

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

**特表2005-523552****(P2005-523552A)**(43) 公表日 **平成17年8月4日(2005.8.4)**

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
<b>G 1 1 B 7/26</b>	G 1 1 B 7/26 5 3 1	5 D 0 2 9
<b>G 1 1 B 7/24</b>	G 1 1 B 7/24 5 2 6 A	5 D 1 2 1
	G 1 1 B 7/24 5 3 1 Z	
	G 1 1 B 7/24 5 3 8 G	
	G 1 1 B 7/24 5 4 1 B	
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 38 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2003-586881 (P2003-586881)	(71) 出願人	390041542
(86) (22) 出願日	平成15年3月31日 (2003.3.31)		ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ
(85) 翻訳文提出日	平成16年12月22日 (2004.12.22)		GENERAL ELECTRIC CO
(86) 国際出願番号	PCT/US2003/009611		MPANY
(87) 国際公開番号	W02003/090220		アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネ
(87) 国際公開日	平成15年10月30日 (2003.10.30)		クタデイ、リバーロード、1 番
(31) 優先権主張番号	60/374, 351	(74) 代理人	100093908
(32) 優先日	平成14年4月22日 (2002.4.22)		弁理士 松本 研一
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100105588
(31) 優先権主張番号	10/384, 986		弁理士 小倉 博
(32) 優先日	平成15年3月10日 (2003.3.10)	(74) 代理人	100106541
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 伊藤 信和
		(74) 代理人	100129779
			弁理士 黒川 俊久
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 限定再生型情報記憶媒体の製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 限定再生型光情報記憶媒体の製造方法が提供される。

【解決手段】 限定再生型光情報記憶媒体の製造方法は、第一の基板及び第二の基板を用意し、反応層を配設し、反射層を配設し、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させることを含んでなる。本発明では、前記層の配列に関する変更例も提供される。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一の基板及び第二の基板を用意し、

任意には前記第一の基板上に反応層を配設し、

前記第二の基板上に反射層を配設し、

任意には前記反射層上に反応層を配設し、

情報記憶媒体中に 1 以上の反応層が存在することを条件として、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる

10

ことを含んでなる方法。

## 【請求項 2】

前記第一の基板が塑性物質である、請求項 1 記載の方法。

## 【請求項 3】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 2 記載の方法。

## 【請求項 4】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン - テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複合体からなる群から選択される、請求項 3 記載の方法。

20

## 【請求項 5】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 4 記載の方法。

## 【請求項 6】

前記第二の基板が塑性物質である、請求項 1 記載の方法。

30

## 【請求項 7】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 6 記載の方法。

## 【請求項 8】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン - テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複合体からなる群から選択される、請求項 7 記載の方法。

40

## 【請求項 9】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 8 記載の方法。

## 【請求項 10】

前記反応性物質が、酸素感受性ロイコメチレンブルー、還元型のメチレンブルー、ブリリアントクレジルブルー、ベーシックブルー 3、トルイジン 0、及び上述の反応性物質の 1 種以上を含む組合せからなる群から選択される、請求項 1 記載の方法。

## 【請求項 11】

50

前記反応層が、さらにポリメチルメタクリレート/ロイコメチレンブルーを含む、請求項 10 記載の方法。

【請求項 12】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 3 ~ 約 10 重量%の範囲内で存在する、請求項 11 記載の方法。

【請求項 13】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 7 重量%の範囲内で存在する、請求項 12 記載の方法。

【請求項 14】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 6 重量%の範囲内で存在する、請求項 13 記載の方法。 10

【請求項 15】

前記キャリアーが、熱可塑性アクリルポリマー、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリチオレン、UV 硬化性有機樹脂、ポリウレタン、熱硬化性アクリルポリマー、アルキド樹脂、ビニル樹脂、並びに上述のキャリアーの 1 種以上を含む反応生成物及び組合せからなる群から選択される、請求項 1 記載の方法。

【請求項 16】

前記キャリアーが熱可塑性アクリルポリマーからなる、請求項 15 記載の方法。

【請求項 17】

前記熱可塑性アクリルポリマーがポリ(メチルメタクリレート/メタクリル酸)からなる、請求項 16 記載の方法。 20

【請求項 18】

接着層を介して前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 19】

前記接着層がアクリル層である、請求項 18 記載の方法。

【請求項 20】

反射層が金属からなる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 21】

金属がアルミニウム、銀、金、チタン、合金又はこれらの組合せからなる、請求項 20 記載の方法。 30

【請求項 22】

金属がアルミニウムからなる、請求項 21 記載の方法。

【請求項 23】

第二の基板が約 0.00001 ~ 約 2 重量%の範囲内で存在する着色剤を含む吸光層であり、該吸光層が約 330 ~ 約 390 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 5 %を超える光を透過する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 24】

第二の基板が、約 360 ~ 約 370 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 10 %を超える光を透過する吸光層である、請求項 23 記載の方法。

【請求項 25】 40

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

前記第一のポリカーボネート基板上にアルミニウム層を配設し、

ポリ(メチルメタクリレート/メタクリル酸)及びポリメチルメタクリレート/ロイコメチレンブルーを含む反応層を前記アルミニウム層上に配設し、

前記層が前記第一のポリカーボネート基板と前記第二のポリカーボネート基板との間に配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記第二のポリカーボネート基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【請求項 26】 50

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

前記第一のポリカーボネート基板上にアルミニウム層を配設し、

ポリ(メチルメタクリレート/メタクリル酸)及びポリメチルメタクリレート/ロイコメチレンブルーを含む反応層を前記第二のポリカーボネート基板上に配設し、

前記層が前記第一のポリカーボネート基板と前記第二のポリカーボネート基板との間に配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記第二のポリカーボネート基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【請求項 27】

10

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一の基板及び第二の基板を用意し、

前記第一の基板上に反応層を配設し、

前記反応層上に反射層を配設し、

任意には前記反射層上に反応層を配設し、

前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【請求項 28】

前記第一の基板が塑性物質である、請求項 27 記載の方法。

20

【請求項 29】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 28 記載の方法。

【請求項 30】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン-テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複合体からなる群から選択される、請求項 29 記載の方法。

30

【請求項 31】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 30 記載の方法。

【請求項 32】

前記第二の基板が塑性物質である、請求項 27 記載の方法。

【請求項 33】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 32 記載の方法。

40

【請求項 34】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン-テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複合体からなる群から選択される、請求項 33 記載の方法。

50

## 【請求項 35】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 34 記載の方法。

## 【請求項 36】

前記反応性物質が、酸素感受性ロイコメチレンブルー、還元型のメチレンブルー、プリリアントクレジルブルー、ベーシックブルー 3、トルイジン 0、及び上述の反応性物質の 1 種以上を含む組合せからなる群から選択される、請求項 27 記載の方法。

## 【請求項 37】

前記反応層が、さらにポリメチルメタクリレート / ロイコメチレンブルーを含む、請求項 36 記載の方法。

## 【請求項 38】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 3 ~ 約 10 重量 % の範囲内で存在する、請求項 37 記載の方法。

## 【請求項 39】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 7 重量 % の範囲内で存在する、請求項 38 記載の方法。

## 【請求項 40】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 6 重量 % の範囲内で存在する、請求項 39 記載の方法。

## 【請求項 41】

前記キャリアーが、熱可塑性アクリルポリマー、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリチオレン、UV 硬化性有機樹脂、ポリウレタン、熱硬化性アクリルポリマー、アルキド樹脂、ビニル樹脂、並びに上述のキャリアーの 1 種以上を含む反応生成物及び組合せからなる群から選択される、請求項 27 記載の方法。

## 【請求項 42】

前記キャリアーが熱可塑性アクリルポリマーからなる、請求項 41 記載の方法。

## 【請求項 43】

前記熱可塑性アクリルポリマーがポリ(メチルメタクリレート / メタクリル酸)からなる、請求項 42 記載の方法。

## 【請求項 44】

接着層を介して前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる、請求項 27 記載の方法。

## 【請求項 45】

前記接着層がアクリル層である、請求項 44 記載の方法。

## 【請求項 46】

反射層が金属からなる、請求項 27 記載の方法。

## 【請求項 47】

金属がアルミニウム、銀、金、チタン、合金又はこれらの組合せからなる、請求項 46 記載の方法。

## 【請求項 48】

金属がアルミニウムからなる、請求項 47 記載の方法。

## 【請求項 49】

第二の基板が約 0.00001 ~ 約 2 重量 % の範囲内で存在する着色剤を含む吸光層であり、該吸光層が約 330 ~ 約 390 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 5 % を超える光を透過する、請求項 27 記載の方法。

## 【請求項 50】

第二の基板が、約 360 ~ 約 370 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 10 % を超える光を透過する吸光層である、請求項 23 記載の方法。

## 【請求項 51】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

ポリ(メチルメタクリレート / メタクリル酸)及びポリメチルメタクリレート / ロイコ

10

20

30

40

50

メチレンブルーを含む反応層を前記第一のポリカーボネート基板上に配設し、

前記反応層上にアルミニウム層を配設し、

前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記第二のポリカーボネート基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【請求項 5 2】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一の基板及び第二の基板を用意し、

任意には前記第一の基板上に反応層を配設し、

前記第一の基板上に反応層が配設される場合には前記反応層上に金属が配設されることを条件にして、前記第一の基板上に半反射層を配設し、

任意には前記金属上に反応層を配設し、

前記第二の基板上に反射層を配設し、

任意には前記反射層上に反応層を配設し、

前記情報記憶媒体中に 1 以上の反応層が存在することを条件として、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【請求項 5 3】

前記第一の基板が塑性物質である、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 5 4】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 5 3 記載の方法。

【請求項 5 5】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン - テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複合体からなる群から選択される、請求項 5 4 記載の方法。

【請求項 5 6】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 5 5 記載の方法。

【請求項 5 7】

前記第二の基板が塑性物質である、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 5 8】

前記塑性物質が約 100 以上のガラス転移温度を有する 1 種以上の熱可塑性樹脂からなる、請求項 5 7 記載の方法。

【請求項 5 9】

前記熱可塑性樹脂が、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミド、ポリスルホン、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS 樹脂、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン - テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、並びに上述の熱可塑性樹脂の 1 種以上を含む混合物、共重合体、反応生成物及び複

10

20

30

40

50

合体からなる群から選択される、請求項 5 8 記載の方法。

【請求項 6 0】

前記熱可塑性樹脂がポリカーボネートからなる、請求項 5 9 記載の方法。

【請求項 6 1】

前記反応性物質が、酸素感受性ロイコメチレンブルー、還元型のメチレンブルー、ブリリアントクレジルブルー、ベーシックブルー 3、トルイジン 0、及び上述の反応性物質の 1 種以上を含む組合せからなる群から選択される、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 6 2】

前記反応層が、さらにポリメチルメタクリレート/ロイコメチレンブルーを含む、請求項 6 8 記載の方法。

【請求項 6 3】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 3 ~ 約 1 0 重量 % の範囲内で存在する、請求項 6 9 記載の方法。

【請求項 6 4】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 7 重量 % の範囲内で存在する、請求項 7 0 記載の方法。

【請求項 6 5】

前記反応性物質が、前記反応層の全重量を基準にして約 4 ~ 約 6 重量 % の範囲内で存在する、請求項 7 1 記載の方法。

【請求項 6 6】

前記キャリアーが、熱可塑性アクリルポリマー、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリチオレン、UV 硬化性有機樹脂、ポリウレタン、熱硬化性アクリルポリマー、アルキド樹脂、ビニル樹脂、並びに上述のキャリアーの 1 種以上を含む反応生成物及び組合せからなる群から選択される、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 6 7】

前記キャリアーが熱可塑性アクリルポリマーからなる、請求項 7 3 記載の方法。

【請求項 6 8】

前記熱可塑性アクリルポリマーがポリ(メチルメタクリレート/メタクリル酸)からなる、請求項 7 4 記載の方法。

【請求項 6 9】

接着層を介して前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 7 0】

前記接着層がアクリル層である、請求項 7 6 記載の方法。

【請求項 7 1】

反射層が金属からなる、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 7 2】

金属がアルミニウム、銀、金、チタン、合金又はこれらの組合せからなる、請求項 7 8 記載の方法。

【請求項 7 3】

金属がアルミニウムからなる、請求項 7 9 記載の方法。

【請求項 7 4】

第二の基板が約 0 . 0 0 0 0 1 ~ 約 2 重量 % の範囲内で存在する着色剤を含む吸光層であり、該吸光層が約 3 3 0 ~ 約 3 9 0 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 5 % を超える光を透過する、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 7 5】

