

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2015 年 12 月 23 日(23.12.2015)



(10) 国際公開番号

WO 2015/194293 A1

- (51) 国際特許分類:
C10M 105/70 (2006.01) C10M 105/72 (2006.01)
C07C 309/06 (2006.01) G11B 5/725 (2006.01)
C07C 311/48 (2006.01) C10N 30/06 (2006.01)
C07C 317/04 (2006.01) C10N 30/08 (2006.01)
C07D 233/58 (2006.01) C10N 40/18 (2006.01)
C10M 105/54 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/064241
- (22) 国際出願日: 2015 年 5 月 18 日(18.05.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-126336 2014 年 6 月 19 日(19.06.2014) JP
- (71) 出願人: デクセリアルズ株式会社 (DEXERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 Tokyo (JP).

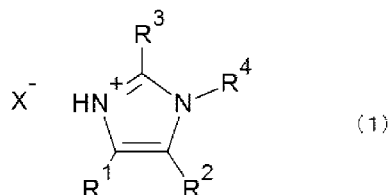
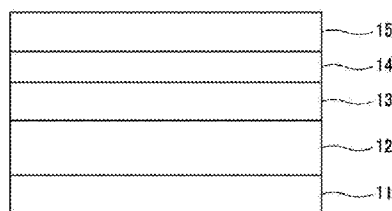
- (72) 発明者: 近藤 洋文(KONDO, Hirofumi); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 初田 弘毅(HATSUDA, Kouki); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 伊藤 牧八(ITO, Makiya); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 多納 信郎(TANO, Nobuo); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). ユン キョンソン(YUN, Kyung-sung); 〒1410032 東京都品川区大崎一丁目 1 番 2 号 ゲートシティ大崎イーストタワー 8 階 デクセリアルズ株式会社内 Tokyo (JP). 渡邊 正義(WATANABE, Masayoshi); 〒2408501 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台 7 9-5 横浜国立大学内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 廣田 浩一, 外(HIROTA, Koichi et al.); 〒1510053 東京都渋谷区代々木 1-24-1 O

[続葉有]

(54) Title: IONIC LIQUID, LUBRICANT, AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: イオン液体、潤滑剤及び磁気記録媒体

[図1]



(57) Abstract: This lubricant contains a protic ionic liquid having a conjugate acid (B⁺) and a conjugate base (X⁻), the ionic liquid is represented by general formula (1), and the conjugate base is one of the conjugate base of sulfonic acid, the conjugate base of sulfonimide, or the conjugate base of trisulfonylmethide. Here, in general formula (1), R¹ and R² are hydrogen atoms, or R¹ and R² form a benzene ring together with the carbon atoms to which each is bonded, R³ represents a straight-chain hydrocarbon group having at least 10 carbon atoms, and R⁴ represents a hydrogen atom or a hydrocarbon group.

(57) 要約: 共役酸 (B⁺) と共役塩基 (X⁻) とを有し、プロトン性であるイオン液体を含有し、前記イオン液体が、下記一般式 (1) で表され、前記共役塩基が、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかである潤滑剤である。ただし、前記一般式 (1) 中、R¹ 及び R² は、水素原子であるか、又は R¹ 及び R² は、それらが結合されている炭素原子と一緒になってベンゼン環を形成し、R³ は、炭素数 10 以上の直鎖状の炭化水素基を表し、R⁴ は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。



ＴＳビル４階 山の手合同国際特許事務所
Tokyo (JP).

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

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：イオン液体、潤滑剤及び磁気記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は、プロトン性イオン液体、該イオン液体を含有する潤滑剤、及びそれを用いた磁気記録媒体に関する。

背景技術

[0002] 従来、薄膜磁気記録媒体では、磁気ヘッドと媒体表面における摩擦や摩耗を減少させるために磁性層表面に潤滑剤が塗布される。実際の潤滑剤の膜厚は、スティクションのような接着を避けるため、分子レベルになる。それゆえ、薄膜磁気記録媒体において、最も重要なことは、あらゆる環境下においても、優れた耐摩耗性を有する潤滑剤の選択にあるといっても過言ではない。

[0003] 磁気記録媒体のライフにおいて、脱離、スピノフ、化学的な劣化などを生じさせずに、潤滑剤を媒体表面に存在させることは重要である。潤滑剤を媒体表面に存在させることは、薄膜磁気記録媒体の表面が平滑になるほど困難となる。これは、薄膜磁気記録媒体が塗布型磁気記録媒体のような潤滑剤の補充能力を有していないからである。

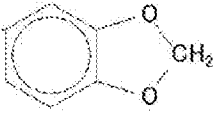
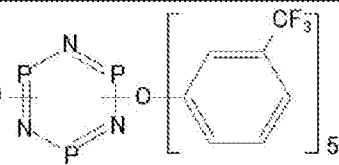
[0004] また、潤滑剤と磁性層表面の保護膜との接着力が弱い場合には、加熱や摺動時に潤滑剤膜厚の減少が生じ、摩耗を加速することになるため、多量の潤滑剤が必要とされる。多量の潤滑剤は、移動性の潤滑剤となり、消失した潤滑剤の補充機能を持たせることができる。しかし、過剰な潤滑剤は、潤滑剤の膜厚を表面疎度よりも大きくするため、接着に関連する問題が生じ、致命的な場合にはスティクションとなってドライブ不良の原因になるというジレンマがある。これらの摩擦の問題は、従来のパーフルオロポリエーテル（P F P E）系潤滑剤では、十分には解決されていない。

[0005] 特に、表面平滑性の高い薄膜磁気記録媒体では、これらのトレードオフを解消するために、新規潤滑剤が分子設計され、合成されている。また、P F

P E の潤滑性に関する報告が数多く提出されている。このように、磁気記録媒体において、潤滑剤は、大変重要なものである。

[0006] 表 1 に、代表的な P F P E 系潤滑剤の化学構造を示す。

[0007] [表1]

フオンブリン系潤滑剤	
	$X-CF_2(OCF_2CF_2)_n(OCF_2)_mOCF_2-X$ ($0.5 < n/m < 1$)
Z	$X=-OCF_3$
Z-DOL	$X=-CH_2OH$
Z-DIAC	$X=-COOH$
Z-Tetraol	$X=-CH_2OCH_2CHCH_2OH$ OH
AM2001	$X=-CH_2OCH_2$ 
それ以外の潤滑剤	
A20H	$HOCH_2CF_2(OCF_2CF_2)_n(OCF_2)_mOCF_2CH_2O$ 
Mono	$F-(CF_2CF_2CF_2O)_i-CF_2CF_2CH_2-N(C_3H_7)_2$

[0008] 表 1 中の Z-DOL は、一般に使用されている薄膜磁気記録媒体用の潤滑剤の一つである。また、Z-Tetraol (ZTMD) は、機能性の水酸基を P F P E の主鎖にさらに導入したものであり、ヘッドメディアインターフェイスの隙間を減少させながらドライブの信頼性を高めるとの報告がある。A20H は、P F P E 主鎖のルイス酸やルイス塩基による分解を抑え、トライボロジー特性を改善するとの報告がある。一方、Mono は、高分子主鎖及び極性基が、上記の P F P E と異なり、それぞれポリノルマルプロピル

オキシとアミンであり、ニアコンタクトにおける接着相互作用を減少させるとの報告がある。

[0009] しかし、融点が高く熱的に安定と考えられる一般的な固体潤滑剤では、非常に高感度である電磁変換プロセスを妨害し、また、ヘッドによって削られた摩耗粉が走行トラックに生じるために摩耗特性が悪くなる。前述のように液体潤滑剤では、ヘッドによる摩耗によって取り除かれた潤滑剤に対して隣の潤滑層から移動して補充するといった移動性がある。しかし、この移動性のために、特に高温では、ディスク稼働中にディスク表面からスピノフして潤滑剤が減少し、その結果、防護機能が失われる。このため、粘度が高くまた低揮発性の潤滑剤が好適に用いられており、蒸発速度を抑え、ディスクドライブの寿命を延ばすことを可能としている。

[0010] これらの潤滑機構から鑑みると、薄膜磁気記録媒体に用いられる低摩擦、低摩耗の潤滑剤への要求としては、以下のようになる。

- (1) 低揮発性であること。
- (2) 表面補充機能のために低表面張力であること。
- (3) 末端極性基とディスク表面への相互作用があること。
- (4) 使用期間での分解、減少がないように、熱的及び酸化安定性が高いこと。
- (5) 金属、ガラス、高分子に対して化学的に不活性で、ヘッドやガイドに対して摩耗粉を生じないこと。
- (6) 毒性、可燃性がないこと。
- (7) 境界潤滑特性に優れていること。
- (8) 有機溶媒に溶解すること。

[0011] 近年、蓄電材料、分離技術、触媒技術などにおいて、イオン液体が、有機や無機材料合成のための環境にやさしい溶媒の一つとして、注目を集めている。イオン液体は、低融点の熔融塩という大きな範疇に入るが、一般的には、その中でも融点が100℃以下のものをいう。潤滑剤として使用するイオン液体の重要な特性として、揮発性が低いこと、可燃性がないこと、熱的に

安定であること、溶解性能に優れていることがある。それゆえイオン液体はその特徴から、真空中や高温中等の極限環境下における新規潤滑剤としての適用も期待されている。また単一の自己形成量子ドットトランジスタのゲートにイオン液体を使用することによりトランジスタの制御性を従来の100倍に高める技術も知られている。この技術では、イオン液体が電気二重層を形成し1 nm程度の絶縁膜として働いたことにより大きな電気容量が得られている。

[0012] その中でイミダゾール系非プロトン性イオン液体に関してはかなりの報告例がある。例えば金属やセラミックス表面での摩擦及び摩耗が、あるイオン液体を用いることにより、従来の炭化水素系潤滑剤と比較して低減することがある。例えばフルオロアルキル基で置換してイミダゾールカチオンベースのイオン液体が合成され、アルキルイミダゾリウムのテトラフルオロホウ酸塩やヘキサフルオロリン酸塩が、鋼、アルミニウム、銅、単結晶 SiO_2 、シリコン、サイアロンセラミックス ($\text{Si}-\text{Al}-\text{O}-\text{N}$) に用いた場合、環状フォスファゼン ($\text{X}-1\text{P}$) やPFPEよりも優れたトライボロジー特性を示すとの報告がある。また、アンモニウムベースのイオン液体では、弾性流体から境界潤滑領域において、ベースオイルよりも摩擦を低下させる報告もある。

[0013] また、ビス（フルオロスルホニル）イミドイミダゾリウムを主成分とする非プロトン性イオン液体に、長鎖のアルキル基を持つイミダゾール系化合物を添加して得られる合成潤滑剤が提案されている（特許文献1参照）。この提案の技術では、摩擦試験終了後の試験鋼板上に生じた磨耗痕を観察したところ、提案の合成潤滑剤は、長鎖のアルキル基を持つイミダゾール系化合物を添加しない系に対して、摩擦係数が低下し磨耗が改善されたことが確認されている。

[0014] また、イミダゾリウムを有するイオン液体系潤滑剤のほとんどは、ホウ素をベースとするアニオンであるテトラフルオロボレート $[\text{BF}_4]^-$ をベースとすること、が報告されている（非特許文献1～5参照）。

また、 BF_4^- を有する非プロトン性イオン液体は、鋼鉄－鋼鉄接触、及び鋼鉄－アルミニウム接触において著しく良好なトライボロジー性能を有することが報告されている（非特許文献6参照）。

これらの報告では、 BF_4^- が優れたトライボロジー性能を有することが示唆されているが、残念ながら、詳細な機構については記載されていない。

[0015] また、 X-IP 、及びパーフルオロポリエーテル（ PFPE ）などの従来の高温潤滑剤と比較して、鉄鋼－鉄鋼接触において、 20°C 及び 100°C で優れたトライボロジー性能を示す潤滑剤が提案されている（非特許文献7参照）。

[0016] しかしながら、 BF_4^- は親水性であり水分に対する感応性が高いため、トライボロジー、及び他の工業用途において望ましくないものとなっている。これらのアニオンは、水分に非常に感応的であり、加水分解してフッ化水素を生じ得る。即ち、これらの生成物は、様々なトライボ化学反応によって腐食を引き起こし、それによって機械システム中の基板に損傷が引き起こされるおそれがある。そのため、アニオンの疎水性を高めて水分に対する反応性を低下させて、種々の環境化においても優れたトライボロジー特性を持つ潤滑剤が必要とされている。

[0017] イオン液体として有用であるフッ素化アニオンを含むイミダゾリウム系新規イオン液体は、以下のようなものが提案されている。

例えば、フッ素系末端を有するイミダゾール誘導イオン液体（非特許文献8参照）、ビス（トリフルオロメタンスルホネート）アミドアニオンを有するイミダゾリウム誘導イオン液体（非特許文献9参照）などが提案されている。

また、1位にオクタデシル基を持つイミダゾリウムの部分フッ素化スルホネート系非プロトン性イオン液体が提案されている（特許文献2参照）。しかし、この提案の技術では、実際の応用特性については触れられていない。

[0018] また、イオン液体は、ベースオイルへの添加剤としての効果が調べられたり、化学的な及びトライボ化学的な反応が潤滑機構を理解するうえで研究さ

れたりしているが、磁気記録媒体としての応用例はほとんどない。

[0019] その中で、プロトン性のイオン液体（PIL）は、ブレンステッド酸とブレンステッド塩基との当量の化学反応によって形成される化合物の総称である。パーフルオロオクタン酸アルキルアンモニウム塩は、PILであるが、前述のZ-DOLと比較して、著しく磁気記録媒体の摩擦低減の効果があることが報告されている（特許文献3及び4、並びに非特許文献10～12参照）。

また、プロトン性イオン液体は非プロトン性イオン液体に対して合成が容易で、例えば窒素の4級塩を合成する必要がなく、ただ酸と塩基との等モル量を混合することにより合成することができるので、例えば、熱安定性を高める等の分子設計範囲も非常に広がる。

[0020] スルホン酸アンモニウム塩を用いて酸の pK_a と塩基の pK_a との差（ ΔpK_a ）を大きくすることにより、熱安定性を高めた磁気記録媒体用の潤滑剤が報告されている（非特許文献13参照）。この報告では、 ΔpK_a の数値により潤滑剤の熱安定性のメカニズムが異なっており、DG/DTAから、 ΔpK_a の数値が小さい場合には、重量減少が吸熱的であり、蒸発により重量減少が起こるのに対して、 ΔpK_a の数値が大きい場合には、重量減少が発熱的であり、重量減少は熱分解が支配的であることが確認されている。

[0021] ところで、ハードディスクの面記録密度は、 $1\text{ Tb/in}^2 \sim 2.5\text{ Tb/in}^2$ を目指して開発が行われている。現在、磁性粒子の微細化を大前提として、大容量化技術への精力的な開発が続けられている。大容量化の技術として、実効フライングハイトの減少、Single Writeの導入（BMP）などがある。

[0022] また、次世代記録技術として、「熱アシスト記録（Heat Assisted Magnetic Recording）」がある。図3に、熱アシスト磁気記録の概略を示す。なお、図3において、符号1は、レーザー光を示し、符号2は、近接場光を示し、符号3は、記録ヘッド（PMR素子）を示し、符号4は、再生ヘッド（TMR素子）を示す。この技術の課題とし

ては、記録再生時にレーザーで記録部分を加熱するために、磁性層表面の潤滑剤の蒸発あるいは分解による耐久性の悪化が挙げられる。熱アシスト磁気記録は、短い時間ではあるが400℃以上とも言われる高温に晒される可能性があり、一般に使用されている薄膜磁気記録媒体用の潤滑剤Z-DOLやカルボン酸アンモニウム塩系潤滑剤では、その熱的な安定性が懸念されている。

先行技術文献

特許文献

[0023] 特許文献1：特開2010-168544号公報

特許文献2：特開2009-511434号公報

特許文献3：特許第2581090号公報

特許文献4：特許第2629725号公報

非特許文献

[0024] 非特許文献1：Ye, C., Liu, W., Chen, Y., Yu, L. : Room-temperature ionic liquids: a novel versatile lubricant. Chem. Commun. 2244-2245 (2001).

非特許文献2：Liu, W., Ye, C., Gong, Q., Wang, H., Wang, P. : Tribological performance of room-temperature ionic liquids as lubricant. Tribol. Lett. 13 (2002) 81-85.

