

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3561009号
(P3561009)

(45) 発行日 平成16年9月2日(2004.9.2)

(24) 登録日 平成16年6月4日(2004.6.4)

(51) Int.Cl.⁷B 4 1 M 5/26
G 1 1 B 7/24

F I

B 4 1 M 5/26 Y
G 1 1 B 7/24 5 1 6

請求項の数 1 (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願平6-250659
 (22) 出願日 平成6年10月17日(1994.10.17)
 (65) 公開番号 特開平7-175166
 (43) 公開日 平成7年7月14日(1995.7.14)
 審査請求日 平成13年10月4日(2001.10.4)
 (31) 優先権主張番号 137331
 (32) 優先日 平成5年10月18日(1993.10.18)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 590000846
 イーストマン コダック カンパニー
 アメリカ合衆国、ニューヨーク 1 4 6 5 0
 , ロチェスター、ステイト ストリート 3
 4 3
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100102990
 弁理士 小林 良博
 (74) 代理人 100088269
 弁理士 戸田 利雄
 (74) 代理人 100082898
 弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

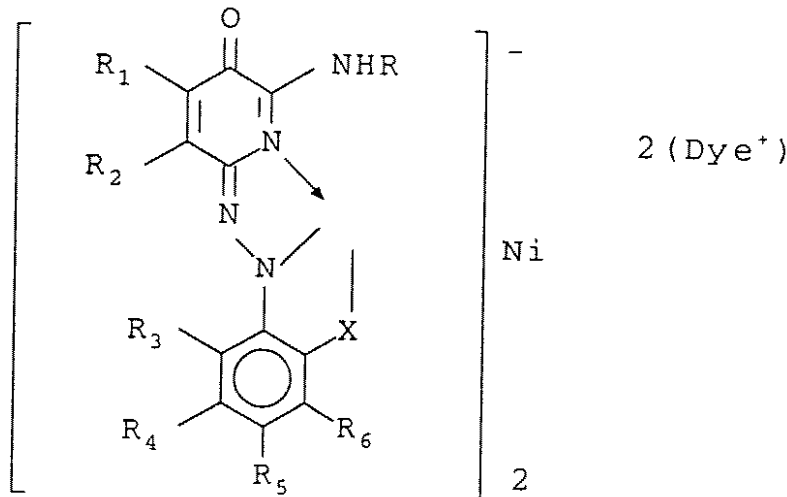
(54) 【発明の名称】 記録可能な光学要素

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

透明基板並びにその基板の表面の、a) 光吸収物質を含有する記録層および b) 光反射層を有する記録可能な光学要素であって、
 前記光吸収物質が次式：

【化 1】



10

〔式中、Rは、水素、炭素数1～20を有するアルキル、置換されたもしくは非置換の炭素数6～10のアリールであって、

R₁ は、水素もしくは炭素数1～6のアルキル基を表わし；

R₂ は、水素、炭素数1～5のアルキル基；SO₂ R'' 'もしくはSO₂ NHR'' ' (ここで、R'' 'は炭素数1～10のアルキル基)；炭素数6～10のアリール基もしくは炭素数5～10のヘタリール基またはハロゲン原子を表わし；

20

R₃ は、水素、炭素数1～4のアルキル基もしくはハロゲン原子を表わし；

R₄ は、炭素数1～10のアルキル基；SO₂ R'' '、SO₂ NHR'' ' (ここで、R'' 'は炭素数1～10のアルキル基)；炭素数6～10のアリール基もしくは炭素数5～10のヘタリール基またはハロゲン原子を表わし、

R₅ は、電子求引性基；炭素数6～10のアリール基；炭素数5～10のヘタリール基；もしくは炭素数5～7のシクロアルキル基を表わし、

R₆ は、水素；炭素数1～5のアルキル；もしくはハロゲン原子を表わし、

Xは、酸素、硫黄またはカルボキシル基もしくはスルホ基を表わし、そして

30

Dye⁺ は、一つもしくはそれ以上の正電荷を有する任意の色素となることができる

〕であることを特徴とする光学要素。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、光学記録材料に関する。この材料は、特に記録可能なコンパクトディスクを作成するのに有用である。