第二の基板が、約 3 6 0 ~ 約 3 7 0 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 1 0 % を超える光を透過する吸光層である、請求項 8 1 記載の方法。

【請求項 7 6】

半反射層が金、銀、銀合金、ケイ素又はこれらの組合せである、請求項 5 2 記載の方法。

【請求項 7 7】

10

20

30

40

50

半反射層が金である、請求項 8 3 記載の方法。

【請求項 7 8】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

ポリ（メチルメタクリレート／メタクリル酸）及びポリメチルメタクリレート／ロイコ  
メチレンブルーを含む反応層を前記第一のポリカーボネート基板上に配設し、

前記反応層上に金層を配設し、

前記第二のポリカーボネート基板上にアルミニウム層を配設し、

前記層が前記第一のポリカーボネート基板と前記第二のポリカーボネート基板との間に  
配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記 10  
第二のポリカーボネート基板に密着させる  
ことを含んでなる方法。

【請求項 7 9】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

前記第一のポリカーボネート基板上に金層を配設し、

ポリ（メチルメタクリレート／メタクリル酸）及びポリメチルメタクリレート／ロイコ  
メチレンブルーを含む反応層を前記金層上に配設し、

前記第二のポリカーボネート基板上にアルミニウム層を配設し、

前記層が前記第一のポリカーボネート基板と前記第二のポリカーボネート基板との間に 20  
配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記  
第二のポリカーボネート基板に密着させる  
ことを含んでなる方法。

【請求項 8 0】

限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、

第一のポリカーボネート基板及び第二のポリカーボネート基板を用意し、

前記第一のポリカーボネート基板上に金層を配設し、

前記第二のポリカーボネート基板上にアルミニウム層を配設し、

ポリ（メチルメタクリレート／メタクリル酸）及びポリメチルメタクリレート／ロイコ  
メチレンブルーを含む反応層を前記アルミニウム層上に配設し、 30

前記層が前記第一のポリカーボネート基板と前記第二のポリカーボネート基板との間に  
配設されるようにして、アクリル接着層を介して前記第一のポリカーボネート基板を前記  
第二のポリカーボネート基板に密着させる

ことを含んでなる方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は記憶媒体に関する。さらに具体的には、本発明は限定再生型記憶媒体に関する  
。

【背景技術】

【0 0 0 2】

光媒体、磁気媒体及び光磁気媒体は高性能記憶技術の主たる源であり、記憶量 1 メガバ  
イト当たりの手ごろな価格と共に高い記憶容量を可能にする。光媒体の使用は、コンパク  
トディスク（C D）、D V D - 5 や D V D - 9 のような多層構造及び D V D - 1 0 や D V  
D - 1 8 のような多面フォーマットを含むデジタル・バーサタイル・ディスク（D V D  
）、光磁気ディスク（M O）、並びに C D - R、C D - R W、D V D - R、D V D - R W  
、D V D + R W、D V D - R A M などの他の追記型及び書換型フォーマットのようなフォ  
ーマット（以後は総称的に「情報記憶媒体」という）のオーディオ、ビデオ及びコンピュ  
ーターデータ用途で広く普及している。これらのフォーマットでは、データは基板上にデ  
ジタルデータ系列としてエンコードされる。C D のような光媒体用の先行記録媒体では 50



、データは、射出成形、スタンピングなどの方法で塑性物質基板の表面に形成されたピット又は溝からなるのが通例である。

【0003】

ある種の用途では、光ディスクが限定された寿命を有することが望ましい。例えば、ソフトウェアの購入を勧誘するため、サンプル用コンピュータプログラムが潜在的な顧客に提供される。かかるプログラムは、限定された期間だけ使用するように想定されている。さらに、現在では、音楽及び映画は限定された期間だけレンタルされている。これらの用途及びその他の用途の各々では、期間が満了した時点でディスクを返却しなければならない。レンタル期間の終了時に返却する必要のない、機械で読み出し可能な光ディスクに対するニーズが存在している。限定再生型ディスクは、このような問題に対する解決策を提供する。 10

【0004】

限定再生型ディスクは、様々なやり方で製造されてきた。一つの方法は、反射層を多孔質層で保護することにより、所定期間後に反射層が酸化されてしまうようにディスクを形成することからなっていた。反射層が一定の酸化レベルに達すると、ディスクはもはや読み出し可能でなくなる。この限定再生技術及び他の限定再生技術に関する問題点は、これらの技術が無効化し得ることである。光ディスクに限定再生性を付与する方法が顧客又は零細企業によって容易に無効化し得るならば、ディスクはもはや「限定再生型」でなくなる。例えば、被膜又は材料が光ディスクを再生不可能にしている場合には、その被膜及び/又は材料を単に除去又は変性するだけで、非限定再生可能性をもったディスクを得ることができる。 20

【0005】

映画スタジオ側からは、その知的財産を保護することが強く要望されている。容易に無効化されて非限定再生可能性をもった情報記憶媒体を与え得る限定再生型情報記憶媒体の商品化は、知的財産の損失という容認できないリスクをもたらすであろう。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、  
第一の基板及び第二の基板を用意し、  
任意には前記第一の基板上に反応層を配設し、  
前記第二の基板上に反射層を配設し、  
任意には前記反射層上に反応層を配設し、  
情報記憶媒体中に1以上の反応層が存在することを条件として、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる  
ことを含んでなる方法を提供する。 30

【0007】

本発明は、さらに、限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、  
第一の基板及び第二の基板を用意し、  
前記第一の基板上に反応層を配設し、  
前記反応層上に反射層を配設し、  
前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる  
ことを含んでなる方法を提供する。 40

【0008】

さらに別の実施形態では、本発明は、限定再生型光情報記憶媒体の製造方法であって、  
第一の基板及び第二の基板を用意し、  
任意には前記第一の基板上に反応層を配設し、  
前記第一の基板上に反応層が配設される場合には前記反応層上に金属が配設されること 50

を条件にして、前記第一の基板上に半反射層を配設し、  
任意には前記金属層上に反応層を配設し、  
前記第二の基板上に反射層を配設し、  
任意には前記反射層上に反応層を配設し、  
前記情報記憶媒体中に1以上の反応層が存在することを条件として、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させる  
ことを含んでなる方法を提供する。

【0009】

図面の簡単な説明

図1は、無色ポリカーボネートディスク、ポリ(メチルメタクリレート)フィルム中の酸化ロイコメチレンブルー、及び配合染料を含む3種のポリカーボネート組成物から成形した基板ディスクの吸収スペクトルである。

【0010】

図2は、ロイコメチレンブルー溶液で被覆したディスクの周囲室内条件下での平均反射率を経時的に示している。

【0011】

図3は、サンドイッチ形式ディスクについての反射率動態を局所的被膜及び局所的2層コート被膜と比較して示している。

【0012】

図4は、サンドイッチ形式ディスクについての反射率動態に対するディスク脱気の効果を示している。

【0013】

図5は、0.6ミリメートルの厚さで透過モードで測定した、DVD基板用ポリカーボネート(PC)基樹脂組成物の光透過特性を示している。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

本明細書及び特許請求の範囲では多くの用語を用いるが、以下の意味を有するものと定義される。

【0015】

単数形で記載したものであっても、前後関係から明らかでない限り、複数の場合も含めて意味する。

【0016】

「任意」又は「任意には」という用語は、その用語に続いて記載された事象又は状況が起きても起きなくてもよいことを意味しており、かかる記載はその事象又は状況が起こる場合と起こらない場合を包含する。

【0017】

情報記憶媒体の光漂白は、反応層中でのポリヒドロキシ化合物の使用、吸光層の使用、又はこれらの組合せで効果的に低減されることが判明した。酸素に暴露すると、本質的に無色である反応性物質(例えば、ロイコメチレンブルー)は酸化されて不透明層又は半透明層(例えば、濃青色染料であるメチレンブルー)を形成する。不透明/半透明層を有する情報記憶媒体は、もはやメディアプレイヤーで再生できない。それが不透明になる時間を調整することで、染料層は所定の用途に対して所望の寿命を有する限定再生型情報記憶媒体を得るために使用できる。しかし、このように反応性物質層のみを用いて製造した限定再生型情報記憶媒体は、例えば光漂白試験で容易に「無効化」され、もはや「限定再生型」ではなくなる。反応層中でのポリヒドロキシ化合物の使用、吸光層の使用、又はこれらの組合せによれば、光漂白試験で無効化できない限定再生型情報記憶媒体が得られる。

【0018】

情報記憶媒体は、読出しレーザー波長で低い複屈折及び高い光透過率を有する(即ち、光媒体装置で読出し可能な)基板、反応性物質の反応層、データ層及び反射層を含んでい

10

20

30

40

50

る。通例、読出しレーザー波長は約 390 ~ 約 430 ナノメートルの範囲内にあるか（青色及び青紫色レーザー）、又は約 630 ~ 約 650 ナノメートルの範囲内にある（赤色レーザー）。情報記憶媒体は、さらに吸光層及び接着層を含むことがある。基板は、情報記憶媒体を媒体装置で読出し可能にするのに十分な光学的透明度（例えば、約 ± 100 nm 以下の複屈折）を有する材料からなっている。理論的には、これらの性質を示す任意の塑性物質を基板として使用できる。しかし、かかる塑性物質は、後続の加工工程（例えば、以後の層の設置工程）のパラメーター、例えばほぼ室温（約 25 ）から約 150 までのスパッタリング温度、及び以後の保存条件（例えば、約 70 までの温度を有する高温の自動車内での保存）に耐え得るべきである。即ち、塑性物質は各種の層の蒸着工程中及び最終使用者による保存中の変形を防止するのに十分な熱安定性を有することが望ましい。可能な塑性物質には、約 100 以上、好ましくは約 125 以上、さらに好ましくは約 150 以上、さらに一段と好ましくは約 200 以上のガラス転移温度を有する熱可塑性樹脂（例えば、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルエーテルスルホン、ポリフェニレンエーテル、ポリイミド、ポリカーボネートなど）があり、中でも、m - フェニレンジアミンをスルホンジアニリン又はオキシジアニリンで置換したポリエーテルイミド、ポリイミド、及び上述の塑性物質の 1 種以上を含む組合せなどのような、約 250 を超えるガラス転移温度を有する材料がさらに好ましい。一般には、ポリカーボネートが使用される。

10

#### 【0019】

基板材料の若干の可能な例には、特に限定されないが、非晶質材料、結晶質材料及び半結晶質熱可塑性材料、例えばポリ塩化ビニル、ポリオレフィン（特に限定されないが、線状及び環状ポリオレフィンを包含し、ポリエチレン、塩素化ポリエチレン、ポリプロピレンなどを含む）、ポリエステル（特に限定されないが、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリシクロヘキシルメチレンテレフタレートなどを含む）、ポリアミド、ポリスルホン（特に限定されないが、水素化ポリスルホンなどを含む）、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS樹脂、ポリスチレン（特に限定されないが、塩素化ポリスチレン、シンジオタクチック及びアタクチックポリスチレン、ポリシクロヘキシルエチレン、スチレン - コ - アクリロニトリル、スチレン - コ - 無水マレイン酸などを含む）、ポリブタジエン、ポリアクリレート（特に限定されないが、ポリメチルメタクリレート（PMMA）、メチルメタクリレート - ポリイミド共重合体などを含む）、ポリアクリロニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル（特に限定されないが、2, 6 - ジメチルフェノールから導かれたもの、2, 3, 6 - トリメチルフェノールとの共重合体などを含む）、エチレン - 酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、液晶ポリマー、エチレン - テトラフルオロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン及びテトラフルオロエチレン（例えば、テフロン（登録商標））のようなものがある。

20

30

#### 【0020】

本明細書中で使用する「ポリカーボネート」及び「ポリカーボネート組成物」という用語は、下記の式（I）の構造単位を有する組成物を包含する。

40

#### 【0021】

##### 【化1】



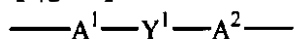
#### 【0022】

式中、R<sup>1</sup>基の総数の約 60 % 以上は芳香族有機基であり、その残部は脂肪族、脂環式又は芳香族基である。好ましくは、R<sup>1</sup>は芳香族有機基であり、さらに好ましくは下記の式（II）の基である。