非特許文献3：Chen, Y. X., Ye, C. F., Wang, H. Z., Liu, W. M. : Tribological performance of an ionic liquid as a lubricant for steel/aluminium contacts. J. Synth. Lubri. 20 (2003) 217-225.

非特許文献4：Jimenez, A. E., Bermudez, M. D., I

glesias, P. , Carrion, F. J. , Martinez-Nicolas, G. : 1-N-alkyl-3-methylimidazolium ionic liquids as neat lubricants and lubricant components in steel aluminum contacts. *Wear* 260 (2006) 766-782.

非特許文献5: Yu, G. , Zhou, F. , Liu, W. , Liang, Y. , Yan, S. : Preparation of functional ionic liquids and tribological investigation of their ultra-thin films. *Wear* 260 (2006) 1076-1080.

非特許文献6: Q. Zhang, Z. Li, J. Zhang, S. Zhang, L. Zhu, J. Yang, X. Zhang, Y. J. Deng. Physicochemical properties of nitrile-functionalized ionic liquids. *J. Phys. Chem. B*, 2007, 111, 2864-2872

非特許文献7: L. Wenga, X. Liu, Y. Liang, Q. Xue. Effect of tetraalkylphosphonium based ionic liquids as lubricants on the tribological performance of a steel-on-steel system. *Tribol. Lett.* 26 (2007) 11-17.

非特許文献8: Merriganら、*Chem. Comm.* (2000) 2051~2052)

非特許文献9: Wasserscheidら、*Green Chemistry* (2002) 4: 134~138

非特許文献10: Kondo, H. , Seto, J. , Haga. S. , Ozawa, K. , (1989) *Novel Lubrica*

nts for Magnetic Thin Film Media,
Magnetic Soc. Japan, Vol. 13, Supp
l. No. S1, pp. 213-218

非特許文献11: Kondo, H., Seki, A., Watanabe, H., & Seto, J., (1990). Frictional Properties of Novel Lubricants for Magnetic Thin Film Media, IEEE Trans. Magn. Vol. 26, No. 5, (Sep. 1990), pp. 2691-2693, , ISSN: 0018-9464

非特許文献12: Kondo, H., Seki, A., & Kita, A., (1994a). Comparison of an Amide and Amine Salt as Friction Modifiers for a Magnetic Thin Film Medium. Tribology Trans. Vol. 37, No. 1, (Jan. 1994), pp. 99-105, ISSN: 0569-8197

非特許文献13: Hirofumi Kondo, Makiya Ito, Kouki Hatsuda, Kyungsung Yun, Masayoshi Watanabe, New ionic liquid lubricants for magnetic thin film media IEEE Trans. Magn., 2013, Vol. 49, issue 7, pp. 3756-3759

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0025] 本発明は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、高温においても優れた潤滑性を有するイオン液体、高温においても優れた潤滑性を有する潤滑剤、及び高温においても

優れた実用特性を有する磁気記録媒体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

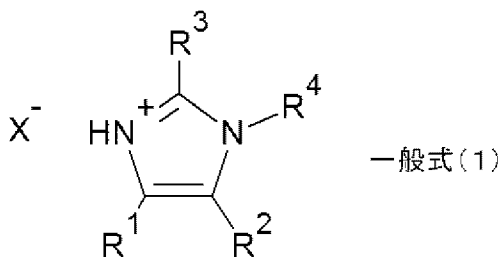
[0026] 前記課題を解決するための手段としては、以下の通りである。即ち、

<1> 共役酸 (B^+) と共役塩基 (X^-) とを有し、プロトン性であるイオン液体を含有し、

前記イオン液体が、下記一般式 (1) で表され、

前記共役塩基が、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかであることを特徴とする潤滑剤である。

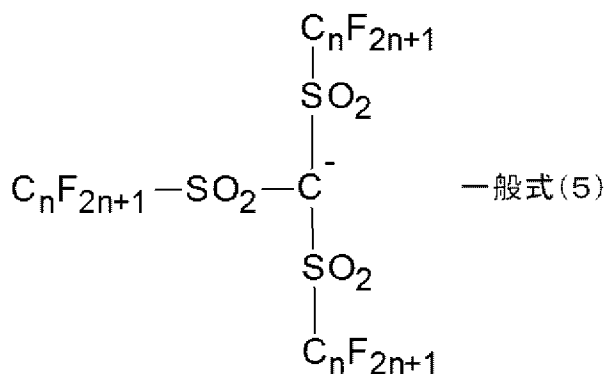
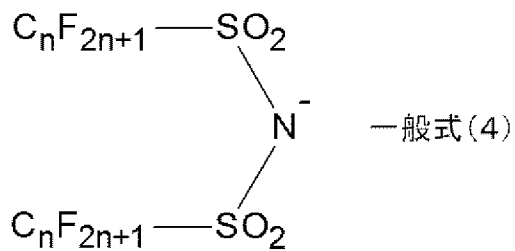
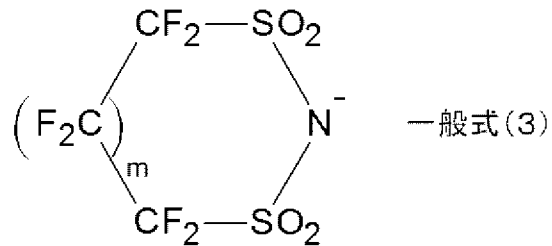
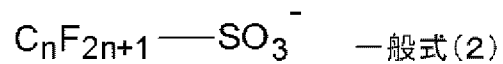
[化1]



ただし、前記一般式 (1) 中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒になってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数 10 以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

<2> 共役塩基が、下記一般式 (2) ~ 一般式 (5) のいずれかで表される前記 <1> に記載の潤滑剤である。

[化2]



ただし、前記一般式(2)中、 n は、0～20の整数を表す。前記一般式(3)中、 m は、0～2の整数を表す。前記一般式(4)中、 n は、0～10の整数を表す。前記一般式(5)中、 n は、0～6の整数を表す。

<3> 非磁性支持体と、前記非磁性支持体上に磁性層と、前記磁性層上に前記<1>から<2>のいずれかに記載の潤滑剤とを有することを特徴とする磁気記録媒体である。

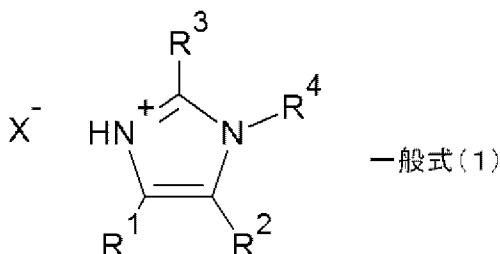
<4> 共役酸(B^+)と共役塩基(X^-)とを有し、

下記一般式（１）で表され、

前記共役塩基が、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかであり、

プロトン性であることを特徴とするイオン液体である。

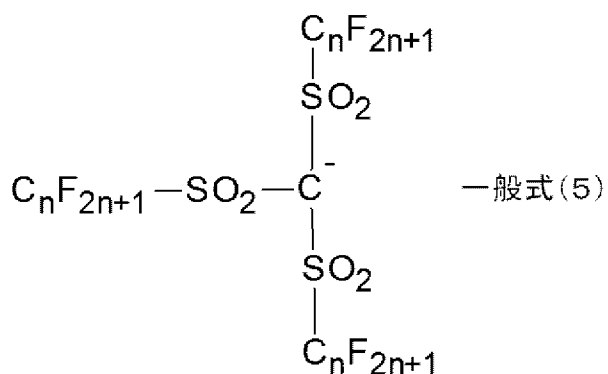
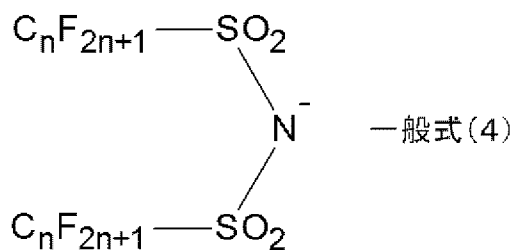
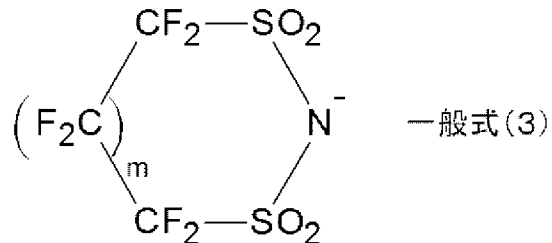
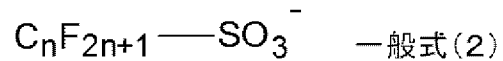
[化3]



ただし、前記一般式（１）中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒になってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数１０以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

<５> 共役塩基が、下記一般式（２）～一般式（５）のいずれかで表される前記<４>に記載のイオン液体である。

[化4]



ただし、前記一般式(2)中、 n は、0～20の整数を表す。前記一般式(3)中、 m は、0～2の整数を表す。前記一般式(4)中、 n は、0～10の整数を表す。前記一般式(5)中、 n は、0～6の整数を表す。

発明の効果

[0027] 本発明によると、従来における前記諸問題を解決することができ、高温においても優れた潤滑性を有するイオン液体、高温においても優れた潤滑性を有する潤滑剤、及び高温においても優れた実用特性を有する磁気記録媒体を

提供することができる。

図面の簡単な説明

[0028] [図1] 図1は、本発明の一実施の形態に係るハードディスクの一例を示す断面図である。

[図2] 図2は、本発明の一実施の形態に係る磁気テープの一例を示す断面図である。

[図3] 図3は、熱アシスト磁気記録を示す概略図である。

[図4] 図4は、実施例1の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図5] 図5は、実施例2の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図6] 図6は、実施例3の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図7] 図7は、実施例4の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図8] 図8は、実施例5の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図9] 図9は、比較例2の生成物のTG/DTA測定結果である。

[図10] 図10は、比較例3の生成物のTG/DTA測定結果である。

発明を実施するための形態

[0029] (潤滑剤、及びイオン液体)

本発明の潤滑剤は、本発明のイオン液体を含有し、更に必要に応じて、その他の成分を含有する。

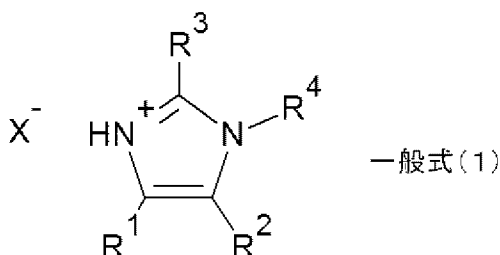
[0030] 前記イオン液体は、共役酸 (B^+) と共役塩基 (X^-) とを有する。

前記イオン液体は、プロトン性である。

前記イオン液体は、下記一般式(1)で表される。

前記共役塩基は、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかである。

[化5]



ただし、前記一般式（１）中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒にあってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数１０以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

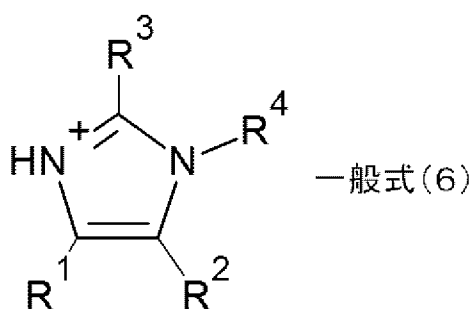
[0031] 本発明者らは、潤滑剤に好適に用いることができるイオン液体について鋭意検討した結果、炭素数１０以上の直鎖状の炭化水素基を有するイミダゾール誘導体を用いた、特定のイミダゾール系イオン液体が、熱安定性が優れることを見出した。更に、本発明者らは、イミダゾール環の２位の炭素原子（２つの窒素原子に挟まれ、それら窒素原子に結合した炭素原子）に、炭素数１０以上の直鎖状の炭化水素基が結合している場合に、特に熱安定性が優れることを見出し、本発明の完成に至った。

[0032] 前記イオン液体において、プロトン性であるとは、前記イオン液体がプロトン供与性を持つことをいい、例えば、前記イオン液体が、前記共役酸（ B^+ ）のカチオン性原子に水素原子が結合している状態をいう。

[0033] <共役酸>

前記共役酸は、下記一般式（６）で表される。

[化6]



ただし、前記一般式（６）中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒にあってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数１０以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

[0034] なお、前記一般式（１）及び一般式（６）における共役酸は、他の共鳴構造（極限構造）を取りうる。即ち、 R^4 が結合する窒素原子がプラスの電荷を

帯び、水素原子が、その窒素原子に結合している共鳴構造（極限構造）を取りうる。本発明においては、そのような共鳴構造（極限構造）を取る共役酸についても、前記一般式（１）及び一般式（６）における共役酸に含む。

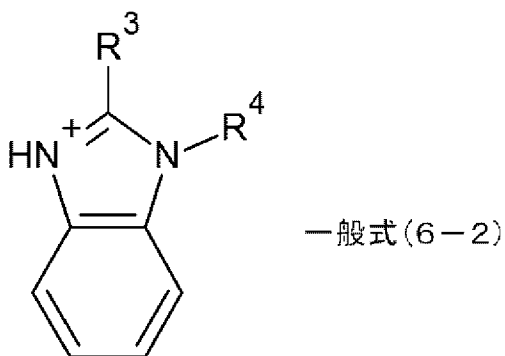
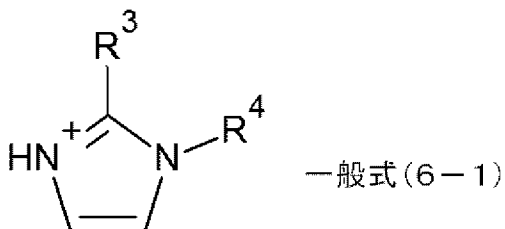
[0035] 前記 R^3 における炭素数が 10 以上の直鎖状の炭化水素基の炭素数の上限値としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、原材料の調達の観点から、前記炭素数は、30 以下が好ましく、25 以下がより好ましく、20 以下が特に好ましい。前記炭化水素基が長鎖であることにより、摩擦係数を低減し、潤滑特性を向上させることができる。

[0036] 前記 R^3 における前記炭化水素基は直鎖状であればよく、飽和炭化水素基でも、一部に二重結合を有する不飽和炭化水素基、又は一部に分岐を有する不飽和分枝炭化水素基のいずれでもよい。これらの中でも、耐摩耗性の観点から飽和炭化水素基であるアルキル基であることが好ましい。また、一部にも分岐を有さない直鎖状の炭化水素基であることも好ましい。

[0037] 前記 R^4 における炭化水素基としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、炭素数が 10 以上の直鎖状の炭化水素基が好ましい。前記炭素数が 10 以上の直鎖状の炭化水素基としては、前記 R^3 で説明した炭化水素基が好ましい。

[0038] 前記共役酸としては、下記一般式（６－１）及び一般式（６－２）のいずれかで表される共役酸が好ましい。

[化7]



ただし、前記一般式(6-1)及び一般式(6-2)中、 R^3 は、炭素数10以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

[0039] <共役塩基(X^-)>

前記共役塩基(X^-)としては、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかであれば、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

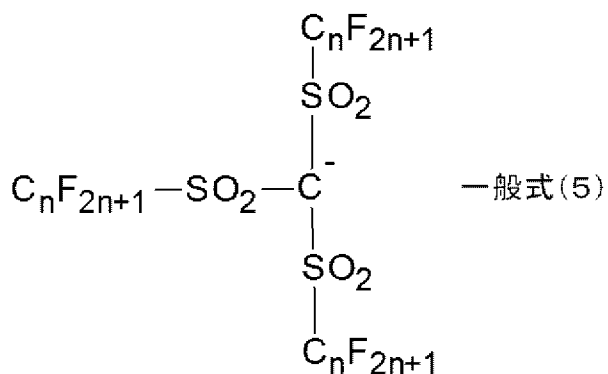
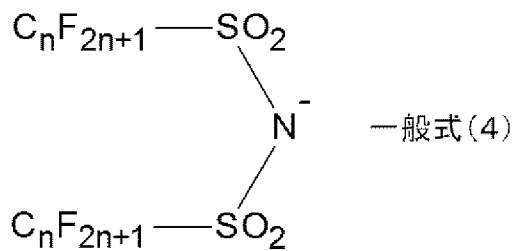
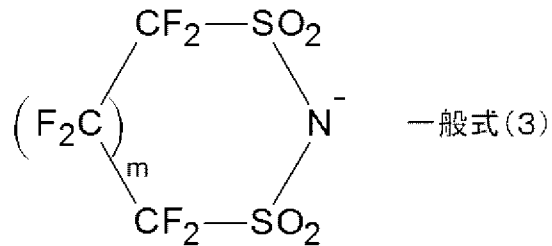
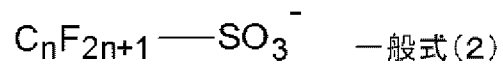
前記スルホン酸の共役塩基としては、例えば、下記一般式(2)で表される共役塩基などが挙げられる。