【0002】

【従来の技術】

40

多くのタイプの公知の光学記録材料が存在する。その材料の多くでは、操作方法は、記録されていない物質が高吸収性を有し、記録されている領域(しばしば、ピットと呼ばれる)は低光学的濃度もしくは高反射を有する。高反射ピットは、高吸収性記録材料を取り去り、通常下にある反射支持体を露出することにより作成される。

【0003】

情報を光学的に収納する昨今の一般的形態は、コンパクトディスク、即ち、CDである。デジタル情報は、上記光学記録材料の真反対の異なる反射裏面の、高光学密度マーク(mark)もしくはピットの形で保存される。この形式では、光学情報は、しばしば読み出し専用メモリ、即ちROMの形である。光学情報は、一般的にリアルタイムでは記録されず、むしろプレス成形により生産される。典型的なプロセスでは、光学的記録基板を、再

50

生されるデジタル情報を有するマスター (master) を用いて最初にプレス成形する。このように作られた情報を、その後反射層で上塗りし、そして光学的保護層で上塗りする。変型もしくはピットを有するこれらの領域では、光学的濃度が変型を持たない領域よりも高い。リアルタイムで記録される場合、通常の読み出しのCDにそっくりの光学的記録媒体を製造することが望ましい。読み出しは780nmである。この方法では、情報をCDに追加することができ、このCDを通常のCDプレイヤーで用いることができる。

【0004】

このタイプの最近開示されたあるシステムは、いわゆる「フォトCD」である。このシステムでは、通常の写真フィルムを先ず通常の方法で現像する。そして、そのフィルムの画像をデジタル化して、そのデジタル情報を光学記録材料上にCD読取可能な形で記録する。そして、画像をCD型プレイヤーで通常のテレビに再生することができる。CDは、典型的な市販フィルムのロールを越えるいくつかのデジタル化された画像の容量を持っているので、ユーザーが、既に画像が存在しているCDに画像を追加しようとするのが予期される。したがって、記録可能な、CDに適合する光学記録材料の要求がある。

10

【0005】

この方法に用いられる材料は、米国特許第4,940,618号明細書、欧州特許出願0,353,393号明細書およびカナダ国特許出願第2,005,520号明細書に記載されている。

これらの文献に記載されるタイプの商業的に有用な材料は、厳しい要件を有している。これらの要件の一つは、光安定性である。フォトCDは、消費材なので、極端な環境にも耐えることができない。例えば、最初の画像を記録した時間と次の画像を記録した時間との間に、CDが強烈な日光の下に置かれるかも知れない。このためこの記録層は、極めて高い光安定性でなければならない。米国特許第4,626,496号明細書(以下、「'496号明細書」という)では、記録層が、有機色素陽イオンと金属錯体陰イオンとの「複塩」から本質的になっている光学記録媒体を記載する。この例では、陽イオン色素の大部分が、シアニン色素である。単数荷電陰イオンは、金属錯体であるが、複数荷電陰イオンの例は無く、特に複数荷電陰イオン性アゾ色素の例は無い。'496号明細書の陰イオンの主な目的は、シアニン色素を安定にすることである。屈折率調製並びに安定化を行うために陰イオンを用いる開示は無い。報告されている反射率に基づくと、これらの「複塩」は、書込み可能なCDタイプシステムには有用でないであろう。この明細書の後の比較例において、このことが示されている。