#### 【0023】

50

## 【化 2】



(II)

## 【0024】

式中、 $A^1$  及び  $A^2$  の各々は単環式二価アリール基であり、 $Y^1$  は  $A^1$  と  $A^2$  とを隔てる 0、1 つ又は 2 つの原子を有する橋かけ基である。例示的な実施形態では、1 つの原子が  $A^1$  と  $A^2$  とを隔てている。この種の基の非限定的な実例には、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{S}(\text{O})-$ 、 $-\text{S}(\text{O}_2)-$ 、 $-\text{C}(\text{O})-$ 、メチレン、シクロヘキシルメチレン、2-[2.2.1]-ビシクロヘプチリデン、エチリデン、イソプロピリデン、ネオペンチリデン、シクロヘキシリデン、シクロペンタデシリデン、シクロドデシリデン、アダマンチリデンなどがある。別の実施形態では、0 の原子が  $A^1$  と  $A^2$  とを隔てており、その実例はビスフェノールである。橋かけ基  $Y^1$  は、炭化水素基又は飽和炭化水素基（例えばメチレン、シクロヘキシリデン又はイソプロピリデン）或いは  $-\text{O}-$  や  $-\text{S}-$  のようなヘテロ原子であり得る。

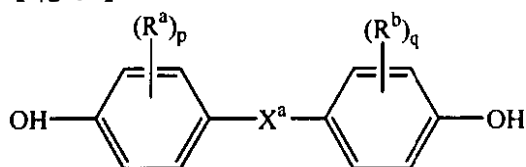
10

## 【0025】

ポリカーボネートは、ただ 1 つの原子が  $A^1$  と  $A^2$  とを隔てているジヒドロキシ化合物の反応で製造できる。本明細書中で使用する「ジヒドロキシ化合物」という用語は、例えば、下記の一般式 (III) を有するビスフェノール化合物を包含する。

## 【0026】

## 【化 3】



(III)

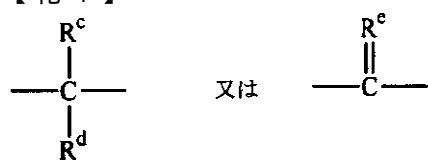
20

## 【0027】

式中、 $R^a$  及び  $R^b$  は各々独立に水素、ハロゲン原子又は一価炭化水素基を表し、 $p$  及び  $q$  は各々独立に 0 ~ 4 の整数であり、 $X^a$  は下記の式 (IV) の基の 1 つを表す。

## 【0028】

## 【化 4】



(IV)

30

## 【0029】

式中、 $R^c$  及び  $R^d$  は各々独立に水素原子又は一価線状若しくは環状炭化水素基を表し、 $R^e$  は二価炭化水素基である。

## 【0030】

好適なジヒドロキシ化合物の若干の非限定的実例には、米国特許第 4 2 1 7 4 3 8 号に名称又は式（一般式若しくは特定式）で開示されているもののようなジヒドロキシ置換芳香族炭化水素が包含される。式 (III) で表すことのできる種類のビスフェノール化合物の具体例の非排他的なリストには、以下のものが包含される。1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)メタン、1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)エタン、2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)プロパン（以後は「ビスフェノール A」又は「BPA」）、2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)オクタン、1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル) -  $n$  - ブタン、ビス(4 - ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシ - 1 - メチルフェニル)プロパン、1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシ -  $t$  - ブチルフェニル)プロパン、2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシ - 3 - プロモフェニル)プロパンのようなビス(ヒドロキシアリール)アルカン、1, 1 - ビス(4 -

40

50

ヒドロキシフェニル)シクロペンタン、4, 4' - ビフェノール、及び 1, 1 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)シクロヘキサンのようなビス(ヒドロキシアリール)シクロアルカン、並びに上述のビスフェノール化合物の 1 種以上を含む組合せ。

#### 【0031】

また、ホモポリマーではなくカーボネートコポリマーの使用が所望される場合には、2 種以上の二価フェノールの重合から得られるポリカーボネート、或いは二価フェノールとグリコール、ヒドロキシ - 若しくは酸 - 末端停止ポリエステル、二塩基酸、ヒドロキシ酸又は脂肪族二酸との共重合体を使用することも可能である。一般に、有用な脂肪族二酸は約 2 ~ 約 40 の範囲内の炭素原子を有する。好ましい脂肪族二酸はドデカン二酸である。

#### 【0032】

ポリアリーレート及びポリエステル - カーボネート樹脂又はこれらのブレンドも使用できる。枝分れポリカーボネート並びに線状ポリカーボネートと枝分れポリカーボネートのブレンドも有用である。枝分れポリカーボネートは、重合時に枝分れ剤を添加することで製造できる。

#### 【0033】

これらの枝分れ剤は公知であり、ヒドロキシル、カルボキシル、カルボン酸無水物、ハロホルミル、及び上述の枝分れ剤の 1 種以上を含む混合物であり得る 3 以上の官能基を含む多官能性有機化合物からなり得る。その具体例には、トリメリト酸、トリメリト酸無水物、トリメリト酸三塩化物、トリス - p - ヒドロキシフェニルエタン、イサチン - ビス - フェノール、トリス - フェノール TC (1, 3, 5 - トリス(p - ヒドロキシフェニル)イソプロピル)ベンゼン)、トリス - フェノール PA (4 (4 (1, 1 - ビス(p - ヒドロキシフェニル)エチル) - , - ジメチルベンジル)フェノール)、4 - クロロホルミルフタル酸無水物、トリメシン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸など、及び上述の枝分れ剤の 1 種以上を含む組合せがある。枝分れ剤は、基板の全重量を基準にして約 0.05 ~ 約 2.0 重量%のレベルで添加できる。枝分れ剤の例及び枝分れポリカーボネートの製造方法は、米国特許第 3635895 号及び同第 4001184 号に記載されている。すべての種類のポリカーボネート末端基が、本発明の技術的範囲内に含まれるものと想定されている。

#### 【0034】

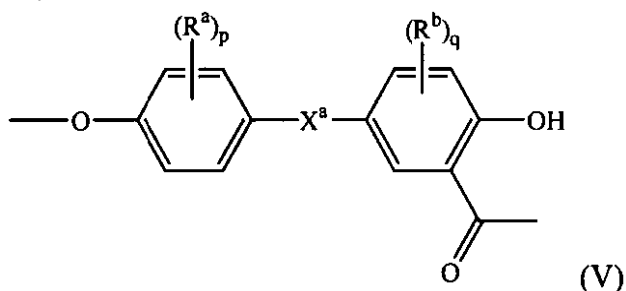
好ましいポリカーボネートは、 $A^1$  及び  $A^2$  の各々が p - フェニレンであり、 $Y^1$  がイソプロピリデンであるビスフェノール A を基剤とするものである。好ましくは、ポリカーボネートの重量平均分子量は約 5000 ~ 約 100000 原子質量単位の範囲内にあり、さらに好ましくは約 10000 ~ 約 65000 原子質量単位の範囲内にあり、最も好ましくは約 15000 ~ 約 35000 原子質量単位の範囲内にある。

#### 【0035】

ポリカーボネート合成の監視及び評価に際しては、ポリカーボネート生成物中に存在するフリース生成物の濃度を測定することが特に重要である。顕著なフリース生成物の生成はポリマーの枝分れを引き起こし、制御不可能な溶融物挙動をもたらすことがある。本明細書中で使用する「フリース」及び「フリース生成物」という用語は、下記の式 (V) を有するポリカーボネート中の繰返し単位を意味する。

#### 【0036】

#### 【化 5】



10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 7 】

式中、 $X^a$ は式(III)に関連して上記に記載した二価基である。

## 【 0 0 3 8 】

ポリカーボネート組成物は、この種の樹脂組成物中に通常混入される各種の添加剤も含み得る。かかる添加剤は、例えば、充填材又は補強材、熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、可塑剤、帯電防止剤、離型剤、追加の樹脂、発泡剤など、及び上述の添加剤の1種以上を含む組合せである。

## 【 0 0 3 9 】

基板材料の加工（例えば、熔融法によるポリカーボネートの製造）を助けるため、或いは基板材料の性質（例えば、粘度）を調節するため、触媒を使用することもできる。可能な触媒には、水酸化テトラアルキルアンモニウム、水酸化テトラアルキルホスホニウムなどがあり、水酸化ジエチルジメチルアンモニウム及び水酸化テトラブチルホスホニウムが好ましい。触媒は、単独でも使用できるし、酸（例えば、リン酸など）のような失活剤と組み合わせても使用できる。さらに、配合時にポリマー熔融物中に水を注入し、ベントから水蒸気として除去して残留揮発性化合物を除去することもできる。

## 【 0 0 4 0 】

情報記憶媒体を製造するためには、まず最初に、各種の前駆体を十分に混合し得る通常の反応器（例えば、一軸又は二軸押出機、ニーダー、ブレンダーなど）を用いて基板材料を生成すればよい。押出機は、分解を引き起こすことなしに基板材料前駆体を熔融するのに十分高い温度に維持すべきである。例えばポリカーボネートに関しては、約220～約360の範囲内、好ましくは約260～約320の範囲内の温度が使用できる。同様に、押出機内の滞留時間は分解を最小限に抑えるように制御すべきである。約2分(min)以上までの滞留時間が使用でき、約1.5minまでが好ましく、約1minまでが特に好ましい。所望の形態（通例はペレット、シート、ウェブなど）に押し出す前に、熔融濾過、スクリーンパックの使用、又はこれらの組合せなどにより混合物を任意に濾過して望ましくない夾雑物又は分解生成物を除去できる。

## 【 0 0 4 1 】

塑性組成物が生成された後、各種の成形技術、加工技術又はこれらの組合せを用いてそれを基板に形成できる。可能な技術には、射出成形、フィルムキャストリング、押出し、プレス成形、吹込み成形、スタンピングなどがある。基板を形成した後、電気めっき、被覆技術（スピンコート法、吹付け塗り、蒸着、スクリーン印刷、塗装、浸し塗りなど）、ラミネーション、スパッタリングなど、及び上述の加工技術の1以上を含む組合せのような追加の加工を用いて基板上に所望の層を配設できる。通例、基板は約600ミクロン以下の厚さを有している。

## 【 0 0 4 2 】

限定再生型ポリカーボネート情報記憶媒体の一例は、射出成形したポリカーボネート基板を含んでいる。基板上に配設されることのあるその他各種の層には、データ層、誘電体層、反応層、接着層、反射層、保護層、第二の基板、吸光層、及び上述の層の1以上を含む組合せがある。例えば光媒体は、保護層、反射層、誘電体層及びデータ層を含み得ると共に、基板の反対側には基板に接触した追加の誘電体層及び吸光層が接着層を介して配設され、基板と吸光層との間に反応層が配設される。情報記憶媒体の形態はディスク形に限定されず、読出し装置に適応し得る任意の寸法及び形状であり得ることは言うまでもない。

## 【 0 0 4 3 】

記録型の媒体では、データはレーザーでエンコードされる。レーザーで照射された活性データ層は相変化を受け、それによってデータストリームを構成する一連の高反射性又は非反射性領域を形成する。これらのフォーマットでは、レーザービームはまず基板を通過してからデータ層に達する。データ層では、ビームはエンコードされたデータに従って反射され、又は反射されない。次いで、レーザー光は基板を通過して戻り、光検出装置に入射し、そこでデータが解釈される。したがって、データ層は基板と反射層との間に配設され

10

20

30

40

50

る。光用途のためのデータ層は、通例、基板層上のピット、溝又はこれらの組合せである。好ましくは、データ層は基板表面に埋め込まれている。通例、射出成形 - 圧縮技術で基板が形成される。この場合、本明細書中に定義したような溶融ポリマーが金型に充填される。金型はプレフォーム、インサートなどを含み得る。ポリマー系を冷却し、少なくとも部分的に溶融状態にあるうちに圧縮することで、らせん状、同心円状又はその他の整列状態に配列した所望の表面構造（例えば、ピット及び溝）が基板の所望部分（即ち、所望領域の片面又は両面）に刻印される。

#### 【 0 0 4 4 】

磁気用途又は光磁気用途のための可能なデータ層は、回収可能なデータを記憶し得る任意の材料からなり得る。その例には、特に限定されないが、酸化物（例えば、酸化ケイ素）  
10  
希土類元素 - 遷移金属合金、ニッケル、コバルト、クロム、タンタル、白金、テルビウム、ガドリニウム、鉄、ホウ素など、及び上述のものの 1 種以上を含む合金や組合せ、有機染料（例えば、シアニン系又はフタロシアニン系染料）、並びに無機相変化化合物（例えば、TeSeSn、InAgSb など）がある。