前記スルホンイミドの共役塩基としては、例えば、下記一般式(3)で表される共役塩基、下記一般式(4)で表される共役塩基などが挙げられる。

前記トリスルホニルメチドの共役塩基としては、例えば、下記一般式(5)で表される共役塩基などが挙げられる。

これらの中でも、下記一般式(2)～(5)で表される共役塩基が特に好ましい。

[化8]



ただし、前記一般式(2)中、 n は、0～20の整数を表す。前記一般式(3)中、 m は、0～2の整数を表す。前記一般式(4)中、 n は、0～10の整数を表す。前記一般式(5)中、 n は、0～6の整数を表す。

[0040] 前記一般式(2)中の n としては、1～10の整数が好ましい。

前記一般式(3)中の m としては、1～2の整数が好ましい。

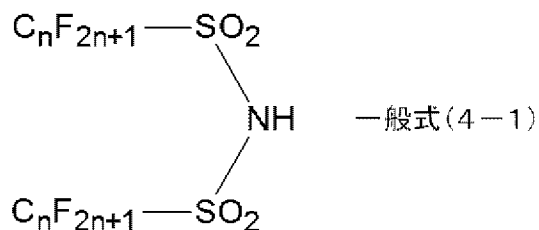
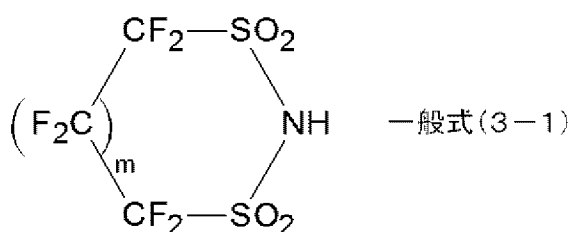
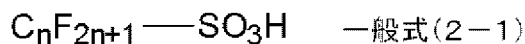
前記一般式(4)中の n としては、0～6の整数が好ましい。

前記一般式(5)中の n としては、0～4の整数が好ましい。

[0041] 前記イオン液体の合成方法としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、前記共役塩基に対応するスルホン酸、又はスルホイミドのアルカリ金属塩と、前記共役酸に対応する塩基の硝酸塩とを当モル量混合して合成する方法、前記共役塩基に対応するスルホン酸と、前記共役酸に対応する塩基とを当モル量混合して合成する方法などが挙げられる。

前記プロトン性イオン液体は、非プロトン性イオン液体と比較して、窒素原子を4級化する必要がなく、単なる酸塩基反応で得られることから、その合成が容易である。しかし、その解離を少なくして熱安定性を高めるためには、酸としてそのpKaが低い酸を使用する必要がある。具体的にはジクロロエタン中でのpKaが-10より小さい、例えば、下記一般式(2-1)で表される酸、下記一般式(3-1)で表される酸、及び下記一般式(4-1)で表される酸が好ましい。

[化9]



ただし、前記一般式(2-1)中、nは、0～20の整数を表す。前記一般式(3-1)中、mは、0～2の整数を表す。前記一般式(4-1)中、nは、0～10の整数を表す。

- [0042] 前記一般式（2-1）中の n としては、1～10の整数が好ましい。
前記一般式（3-1）中の m としては、1～2の整数が好ましい。
前記一般式（4-1）中の n としては、0～6の整数が好ましい。
- [0043] 前記潤滑剤は、前記イオン液体を単独で使用してもよいが、従来公知の潤滑剤と組み合わせて用いてもよい。公知の潤滑剤としては、例えば、長鎖カルボン酸、長鎖カルボン酸エステル、パーフルオロアルキルカルボン酸エステル、カルボン酸パーフルオロアルキルエステル、パーフルオロアルキルカルボン酸パーフルオロアルキルエステル、パーフルオロポリエーテル誘導体などが挙げられる。
- [0044] また、厳しい条件で潤滑効果を持続させるために、質量比30：70～70：30程度の配合比で極圧剤を併用してもよい。前記極圧剤は、境界潤滑領域において部分的に金属接触が生じたときに、これに伴う摩擦熱によって金属面と反応し、反応生成物皮膜を形成することにより、摩擦・摩耗防止作用を行うものである。前記極圧剤としては、例えば、リン系極圧剤、イオウ系極圧剤、ハロゲン系極圧剤、有機金属系極圧剤、複合型極圧剤などのいずれも使用できる。
- [0045] また、必要に応じて防錆剤を併用してもよい。前記防錆剤としては、通常この種の磁気記録媒体の防錆剤として使用可能であるものであればよく、例えば、フェノール類、ナフトール類、キノン類、窒素原子を含む複素環化合物、酸素原子を含む複素環化合物、硫黄原子を含む複素環化合物などが挙げられる。また、前記防錆剤は、潤滑剤として混合して用いてもよいが、非磁性支持体上に磁性層を形成し、その上部に防錆剤層を塗布した後、潤滑剤層を塗布するというように、2層以上に分けて被着してもよい。
- [0046] また、前記潤滑剤の溶媒としては、例えば、イソプロピルアルコール（IPA）、エタノール等のアルコール系溶媒などから単独又は組み合わせて使用することができる。例えば、ノルマルヘキサンのような炭化水素系溶剤やフッ素系溶媒を混合しても使用することができる。
- [0047] （磁気記録媒体）

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

前記磁性層は、前記非磁性支持体上に形成されている。

前記潤滑剤は、前記磁性層上に形成されている。

[0048] 前記潤滑剤は、磁性層が非磁性支持体表面に蒸着やスパッタリング等の手法により形成された、所謂、金属薄膜型の磁気記録媒体に適用することが可能である。また、非磁性支持体と磁性層との間に下地層を介した構成の磁気記録媒体にも適用することもできる。このような磁気記録媒体としては、磁気ディスク、磁気テープなどを挙げることができる。

[0049] 図1は、ハードディスクの一例を示す断面図である。このハードディスクは、基板11と、下地層12と、磁性層13と、カーボン保護層14と、潤滑剤層15とが順次積層された構造を有する。

[0050] また、図2は、磁気テープの一例を示す断面図である。この磁気テープは、バックコート層25と、基板21と、磁性層22と、カーボン保護層23と、潤滑剤層24とが順次積層された構造を有する。

[0051] 図1に示す磁気ディスクにおいて、非磁性支持体は、基板11、下地層12が該当し、図2に示す磁気テープにおいて、非磁性支持体は、基板21が該当する。非磁性支持体として、Al合金板やガラス板等の剛性を有する基板を使用した場合、基板表面にアルマイト処理等の酸化皮膜やNi-P皮膜等を形成して、その表面を硬くしてもよい。

[0052] 磁性層13、22は、メッキ、スパッタリング、真空蒸着、プラズマCVD等の手法により、連続膜として形成される。磁性層13、22としては、Fe、Co、Ni等の金属や、Co-Ni系合金、Co-Pt系合金、Co-Ni-Pt系合金、Fe-Co系合金、Fe-Ni系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる面内磁化記録金属磁性膜や、Co-Cr系合金薄膜、Co-O系薄膜等の垂直磁化記録金属磁性薄膜が例示される。

[0053] 特に、面内磁化記録金属磁性薄膜を形成する場合、予め非磁性支持体上に

B i、S b、P b、S n、G a、I n、G e、S i、T l等の非磁性材料を、下地層12として形成しておき、金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、磁性金属薄膜中にこれら非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して面内等方性を確保するとともに、抗磁力を向上するようにしてもよい。

[0054] また、磁性層13、22の表面に、カーボン膜、ダイヤモンド状カーボン膜、酸化クロム膜、S i O₂膜等の硬質な保護層14、23を形成してもよい。

[0055] このような金属薄膜型の磁気記録媒体に前述の潤滑剤を保有させる方法としては、図1及び図2に示すように、磁性層13、22の表面や、保護層14、23の表面にトップコートする方法が挙げられる。潤滑剤の塗布量としては、0.1mg/m²~100mg/m²であることが好ましく、0.2mg/m²~3mg/m²であることがより好ましい。

[0056] また、図2に示すように、金属薄膜型の磁気テープは、磁性層22である金属磁性薄膜の他に、バックコート層25が必要に応じて形成されていてもよい。

[0057] バックコート層25は、樹脂結合剤に導電性を付与するためのカーボン系微粉末や表面粗度をコントロールするための無機顔料を添加し塗布形成されるものである。本実施の形態においては、前述の潤滑剤を、バックコート層25に内添又はトップコートにより含有させてもよい。また、前述の潤滑剤を、磁性層22とバックコート層25のいずれにも内添、トップコートにより含有させてもよい。

[0058] また、他の実施の形態として、磁性塗料を非磁性支持体表面に塗布することにより磁性塗膜が磁性層として形成される、所謂、塗布型の磁気記録媒体にも潤滑剤の適用が可能である。塗布型の磁気記録媒体において、非磁性支持体や磁性塗膜を構成する磁性粉末、樹脂結合剤などは、従来公知のものがいずれも使用可能である。

[0059] 例えば、前記非磁性支持体としては、例えば、ポリエステル類、ポリオレ

フィン類、セルロース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類、ポリカーボネート等に代表されるような高分子材料により形成される高分子支持体や、アルミニウム合金、チタン合金等からなる金属基板、アルミナガラス等からなるセラミックス基板、ガラス基板などが例示される。また、その形状も何ら限定されるものではなく、テープ状、シート状、ドラム状等、如何なる形態であってもよい。さらに、この非磁性支持体には、その表面性をコントロールするために、微細な凹凸が形成されるような表面処理が施されたものであってもよい。

[0060] 前記磁性粉末としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、コバルト被着 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 等の強磁性酸化鉄系粒子、強磁性二酸化クロム系粒子、Fe、Co、Ni等の金属や、これらを含んだ合金からなる強磁性金属系粒子、六角板状の六方晶系フェライト微粒子等が例示される。

[0061] 前記樹脂結合剤としては、塩化ビニル、酢酸ビニル、ビニルアルコール、塩化ビニリデン、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、アクリロニトリル等の重合体、あるいはこれら二種以上を組み合わせた共重合体、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等が例示される。これら結合剤には、磁性粉末の分散性を改善するために、カルボン酸基やカルボキシル基、リン酸基等の親水性極性基が導入されてもよい。

[0062] 前記磁性塗膜には、前記の磁性粉末、樹脂結合剤の他、添加剤として分散剤、研磨剤、帯電防止剤、防錆剤等が加えられてもよい。

[0063] このような塗布型の磁気記録媒体に前述の潤滑剤を保有させる方法としては、前記非磁性支持体上に形成される前記磁性塗膜を構成する前記磁性層中に内添する方法、前記磁性層の表面にトップコートする方法、若しくはこれら両者の併用等がある。また、前記潤滑剤を前記磁性塗膜中に内添する場合には、前記樹脂結合剤100質量部に対して0.2質量部～20質量部の範囲で添加される。

[0064] また、前記潤滑剤を前記磁性層の表面にトップコートする場合には、その

塗布量は $0.1 \text{ mg/m}^2 \sim 100 \text{ mg/m}^2$ であることが好ましく、 $0.2 \text{ mg/m}^2 \sim 3 \text{ mg/m}^2$ であることがより好ましい。なお、前記潤滑剤をトップコートする場合の被着方法としては、イオン液体を溶媒に溶解し、得られた溶液を塗布若しくは噴霧するか、又はこの溶液中に磁気記録媒体を浸漬すればよい。

[0065] 本実施の形態では、本発明の前記潤滑剤を用いることにより、良好な潤滑作用を発揮して摩擦係数を低減することができ、熱的に高い安定性を得ることができる。また、この潤滑作用は、高温、低温、高湿、低湿下等の厳しい条件下においても損なわれることはない。

[0066] したがって、本実施の形態における潤滑剤を適用した磁気記録媒体は、潤滑作用により、優れた走行性、耐摩耗性、耐久性等を発揮し、さらに、熱的安定性を向上させることができる。

実施例

[0067] 以下、本発明の具体的な実施例について説明する。本実施例では、イオン液体を合成し、イオン液体を含有する潤滑剤を作製した。そして、潤滑剤を用いて磁気ディスク及び磁気テープを作製し、それぞれディスク耐久性及びテープ耐久性について評価した。磁気ディスクの製造、ディスク耐久性試験、磁気テープの製造、及びテープ耐久性試験は、次のように行った。なお、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。

[0068] <磁気ディスクの製造>

例えば、国際公開第2005/068589号公報に従って、ガラス基板上に磁性薄膜を形成し、図1に示すような磁気ディスクを作製した。具体的には、アルミシリケートガラスからなる外径65mm、内径20mm、ディスク厚0.635mmの化学強化ガラスディスクを準備し、その表面をRmaxが4.8nm、Raが0.43nmになるように研磨した。ガラス基板を純水及び純度99.9%以上のイソプロピルアルコール（IPA）中で、それぞれ5分間超音波洗浄を行い、IPA飽和蒸気内に1.5分間放置後、乾燥させ、これを基板11とした。

[0069] この基板 1 1 上に、DC マグネトロンスパッタリング法によりシード層として Ni Al 合金 (Ni : 50 モル%、Al : 50 モル%) 薄膜を 30 nm、下地層 1 2 として Cr Mo 合金 (Cr : 80 モル%、Mo : 20 モル%) 薄膜を 8 nm、磁性層 1 3 として Co Cr Pt B 合金 (Co : 62 モル%、Cr : 20 モル%、Pt : 12 モル%、B : 6 モル%) 薄膜を 15 nm となるように順次形成した。

[0070] 次に、プラズマ CVD 法によりアモルファスのダイヤモンドライクカーボンからなるカーボン保護層 1 4 を 5 nm 製膜し、そのディスクサンプルを洗浄器内に純度 99.9% 以上のイソプロピルアルコール (IPA) 中で 10 分間超音波洗浄を行い、ディスク表面上の不純物を取り除いた後に乾燥させた。その後、25℃50% 相対湿度 (RH) の環境においてディスク表面にイオン液体の IPA 溶液を用いてディップコート法により塗布することで、潤滑剤層 1 5 を約 1 nm 形成した。

[0071] <ディスク耐久性試験>

市販のひずみゲージ式ディスク摩擦・摩耗試験機を用いて、ハードディスクを 14.7 Ncm の締め付けトルクで回転スピンドルに装着後、ヘッドスライダーのハードディスクに対して内周側のエアベアリング面の中心が、ハードディスクの中心より 17.5 mm になるようにヘッドスライダーをハードディスク上に取り付け CSS 耐久試験を行った。本測定に用いたヘッドは、IBM 3370 タイプのインライン型ヘッドであり、スライダーの材質は Al_2O_3-TiC 、ヘッド荷重は 63.7 mN である。本試験は、クリーン清浄度 100、25℃60% RH の環境下で、CSS (Contact、Start、Stop) 毎に摩擦力の最大値をモニターした。摩擦係数が 1.0 を超えた回数を CSS 耐久試験の結果とした。CSS 耐久試験の結果において、50,000 回を超える場合には「>50,000」と表示した。また、耐熱性を調べるために、300℃の温度で 3 分間加熱試験を行った後の CSS 耐久性試験を同様に行った。

[0072] <磁気テープの製造>

図2に示すような断面構造の磁気テープを作製した。まず、5 μm 厚の東レ製ミクトロン（芳香族ポリアミド）フィルムからなる基板21に、斜め蒸着法によりCoを被着させ、膜厚100 nmの強磁性金属薄膜からなる磁性層22を形成した。次に、この強磁性金属薄膜表面にプラズマCVD法により10 nmのダイヤモンドライクカーボンからなるカーボン保護層23を形成させた後、6ミリ幅に裁断した。この磁性層22上にIPAに溶解したイオン液体を、膜厚が1 nm程度となるように塗布して潤滑剤層24を形成し、サンプルテープを作製した。