20

30

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

従って、CDに適合し、かつ光安定であるような必要な光学特性を有する光学記録材料の要求が依然として存在する。本発明の目的は、この問題の解決に向けられている。

【0007】

【課題を解決するための手段】

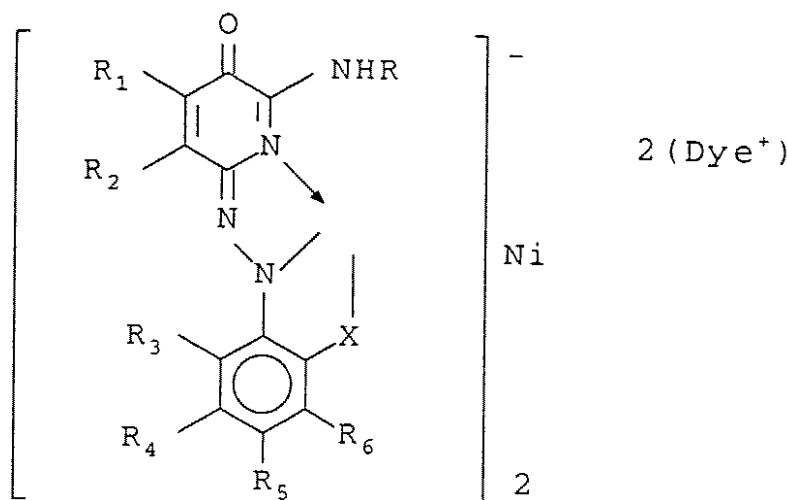
本発明に従うと、透明基板並びにその基板の表面の、a)光吸収物質を含有する記録層およびb)光反射層を有する記録可能な光学要素であって、

前記光吸収物質が次式：

40

【0008】

【化2】



10

【 0 0 0 9 】

[式中、R は、水素、炭素数 1 ～ 2 0 を有するアルキル、置換されたもしくは非置換の炭素数 6 ～ 1 0 のアリールであって、

R₁ は、水素もしくは炭素数 1 ～ 6 のアルキル基を表わし；

R₂ は、水素、炭素数 1 ～ 5 のアルキル基；SO₂ R^{''} ' もしくは SO₂ NHR^{''} ' (ここで、R^{''} ' は炭素数 1 ～ 1 0 のアルキル基)；炭素数 6 ～ 1 0 のアリール基もしくは炭素数 5 ～ 1 0 のヘタリール (hetaryl) 基またはハロゲン原子を表わし；

R₃ は、水素、炭素数 1 ～ 4 のアルキル基もしくはハロゲン原子を表わし；

R₄ は、炭素数 1 ～ 1 0 のアルキル基；SO₂ R^{''} '、SO₂ NHR^{''} ' (ここで、R^{''} ' は炭素数 1 ～ 1 0 のアルキル基)；炭素数 6 ～ 1 0 のアリール基もしくは炭素数 5 ～ 1 0 のヘタリール基またはハロゲン原子を表わし、

R₅ は、例えば、NO₂、CN、SO₂ R^{''} '、SO₂ NR^V R^{V I} 等の電子求引性基 (ここで、R^{''} '、R^V もしくは R^{V I} は、それぞれ独立して水素、炭素数 1 ～ 5 のアルキルと表わすことができる)；炭素数 6 ～ 1 0 のアリール基；炭素数 5 ～ 1 0 のヘタリール基；もしくは炭素数 5 ～ 7 のシクロアルキル基を表わし、

R₆ は、水素；炭素数 1 ～ 5 のアルキル；もしくはハロゲン原子を表わし、

X は、酸素、硫黄またはカルボキシル基もしくはスルホ基を表わし、そして

Dye⁺ は、一つもしくはそれ以上の正電荷を有する任意の色素となることができる]

であることを特徴とする光学要素が提供される。

【 0 0 1 0 】

上記構造は、四つの色素分子を有する物質を規定する。二つは、ニッケルと錯体をつくり、他の二つは、陽イオンの対イオンである。四つの色素分子を持つので、便宜上この物質を「テトラ色素」と呼ぶ。

【 0 0 1 1 】

【 具体的な態様 】

本発明によると、光学記録要素は、上記のテトラ色素光吸収物質を含む色素記録層を有する。また、このテトラ色素光吸収物質の混合物並びにこれらの物質と他のクラスの色素との混合物も考えることができる。

上記の説明では、アルキルは、メチル、エチルもしくはイソプロピル等の、炭素数 1 0 までの直鎖もしくは分枝鎖の基となることができる。アリール基は、例えば、フェニル、アミノフェニルもしくはプロピオニルアミノフェニルとなることができる。ヘテロアリール基は、例えば、2 - ピリジルもしくは 2 - フリルとなることができる。