#### 【 0 0 4 5 】

粉塵、油及びその他の夾雑物からの保護を行う保護層は、約 100 ミクロン（ $\mu$ ）超から約 10 未満までの厚さを有し得るが、ある種の実施形態では約 300 以下の厚さが好ましく、約 100 以下の厚さが特に好ましい。保護層の厚さは、通常、少なくとも一部では、使用する読出し / 書込み機構の種類（例えば、磁気機構、光機構又は光磁気機構）  
20  
によって決定される。可能な保護層には、中でも、金、銀、窒化物（例えば、特に窒化ケイ素や窒化アルミニウム）、炭化物（例えば、炭化ケイ素など）、酸化物（例えば、二酸化ケイ素など）、ポリマー材料（例えば、ポリアクリレートやポリカーボネート）及び炭素フィルム（ダイヤモンド、ダイヤモンド様炭素など）のような耐食性材料、並びに上述の材料の 1 種以上を含む組合せがある。

#### 【 0 0 4 6 】

通例はデータ記憶層の片側又は両側に配設されてしばしば熱制御体として使用される誘電体層は、通例、約 1000 まで又はそれを超えると共に、最小では約 200 以下の厚さを有し得る。可能な誘電体層には、環境に適合すると共に、好ましくは周囲の層との反応性をもたない材料のうち、窒化物（例えば、窒化ケイ素、窒化アルミニウムなど）、  
30  
酸化物（例えば、酸化アルミニウム）、硫化物（例えば、硫化亜鉛）、炭化物（例えば、炭化ケイ素）、及び上述の材料の 1 種以上を含む組合せがある。

#### 【 0 0 4 7 】

反射層は、データ回収を可能にするのに十分な量のエネルギー（例えば、光）を反射するのに十分な厚さを有すべきである。通例、反射層は約 700 程度までの厚さを有し得るが、約 300 ~ 約 600 の厚さが一般に好ましい。可能な反射層には、金属（例えば、アルミニウム、銀、金、ケイ素、チタン、及び上述の金属の 1 種以上を含む合金や混合物、など）をはじめとして、特定のエネルギー場を反射し得る任意の材料がある。

#### 【 0 0 4 8 】

キャリアー及び反応性物質を共に含む被覆組成物である反応層は、最初は情報記憶媒体装置によるデータ回収を可能にするのに十分な透過性を有し、後には該装置によるデータ  
40  
回収を阻止する層（例えば、所定の装置のレーザー波長で十分な量の入射光、反射光又はこれらの組合せを吸収する層）を形成すべきである。通例、反射層からの初期パーセント反射率を約 50 % 以上とする層が使用でき、約 65 % 以上の初期パーセント反射率が好ましく、約 75 % 以上の初期パーセント反射率がさらに好ましい。所望の期間（例えば、媒体の所望許容再生期間）にわたって媒体が酸素（例えば、空気）に暴露された後には、層は好ましくは約 45 % 以下のパーセント反射率を有し、約 30 % 以下が好ましく、約 20 % 以下がさらに好ましく、約 10 % 未満が特に好ましい。

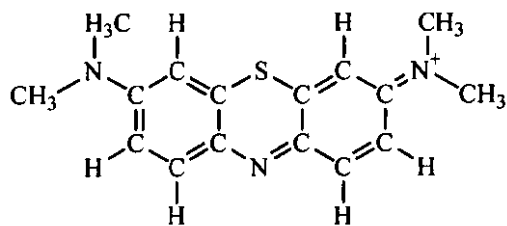
#### 【 0 0 4 9 】

可能な反応性物質には、酸素感受性のロイコメチレンブルー又は還元型のメチレンブルー、プリリアントクレジルブルー、ベーシックブルー 3 及びトルイジン 0、並びに上述の  
50

物質の 1 種以上を含む反応生成物及び組合せがある。これらの物質の構造を以下に示す。

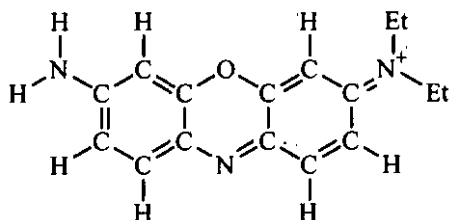
【 0 0 5 0 】

【 化 6 】



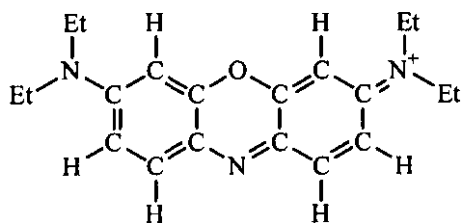
メチレンブルー

10



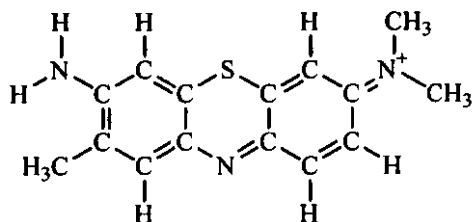
ブリリアントクレジルブルー

20



ベーシックブルー 3

30



トルイジンブルー O

【 0 0 5 1 】

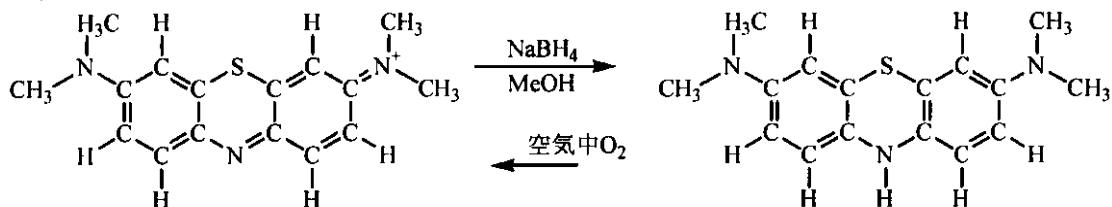
別の可能な反応性物質は、UV被膜がなければ約48時間を超えると再酸化される染料からなる。

【 0 0 5 2 】

合成方法及び酸素依存性再酸化による着色型メチレンブルー染料の生成を以下に示す。

【 0 0 5 3 】

【 化 7 】



メチレンブルー

50



## 【 0 0 5 4 】

さらに、反応層はポリヒドロキシ化合物のような１種以上の光漂白抑制剤を含み得る。好適なポリヒドロキシ化合物には、ピフェノール、ピフェノール誘導体、トリヒドロキシベンゼン誘導体又はこれらの組合せがある。ポリヒドロキシ化合物は光漂白を効果的に低減させる。本明細書中で使用する「光漂白を効果的に低減させる」とは、ポリヒドロキシ化合物を含む限定再生型情報記憶媒体がメディアプレーヤーでの再生を停止する臨界反射率に達するのに要する時間が、ポリヒドロキシ化合物を含まない限定再生型情報記憶媒体がメディアプレーヤーでの再生を停止する臨界反射率に達するのに要する時間より長いことをいう。普通には、臨界反射率は約 20 % 未満であり、さらに普通には、臨界反射率は約 10 % 未満である。

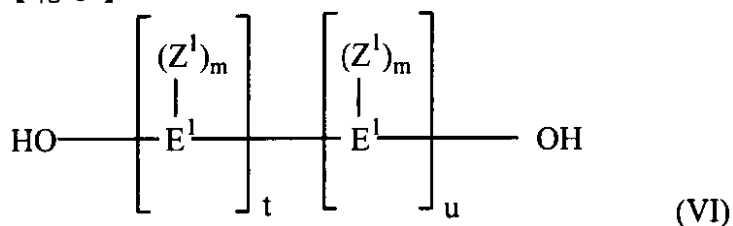
10

## 【 0 0 5 5 】

好適なポリジヒドロキシ化合物には、下記の式 (VI) で表されるものがある。

## 【 0 0 5 6 】

## 【 化 8 】



20

## 【 0 0 5 7 】

式中、 $\text{E}^1$  はフェニレン、ピフェニレン、ナフチレンなどの芳香族基を表す。 $\text{Z}^1$  は、特に限定されないがハロゲン（フッ素、臭素、塩素、ヨウ素）をはじめとする無機原子、特に限定されないがニトロをはじめとする無機基、特に限定されないがアルキル、アリール、アラルキル、アルカリール又はシクロアルキルのような一価炭化水素基をはじめとする有機基、或いは  $\text{OR}^2$ （式中、 $\text{R}^2$  は水素或いはアルキル、アリール、アラルキル、アルカリール又はシクロアルキルのような一価炭化水素基である）のようなオキシ基であり得る。若干の特定の実施形態では、 $\text{Z}^1$  はハロ基又は  $\text{C}_1 \sim \text{C}_6$  アルキル基からなる。文字「 $m$ 」は 0（この数を含む）から置換のために利用できる  $\text{E}^1$  上の位置の数までの任意の整数を表し、「 $t$ 」は 1 以上の整数を表し、「 $u$ 」は 0 又は 1 以上の整数である。ただし、「 $u$ 」が 0 であれば、「 $m$ 」は 2（この数を含む）から置換のために利用できる  $\text{E}^1$  上の位置の数までの任意の整数を表すことを条件とする。

30

## 【 0 0 5 8 】

上記の式 (VI) で表されるように 2 以上の  $\text{Z}^1$  置換基が存在する場合、これらは同一のものでも相異なるものでもよい。芳香族残基の 2 以上の環内炭素原子が  $\text{Z}^1$  及びヒドロキシル基で置換される場合、芳香族残基  $\text{E}^1$  上のヒドロキシル基及び  $\text{Z}^1$  の位置は、オルト位、メタ位又はパラ位に変化し得ると共に、基は隣接関係、対称関係又は非対称関係にあり得る。

## 【 0 0 5 9 】

40

ポリヒドロキシ化合物の例には、特に限定されないが、4, 4' - ビフェノール、3, 3' - ビフェノール、2, 2' - ビフェノール、2, 2', 6, 6' - テトラメチル - 3, 3', 5, 5' - テトラプロモ - 4, 4' - ビフェノール、2, 2', 6, 6' - テトラメチル - 3, 3', 5 - トリプロモ - 4, 4' - ビフェノール、3, 3' - ジメチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3' - ジ - tert - ブチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3', 5, 5' - テトラプロモピフェニル - 4, 4' - ジオール、2, 2' - ジ - tert - ブチル - 5, 5' - ジメチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3' - ジ - tert - ブチル - 5, 5' - ジメチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3', 5, 5' - テトラ - tert - ブチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、2, 2', 3, 3', 5, 5' - ヘキサメチルピフェニル - 4, 4' - ジオール、2, 2',

50

3, 3', 5, 5', 6, 6' - オクタメチルビフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3' - ジ - n - ヘキシルビフェニル - 4, 4' - ジオール、3, 3' - ジ - n - ヘキシル - 5, 5' - ジメチルビフェニル - 4, 4' - ジオール、1, 2, 4 - トリヒドロキシベンゼンなどがある。

#### 【0060】

普通には、ポリヒドロキシ化合物は反応層の全重量を基準にして約1～約20重量%の範囲内、さらに普通には約3～約15重量%の範囲内、最も普通には約5～約10重量%の範囲内で存在する。

#### 【0061】

上述の反応性物質に加え、その他多数の染料及び遮光性物質を合成し、情報記憶媒体を限定再生型にするために役立てることができる。例えば、若干の他の可能な反応性物質を米国特許第4404257号及び同第5815484号に見出し得る。反応性物質は、さらに、上述の反応性物質の任意の1種以上を含む混合物からなり得る。

10

#### 【0062】

反応層中の反応性物質の量は、情報記憶媒体の所望寿命に依存する。反応層中の反応性物質の量は反応層の全重量を基準にして最小で約3重量%であり得るが、約4重量%が好ましい。反応性物質の上限量は約10重量%であり、約7重量%が好ましく、約6重量%がさらに好ましく、約5重量%がさらに一段と好ましい。