[0073] <テープ耐久性試験>

各サンプルテープについて、温度 -5°C 環境下、温度 40°C 30%RH環境下のスチル耐久性、並びに、温度 -5°C 環境下、温度 40°C 90%RH環境下の摩擦係数及びシャトル耐久性について測定を行った。スチル耐久性は、ポーズ状態での出力が -3 dB 低下するまでの減衰時間を評価した。シャトル耐久性は、1回につき2分間の繰り返しシャトル走行を行い、出力が 3 dB 低下するまでのシャトル回数で評価した。また、耐熱性を調べるために、 100°C の温度で10分間加熱試験を行った後の耐久性試験も同様に行った。

[0074] <FTIR>

FTIRの測定は、日本分光社製FT/IR-460を使用し、KBrプレート法あるいはKBr錠剤法を用いて透過法で測定を行った。そのときの分解能は 4 cm^{-1} である。

[0075] <TG/DTA>

TG/DTA測定では、セイコーインスツルメント社製EXSTAR6000を使用し、 200 mL/min の流量で空气中を導入しながら、 10°C/min の昇温速度で 30°C – 600°C の温度範囲で測定を行った。

[0076] <NMR>

^1H -NMRスペクトルは、VarianMercuryPlus300核磁気共鳴装置（バリアン社製）で測定した。 ^1H -NMRの化学シフトは、内

部標準（7.24 ppmにおけるCDCl₃）との比較としてppmで表した。分裂パターンは、一重項をs、二重項をd、三重項をt、四重項をq、多重項をm、ブロードピークをbrとして示した。

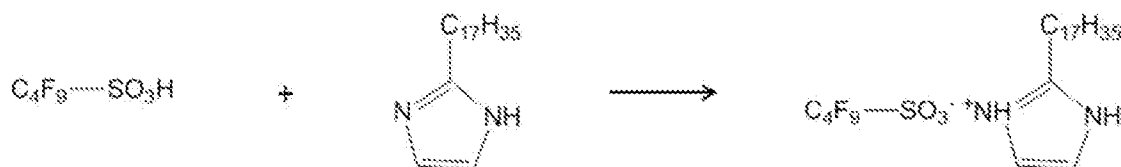
¹³C-NMRスペクトルは、Varian Gemini-300（125 MHz）核磁気共鳴装置（バリアン社製）で測定した。¹³C-NMRの化学シフトは、内部標準（77.0 ppmにおけるCDCl₃）との比較としてppmで表した。

[0077]（実施例1）

<ノナフルオロブタンスルホン酸-2-ヘプタデシルイミダゾール塩の合成>

ノナフルオロブタンスルホン酸-2-ヘプタデシルイミダゾール塩については、下記スキームによって合成した。

[化10]



[0078] 原料の2-ヘプタデシルイミダゾールは、四国化成工業株式会社から購入したものをエタノールで再結晶させた後に用いた。再結晶により純度を93%から98.5%に向上させることにより、イオン液体としたときの熱安定性は向上することから、合成原料として以下で使用する2-ヘプタデシルイミダゾールについては再結晶を行って精製したものを使用した。

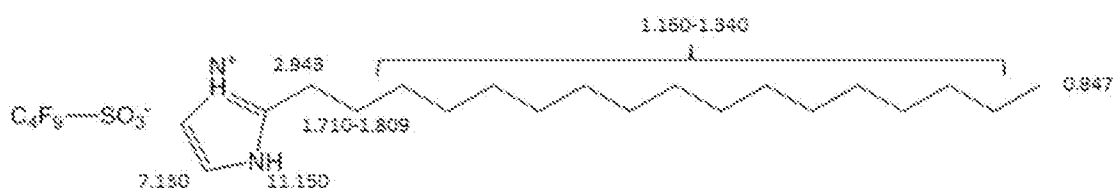
5.10gの2-ヘプタデシルイミダゾールを100mLのエタノールに溶解させ、これにノナフルオロブタンスルホン酸5.00gを徐々に滴下しながら加え、滴下終了後30分間攪拌させた後に1時間加熱還流させた。溶媒を除去後、エタノール／n-ヘキサンの混合溶媒を用いて再結晶を行い、無色のノナフルオロブタンスルホン酸-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を得た。収率95%。

[0079] 生成物のFTIRスペクトルの帰属を以下に示した。

1135 cm^{-1} に SO_2 の対称伸縮振動、1356 cm^{-1} に SO_2 結合の逆対称伸縮振動、1238 cm^{-1} に CF の対称伸縮振動、1471 cm^{-1} に $\text{C}=\text{N}$ 結合の対称伸縮振動、2850 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、2918 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、3160 cm^{-1} に NH 結合の伸縮振動が見られた。

[0080] また、生成物の、重クロロホルム中でのプロトン (^1H) NMR及びカーボン (^{13}C) NMRのピークを以下に示した。

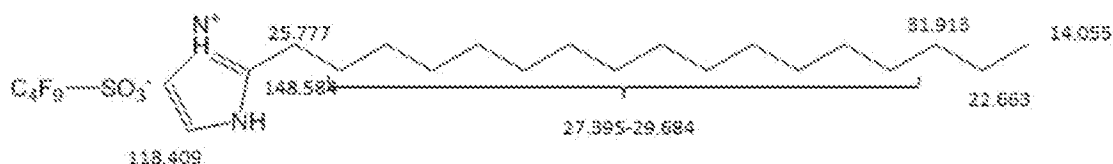
[化11]



[0081] [表2]

Chemical shift / ppm	CDCl_3
11.150	2H, br s
7.130	2H, s
2.943	2H, t/ 10Hz
1.710-1.809	2H, m
1.160-1.340	28H, m
0.847	3H, t/ 9Hz

[化12]



[0082] 以上から、ノナフルオロブタンスルホン酸-2-ヘプタデシルイミダゾール塩が合成されていることが確認できた。

[0083] TG/DTA測定を行った。TG/DTA測定結果を、図4に示した。重量減少によるメインの発熱ピーク温度は、471.6℃と非常に高かった。また、重量減少が発熱であることから、これが化合物の分解反応であることが示唆された。発熱温度は、比較例1のパーフルオロオクタンスルホン酸オ

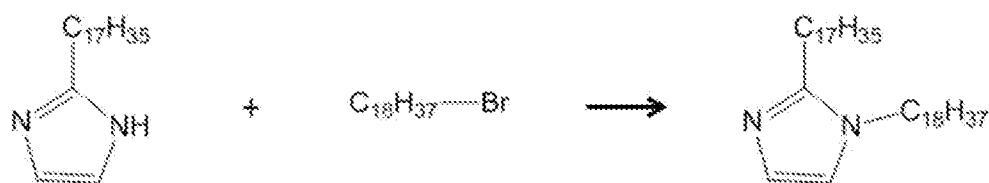
クタデシルアンモニウム塩と比較して60℃以上改善されており、また5%、10%、20%重量減少温度も10℃-40℃程度改善されている。

[0084] (実施例2)

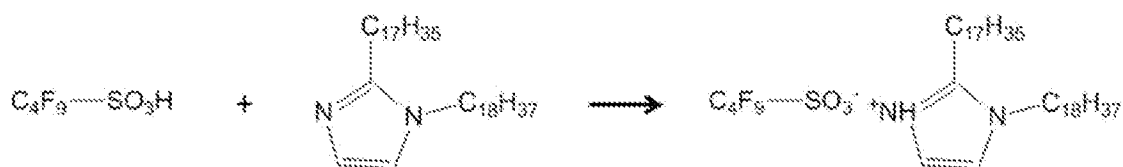
＜ノナフルオロブタンスルホン酸-1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩の合成＞

ノナフルオロブタンスルホン酸-1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩については、以下のスキームによって合成した。

[化13]



[化14]



[0085] まず、1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾールを合成した。

実施例1と同様に精製した2-ヘプタデシルイミダゾール9.18g、オクタデシルブロミド9.99g、及び水酸化カリウム1.68gを、アセトニトリル100mLとトルエン100mL中に加えて3時間加熱還流させた。反応溶液をろ過して生成した塩を除去し、溶媒をエバポレーターで除去した。カラムクロマトグラフィーでn-ヘキサン/酢酸エチル=9/1の溶媒で未反応の原料を分離し、98%以上のガスクロマトグラフィー純度で目的物である1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール14.5gを得た。

[0086] 得られた1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール4.45gをエタノールに溶解させ、そこへ、ノナフルオロブタンスルホン酸2.40gをエタノールに溶解させたものを徐々に滴下しながら加えた。滴下終了後30分間攪拌後、1時間加熱還流した。溶媒を除去後、エタノール/n-ヘキ

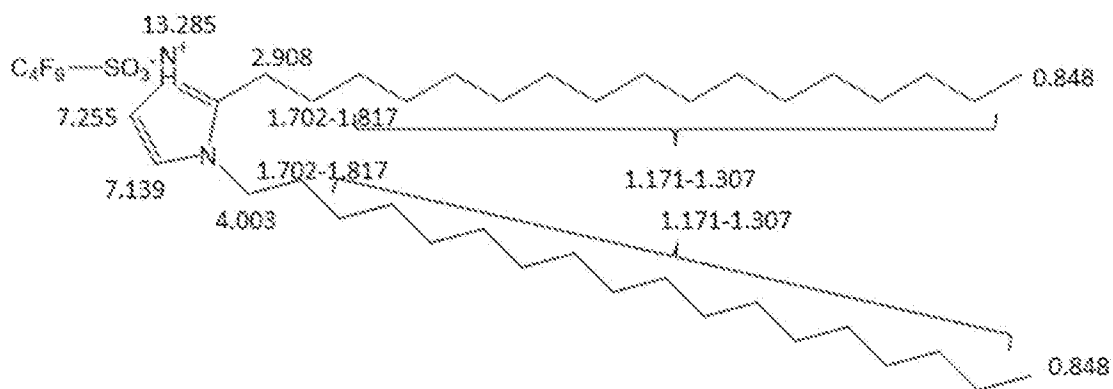
サンの混合溶媒を用いて再結晶を行い、無色のノナフルオロブタンスルホン酸－１－オクタデシル－２－ヘプタデシルイミダゾール塩 6.43 g を得た。収率 94 %。

[0087] 生成物の F T I R スペクトルの帰属を以下に示した。

1135 cm^{-1} に SO_2 の対称伸縮振動、1279 cm^{-1} に C F の対称伸縮振動、1357 cm^{-1} に SO_2 結合の逆対称伸縮振動、1472 cm^{-1} に C = N 結合の対称伸縮振動、2851 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、2918 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、3152 cm^{-1} に N H 結合の伸縮振動が見られた。

[0088] また、生成物の、重クロロホルム中でのプロトン (^1H) NMR 及びカーボン (^{13}C) NMR のピークについて、以下に示した。

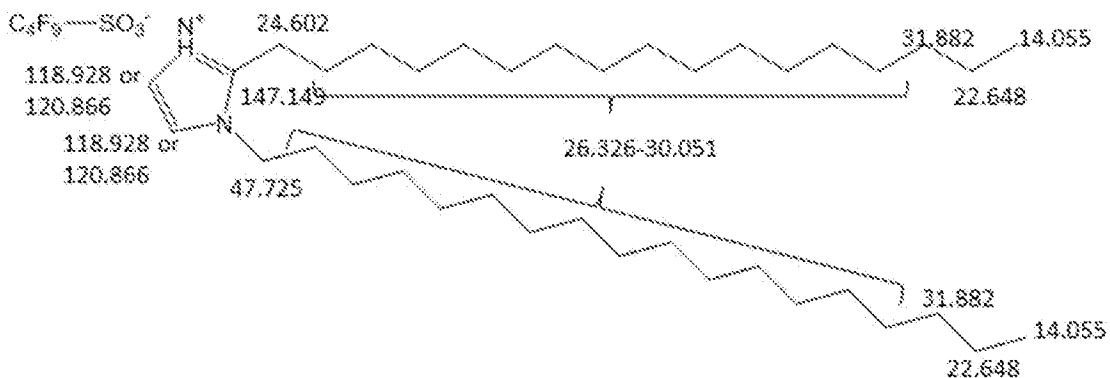
[化15]



[0089] [表3]

Chemical shift / ppm	CDCl_3
13.285	1H, br s
7.255	1H, t/2Hz
7.139	1H, t/2Hz
4.003	2H, t/10Hz
3.739 (unknown)	1H, m
2.908	2H, t/10Hz
1.702-1.817	4H, m
1.171-1.307	58H, m
0.848	6H, t/9Hz

[化16]



[0090] 以上より、ノナフルオロブタンスルホン酸-1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩が合成されていることが確認できた。

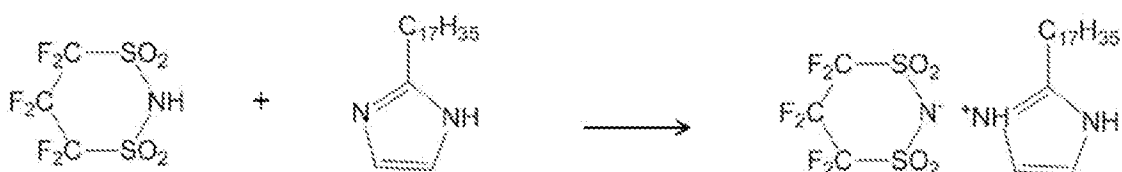
[0091] T G / D T A 測定を行った。T G / D T A 測定結果を、図5に示した。メインの重量減少による発熱ピーク温度は、451.4℃と非常に高かった。また、重量減少が発熱であることから、これが化合物の分解反応であることが示唆された。発熱温度は、比較例1のパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩と比較して約65℃改善されている。また5%、10%、20%重量減少温度も35℃-55℃程度改善されている。磁気記録媒体で使用されているZ-DOLやZ-Tetraolと比較しても熱安定性はかなり高い。

[0092] (実施例3)

＜ヘキサフルオロシクロプロパン-1,3-ジスルホニイミド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩の合成＞

ヘキサフルオロシクロプロパン-1,3-ジスルホニイミド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩については、下記スキームによって合成した。

[化17]



[0093] 実施例1と同様に精製した2-ヘプタデシルイミダゾール5.10gを1

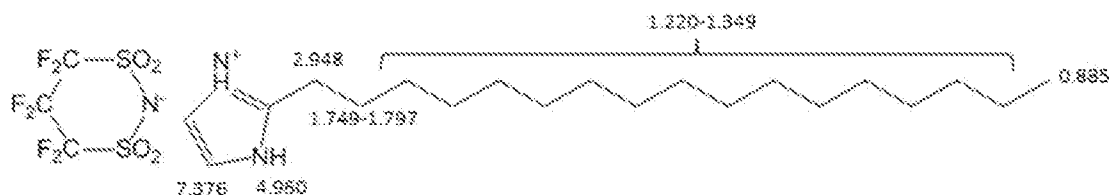
00 mLのエタノールに溶解させ、そこへ、ヘキサフルオロシクロプロパン-1, 3-ジスルホンイミド4.84 gをエタノールに溶解させたものを徐々に加え、滴下終了後30分間攪拌させた後に1時間加熱還流させた。溶媒を除去後、エタノール／*n*-ヘキサンの混合溶媒を用いて再結晶を行い、無色のヘキサフルオロシクロプロパン-1, 3-ジスルホンイミド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を得た。収率71%。

[0094] 生成物のFTIRスペクトルの帰属を以下に示した。

1080 cm⁻¹にSO₂の対称伸縮振動、1171及び1225 cm⁻¹にCF₂の対称伸縮振動、1361 cm⁻¹にSO₂結合の逆対称伸縮振動、1469 cm⁻¹にC=N結合の対称伸縮振動、2851 cm⁻¹にCH₂の対称伸縮振動、2919 cm⁻¹にCH₂の逆対称伸縮振動、3028 cm⁻¹にC=CHの対称伸縮振動3302、3171 cm⁻¹にNH結合の伸縮振動が見られた。

[0095] また、生成物の、重メタノール中でのプロトン (¹H) NMR及びカーボン (¹³C) NMRのピークについて、以下に示した。

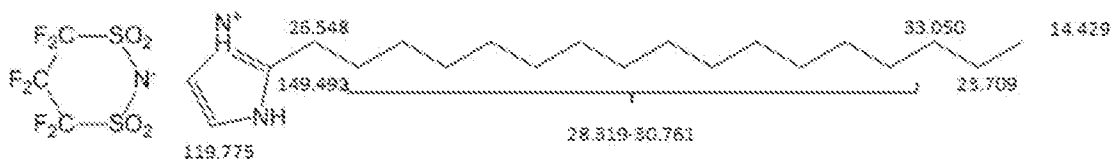
[化18]