【 0 0 1 2 】

上記の説明では、また、種々の置換基を考えることができる。従って、前記の基は、一つ以上の、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシ基、アリールオキシカ

40

50

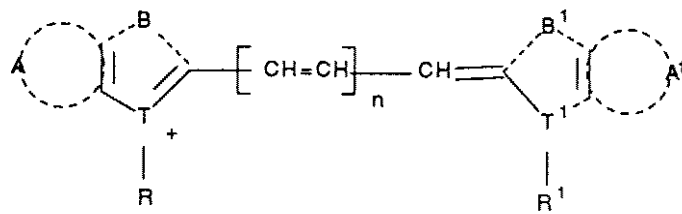
ルボニル基、カルバミル基、スルファモイル基、アシルアミノ基、スルホニルアミノ基、ハロゲン、ウレイド基、ヒドロキシ基、カルバモイルオキシ基、アルコキシカルボニルアミノ基、シアノ基、チオシアノ基、カルボキシ基もしくはスルホ基等で置換されることができる。

【0013】

好ましい態様では、 Dye^+ は、一般式：

【0014】

【化3】



10

【0015】

[式中、Tは、 T' と同一もしくは異なっていても良く、それぞれ、C、N、OもしくはSを表わし；

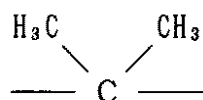
Aは、 A' と同一もしくは異なっていても良く、それぞれ、芳香環を表わし；

Bは、 B' と同一もしくは異なっていても良く、それぞれ、-O-、-S-、

20

【0016】

【化4】



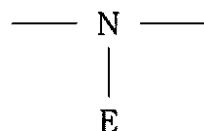
【0017】

、-Se-、-CH=CH-、もしくは

【0018】

30

【化5】



【0019】

(ここで、Eは、非置換もしくは置換された $C_1 \sim C_{10}$ のアルキル基、または非置換もしくは置換された芳香環)を表わすか、またはBは、Aと結合して芳香環を形成しても良く；

40

Rおよび R' は、TがCもしくはNである場合に存在し、Rは R' と同一かもしくは異なり、そして非置換もしくは置換された $C_1 \sim C_{10}$ のアルキル基または非置換もしくは置換された芳香環を表わし、そして

nは、1～2の整数を表わす]

を持つシアニン色素である。

【0020】

このタイプの典型的な色素は、米国特許第4,994,343号及び同4,996,089号各明細書に記載されている。

以下の例に先だて、本発明の有用なテトラ色素光吸収物質の典型的な合成を記載する。

合成の説明に続く表は、有用な具体的な物質の例を提供する。

50

本発明の要素は、テトラ色素光吸収物質を用いる。この光学情報記録媒体は、光透過の、典型的にブリググループ (p r e g r o o v e d) された基板、その基板を上塗りするテトラ色素光吸収物質光吸収層、その光吸収層を上塗りする光反射層、およびその光反射層を上塗りする保護層を含んでなる。この記録プロセスは、書込まれた場合、ディスクのマークされていない領域よりも低反射率のマークを生じ、770 ~ 800 nmの間のダイオードレーザー照射を用いて読み取る。前記色素分子の置換基を、780 nm光源を用いて測定した未書込みの光吸収層の複合屈折率の実数部 (N) が1.8より小さくないように、そして虚数部 (K) が0.3より大きくないように選択することが好ましい。

【0021】

この基板は、機械的かつ光学的要求を満足する任意の透明材料となることができる。一般的には、溝深さ20 nm ~ 250 nm、溝幅0.2 ~ 1 μm及びピッチ1 ~ 2 μmで、ブリググループされている。好ましい材料はポリカーボネートであり、その他の材料は、ガラス、ポリメチルメタクリレートおよび適当なポリマー材料である。