#### 【0063】

反応性物質は、基板の表面の少なくとも一部分上に付着させ、その少なくとも一部分中に浸透させ、又は付着及び浸透の両方を行わせるため、キャリアーと混合して反応層を形成することが好ましい。キャリアーは、普通には反応層の全重量を基準にして約65～約85%の範囲内で存在し、さらに普通には約70～約80%の範囲内で存在する。可能なキャリアーには、熱可塑性アクリルポリマー、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリチオレン、UV硬化性有機樹脂、ポリウレタン、熱硬化性アクリルポリマー、アルキド樹脂、ビニル樹脂など、並びに上述のキャリアーの1種以上を含む組合せがある。ポリエステルには、例えば、例えばフマル酸又はマレイン酸をはじめとする脂肪族ジカルボン酸と、エチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコールなどのグリコールとの反応生成物、並びに上述のものの1種以上を含む反応生成物及び混合物がある。

20

#### 【0064】

キャリアーとして使用できる若干のエポキシ樹脂には、1又は複数のエポキシ官能基を有するモノマー、ダイマー、オリゴマー又はポリマーのエポキシ材料がある。その例には、ビスフェノールAとエピクロロヒドリンの反応生成物、エピクロロヒドリンとフェノール - ホルムアルデヒド樹脂の反応生成物、などがある。その他の有機樹脂は、米国特許第3697395号及び同第3697402号(Kehrら)に示されるようなポリオレフィンとポリチオールの混合物の形態のものであり得る。

30

#### 【0065】

本明細書中で使用する熱可塑性アクリルポリマーという用語は、1種以上のアクリル酸エステルモノマー及びメタクリル酸エステルモノマーの重合で得られる熱可塑性ポリマーをその範囲内に包含するものである。これらのモノマーは、下記の一般式VIIで表される

40

#### 【0066】

#### 【化9】



#### 【0067】

式中、Wは水素又はメチル基であり、 $R^f$ はアルキル基、好ましくは約1～約20の範囲内の炭素原子を含むアルキル基である。 $R^f$ で表されるアルキル基の若干の非限定的な例には、メチル、エチル、n - プロピル、イソプロピル、n - ブチル、イソブチル、sec - ブチル、tert - ブチル、ペンチル、イソペンチル、ヘキシルなどがある。

50

## 【 0 0 6 8 】

式VIIで表されるアクリル酸エステルモノマーの若干の非限定的な例には、アクリル酸メチル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸n - プロピル、アクリル酸n - ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸2 - エチルヘキシルなどがある。式VIIで表されるメタクリル酸エステルモノマーの若干の非限定的な例には、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸ヘキシル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸プロピルなど、並びに上述のものの1種以上を含む反応生成物及び組合せがある。

## 【 0 0 6 9 】

上述のアクリル酸エステルモノマー及びメタクリル酸エステルモノマーの共重合体も、本明細書中で使用される熱可塑性アクリルポリマーという用語の範囲内に包含される。好ましくは、熱可塑性アクリルポリマーはポリ(メチルメタクリレート/メタクリル酸)のコポリマーである。アクリル酸エステルモノマー及びメタクリル酸エステルモノマーの重合による熱可塑性アクリルポリマーの製造は、任意の公知重合技術で行うことができる。熱可塑性アクリルポリマーは、普通には約0.300立方センチメートル/グラム( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ )未満、さらに普通には約0.250  $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ 未満、最も普通には約0.200  $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ 未満の固有粘度を有する。

10

## 【 0 0 7 0 】

基板に対する反応層の密着性を向上させるため、これらの間にプライマーを使用できる。プライマーとして有用な熱可塑性アクリルポリマーには、ただ1種のアクリル酸エステルモノマーから導かれるアクリルホモポリマー、ただ1種のメタクリル酸エステルモノマーから導かれるメタクリルホモポリマー、2種以上のアクリル酸エステルモノマー、2種以上のメタクリル酸エステルモノマー、又はアクリル酸エステルモノマーとメタクリル酸エステルモノマーから導かれるコポリマーなど、並びに上述のプライマーの1種以上を含む組合せがある。

20

## 【 0 0 7 1 】

上述の熱可塑性アクリルポリマーの2種以上(例えば、2種以上のアクリルホモポリマー、2種以上のアクリルコポリマー、2種以上のメタクリルホモポリマー、2種以上のメタクリルコポリマー、アクリルホモポリマーとメタクリルホモポリマー、アクリルコポリマーとメタクリルコポリマー、アクリルホモポリマーとメタクリルコポリマー、及びアクリルコポリマーとメタクリルホモポリマー)の混合物及びその反応生成物も使用できる。

30

## 【 0 0 7 2 】

任意には、塗装、浸し塗り、吹付け、スピンコート法、スクリーン印刷などの各種被覆技術を用いて基板上に反応層を設置できる。例えば、反応層は、ポリカーボネートに対して実質的に不活性であるが(即ち、ポリカーボネートを攻撃したりそれに悪影響を及ぼしたりしないが)、キャリアーを溶解し得る比較的揮発性の溶剤(好ましくは有機溶剤)と混合できる。一般に、溶剤中でのキャリアーの濃度は約5重量%以上であり、約10重量%以上が好ましい一方、ポリマーの上限は約25重量%であり、約20重量%以下が好ましい。若干の好適な有機溶剤の例には、エチレングリコールジアセテート、ブトキシエタノール、メトキシプロパノール、低級アルカノールなどがある。一般に、被覆溶液中での溶剤の濃度は約70重量%以上であり、約75重量%以上が好ましい一方、ポリマーの上限は約90重量%であり、約85重量%以下が好ましい。

40

## 【 0 0 7 3 】

反応層は、また、艶消し剤、界面活性剤、チキソトロップ剤など、並びに上述の添加剤の1種以上を含む反応生成物及び組合せのような各種添加剤も任意に含み得る。

## 【 0 0 7 4 】

反応層の厚さは、使用する特定の反応性物質、反応層中でのその濃度、並びに初期及び所望期間後における層の所望吸収特性に依存する。反応層は最小で約1ミクロン( $\mu$ )の厚さを有し得るが、約2  $\mu$ が好ましく、約3  $\mu$ がさらに好ましい。上限については、厚さは約15  $\mu$ 以上までであり得るが、10  $\mu$ までが好ましく、約6  $\mu$ までがさらに好ましい

50

。例えば、反応層を通して約 50 % 以上の初期パーセント反射率及び 24 時間後に約 30 % のパーセント反射率を得るためには、層は約 1 ~ 約 25  $\mu$  の範囲内の厚さを有することが好ましく、約 2 ~ 約 5  $\mu$  の範囲がさらに好ましい。

【0075】

通例、反応層は反射層と第二の基板との間に配設される。反応層及び反射層は、第一の基板と第二の基板との間にサンドイッチ状態で存在し得る。サンドイッチ状態の反応層は、サンドイッチ状態にない反応層に関するパーセント反射率である第二のパーセント反射率を超える第一のパーセント反射率を有する。

【0076】

本発明の一実施形態では、記憶媒体は幾つかの段階で製造される。かかる段階は、第一の基板及び第二の基板を用意し、任意には第一の基板上に反応層を配設し、第二の基板上に反射層を配設し、情報記憶媒体中に 1 以上の反応層が存在することを条件として、任意には反射層上に反応層を配設し、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして第一の基板を第二の基板に密着させることを含んでいる。

10

【0077】

本発明の別の実施形態では、記憶媒体は、第一の基板及び第二の基板を用意し、前記第一の基板上に反応層を配設し、前記反応層上に反射層を配設し、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させることで製造される。

【0078】

本発明のさらに別の実施形態では、記憶媒体は、第一の基板及び第二の基板を用意し、任意には前記第一の基板上に反応層を配設し、反応層が第一の基板上に配設されることを条件として、第一の基板上に半反射層（例えば、金属、銀、銀合金、及びケイ素）を配設し、任意には金属上に反応層を配設し、第二の基板上に反射層を配設し、前記情報記憶媒体中に 1 以上の反応層が存在することを条件として、任意には反射層上に反応層を配設し、前記層が前記第一の基板と前記第二の基板との間に配設されるようにして前記第一の基板を前記第二の基板に密着させることで製造される。

20

【0079】

通例、成形基板は反応層を基板上に配設する前に脱気される。さらに、反応層を形成するために使用する反応体は不活性環境中に保たれるのが通例である。記憶媒体を製造した後、ディスクは使用時まで不活性環境中に保たれるのが通例である。通例、脱気は例えば窒素、アルゴン又はヘリウムのような任意の不活性ガスを用いて行うことができる。

30

【0080】

存在するもう 1 つの層は第二の基板である。第二の基板は、通例、上述の第一の基板に関して記載した物理的性質を満足する材料である。第二の基板も、それが吸光層となるように着色剤を含み得る。吸光層は、通例、約 390 ~ 約 630 ナノメートル (nm) の範囲内の 1 以上の波長で約 90 % 未満の光を透過する。本発明のさらに別の実施形態では、吸光層は普通には約 455 ~ 約 620 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 10 % 未満の光を透過し、さらに普通には約 475 ~ 約 620 ナノメートルの範囲内で約 10 % 未満の光を透過する。最も普通には、吸光層は約 550 ~ 約 620 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 1 % 未満の光を透過する。本発明のさらに別の実施形態では、吸光層は普通には約 390 ~ 約 435 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 60 % 未満の光を透過し、さらに普通には約 390 ~ 約 435 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 40 % 未満の光を透過し、最も普通には約 390 ~ 約 435 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 10 % 未満の光を透過する。吸光層は反応層とレーザービームとの間に配設される。通例、吸光層は約 600 ミクロン以下の厚さを有する。

40

【0081】

通例、吸光層中には着色剤又は着色剤の組合せが存在している。着色剤は、普通には吸光層の全重量を基準にして約 0.00001 ~ 約 2 重量 % の範囲内、さらに普通には約 0.001 ~ 約 1 重量 % の範囲内、最も普通には約 0.01 ~ 約 0.5 重量 % の範囲内で存

50

在している。着色剤は、また、着色剤を配置する層を形成するために使用する材料中に溶解し得るように選択するのが好ましい。DVD層用として使用される材料中に可溶の着色剤には、染料（例えば、「溶剤染料」）、有機着色剤、顔料などがあり、これらは染料のような挙動を示す。即ち、着色剤は塑性物質中に分散すると共に、約200nm以上の粒度をもった凝集体を形成せず、約50nm以下の凝集体粒度が好ましい。若干の好適な着色剤には、特に限定されないが、アントラキノン類、ペリレン類、ペリノン類、インダントロン類、キナクリドン類、キサンテン類、オキサジン類、オキサゾリン類、チオキサンテン類、インジゴイド、チオインジゴイド、ナフタルイミド、シアニン類、キサンテン類、メチン、ラクトン、クマリン類、ビス-ベンゾオキサゾリルチオフェン（BBOT）、ナフタレントトラカルボン酸誘導体、モノアゾ及びジスアゾ顔料、トリアリールメタン、アミノケトン、ビス（スチリル）ピフェニル誘導体などの化学的部類に属するもの、並びに上述の着色剤の1種以上を含む組合せがある。

10

#### 【0082】

以下は、商業的に入手できる好適な染料の部分リストである。

#### 【0083】

カラー・インデックス・ソルベントレッド52  
 カラー・インデックス・ソルベントレッド207  
 カラー・インデックス・ディスパースオレンジ47  
 カラー・インデックス・ソルベントオレンジ60  
 カラー・インデックス・ディスパースイエロー54  
 カラー・インデックス・ディスパースイエロー201  
 カラー・インデックス・ピグメントイエロー138  
 カラー・インデックス・ソルベントバイオレット36  
 カラー・インデックス・ソルベントバイオレット13  
 カラー・インデックス・ディスパースバイオレット26  
 カラー・インデックス・ソルベントブルー97  
 カラー・インデックス・ソルベントブルー59  
 カラー・インデックス・ソルベントグリーン3  
 カラー・インデックス・ソルベントグリーン28  
 カラー・インデックス・ソルベントレッド135  
 カラー・インデックス・ソルベント179