[0096] [表4]

Chemical shift(PMR) / ppm	CD ₃ OD
7.376	2H, s
4.960	2H, br s
2.948	2H, t/10Hz
1.749-1.797	2H, m
1.220-1.349	28H, m
0.885	3H, t/ 10Hz

[化19]



[0097] 以上から、ヘキサフルオロシクロプロパンー１，３－ジスルホンイミドー２－ヘプタデシルイミダゾール塩が合成されていることが確認できた。

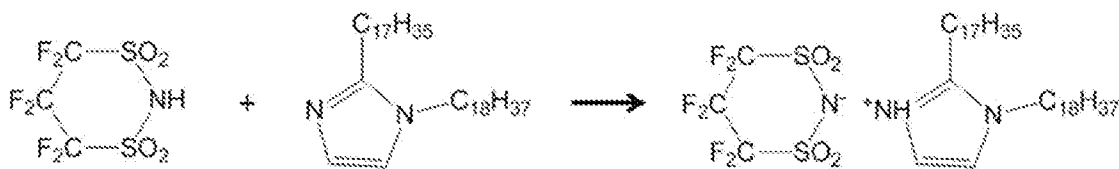
[0098] TG／DTA測定を行った。TG／DTA測定結果を、図６に示した。重量減少によるメインの発熱ピーク温度は、４７５．８℃と非常に高かった。また、重量減少が発熱であることから、これが化合物の分解反応であることが示唆された。発熱温度は、比較例１のパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩と比較して８５℃以上改善されており、また５％、１０％、２０％重量減少温度も２５℃－５５℃程度改善されている。

[0099] (実施例４)

＜ヘキサフルオロシクロプロパンー１，３－ジスルホンイミドー１－オクタデシルー２－ヘプタデシルイミダゾール塩の合成＞

ヘキサフルオロシクロプロパンー１，３－ジスルホンイミドー１－オクタデシルー２－ヘプタデシルイミダゾール塩については、以下のスキームによって合成した。

[化20]



[0100] 実施例２で合成した１－オクタデシルー２－ヘプタデシルイミダゾール３．４６ｇをエタノールに溶解させ、そこへ、ヘキサフルオロシクロプロパンー１，３－ジスルホンイミド１．８２ｇをエタノールに溶解させたものを徐々に滴下しながら加えた。滴下終了後３０分間攪拌後、１時間加熱還流した。溶媒を除去後、エタノール／ｎ－ヘキサンの混合溶媒を用いて再結晶を行い、無色のヘキサフルオロシクロプロパンー１，３－ジスルホンイミドー１

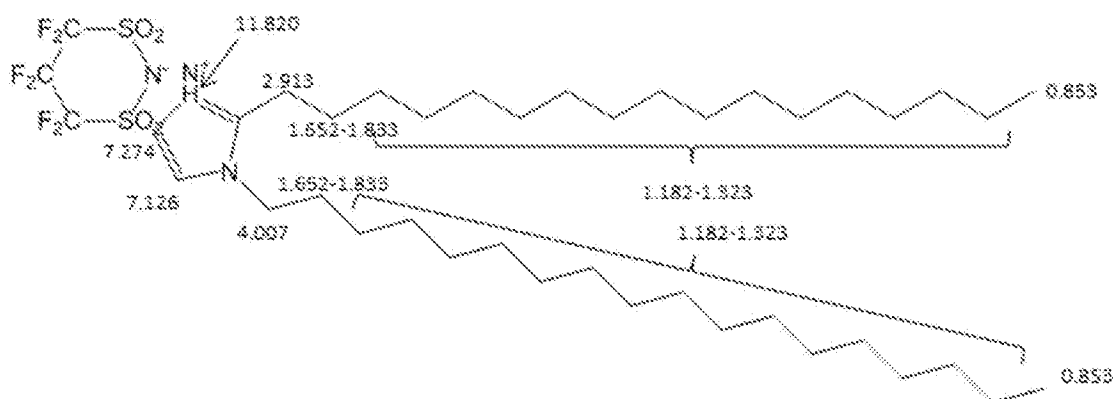
ーオクタデシルー２－ヘプタデシルイミダゾール塩 5.05 g を得た。収率 96%。

[0101] 生成物の FTIR スペクトルの帰属を以下に示した。

1086 cm^{-1} に SO_2 の対称伸縮振動、1164 cm^{-1} に CF_2 の対称伸縮振動、1364 cm^{-1} に SO_2 結合の逆対称伸縮振動、1469 cm^{-1} に $\text{C}=\text{N}$ 結合の対称伸縮振動、2851 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、2920 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、3162 及び 3289 cm^{-1} に NH 結合の伸縮振動が見られた。

[0102] また、生成物の、重クロロホルム中でのプロトン (^1H) NMR 及びカーボン (^{13}C) NMR のピークについて、以下に示した。

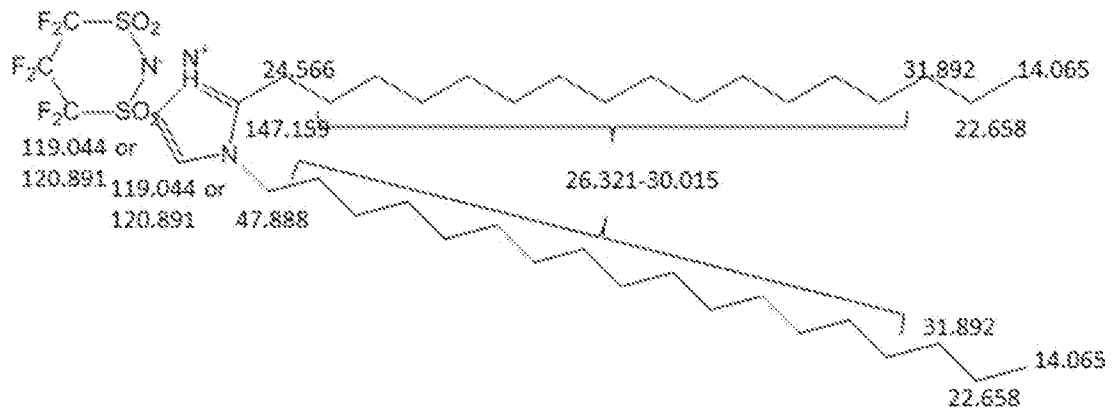
[化21]



[0103] [表5]

Chemical shift / ppm	CDCl_3
11.820	1H, br s
7.274	1H, t/2Hz
7.126	1H, t/2Hz
4.007	2H, t/ 10Hz
2.913	2H, t/10Hz
1.652-1.833	4H, m
1.182-1.323	58H, m
0.853	6H, t/ 9Hz

[化22]



[0104] 以上より、ヘキサフルオロシクロプロパンー1, 3-ジスルホンイミドー1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩が合成されていることが確認できた。

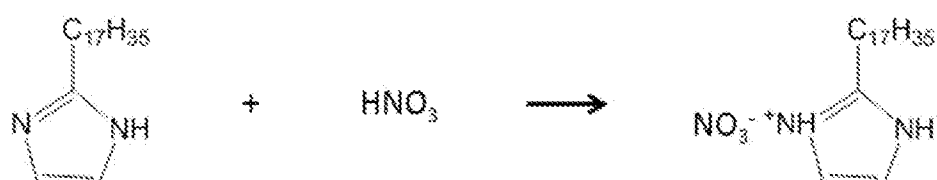
[0105] TG/DTA測定を行った。TG/DTA測定結果を、図7に示した。メインの重量減少による発熱ピーク温度は、465.6℃と非常に高かった。また、重量減少が発熱であることから、これが化合物の分解反応であることが示唆された。発熱温度は、比較例1のパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩と比較して約59℃改善されている。また10%、20%重量減少温度も20℃-55℃程度改善されている。磁気記録媒体で使用されているZ-DOLやZ-Tetraolと比較しても熱安定性はかなり高い。

[0106] (実施例5)

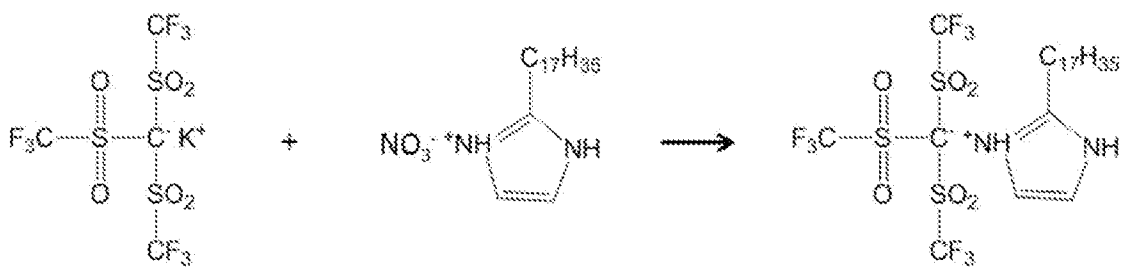
<トリス(トリフルオロメチルスルホニル)メチド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩の合成>

トリス(トリフルオロメチルスルホニル)メチド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩については、下記スキームによって合成した。

[化23]



[化24]



[0107] 実施例 1 と同様に精製した 2-ヘプタデシルイミダゾール 18.8 g を 100 mL のエタノールに溶解させ、そこへ、65 質量%濃硝酸 ($d = 1.40$) 6.33 g をエタノールで希釈したものを加えて、リトマス紙で中性になったことを確認した。溶媒を除去後、*n*-ヘキサン/エタノール混合溶媒を用いて再結晶を行い、2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩を得た。

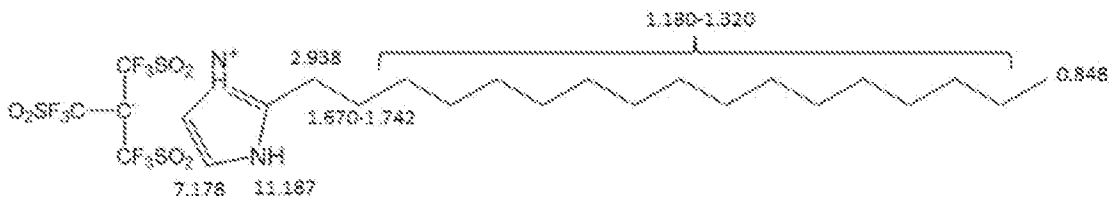
[0108] 2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩に、等モルのトリス（トリフルオロメチルスルホニル）メチドカリウム塩 7.15 g をエタノールに溶解させたものを徐々に加え、滴下終了後 30 分間攪拌させた後に 1 時間加熱還流させた。溶媒を除去後に水を加えて、それをジエチルエーテルで抽出した。有機層を水で数回洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥させた後に溶媒を除去して、無色の液体トリス（トリフルオロメチルスルホニル）メチド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩 10.2 g を得た。収率 89%。

[0109] 生成物の FTIR スペクトルの帰属を以下に示した。

1126 cm^{-1} に SO_2 の対称伸縮振動、 1200 cm^{-1} に CF_3 の対称伸縮振動、 1373 cm^{-1} に SO_2 結合の逆対称伸縮振動、 1467 cm^{-1} に $\text{C}=\text{N}$ 結合の対称伸縮振動、 2855 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、 2925 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、 3303 cm^{-1} に NH 結合の伸縮振動が見られた。

[0110] また、生成物の、重クロロホルム中でのプロトン (^1H) NMR 及びカーボン (^{13}C) NMR のピークについて、以下に示した。

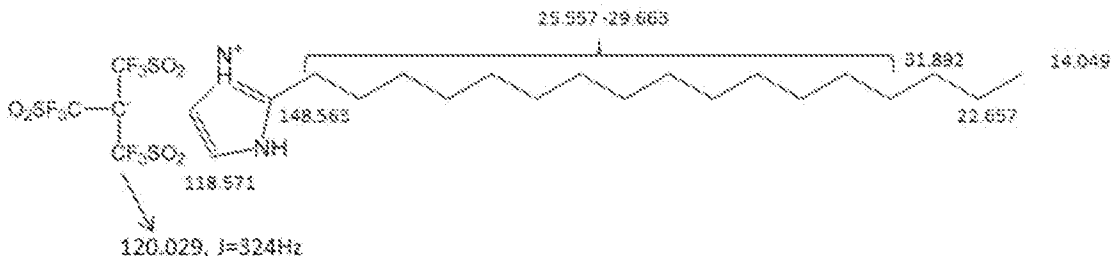
[化25]



[0111] [表6]

Chemical shift(PMR) / ppm	CDCl ₃
11.187	2H, br s
7.178	2H, s
2.938	2H, t/10Hz
1.670-1.742	2H, m
1.180-1.320	28H, m
0.848	3H, t/ 10Hz

[化26]



[0112] 以上から、トリス（トリフルオロメチルスルホニル）メチドー２－ヘプタデシルイミダゾール塩が合成されていることが確認できた。

[0113] TG／DTA測定を行った。TG／DTA測定結果を、図8に示した。重量減少によるメインの発熱ピーク温度は、410.0℃と非常に高かった。また、重量減少が発熱であることから、これが化合物の分解反応であることが示唆された。発熱温度は、比較例1のパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩と比較して25℃程度改善されており、また5%、10%、20%重量減少温度も40℃以上改善されている。

[0114] (比較例1)

<パーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩>

パーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩 (C₈F₁₇S

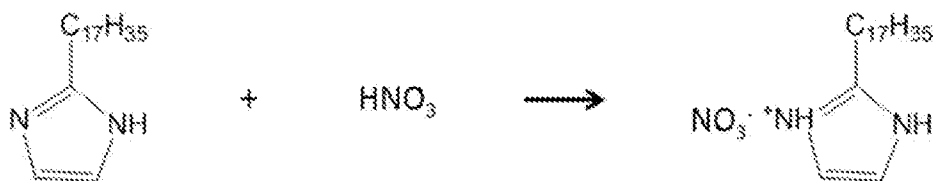
$O_3^-H_3N^+C_{18}H_{37}$) は、非特許文献 (Novel ionic liquid lubricants for magnetic thin film media, Hirofumi Kondo et al., IEEE Trans. Magn., 2013, Vol. 49, issue 7, pp. 3756-3759) を参考にして合成した。

[0115] (比較例 2)

<2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩の合成>

2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩については、下記スキームによって合成した。

[化27]



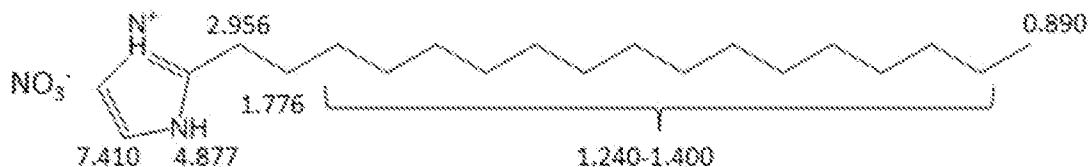
[0116] 実施例 1 と同様に精製した 2-ヘプタデシルイミダゾール 18.8 g を 100 mL のエタノールに溶解させ、そこへ、65 質量%濃硝酸 ($d = 1.40$) 6.33 g をエタノールで希釈したものを加えて、リトマス紙で中性になったことを確認した。溶媒を除去後、 n -ヘキサン/エタノール混合溶媒を用いて再結晶を行い、2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩を得た。

[0117] 生成物の FTIR スペクトルの帰属を以下に示した。

1385 cm^{-1} に NO の対称伸縮振動、 1458 cm^{-1} に CH_2 の逆対称変角振動、 1473 及び 1620 cm^{-1} に $C=N$ 結合の対称伸縮振動、 2852 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、 2914 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、 3174 cm^{-1} に NH 結合の伸縮振動が見られた。