【0022】

本発明の光学記録要素の製造は、適当な溶剤から透明基板上へ、テトラ色素それ自身、または他の色素 (単数) もしくは色素 (複数) 伴って、または添加剤を伴って、テトラ色素をスピコートすることにより達成される。コートする場合、このテトラ色素 (添加剤を伴うかもしくは添加剤無し) を、色素が溶剤の100体積部に対して20重量部もしくはそれより少なくなるように、適当な溶剤に溶解する。この要素の色素記録層を、その後、減圧下で抵抗加熱もしくはスパッタ方法により金属反射層で上塗りし、最終的に保護樹脂で上塗りする。

【0023】

色素記録層の塗布溶剤を、それ等の基板への影響を最小にするように選択する。有用な溶剤は、アルコール類、エーテル類、炭化水素類、ハロゲン化物炭化水素類、セルロソルブ類、ケトン類を包含する。溶剤の例は、メタノール、エタノール、プロパノール、ペンタノール、2, 2, 3, 3 - テトラフルオロプロパノール、テトラクロロエタン、ジクロロメタン、ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジブチルエーテル、メチルセルロソルブ、エチルセルロソルブ、1 - メチル - 2 - プロパノール、メチルエチルケトン、4 - ヒドロキシ - 4 - メチル - 2 - ペンタノン、ヘキサン、シクロヘキサン、エチルシクロヘキサン、オクタン、ベンゼン、トルエン、およびキシレンである。他のあまり望ましくない溶剤は、水およびジメチルスルホキシドを含む。好ましい溶剤は、好ましいポリカーボネート基板にほとんど影響しないという理由から、炭化水素溶剤およびアルコール溶剤である。溶剤混合物もまた用いることができる。

【0024】

記録層の有用な添加剤は、安定剤、界面活性剤、バインダーおよび希釈剤を含む。反射層は、光学記録材料に通常用いられる任意の金属となることができる。有用な金属を、真空蒸着もしくはスパッターすることができ、金、銀、アルミニウムおよび銅ならびにそれらの合金を包含する。

【0025】

反射層を覆う保護層は、同じように、当該技術分野での通常のものである。有用な材料は、UV硬化性アクリレート類である。

ある種の好ましい保護層は、米国特許出願第815, 020号 (1991年12月27日出願) (K o s i n s k i および A m e l l) 明細書に記載されている。この明細書は、反射層に隣接する層がスピコートされ、第二層がスクリーン印刷されている二層構造を開示する。

【0026】

中間層 (酸化から金属層を保護する) も存在することができる。

本発明の要素は、米国特許第4, 940, 618号明細書に記載されるように、予め記録されているROMを有することができる。この基板の表面は、米国特許第4, 990, 388号明細書に記載されるように、別の熱変型性層を有することができる。記録可能なC

10

20

30

40

50

Dタイプ要素のその他の関連する特許は、米国特許第5,009,818号、同5,080,946号、同5,090,009号、同4,577,291号、同5,075,147号および同5,079,135号である。