20

30

1,5-ジヒドロキシ-4,8-ビス（フェニルアミノ）-9,10-アントラセンジオン

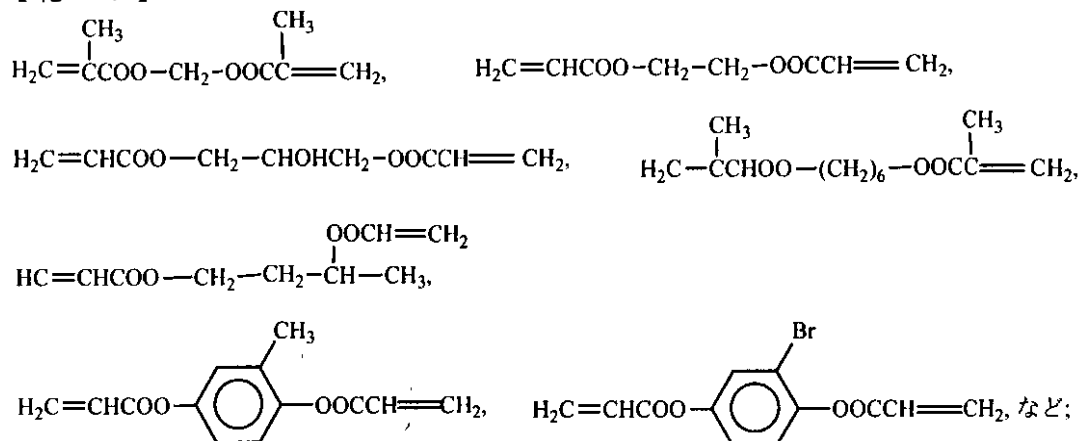
#### 【0084】

上述の層の任意の組合せを接着できる接着層も存在し得る。接着層は、酸素が透過できる層を形成し得ると共に、データ回収装置からの光が媒体を通して伝送されるのを実質的に妨害しない（例えば、該装置が使用する光の波長で実質的に透明であり、及び/又は媒体からの反射率を約50%以上、好ましくは約65%以上、さらに好ましくは約75%以上にする）任意の材料からなり得る。可能な接着材料には、アクリレート（例えば、架橋アクリレートなど）、シリコンハードコートなど、並びに上述の材料の1種以上を含む反応生成物及び組合せのようなUV材料がある。UV材料の他の例は、米国特許第4179548号及び同第4491508号に記載されている。有用な多官能価アクリレート単量体には、例えば、以下の式のアクリレート：

40

#### 【0085】

【化 1 0】



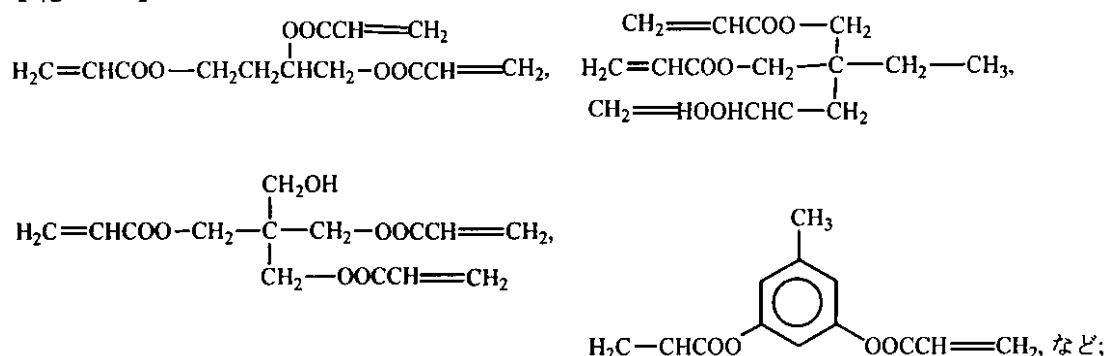
10

【 0 0 8 6】

以下の式のトリジアクリレート：

【 0 0 8 7】

【化 1 1】



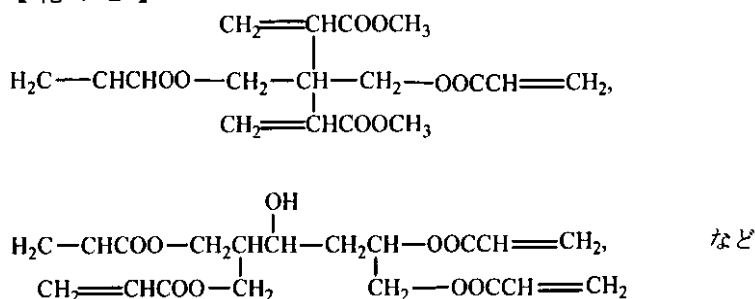
20

【 0 0 8 8】

及び以下の式のテトラアクリレートがある。

【 0 0 8 9】

【化 1 2】



40

【 0 0 9 0】

接着層は前記多官能性アクリレートモノマーの 1 種のみを含んでいてもよいし、或いは多官能性アクリレートモノマーの 1 種以上を含む混合物（及びその UV 光反応生成物）を含んでいてもよいが、好ましい被膜組成物は、2 種の多官能性モノマーの混合物（及びその UV 光反応生成物）、好ましくはジアクリレートとトリアクリレートの混合物（及びその UV 光反応生成物）を含み、特定の場合には少量のモノアクリレートが使用される。任意には、接着被膜は、未硬化接着被膜の約 50 重量%以下の量で、非アクリル系の UV 硬化性脂肪族不飽和有機モノマーを含み得る。かかる不飽和有機モノマーには、例えば、N-ビニルピロリドン、スチレンなどの材料、並びに上述の材料の 1 種以上を含む反応生成物及び組合せがある。

【 0 0 9 1】

50

接着層がアクリレートモノマーの混合物からなる場合、ジアクリレートとトリアクリレートの重量比は約 10 / 90 ~ 約 90 / 10 の範囲内にあることが好ましい。ジアクリレートとトリアクリレートの例示的な混合物には、ヘキサンジオールジアクリレートとペンタエリトリートトリアクリレートの混合物、ヘキサンジオールジアクリレートとトリメチロールプロパントリアクリレートの混合物、ジエチレングリコールジアクリレートとペンタエリトリートトリアクリレートの混合物、及びジエチレングリコールジアクリレートとトリメチロールプロパントリアクリレートの混合物などがある。

#### 【0092】

接着層は、光増感量（即ち、接着被膜の光硬化を達成するのに有効な量）の光開始剤も含み得る。一般に、この量は接着被膜の全重量を基準にして約 0.01 重量%（好ましくは約 0.1 重量%）~ 約 10 重量%（好ましくは約 5 重量%）である。可能な光開始剤には、紫外線に暴露されると好適な硬質被膜を形成するケトン型及びヒンダードアミン型物質のブレンドがある。ケトン化合物とヒンダードアミン化合物の重量比は約 80 / 20 ~ 約 20 / 80 であることが好ましい。通常、約 50 / 50 又は約 60 / 40 混合物が極めて満足できる。

10

#### 【0093】

好ましくは窒素のような非酸化雰囲気中で使用される他の可能なケトン型光開始剤には、ベンゾフェノン及び他のアセトフェノン、ベンジル、ベンズアルデヒド及び O - クロロベンズアルデヒド、キサントン、チオキサントン、2 - クロロチオキサントン、9, 10 - フェナントレンキノ、9, 10 - アントラキノ、メチルベンゾインエーテル、エチルベンゾインエーテル、イソプロピルベンゾインエーテル、  
、  
- ジエトキシアセトフェノン、  
、  
- ジメトキシアセトフェノン、1 - フェニル - 1, 2 - プロパンジオール - 2 - o - ベンゾイルオキシム、  
、  
- ジメトキシ -   
- フェニルアセトフェノン、ホスフィンオキシドなどがある。さらに、上述の光開始剤の 1 種以上を含む反応生成物及び組合せも包含される。

20

#### 【0094】

接着層の光硬化は、吸光層による影響を受けることがある。約 330 ~ 約 390 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 5 % を超える光を透過する吸光層、さらに好ましくは約 360 ~ 約 370 ナノメートルの範囲内の 1 以上の波長で約 10 % を超える光を透過する吸光層を使用する場合には、接着層は向上した結合能力を有する。接着層が「向上した結合能力」を有する場合、情報記憶媒体が 45 % 反射率に達するのに要する時間は、上述の範囲外の光を吸収する吸光層を有する情報記憶媒体が 45 % 反射率に達するのに要する時間を上回る。

30

#### 【0095】

接着層は、また、艶消し剤、界面活性剤、チキソトロップ剤、UV 光安定剤、UV 吸収剤、及び / 又はレゾルシノールモノベンゾエートや 2 - メチルレゾルシノールジベンゾエートなどの安定剤、並びに上述のものの 1 種以上を含む組合せ及び反応生成物も任意に含み得る。かかる安定剤は、未硬化 UV 層の重量を基準にして約 0.1 重量%（好ましくは約 3 重量%）~ 約 15 重量% の量で存在し得る。

#### 【実施例】

40

#### 【0096】

当業者が本発明をさらに適切に実施できるようにするため、限定ではなく例示を目的として以下の実施例を示す。

#### 【0097】

##### 実施例 1

この実施例では、P M M A / 酸化ロイコメチレンブルー被覆溶液の調製を記載する。

#### 【0098】

I n e o s   A c r y l i c s 社から入手した E l v a c i t e   2008 ポリ（メチルメタクリレート）111 グラムをボトル内の 1 - メトキシ - 2 - プロパノール 450 グラムに添加し、ローラーミル上で転がして溶解させることで、P M M A の 1 - メトキシ -

50

2 - プロパノール溶液を調製した。溶液をフラスコに移し、溶液の表面上に約 100 立方センチメートル/分 (cc/min) の窒素流をゆっくりと流しながら約 80 に加熱した。カニューレチューブを用い、脱気した溶液をゴム隔膜で密閉した脱気ボトルに窒素圧によって移した。

#### 【0099】

ゴム隔膜を備えた 250 ミリリットル (mL) フラスコ内でメチレンブルー三水塩 4.85 グラム及びショウノウスルホン酸 2.05 グラムを 1 - メトキシ - 2 - プロパノール 148.3 グラムと混合することで、ロイコメチレンブルー溶液を調製した。窒素入口及び出口の両方に注射針を用いてフラスコ内に約 100 cc/min の速度で窒素流を流しながら、攪拌した混合物を 90 の水浴中で加熱した。熱い (80) うちに、20.9 グラムの 2 - エチルヘキサン酸スズ (II) を注射器で添加してメチレンブルーを濃いこはく色のロイコメチレンブルーに還元した。この溶液に、B Y K C h e m i e 社から入手した流動性添加剤 B Y K - 301 1.1 mL を添加した。カニューレチューブを用い、前記溶液を上述の脱気 P M M A 溶液に移した。

10

#### 【0100】

P M M A / ロイコメチレンブルー被覆溶液を空气中で 1 週間以上放置したところ、その間にロイコメチレンブルーは酸化してメチレンブルー (即ち、ポリ (メチルメタクリレート) / 酸化ロイコメチレンブルー) を生成した。

#### 【0101】

##### 実施例 2

この実施例では、ポリ (メチルメタクリレート) / 酸化ロイコメチレンブルーで被覆したディスクの製造を例示する。実施例 1 の P M M A / 酸化ロイコメチレンブルー被覆溶液約 3 mL を、スピンコーター上に保持した D V D の内径の周囲にリングとして供給した。600 回転/分 (rpm) で 60 秒間スピンコートした後、被膜は不粘着性であり、濃い青色を示した。

20

#### 【0102】

##### 実施例 3

d r . s h e n k P R O m e t e u s 測定器 (モデル M T - 136 E) を用いて実施例 2 のディスクの反射率を測定した。実施例 2 の手順を用いて複数のディスクを製造し、d r . s h e n k P R O m e t e u s 測定器を用いてこれらの反射率を測定した。初期平均反射率は 4.9 ~ 8.3 % の範囲内にあった。

30

#### 【0103】

##### 実施例 4

試料が地面に対し 45° の角度で南を向くようにして、屋外露光用ラックを地面に配置した。試料は、地面から 3 ~ 8 フィートの範囲内で木材又はポリスチレン上に取り付けた。米国ニューヨーク州スケネクタディで、8 月、9 月又は 10 月に試料を露光した。

#### 【0104】

##### 実施例 5

試料ビーム中には光フィルターを配置し、参照ビーム中には何も配設しないことにより、U n i c a m U V 3 U V / V I S 分光計で吸収スペクトルを測定した。

40

#### 【0105】

##### 実施例 6

この実施例では、以下の添加剤、即ち 4, 4' - ビフェノール、ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール (B H T) 及び 3, 5, 3', 5' - テトラメチル - 4, 4' - ビフェノールを含む P M M A / メチレンブルーの 1 - メトキシ - 2 - プロパノール溶液 (実施例 1) について示す結果を得るための実験手順を記載する。