[0118] また、生成物の、重メタノール中でのプロトン (1H) NMR 及びカーボン (^{13}C) NMR のピークについて、以下に示した。

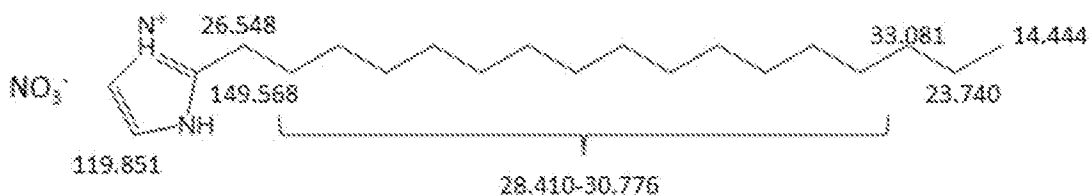
[化28]



[0119] [表7]

Chemical shift(PMR) / ppm	CD ₃ OD
7.410	2H, s
4.877	2H, br s
2.956	2H, t/8Hz
1.776	2H, quintet
1.240-1.400	28H, m
0.890	3H, t/ 7Hz

[化29]



[0120] 以上から、2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩が合成されていることが確認できた。

[0121] TG/DTA測定を行った。TG/DTA測定結果を、図9に示した。メインの重量減少による発熱ピーク温度は、304.2℃であった。また5%、10%、20%重量減少温度はそれぞれ162.7℃、191.3℃、256.2℃とかなり低く、磁気記録媒体で使用されているZ-DOLやZ-Tetraolと比較しても熱安定性は良くない。このようにブレンステッド酸として強酸であっても、硝酸のような無機酸を使用することでは耐熱性は大きくは改善しない。

[0122] (比較例3)

<2-ヘプタデシルイミダゾールテトラフルオロホウ酸塩の合成>

比較例2で合成した2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩6.05gをエ

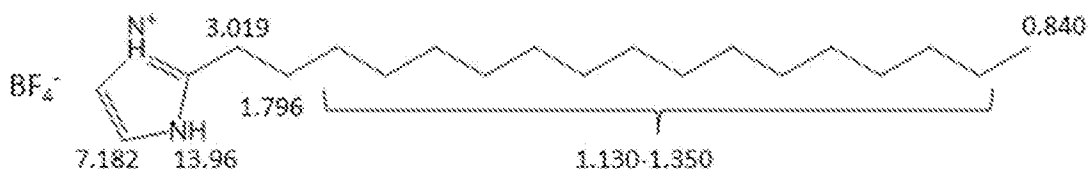
タノールに溶解させた溶液へ、テトラフルオロホウ酸カリウム 2.06 g の水溶液を加えて還流を 2 時間行った。反応終了後、常温に戻してエタノールを除去後、冷却して沈殿部分をろ過した後に、*n*-ヘキサン/エタノール混合溶媒を用いて再結晶を行い、無色結晶 5.70 g を得た。収率 88%。

[0123] 生成物の FTIR スペクトルの帰属を以下に示した。

1422 cm^{-1} に CH_2 の逆対称変角振動、1469 cm^{-1} に $\text{C}=\text{N}$ 結合の対称伸縮振動、2848 cm^{-1} に CH_2 の対称伸縮振動、2922 cm^{-1} に CH_2 の逆対称伸縮振動、3109 及び 3157 cm^{-1} に NH 結合の伸縮振動が見られた。

[0124] また、生成物の、重クロロホルム中でのプロトン (^1H) NMR 及びカーボン (^{13}C) NMR のピークについて、以下に示した。

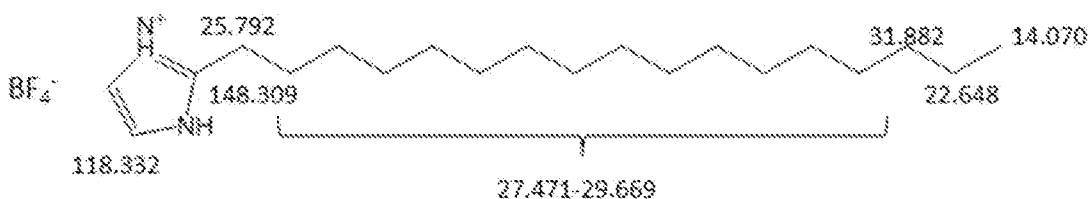
[化30]



[0125] [表8]

Chemical shift (PMR) / ppm	CDCl_3
13.96	2H, s
7.182	2H, t 1.8Hz
4.330	1H, br s
3.019	2H, t 7.5Hz
1.796	2H, quintet, 7.5Hz
1.130-1.350	28H, m
0.840	3H, t 7.2Hz

[化31]



[0126] TG/DTA測定を行った。TG/DTA測定結果を、図10に示した。メインの重量減少による発熱ピーク温度は、317.3℃であった。また5%、10%、20%重量減少温度はそれぞれ162.6℃、192.6℃、267.7℃とかなり低く、磁気記録媒体で使用されているZ-DOLやZ-Tetraolと比較しても熱安定性は良くない。

このようにブレンステッド酸として強酸であっても、テトラフルオロホウ酸のような無機酸を使用することでは耐熱性は大きくは改善しない。

[0127] 合成したイオン液体について下記表9にまとめた。

実施例1～5で合成したイオン液体についてイオン液体1～5とする。発熱ピーク温度、吸熱ピーク温度、5%重量減少温度、10%重量減少温度、及び20%重量減少温度も併せて示す。

比較例1として、パーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩 ($C_8F_{17}SO_3-H_3N^+C_{18}H_{37}$) を挙げた。

比較例4として、Fomblin Z-DOLを挙げた。

比較例5として、Z-Tetraol (ZTMD) を挙げた。

[0128]

[表9]

名称	化合物	5% 重量減少 温度/°C	10% 重量減少 温度/°C	20% 重量減少 温度/°C	吸熱 ピーク 温度/°C	発熱 ピーク 温度/°C
イオン液体1 (実施例1)	ノナフルオロブタンスルホン酸 ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩	365.35	390.5	414.28	60.6	386.0, 401.3, 416.7, <u>471.6</u>
イオン液体2 (実施例2)	ノナフルオロブタンスルホン酸 ー1ーオクタデシル ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩	338.19	365.86	390.13	72.3	390.1, 411.7, 432.9, <u>451.4</u>
イオン液体3 (実施例3)	ヘキサフルオロシクロプロパン ー1, 3ージスルホンイミド ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩	353.36	384.94	413.45	109.0	426.1, 434.5, <u>475.8</u>
イオン液体4 (実施例4)	ヘキサフルオロシクロプロパン ー1, 3ージスルホンイミド ー1ーオクタデシル ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩	303.7	366.4	404.99	79.7	295.58, 405.0, <u>465.6</u>
イオン液体5 (実施例5)	トリス(トリフルオロメチルスルホニル)メチド ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩	370.3	388.69	403.42	—	<u>410.0</u> , 442.94
比較 イオン液体1 (比較例1)	パーフルオロオクタンスルホン酸 オクタデシルアンモニウム塩	328	343.4	358.4	87.6, 121.1, 194.4	<u>386.3</u> , 404.1
比較 イオン液体2 (比較例2)	2ーヘプタデシルイミダゾール 硝酸塩	162.66	191.25	256.16	94.2	162.05, <u>304.2</u> , 407.93, 493.6
比較 イオン液体3 (比較例3)	2ーヘプタデシルイミダゾール テトラフルオロホウ酸塩	162.6	192.6	267.7	94.4	163.3, <u>317.3</u> , 375.4, 503.0, 551.6
比較 潤滑剤1 (比較例4)	Z-DOL	178	197	222	190-260 (蒸発)	355.1
比較 潤滑剤12 (比較例5)	Z-Tetraol	243	261	282	260-300 (蒸発)	371.0, 344.6

[0129] イオン液体1～5、比較イオン液体1～3、Z-DOL、及びZ-Tetraolを用いて磁気ディスクでの耐久性評価を行った。

[0130] (実施例6)

実施例1に示すプロトン性イオン液体のノナフルオロブタンスルホン酸ー2ーヘプタデシルイミダゾール塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表10に示すように、磁気ディスクのCSS測定は、50,000回を超え、加熱試験後のCSS測定も50,000回を超え、優れた耐久性を示した。

[0131] (実施例 7)

実施例 2 に示すプロトン性イオン液体であるノナフルオロブタンスルホン酸-1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表 10 に示すように、磁気ディスクの C S S 測定は、50,000 回を超え、加熱試験後の C S S 測定も 50,000 回を超え、優れた耐久性を示した。

[0132] (実施例 8)

実施例 3 に示すプロトン性イオン液体のヘキサフルオロシクロプロパン-1,3-ジスルホンイミド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表 10 に示すように、磁気ディスクの C S S 測定は、50,000 回を超え、加熱試験後の C S S 測定も 50,000 回を超え、優れた耐久性を示した。

[0133] (実施例 9)

実施例 4 に示すプロトン性イオン液体のヘキサフルオロシクロプロパン-1,3-ジスルホンイミド-1-オクタデシル-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表 10 に示すように、磁気ディスクの C S S 測定は、50,000 回を超え、加熱試験後の C S S 測定も 50,000 回を超え、優れた耐久性を示した。

[0134] (実施例 10)

実施例 5 に示すプロトン性イオン液体のトリス(トリフルオロメタンスルホンル)メチド-2-ヘプタデシルイミダゾール塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表 10 に示すように、磁気ディスクの C S S 測定は、50,000 回を超え、加熱試験後の C S S 測定も 50,000 回を超え、優れた耐久性を示した。

[0135] (比較例 6)

表 9 に示す [比較例 1] のパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩 ($C_8F_{17}SO_3-H_3N^+C_{18}H_{37}$) を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した表 10 に示すように、磁気ディスクの C

SS測定での耐久性は50,000回を超えるが、加熱試験後でもCSS測定は50,000回を超えであり、ディスクでの特性に対しては実施例との大きな差は見られなかった。

[0136] (比較例7)

表9に示す[比較例2]の2-ヘプタデシルイミダゾール硝酸塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表10に示すように、磁気ディスクのCSS測定での耐久性は33,000回、加熱試験後ではCSS測定は6,000回であり、ディスクでの特性は実施例と比較して大きな差があった。実施例と比較すると耐熱性に欠けるため、特に加熱後に耐久性の低下が大きい。

[0137] (比較例8)

表9に示す[比較例3]の2-ヘプタデシルイミダゾールテトラフルオロホウ酸塩を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表10に示すように、磁気ディスクのCSS測定での耐久性は31,000回、加熱試験後ではCSS測定は7,000回であり、ディスクでの特性は実施例と比較して大きな差があった。実施例と比較すると耐熱性に欠けるため、特に加熱後に耐久性の低下が大きい。

[0138] (比較例9)

表9に示す[比較例4]のZ-DOLを含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表10に示すように、磁気ディスクのCSS測定での耐久性は50,000回を超えるが、加熱試験後にはCSS耐久性は12,000回で劣化が始まった。実施例と比較すると耐熱性に欠けるため、加熱後に耐久性が低下したと考えられる。

[0139] (比較例10)

表9に示す[比較例5]のZ-Tetraolを含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気ディスクを作製した。表10に示すように、磁気ディスクのCSS測定での耐久性は50,000回を超えるが、加熱試験後にはCSS耐久性は36,000回で劣化が始まった。耐熱性に関して、Z-DOLより

は耐久性は改善されているが、実施例と比較すると耐熱性に欠けるため、加熱後に耐久性が低下したと考えられる。

[0140] [表10]

	CSS耐久性		加熱後のCSS耐久性	
実施例6	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
実施例7	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
実施例8	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
実施例9	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
実施例10	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
比較例6	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	>50,000
比較例7	25°C, 60%RH	33,000	25°C, 60%RH	6000
比較例8	25°C, 60%RH	31,000	25°C, 60%RH	7000
比較例9	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	12000
比較例10	25°C, 60%RH	>50,000	25°C, 60%RH	36000

[0141] 以上の説明からも明らかなように、本発明のイオン液体を含有する本発明の潤滑剤は、高温保存条件下においても優れた潤滑性を保つことができ、また、長期に亘ってそのCSS潤滑性を保つことができた。

[0142] 次に、イオン液体1～5、比較イオン液体1～3、Z-DOL、及びZ-Tetraolを磁気テープに適用した例を示す。

[0143] (実施例11)

イオン液体1を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表11に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度-5°Cの環境下で0.18であり、温度40°C、相対湿度90%環境下で0.20であった。また、スチル耐久試験は、温度-5°Cの環境下で60min超であり、温度40°C、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、シャトル耐久試験は、温度-5°Cの環境下で200回超であり

、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。また、加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度-5℃の環境下で0.19であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.21であった。また、加熱試験後のスチル耐久試験は、温度-5℃の環境下で60min超であり、温度40℃、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度-5℃の環境下で200回超であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。以上の結果より、イオン液体1を塗布した磁気テープは、優れた摩擦特性、スチル耐久性、及びシャトル耐久性を有することが分かった。

[0144] (実施例12)

イオン液体2を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表11に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度-5℃の環境下で0.20であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.22であった。また、スチル耐久試験は、温度-5℃の環境下で60min超であり、温度40℃、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、シャトル耐久試験は、温度-5℃の環境下で200回超であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。また、加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度-5℃の環境下で0.21であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.23であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度-5℃の環境下で60min超であり、温度40℃、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度-5℃の環境下で200回超であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。以上の結果より、イオン液体2を塗布した磁気テープは、優れた摩擦特性、スチル耐久性、及びシャトル耐久性を有することが分かった。

[0145] (実施例13)

イオン液体3を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表11に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は

、温度 -5°C の環境下で0.17であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.19であった。また、スチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で60min超であり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、シャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で200回超であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で200回超であった。また、加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で0.18であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.19であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で60min超であり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で200回超であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で200回超であった。以上の結果より、イオン液体3を塗布した磁気テープは、優れた摩擦特性、スチル耐久性、及びシャトル耐久性を有することが分かった。

[0146] (実施例14)

イオン液体4を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表11に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度 -5°C の環境下で0.20であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.22であった。また、スチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で60min超であり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、シャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で200回超であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で200回超であった。また、加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で0.22であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.23であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で60min超であり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で200回超であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で200回超であった。以上の結果より、イオン液体4を塗布した磁気テープは、優れた摩擦特性、スチル耐久

性、及びシャトル耐久性を有することが分かった。

[0147] (実施例 15)

イオン液体 5 を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表 11 に示すように、100 回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度 -5°C の環境下で 0.18 であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 0.19 であった。また、スチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 60 min 超であり、温度 40°C 、相対湿度 30% 環境下で 60 min 超であった。また、シャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 200 回超であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 200 回超であった。また、加熱試験後の 100 回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で 0.18 であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 0.20 であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 60 min 超であり、温度 40°C 、相対湿度 30% 環境下で 60 min 超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 200 回超であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 200 回超であった。以上の結果より、イオン液体 5 を塗布した磁気テープは、優れた摩擦特性、スチル耐久性、及びシャトル耐久性を有することが分かった。

[0148] (比較例 11)

比較イオン液体 1 を含有する潤滑剤を用いて、前述の磁気テープを作製した。表 12 に示すように、100 回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度 -5°C の環境下で 0.20 であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 0.23 であった。また、スチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 60 min 超であり、温度 40°C 、相対湿度 30% 環境下で 60 min 超であった。また、シャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 200 回超であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 200 回超であった。しかし、加熱試験後の 100 回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で 0.23 であり、温度 40°C 、相対湿度 90% 環境下で 0.26 に増加した。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で 60

min超であり、温度40℃、相対湿度30%環境下で60min超であった。また、加熱試験後のシャトル耐久試験は、温度−5℃の環境下で200回超であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。以上の結果より、比較イオン液体1を塗布した磁気テープは、スチル耐久性、及びシャトル耐久性を有するが、加熱試験後に摩擦係数が増加することが分かった。

[0149] (比較例12)

比較イオン液体2を用いて、前述の磁気テープを作製した。表12に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度−5℃の環境下で0.27であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.31であった。またスチル耐久試験は、温度−5℃の環境下で15minであり、温度40℃、相対湿度30%環境下で42minであった。また、シャトル耐久試験は、温度−5℃の環境下で200回超であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で200回超であった。また加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度−5℃の環境下で0.32であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.40であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度−5℃の環境下で10minであり、温度40℃、相対湿度30%環境下で15minであった。また、加熱後のシャトル耐久試験は、温度−5℃の環境下で43回であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で45回であった。以上の結果より、比較イオン液体2を塗布した磁気テープはスチル耐久性が乏しく、また加熱試験後のシャトル耐久性の劣化が大きく、磁気テープの仕様を満足できなかった。

