ CVD 法により、ダイヤモンドライク炭素保護層 7 を膜厚 50 \AA で成膜した。

【0063】

次に、潤滑層 8 を以下のようにして形成した。

上記のように製造した潤滑剤 c を、フッ素系溶媒である三井デュボンフロロケミカル社製 パートレル XF (商品名) に 0.2 重量\% の濃度で分散溶解させた溶液を調整した。この溶液を塗布液とし、保護層 7 まで成膜された磁気ディスクを浸漬させ、ディップ法で塗布することにより潤滑層 8 を成膜した。

成膜後に、磁気ディスクを真空焼成炉内で $130 \text{ }^\circ\text{C}$ 、90 分間で加熱処理した。潤滑層 8 の膜厚をフーリエ変換型赤外分光光度計 (FTIR) で測定したところ 12 \AA であった。こうして、実施例 1 の磁気ディスク 10 を得た。

【0064】

(実施例 2)

本発明に係る潤滑剤化合物 (I) を含有するソルベイソレクシス社製のフォンプリンゼットテトラオール (商品名) と、本発明に係る潤滑剤化合物 (II) を含有するソルベイソレクシス社製のフォンプリンゼットジオール (商品名) とを重量比 $1:1$ で混合したものを超臨界抽出法で分子量分画し、 M_w が 3000 、分子量分散度が 1.08 とした潤滑剤 a を作製した。次いで、上記潤滑剤 a と、実施例 1 と同様にして作製した潤滑剤 b とを、重量比 $1:1$ で混合した潤滑剤 c を作製した。この潤滑剤 c を用いて潤滑層を成膜したこと以外は実施例 1 と同様にして実施例 2 の磁気ディスクを製造した。

【0065】

(実施例 3)

本発明に係る潤滑剤化合物 (II) を含有するソルベイソレクシス社製のフォンプリンゼットジオール (商品名) を超臨界抽出法で分子量分画し、 M_w が 3000 、分子量分散度が 1.08 とした潤滑剤 a を作製した。次いで、上記潤滑剤 a と、実施例 1 と同様にして作製した潤滑剤 b とを、重量比 $4:6$ で混合した潤滑剤 c を作製した。この潤滑剤 c を用いて潤滑層を成膜したこと以外は実施例 1 と同様にして実施例 3 の磁気ディスクを製造した。

【0066】

次に、以下の試験方法により、実施例 1 ~ 3 に用いた潤滑剤及び磁気ディスクの評価を行った。

(1) 流動性

磁気ディスクを、高温環境下、回転数 5400 rpm の HDD にセットし、 500 時間連続運転した後、HDD から取り出し、潤滑層の膜厚測定を行い、試験前後の膜厚変動を確認することにより、流動性評価を行った。膜厚変動のほとんど生じない場合を「○」、膜厚変動の生じた場合を「×」として評価した。

(2) 表面エネルギー

2 種以上の表面張力が既知の液体を磁気ディスク表面に滴下し、その接触角を測定した。そして、その接触角の測定データを用いてフォークスの式を解くことにより、表面自由エネルギーを求めた。

(3) OSA 検査

光学式表面分析装置 (OSA) を用い、S 波と P 波に分離した斜め波 (Q 波) を磁気ディスク表面に照射した場合の磁気ディスク表面における反射時の位相ずれを利用し、カーボン膜の磨耗を観察した。その結果、問題のない場合を「○」、カーボン膜の磨耗が若干観察された場合を「△」、さらに磨耗の程度が大きい場合を「×」として評価した。

10

20

30

40

50

(4) CFT特性試験(定位置浮上試験)

定点位置は、ディスク内周側(ディスク半径15mm位置)とした。なお、CFT試験は過酷環境とするために、温度70℃、相対湿度80%の環境で実施した。その結果、連続4週間の定点連続浮上に耐久することができ、過酷な条件下においても、CFT特性に極めて優れている場合を「○」、連続4週間に満たないで故障した場合を「×」、連続2週間に満たないで故障した場合を「△」として評価した。

以上の結果はまとめて後記表1に示す。

【0067】

(比較例1)

本発明に係る潤滑剤化合物(I)を含有するソルベイソレクシス社製のフロンゼットテトラオール(商品名)と、本発明に係る潤滑剤化合物(II)を含有するソルベイソレクシス社製のフロンゼットジオール(商品名)とを重量比1:1で混合したものを超臨界抽出法で分子量分画し、Mwが3000、分子量分散度が1.08とした潤滑剤を作製し、この潤滑剤を用いて潤滑層を成膜したこと以外は実施例1と同様にして比較例1の磁気ディスクを製造した。

10

【0068】

(比較例2)

実施例1と同様にして作製した潤滑剤bを単独で用いて潤滑層を成膜したこと以外は実施例1と同様にして比較例2の磁気ディスクを製造した。

実施例と同様の試験方法により、比較例1,2に用いた潤滑剤及び磁気ディスクの評価を行った。結果は下記表1に示す。

20

【0069】

【表1】

表1	流動性	表面エネルギー	OSA観察	CFT特性	総合評価
実施例1	○	17~18	○	○	○
実施例2	○	17~18	○	○	○
実施例3	○	17~18	○	○	○
比較例1	○	22	×	×	×
比較例2	○	17~18	△	△	△

30

【0070】

上記表1の結果から、本発明に係る潤滑剤化合物(I)及び本発明に係る潤滑剤化合物(II)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤aと、本発明に係る潤滑剤化合物(III)を含有する潤滑剤bとを混合した潤滑剤cを用いた実施例1~3においては良好な結果が得られた。これに対して、本発明に係る潤滑剤化合物(I)及び本発明に係る潤滑剤化合物(II)から選ばれる少なくとも一つの化合物を含有する潤滑剤aを単独で用いた比較例1と、本発明に係る潤滑剤化合物(III)を含有する潤滑剤bを単独で用いた比較例2においては、少なくともいずれかの評価結果が悪く、総合評価として良好な評価は得られなかった。

40

【図面の簡単な説明】

【0071】

【図1】本発明の磁気ディスクの一実施例の模式的断面図である。

【符号の説明】

【0072】

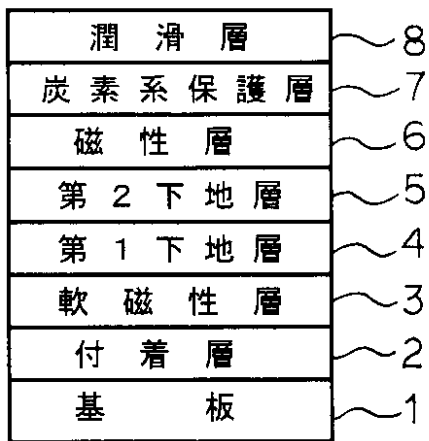
- 1 基板
- 2 付着層

50

- 3 軟磁性層
- 4 第1下地層
- 5 第2下地層
- 6 磁性層
- 7 炭素系保護層
- 8 潤滑層
- 10 磁気ディスク

【図1】

磁気ディスク 10



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 1 0 N	30/00	(2006.01)	C 1 0 N 30:00	Z
C 1 0 N	30/06	(2006.01)	C 1 0 N 30:06	
C 1 0 N	40/18	(2006.01)	C 1 0 N 40:18	