#### 【0106】

実施例 1 に記載したもののようなメチレンブルー / P M M A 混合物 20.0 g 及び 4, 4' - ビフェノール 0.3 g を含む溶液を調製した。0.3 g の B H T 及び 0.3 g の 3, 5, 3', 5' - テトラメチル - 4, 4' - ビフェノールをそれぞれ添加する点以外は

50



同様にして、さらに２種の溶液を調製した。各容器内に攪拌棒を配置し、溶液を２４時間攪拌した。

【０１０７】

アルミニウム蒸着ポリカーボネート製のハーフＤＶＤディスク上に、各溶液を用いて３つのフィルムをスピンコートした（３ｍＬアリコート、６００ｒｐｍ、６０秒）。追加の添加剤を含まない溶液を用いてさらに３つのフィルムをスピンコートし、これら３つの試料を対照品として使用した。次に、５ｍＬのＤaicure ＳＤ６９８（Ｄai Nippon社）接着剤をハーフディスクの内径上に供給した。無色透明のポリカーボネート製ハーフディスクをその上に配置し、この「サンドイッチ」を回転させた（１５００ｒｐｍ、２０秒）。回転完了の直後、Ｆusion UV Systems, INC. のＵＶ光装置（１．１Ｊ／ｃｍ<sup>２</sup>、１．６Ｗ／ｃｍ<sup>２</sup>）を用いてディスクを硬化させた。この操作を各試料について繰り返した。

10

【０１０８】

実施例３に記載したようにして初期反射率を測定した。実施例４に記載したような屋外露光用ラック上に試料を配置した。最終反射率の測定は、実施例３に記載したようにして行った。結果を対照試料の結果として比較して表１に示す。

【０１０９】

【表１】

表１

20

試料	初期反射率 (%)	屋外曝露３日後の反射率 (%)
4,4'-ビフェノールなし	8.3	51.3
4,4'-ビフェノール	7.9	13.5
BHT	4.7	29.2
3,5,3',5'-テトラメチル-4,4'-ビフェノール	4.4	15.9

30

【０１１０】

反応層中にビフェノールを含めて製造したＤＶＤは、ビフェノール誘導体を含まないＤＶＤ又は反応層中に酸化防止剤（ＢＨＴ）を含むＤＶＤに比べて顕著に向上した耐光漂白性を有している。ビフェノール又はその誘導体の使用は、耐光漂白性の特異で劇的な向上をもたらした。

40

【０１１１】

実施例 7

実施例１の溶液１５重量部（ｐｂｗ）を１，２，４-トリヒドロキシベンゼン０．０５ｐｂｗと混合することで調製した溶液を用い、実施例６と同様にしてサンドイッチディスクを製造した。Ｄaicure ＳＤ６９８を１２６０ｒｐｍで２０秒間回転させて接着を行い、次いでＤバルブを備えたＵＶプロセッサ内で２１秒間硬化させた。試料の反射率は初期には４．３３％であり、キセノンアークウェザロメーター内で２０時間露光した後は７．６１％であったのに対し、トリヒドロキシベンゼンを用いることなく同様にし

50

て製造した対照試料はこの露光後に 27.8% の反射率を有していた。トリヒドロキシベンゼンを含まない試料の初期反射率は 4.39% であった。

#### 【0112】

##### 実施例 8

この実施例では、配合染料を含む 3 種のポリカーボネート組成物から成形した吸光層を用いる耐光漂白性の向上したディスクの製造を例示する。染料含有吸光層の吸収スペクトルを図 1 に示すが、これらは実施例 5 の手順を用いて測定した。実施例 1 の溶液及び実施例 2 の手順を用いて 4 つのポリカーボネート製アルミニウム蒸着基板を被覆した。一方の基板の内径上に 5 mL の Daicure SD698 (Dai Nippon 社) 接着剤を供給し、無色ポリカーボネート層をその上に配置し、1500 rpm で 20 秒間回転させることで「対照」試料を製造した。回転完了の直後、Fusion UV Systems, INC. の UV 光装置 ( $1.1 \text{ J/cm}^2$ 、 $1.6 \text{ W/cm}^2$ ) を用いてディスクを硬化させた。無色ポリカーボネート層の代わりに染料含有ポリカーボネート吸光層を用いてこの操作を繰り返した。ポリカーボネート中に染料を含む組成物を用いて製造した DVD について、3 日間の屋外日光暴露の前後の反射率測定結果を表 2 に示す。

#### 【0113】

##### 【表 2】

表 2

試料	初期反射率 (%)	屋外曝露 3 日後の反射率 (%)
対照	4.5	34.2
組成物1	4.6	5.9
組成物2	3.5	4.7
組成物3	4.6	8.7

#### 【0114】

染料含有吸光層を用いて製造した DVD は、吸光層をもたない DVD に比べて顕著に向上した耐光漂白性を有している。吸光層の使用は、耐光漂白性の特異で劇的な向上をもたらす。

#### 【0115】

##### 実施例 9

実施例 6 及び 8 の手順を用い、添加剤を含まない PMMA / 酸化ロイコメチレンブルー被膜及び無色ポリカーボネート層を用いて対照ディスクを製造した。同時に、実施例 6 と同じく PMMA / 酸化ロイコメチレンブルー被膜中に 4,4'-ビフェノールを用いると共に、染料組成物 3 のポリカーボネート吸光層を用いてディスクを製造した。実施例 4 の手順を用いて試料を屋外露光した。このディスクの反射率は初期には 4.4% であり、9 日間の屋外露光後には 5.0% であったのに対し、無色ポリカーボネート層を用いると共に 4,4'-ビフェノールを含まない対照ディスクはやはり 4.4% の初期反射率を有し、同じ露光後に 43.7% の反射率を有していた。

#### 【0116】

##### 実施例 10

I n e o s   A c r y l i c s 社から入手した E l v a c i t e   2 0 1 0 ポリ(メチルメタクリレート) 6 0 グラムをボトル内の 1 - メトキシ - 2 - プロパノール 3 0 0 グラムに添加し、ローラーミル上で転がして溶解させることで、P M M A の 1 - メトキシ - 2 - プロパノール溶液を調製した。溶液をフラスコに移し、溶液の表面上に窒素流( 1 0 0 c c / m i n ) をゆっくりと流しながら約 8 0   に加熱した。カニューレチューブを用い、脱気した溶液をゴム隔膜で密閉した脱気ボトルに窒素圧によって移した。

【 0 1 1 7 】

ゴム隔膜を備えた 1 0 0 m L フラスコ内でメチレンブルー三水塩 1 . 2 グラム及びショウノウスルホン酸 0 . 8 0 グラムを 1 - メトキシ - 2 - プロパノール 4 0 グラムと混合することで、ロイコメチレンブルー溶液を調製した。窒素入口及び出口の両方に注射針を用いてフラスコ内に窒素流( 1 0 0 c c / m i n ) を流しながら、攪拌した混合物を 9 0   の水浴中で加熱した。熱い( 8 0   ) うちに、4 . 2 m L の 2 - エチルヘキサン酸スズ( I I ) を注射器で添加してメチレンブルーを濃いこはく色のロイコメチレンブルーに還元した。この溶液に、B Y K   C h e m i e 社から入手した流動性添加剤 B Y K - 3 0 1   0 . 6 m L を添加した。P M M A / ロイコメチレンブルー被覆溶液を調製するため、上述のロイコメチレンブルー溶液を注射器に吸い込み、0 . 2 ミクロンの注射器フィルターを通してから P M M A 溶液中に注入した。

10

【 0 1 1 8 】

実施例 1 1

実施例 1 0 の P M M A / ロイコメチレンブルー被覆溶液約 3 . 5 m L を、スピンコーター上に保持した D V D の内径の周囲にリングとして供給し、5 0 0 r p m で 6 0 秒間回転させた。被膜は不粘着性であり、ほとんど無色であった。被膜の厚さは、ディスクの内径から外径にわたって約 4 ~ 約 5 ミクロンの範囲内にあった。しかし、回転中に、「クモの糸」( ポリマーの非常に細いストランド ) のかたまりがスピンドル内に集積した。さらに、長さ約 1 2 m m 以下のサイズを有する約 5 0 本のポリマーストランドがディスクの縁端に付着していた( R D 2 9 7 8 9 による ) 。

20

【 0 1 1 9 】

本発明は理論に依存しないが、熱可塑性アクリルポリマーの粘度は反応性被膜の加工性を高めるように影響することがある。そこで、約 0 . 3 0 0 c m <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> 未満の粘度を有する熱可塑性アクリルポリマーを使用したところ、ディスクを被覆するために使用した回転操作中にポリマーストランドは形成されなかった。

30

【 0 1 2 0 】

実施例 1 2

実施例 1 0 の P M M A / ロイコメチレンブルー被覆溶液約 3 m L を、スピンコーター上に保持した D V D の内径の周囲にリングとして供給した。5 0 0 r p m で 6 0 秒間スピンコートした後、被膜は不粘着性であり、ほとんど無色であった。このディスクを D V D プレイヤーに挿入したところ、完全に再生可能であった。

【 0 1 2 1 】

実施例 1 3

実施例 1 2 で得られた被覆ディスクを周囲室内条件下で放置し、その間に d r . s h e n k   P R O m e t e u s 測定器( モデル M T - 1 3 6 E ) を用いて様々な時点で平均 % 反射率を測定した。% 反射率が低下するのに伴い、ディスクの色はほとんど無色から青色に変わった。結果を図 2 に示す。ディスクを空气中に約 1 週間置いた後、ディスクは濃い青色となって D V D プレイヤーで再生されなかった。

40

【 0 1 2 2 】

実施例 1 4

実施例 1 の溶液を用い、スピンコーターにより 8 0 0 r p m で 6 0 秒間回転させることで、0 . 6 ミリメートル( m m ) の非金属蒸着ポリカーボネートからなる第一の基板に P M M A / ロイコメチレンブルーベースコート塗布した。平均被膜厚さは約 3 ミクロンであることがわかった。P M M A / ロイコメチレンブルーベースコートを有するディスクの

50

一方を窒素室内に一晩保存した後、UV樹脂Dai Cure SD-640をアルミニウム蒸着した第二の基板の中央に細いリング状に供給した。次いで、PMMA/ロイコメチレンブルーベースコートをも有する第一の基板を、UV樹脂のリングをも有する第二の基板ディスク上に結合した。このサンドイッチを1000rpmで10秒間回転させることでUV接着剤を均一に分散させた。次いで、サンドイッチをフラッシュキセノンUVランプの下方を25秒間通過させた。次いで、サンドイッチを窒素室内に48時間以上保存した。

#### 【0123】

##### 実施例15

実施例14と同様にして溶液を調製した。この溶液を用い、スピンコーターにより800rpmで60秒間回転させることで、0.6mmのアルミニウム蒸着ポリカーボネートからなる第一の基板にPMMA/ロイコメチレンブルーベースコートを塗布した。平均被膜厚さは約3ミクロンであることがわかった。PMMA/ロイコメチレンブルーベースコートをも有する第一の基板を窒素室内に一晩保存した後、UV樹脂Dai Cure SD-640を以前に金属蒸着した第一の基板の中央に細いリング状に供給した。次いで、非金属蒸着ポリカーボネートからなる第二の基板を、UV樹脂のリングをも有する第一の基板上に配置した。このサンドイッチを1000rpmで10秒間回転させることでUV接着剤を均一に分散させた。次いで、サンドイッチをフラッシュキセノンUVランプの下方を25秒間通過させた。次いで、サンドイッチを窒素室内に48時間以上保存した。

#### 【0124】

ベースコートのみをも有するディスクの酸化動態、ベースコート上にUVトップコートをも有する別のディスクの酸化動態、及びサンドイッチ構造物(図3及び4中でオプションEとして表した実施例14及びオプションFとして表した実施例15)の酸化動態を、実施例13と同様にして測定した。結果を図3に示す。