[0150] (比較例13)

比較イオン液体3を用いて、前述の磁気テープを作製した。表12に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度−5℃の環境下で0.26であり、温度40℃、相対湿度90%環境下で0.30であった。またスチル耐久試験は、温度−5℃の環境下で20minであり、温度40℃、相対湿度30%環境下で41minであった。また、シャト

ル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で200回超であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で200回超であった。また加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で0.31であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.40であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で13minであり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で19minであった。また、加熱後のシャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で50回であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で46回であった。以上の結果より、比較イオン液体3を塗布した磁気テープはスチル耐久性が乏しく、また加熱試験後のシャトル耐久性の劣化が大きく、磁気テープの仕様を満足できなかった。

[0151] (比較例14)

Z-DOLを用いて、前述の磁気テープを作製した。表12に示すように、100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度 -5°C の環境下で0.25であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.30であった。またスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で12minであり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で48minであった。また、シャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で59回であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で124回であった。また加熱試験後の100回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度 -5°C の環境下で0.32であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で0.35であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で12minであり、温度 40°C 、相対湿度30%環境下で15minであった。また、加熱後のシャトル耐久試験は、温度 -5°C の環境下で46回であり、温度 40°C 、相対湿度90%環境下で58回であった。以上の結果より、Z-DOLを塗布した磁気テープはスチル耐久性が乏しく、また加熱試験後のシャトル耐久性の劣化が大きく、磁気テープの仕様を満足できなかった。

[0152] (比較例15)

Z-Tetraolを用いて、前述の磁気テープを作製した。表12に示

すように、１００回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は、温度－５℃の環境下で０．２２であり、温度４０℃、相対湿度９０％環境下で０．２６であった。またスチル耐久試験は、温度－５℃の環境下で２５minであり、温度４０℃、相対湿度３０％環境下で３５minであった。また、シャトル耐久試験は、温度－５℃の環境下で６５回であり、温度４０℃、相対湿度９０％環境下で１５６回であった。また加熱試験後の１００回のシャトル走行後の磁気テープの摩擦係数は温度－５℃の環境下で０．２８であり、温度４０℃、相対湿度９０％環境下で０．３２であった。加熱試験後のスチル耐久試験は、温度－５℃の環境下で２３minであり、温度４０℃、相対湿度３０％環境下で３１minであった。また、加熱後のシャトル耐久試験は、温度－５℃の環境下で５５回であり、温度４０℃、相対湿度９０％環境下で１２６回であった。以上の結果より、Z-Tetraolを塗布した磁気テープはスチル耐久性が乏しく、また加熱試験後のシャトル耐久性の劣化が大きく、磁気テープの仕様を満足できなかった。

[0153] [表11]

	100走行後の 摩擦係数		スチル耐久性 /min		シャトル耐久性 /回		加熱後の 100走行後の 摩擦係数		加熱後の スチル耐久性 /min		加熱後の シャトル耐久性 /回	
実施例11	-5℃	0.18	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.19	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.20	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.21	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200
実施例12	-5℃	0.20	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.21	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.22	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.23	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200
実施例13	-5℃	0.17	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.18	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.19	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.19	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200
実施例14	-5℃	0.20	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.22	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.22	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.23	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200
実施例15	-5℃	0.18	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.18	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.19	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.20	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200

[0154]

[表12]

	100走行後の 摩擦係数		スチル耐久性 /min		シャトル耐久性 /回		加熱後の 100走行後の 摩擦係数		加熱後の スチル耐久性 /min		加熱後の シャトル耐久性 /回	
比較例11	-5℃	0.20	-5℃	>60	-5℃	>200	-5℃	0.23	-5℃	>60	-5℃	>200
	40℃, 90%RH	0.23	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.26	40℃, 30%RH	>60	40℃, 90%RH	>200
比較例12	-5℃	0.27	-5℃	15	-5℃	>200	-5℃	0.32	-5℃	10	-5℃	43
	40℃, 90%RH	0.31	40℃, 30%RH	42	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.40	40℃, 30%RH	15	40℃, 90%RH	45
比較例13	-5℃	0.26	-5℃	20	-5℃	>200	-5℃	0.31	-5℃	13	-5℃	50
	40℃, 90%RH	0.30	40℃, 30%RH	41	40℃, 90%RH	>200	40℃, 90%RH	0.40	40℃, 30%RH	19	40℃, 90%RH	46
比較例14	-5℃	0.25	-5℃	12	-5℃	59	-5℃	0.32	-5℃	12	-5℃	46
	40℃, 90%RH	0.30	40℃, 30%RH	48	40℃, 90%RH	124	40℃, 90%RH	0.35	40℃, 30%RH	15	40℃, 90%RH	58
比較例15	-5℃	0.22	-5℃	25	-5℃	65	-5℃	0.28	-5℃	23	-5℃	55
	40℃, 90%RH	0.26	40℃, 30%RH	35	40℃, 90%RH	156	40℃, 90%RH	0.32	40℃, 30%RH	31	40℃, 90%RH	126

[0155] これらの結果も、本発明のイオン液体を含有する本発明の潤滑剤を塗布した磁気テープは、優れた耐摩耗性、スチル耐久性、シャトル耐久性を示した。しかし、比較例として示したZ-DOLやZ-Tetraolの場合には、前述のディスクの場合と同様にその耐久性の劣化が大きかった。またパーフルオロオクタンスルホン酸オクタデシルアンモニウム塩を含有する潤滑剤の場合には優れた耐久性を有するものの、加熱後に少し摩擦係数が増加した。

符号の説明

- [0156]
- 1 レーザー光
 - 2 近接場光
 - 3 記録ヘッド（PMR素子）
 - 4 再生ヘッド（TMR素子）
 - 11 基板
 - 12 下地層
 - 13 磁性層
 - 14 カーボン保護層

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

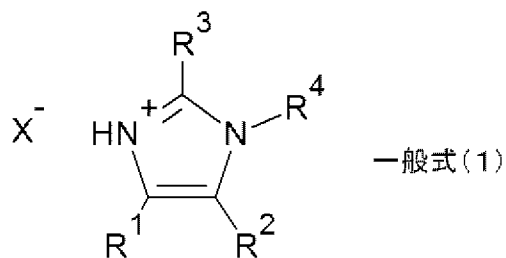
請求の範囲

[請求項1] 共役酸 (B^+) と共役塩基 (X^-) とを有し、プロトン性であるイオン液体を含有し、

前記イオン液体が、下記一般式 (1) で表され、

前記共役塩基が、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかであることを特徴とする潤滑剤。

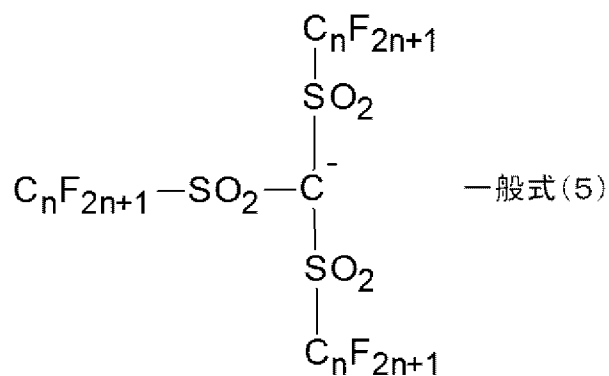
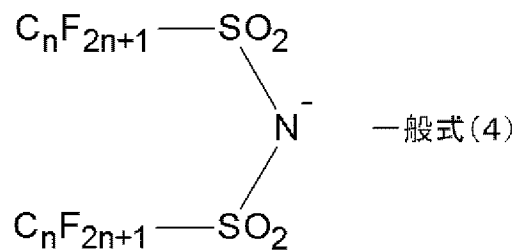
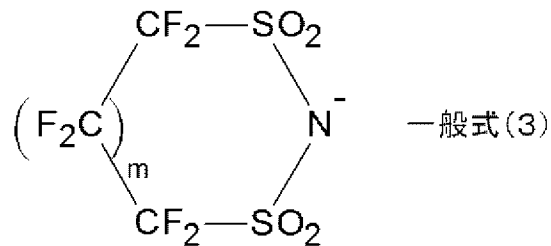
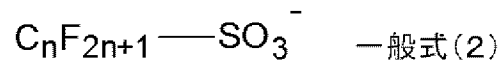
[化1]



ただし、前記一般式 (1) 中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒になってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数 10 以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

[請求項2] 共役塩基が、下記一般式 (2) ～一般式 (5) のいずれかで表される請求項 1 に記載の潤滑剤。

[化2]



ただし、前記一般式(2)中、 n は、0～20の整数を表す。前記一般式(3)中、 m は、0～2の整数を表す。前記一般式(4)中、 n は、0～10の整数を表す。前記一般式(5)中、 n は、0～6の整数を表す。

[請求項3]

非磁性支持体と、前記非磁性支持体上に磁性層と、前記磁性層上に請求項1から2のいずれかに記載の潤滑剤とを有することを特徴とする磁気記録媒体。

[請求項4]

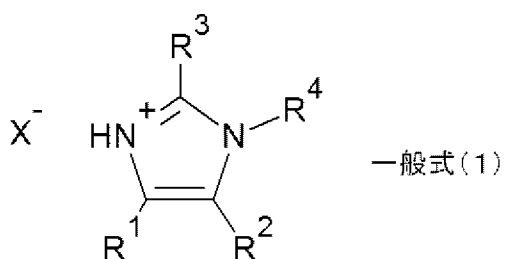
共役酸 (B^+) と共役塩基 (X^-) とを有し、

下記一般式 (1) で表され、

前記共役塩基が、スルホン酸の共役塩基、スルホンイミドの共役塩基、及びトリスルホニルメチドの共役塩基のいずれかであり、

プロトン性であることを特徴とするイオン液体。

[化3]

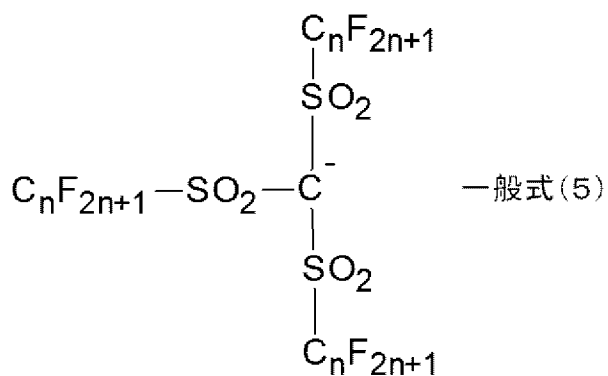
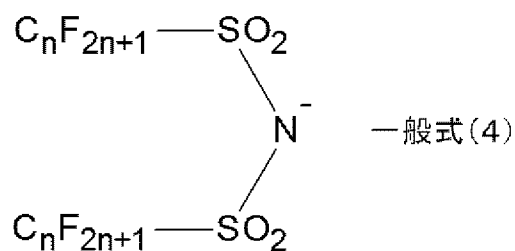
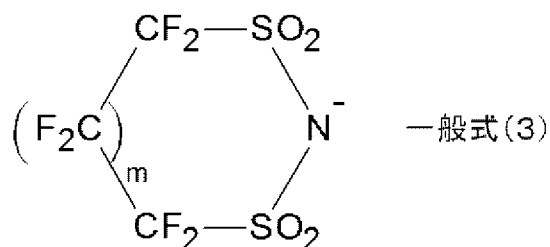
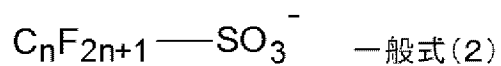


ただし、前記一般式 (1) 中、 R^1 及び R^2 は、水素原子であるか、又は R^1 及び R^2 は、それらが結合されている炭素原子と一緒にあってベンゼン環を形成し、 R^3 は、炭素数 10 以上の直鎖状の炭化水素基を表し、 R^4 は、水素原子、及び炭化水素基のいずれかを表す。

[請求項5]

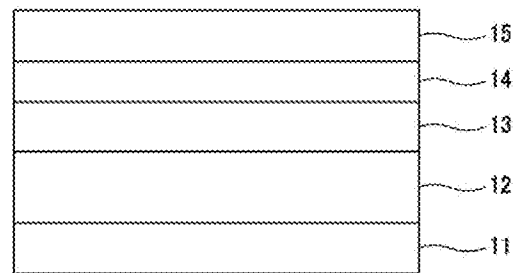
共役塩基が、下記一般式 (2) ～一般式 (5) のいずれかで表される請求項 4 に記載のイオン液体。

[化4]

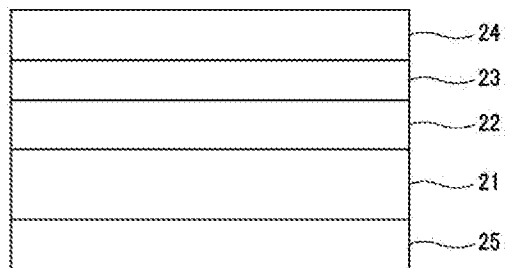


ただし、前記一般式(2)中、 n は、0～20の整数を表す。前記一般式(3)中、 m は、0～2の整数を表す。前記一般式(4)中、 n は、0～10の整数を表す。前記一般式(5)中、 n は、0～6の整数を表す。

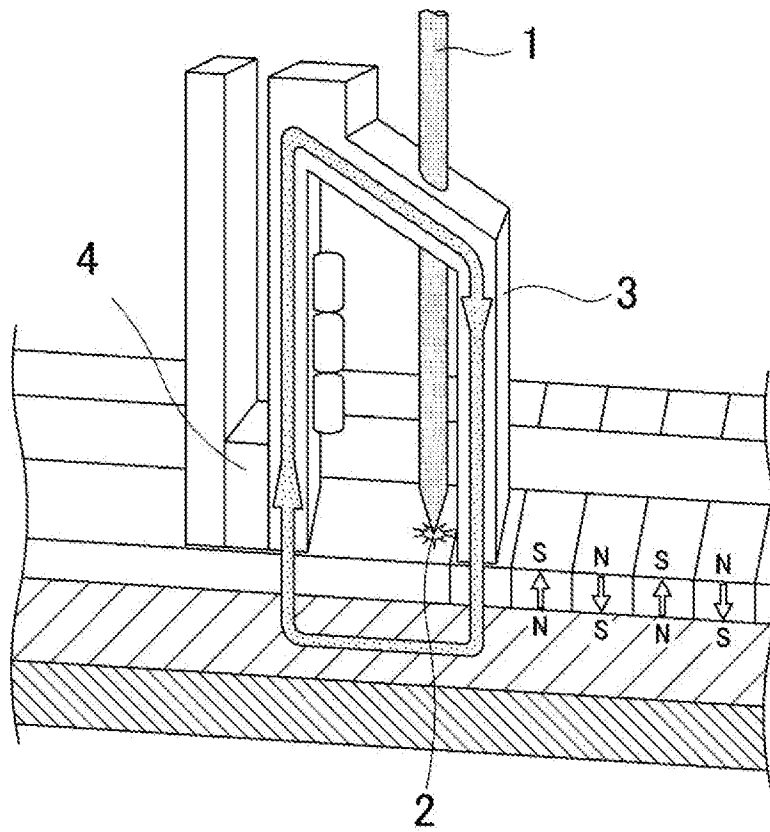
[図1]



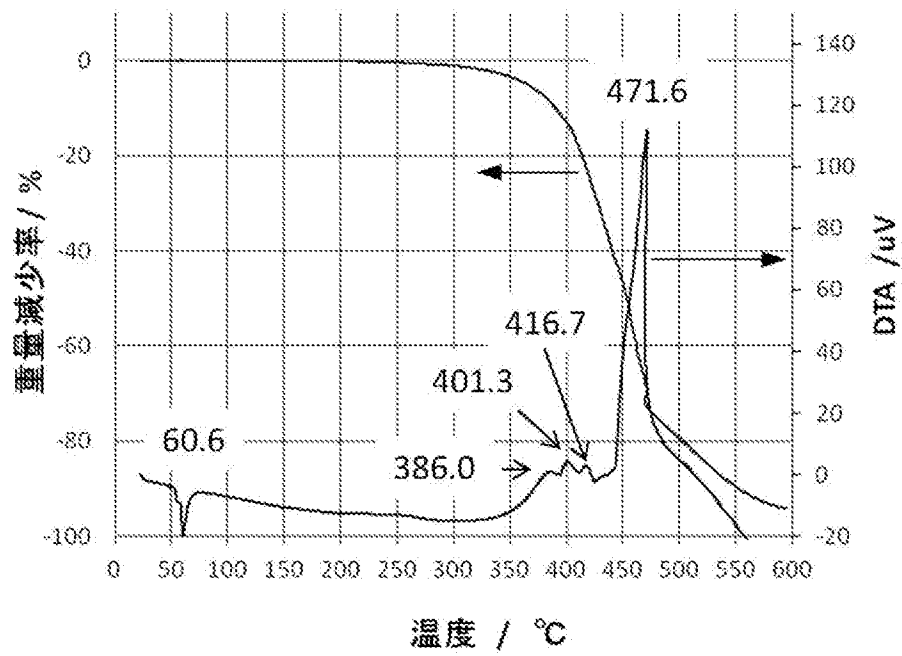
[図2]



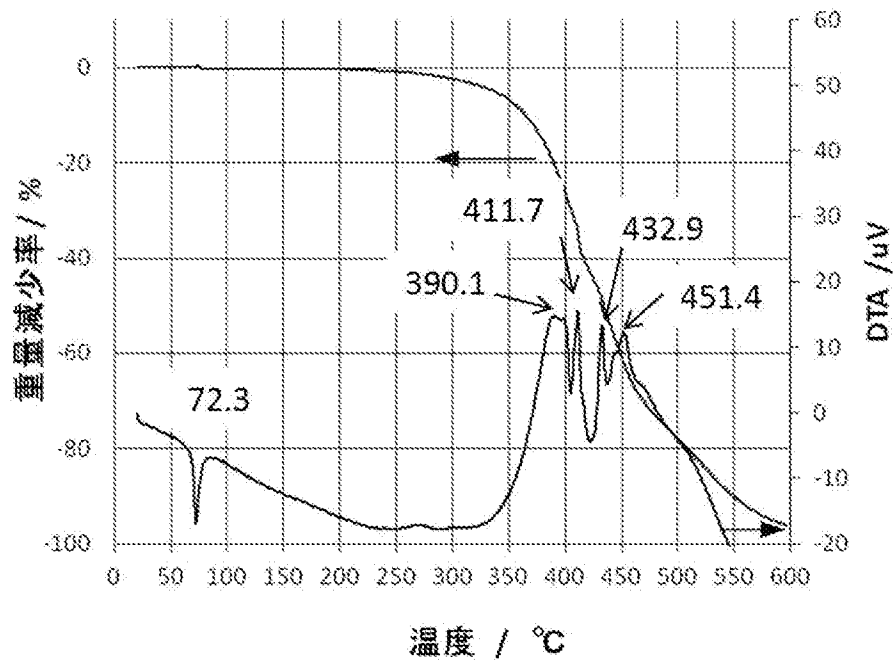
[図3]



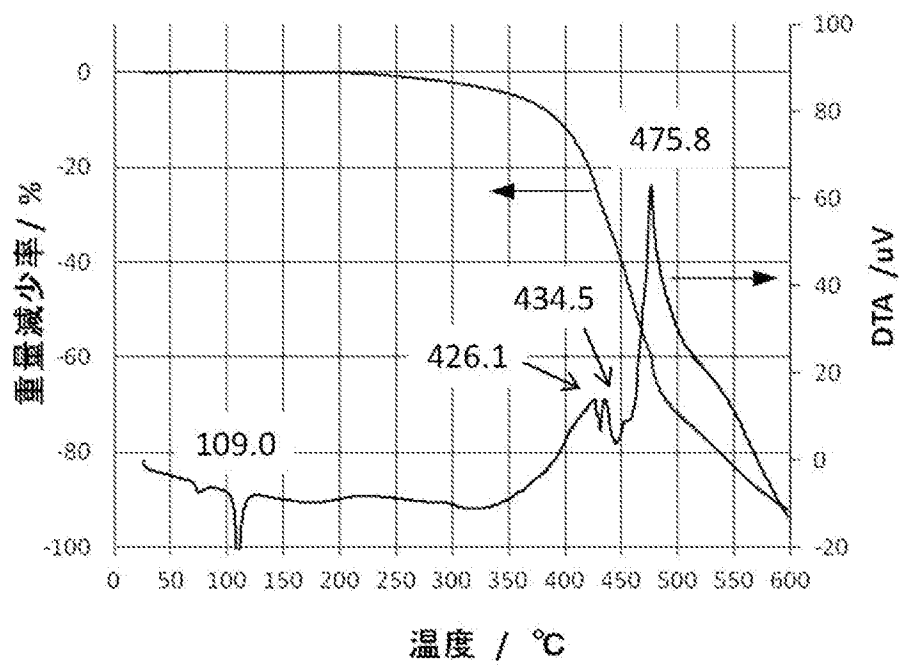
[図4]



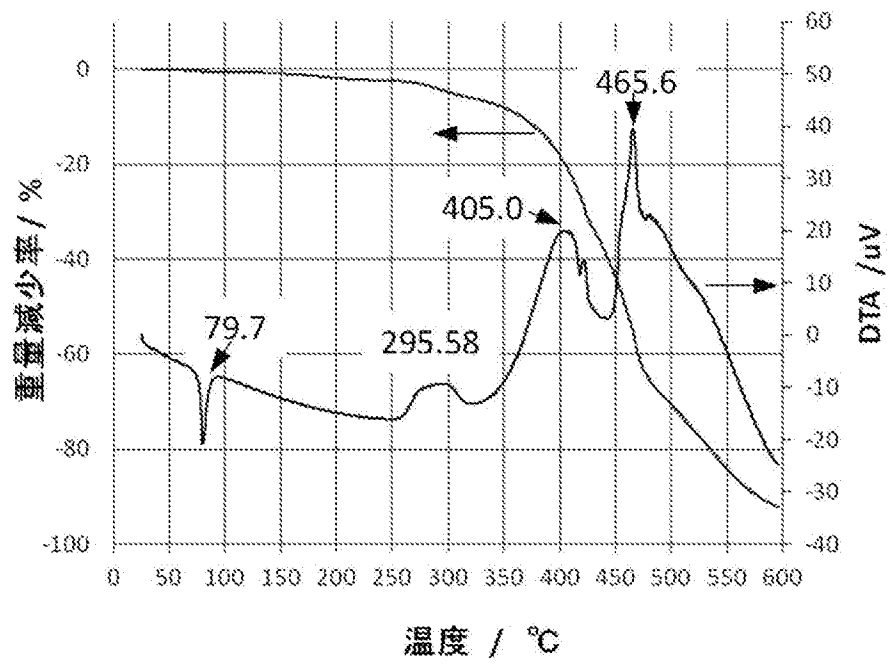
[図5]



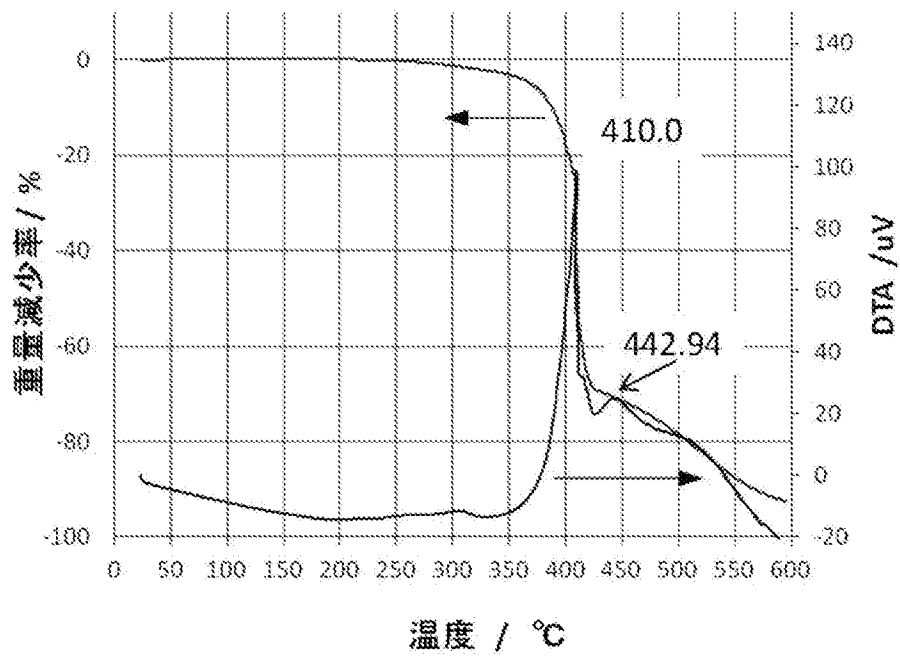
[図6]



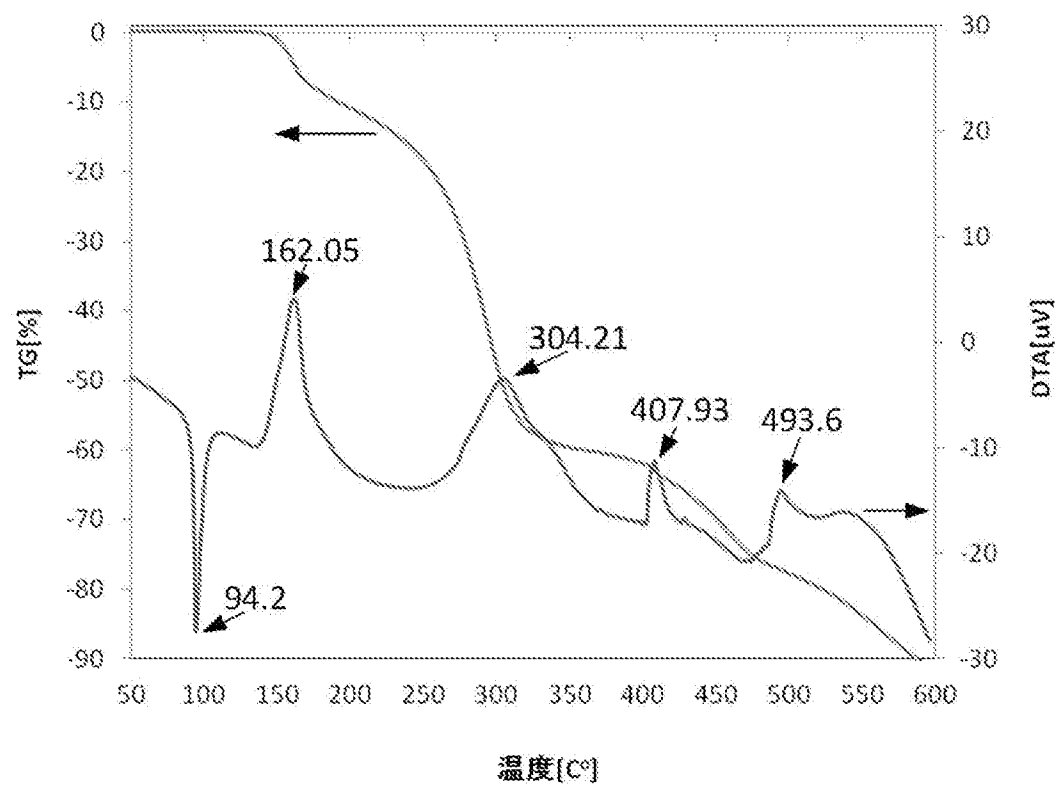
[図7]



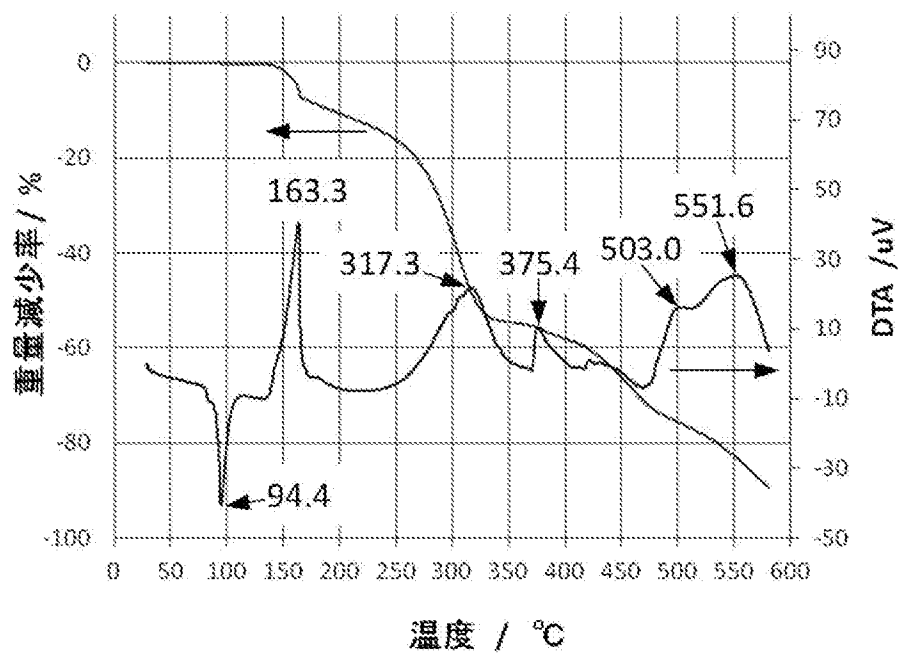
[図8]



[図9]



[図10]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/064241

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10M105/70(2006.01)i, C07C309/06(2006.01)i, C07C311/48(2006.01)i,
C07C317/04(2006.01)i, C07D233/58(2006.01)i, C10M105/54(2006.01)i,
C10M105/72(2006.01)i, G11B5/725(2006.01)i, C10N30/06(2006.01)n,
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10M105/70, C07C309/06, C07C311/48, C07C317/04, C07D233/58, C10M105/54,
C10M105/72, G11B5/725, C10N30/06, C10N30/08, C10N40/18

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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

CAPLUS/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	STLE Annual Meeting Detroit, May 05th-09th 2013, 2013	1-5
A	US 2009/0170734 A1 (FROMMER LAWRENCE & HAUG), 02 July 2009 (02.07.2009), claims 1 to 20; examples & EP 2078714 A2 & DE 102007063149 A1 & CN 101468968 A	1-5
A	JP 2009-511434 A (E.I. Du Pont de Nemours & Co.), 19 March 2009 (19.03.2009), claims 1 to 4; examples 1 to 23 & US 2007/0066822 A1 & EP 1954680 A1 & KR 10-2008-0050512 A & CN 101268057 A	1-5



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

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

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

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

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

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 August 2015 (05.08.15)

Date of mailing of the international search report
18 August 2015 (18.08.15)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/064241

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-26296 A (The Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd.), 10 February 2011 (10.02.2011), claims 1 to 6; examples 1 to 3 (Family: none)	1-5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/064241

Continuation of A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

(International Patent Classification (IPC))

C10N30/08(2006.01)n, *C10N40/18*(2006.01)n

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

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C10M105/70(2006.01)i, C07C309/06(2006.01)i, C07C311/48(2006.01)i, C07C317/04(2006.01)i, C07D233/58(2006.01)i, C10M105/54(2006.01)i, C10M105/72(2006.01)i, G11B5/725(2006.01)i, C10N30/06(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n, C10N40/18(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C10M105/70, C07C309/06, C07C311/48, C07C317/04, C07D233/58, C10M105/54, C10M105/72, G11B5/725, C10N30/06, C10N30/08, C10N40/18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2015年
日本国実用新案登録公報	1996-2015年
日本国登録実用新案公報	1994-2015年

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

CAlplus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	STLE Annual Meeting Detroit, May 05th-09th 2013, 2013	1-5
A	US 2009/0170734 A1 (FROMMER LAWRENCE & HAUG) 2009.07.02, 請求項 1-20、実施例 & EP 2078714 A2 & DE 102007063149 A1 & CN 101468968 A	1-5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.08.2015

国際調査報告の発送日

18.08.2015

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

増永 淳司

4V

4511

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2009-511434 A (イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・アンド・カンパニー) 2009.03.19, 請求項 1-4、実施例 1-23 & US 2007/0066822 A1 & EP 1954680 A1 & KR 10-2008-0050512 A & CN 101268057 A	1-5
A	JP 2011-26296 A (日本合成化学工業株式会社) 2011.02.10, 請求項 1-6、実施例 1-3 (ファミリーなし)	1-5