#### 【0125】

図3は、室温で空気に暴露した後のサンドイッチディスクに関する反射率動態を示している。サンドイッチ中での染料被膜の位置は、動態の「遅れ時間」(即ち、反射率が初期定常値から急速に低下し始める時間)に劇的な硬化を及ぼした。金属蒸着ポリカーボネートを被覆したもの(オプションF)は、 $O_2$ が染料を酸化するまでにポリカーボネート及び接着剤を通して拡散しなければならないので、最も長い遅れ時間を有していた。その結果、45%の反射率に達する時間は38時間であった。非金属蒸着ポリカーボネートを被覆したもの(オプションE)は、 $O_2$ がポリカーボネート基板を通して拡散すれば済むので、それより短い遅れ時間を有していた。その結果、45%の反射率に達する時間は27時間であった。ポリカーボネート基板及び接着剤の両方が $O_2$ 拡散に対する障壁であることを発見したのは意外であった。また、比較用として示した表面被膜に関する動態曲線がオプションEよりはるかに速かったという発見も意外であった。最後に、オプションFに関する初期反射率がオプションEより高かったことも意外であった。恐らく、オプションE構造物中の染料は、接着層でより高度に保護されるオプションF中の染料より、被覆及び接着操作時の取扱い中に早期酸化を受け易いのであろう。

#### 【0126】

図4は、被覆前に $N_2$ で脱気したハーフ基板又は(溶存 $O_2$ を含む)受け入れたままで被覆したハーフ基板を用いた染料被覆オプションである実施例15(オプションF)及び実施例14(オプションE)の両方に関する反射率動態曲線を示している。残念ながら、溶存 $O_2$ がロイコメチレンブルー染料と反応して低い初期反射率を生じるのに十分な暴露時間が存在するように思われる。任意のサンドイッチ構造物が2層表面被膜に比べても有する利点は、0.6mmのポリカーボネート基板を脱気するのに要する時間が厚さ1.2mmの接着DVDの場合より最大で4倍短いことである。

#### 【0127】

##### 実施例16

組成物A、B、C及びDをブレンドし、次いで一軸押出機を用いて290の熔融温度で押し出してペレット化した。ペレット化した材料を120のオーブン内で4時間乾燥

10

20

30

40

50

した後、該材料で基板（0.6 mmハーフディスク）を成形した。成形操作のためには、Seiko Geikin DVD金型を備えたSumitomo SD30成形機を使用した。

【0128】

これらの基板の光透過特性を下記表3にまとめて示すと共に、図5にも示す。

【0129】

【表3】

表3

組成物	A	B	C	D
%T @ 650 nm	85.70	89.35	82.56	83.42
%T @ 630 nm	67.42	85.43	70.77	72.57
%T @ 600 nm	8.42	56.10	17.11	15.06
%T @ 550 nm	0.02	7.05	0.02	0.03
%T @ 500 nm	0.03	15.99	0.01	0.03
%T max (390 to 450 nm)	61.54	82.73	8.95	38.77
%T @ 370 nm	1.06	31.25	25.78	45.16
%T @ 360 nm	0.60	19.60	29.34	43.00

10

20

30

【0130】

組成物A、C及びDは、恐らくは500～650 nm領域での極めて類似した光透過特性に原因する類似した光漂白抑制性能を示した。組成物Bは非常に弱い光保護をもたらした。

【0131】

青色レーザーに対する最良の保護は、390～450 nm領域での最小透過量に対応している。表3を見ると、組成物Bは青色レーザー光で完全に無効化できる。逆に、組成物A、C及びDは青色レーザーに対してある程度の保護をもたらした。最良の保護は、390～450 nm領域（青色及び青紫色レーザー領域）で9%未満の光を透過する組成物Cを用いて達成された。

40

【0132】

すべての組成物について接着操作を達成できたが、光硬化ランプが最大出力を有する360～370 nmで高い透過率を有するという理由から、接着能力の点では組成物B、C及びDが好ましいことに注意すべきである。

【0133】

以上、好ましい実施形態を例示し説明してきたが、本発明の技術的思想及び技術的範囲から逸脱せずに様々な修正及び置換を行うことができる。したがって、本発明は単に例示のために記載されたことを理解すべきであり、本明細書中に開示した実施例及び実施形態は特許請求の範囲を限定するものと解すべきでない。

50

## 【図面の簡単な説明】

## 【0134】

【図1】無色ポリカーボネートディスク、ポリ（メチルメタクリレート）フィルム中の酸化ロイコメチレンブルー、及び配合染料を含む3種のポリカーボネート組成物から成形した基板ディスクの吸収スペクトルである。

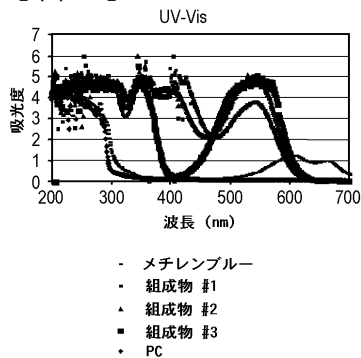
【図2】ロイコメチレンブルー溶液で被覆したディスクの周囲室内条件下での平均反射率を経時的に示している。

【図3】サンドイッチ形式ディスクについての反射率動態を表面被膜及び2層表面被膜と比較して示している。

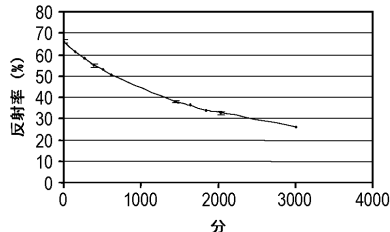
【図4】サンドイッチ形式ディスクについての反射率動態に対するディスク脱気の効果を示している。 10

【図5】0.6ミリメートルの厚さで透過モードで測定した、DVD基板用ポリカーボネート（PC）基樹脂組成物の光透過特性を示している。

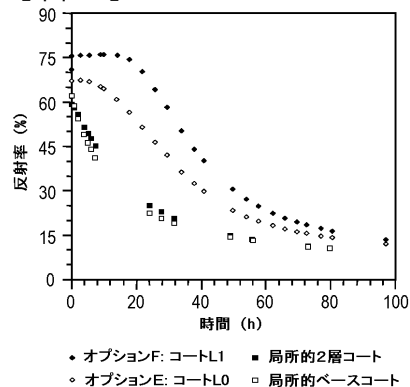
【図1】



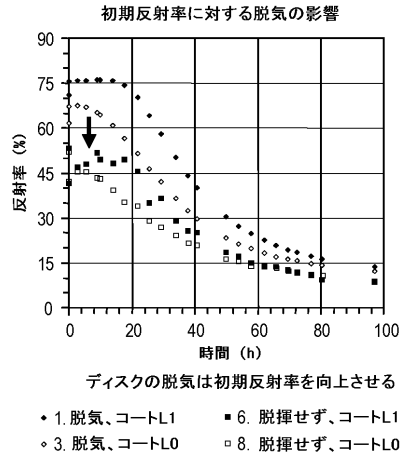
【図2】



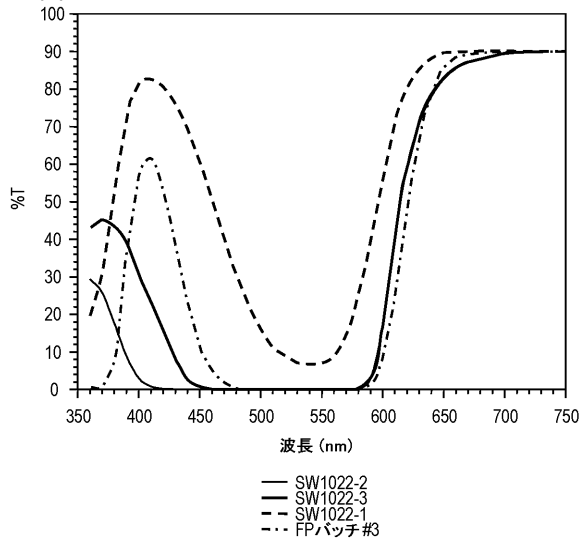
【図3】



【図4】



【図 5】



## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 03/09611
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 7 G11B7/24		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 G11B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 98 41979 A (HIDE AND SEEK TECHNOLOGIES L L) 24 September 1998 (1998-09-24)  page 5, line 33 -page 9, line 25 page 22, line 4 -page 23, line 5 page 27, line 8 -page 30, line 2	1-11, 15, 18-37, 41, 44-62, 66, 68-74, 76, 78-80
Y	WO 02 29801 A (GEN ELECTRIC COMPANY A CORP OF) 11 April 2002 (2002-04-11)  paragraphs '0010!-'0014! paragraphs '0028!', '0029!	2-9, 23, 24, 28-35, 49, 50, 53-60, 74
-/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in 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 document but published on or after the international filing date 'L' document which may throw doubt 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 'Z' document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  5 August 2003		Date of mailing of the international search report  11/08/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tx: 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Stemmer, M



INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No. PCT/US 03/09611
C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 831 473 A (USAMI, YOSHIHISA) 25 March 1998 (1998-03-25)  page 2, line 47-58 page 5, line 17-19 page 5, line 46 -page 6, line 13; figure 2 -----	1-11, 15, 18-37, 41, 44-62, 66, 68-74, 76, 78-80
Y	US 6 117 284 A (MUELLER WILLIAM R) 12 September 2000 (2000-09-12)  column 4, line 12 -column 5, line 1; figure 2 -----	52-62, 66, 68-74, 76, 78-80

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US 03/09611**Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)**

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
  
2. ☒ Claims Nos.: 75, 77  
because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:  
see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210
  
3. ☐ Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this International application, as follows:

see additional sheet

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
  
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
  
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
  
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest**

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US 03 09611

**FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210**

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. Claims: 1-11,15,18-37,41,44-62,66,68-74,76,78-80,12-14,  
38-40,63-65

reactive material concentration

2. Claims: 16,17,42,43,67

thermoplastic acrylic polymer carrier

International Application No. PCT/US 03 09611

**FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210**

Continuation of Box I.2

Claims Nos.: 75,77

Claim 75 is dependent on claim 81, no claim 81 is filed in the application.

Claim 77 is dependent on claim 83, no claim 83 is filed in the application.

The applicant's attention is drawn to the fact that claims, or parts of claims, relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an international preliminary examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as an International Preliminary Examining Authority is normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US 03/09611

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9841979	A	24-09-1998	AU 722001 B2	20-07-2000
			AU 3369097 A	12-10-1998
			CN 1253653 A , B	17-05-2000
			EP 1025560 A1	09-08-2000
			JP 2002516017 T	28-05-2002
			US 2002067674 A1	06-06-2002
			WO 9841979 A1	24-09-1998
WO 0229801	A	11-04-2002	US 2002072559 A1	13-06-2002
			AU 8520901 A	15-04-2002
			EP 1325498 A1	09-07-2003
			WO 0229801 A1	11-04-2002
EP 0831473	A	25-03-1998	JP 10106038 A	24-04-1998
			JP 10106037 A	24-04-1998
			JP 10134419 A	22-05-1998
			JP 10134420 A	22-05-1998
			JP 10199055 A	31-07-1998
			JP 10228679 A	25-08-1998
			EP 0831473 A2	25-03-1998
			US 6238764 B1	29-05-2001
			US 5989669 A	23-11-1999
US 6117284	A	12-09-2000	AU 744721 B2	28-02-2002
			AU 6261699 A	17-04-2000
			CA 2345349 A1	06-04-2000
			EP 1115525 A1	18-07-2001
			JP 2002525789 T	13-08-2002
			WO 0018531 A1	06-04-2000

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

F I

テーマコード(参考)

G 1 1 B 7/24 5 4 1 D

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT, BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA, GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ, EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,M W,MX,MZ,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 エズビアンスキー, カリン・アン

アメリカ合衆国、1 2 8 6 6、ニューヨーク州、サラトガ・スプリングス、ジャクソン・ストリー  
ト、3 8 番

(72)発明者 オルソン, ダニエル・ロバート

アメリカ合衆国、1 2 1 8 6、ニューヨーク州、ボールヒーズビル、クレセント・コート、1 番

(72)発明者 ショットランド, フィリップ

アメリカ合衆国、4 7 7 1 2、インディアナ州、エバンスビル、カルレ・ラス・パルマス、5 5 3  
0 番

(72)発明者 トマス, バルギーズ

アメリカ合衆国、4 7 7 1 2、インディアナ州、エバンスビル、ホープ・クロッシング、8 1 3 0  
番

(72)発明者 ウィスヌーデル, マーク・ブライアン

アメリカ合衆国、1 2 0 6 5、ニューヨーク州、クリフトン・パーク、アミティ・ポアント・コー  
ト、4 番

F ターム(参考) 5D029 HA06 JB47 KA01 KA07 KA17 KC03 KC11 MA02 MA04 MA13

NA30 RA01 RA30

5D121 AA03 AA07 JJ07 JJ08