【0027】

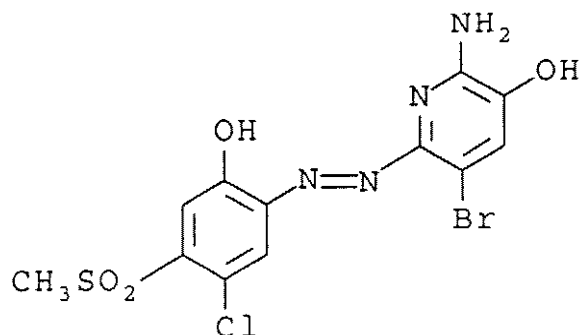
【実施例】

次の準備例は、本発明に有用な色素の準備を説明する。

合成

【0028】

【化6】



10

【0029】

2 - アミノ - 5 - ブロモ - 3 - ヒドロキシ - 6 - (5 - クロロ - 2 - ヒドロキシ - 4 - メチルスルホニル) ピリジンの合成

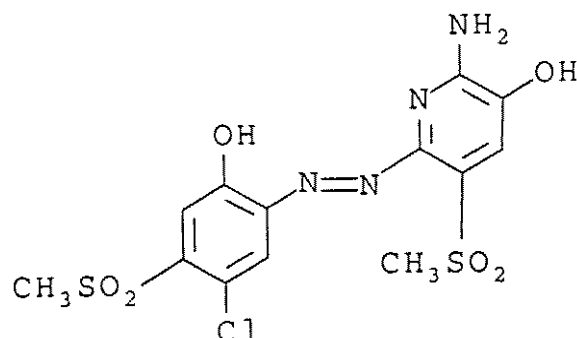
5 - クロロ - 2 - ヒドロキシ - 4 - メチルスルホニルアニリン (20 g) を、水 (90 ml) と濃 HCl (27 ml) との混合物に溶解し、この溶液を、 < 5 に冷却した。硝酸ナトリウム (6.51 g) の水溶液 (15 ml) をゆっくりと添加し、このジアゾニウム溶液を、氷浴温度で 2 時間攪拌した。

【0030】

2 - アミノ - 5 - ブロモ - 3 - ヒドロキシピリジン (17 g) を、無水酢酸ナトリウム (110 g) を含有するメタノール (600 ml) に溶解し、この溶液を、 0 まで冷却した。このジアゾニウム溶液を、ゆっくりとカプラー溶液に添加し、この反応混合物を室温で 2 時間攪拌し、その後、水で希釈し、濾過して色素を除去した。固形分を水で十分に洗浄し、50 の真空オープン中で乾燥した。薄層クロマトグラフィー (TLC) により生じた純粋な物質は、35 g であった。

【0031】

【化7】



40

【0032】

2 - アミノ - 3 - ヒドロキシ - 5 - メチルスルホニル - 6 - (5 - クロロ - 2 - ヒドロキシ - 4 - メチルスルホニル) ピリジン

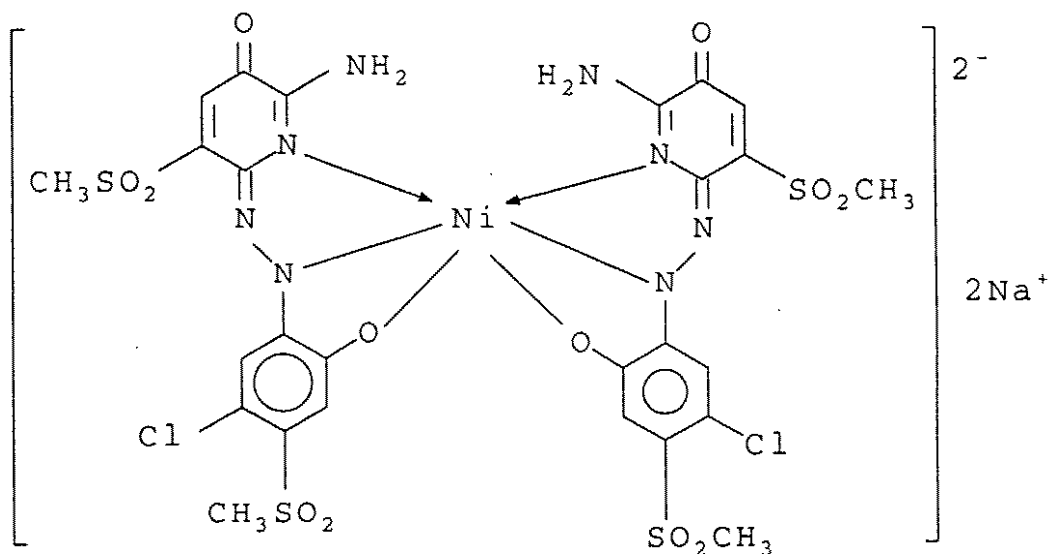
上記ブロモ化合物 (36 g) を、ジメチルホルムアミド (DMF) (700 ml) に溶解し、固形のナトリウムメタンスルフィナートを添加し、この混合物を、室温で 4 時間攪拌

50

した。この反応を、TLCでモニターして、出発物質が消失したところで、この溶液を硝酸ナトリウム(50g)を含有した水(1.2L)で希釈した。一晚攪拌した後、固形分を濾過して集めて、水で十分に洗浄して乾燥した。収量は、34.9gであった。

【0033】

【化8】



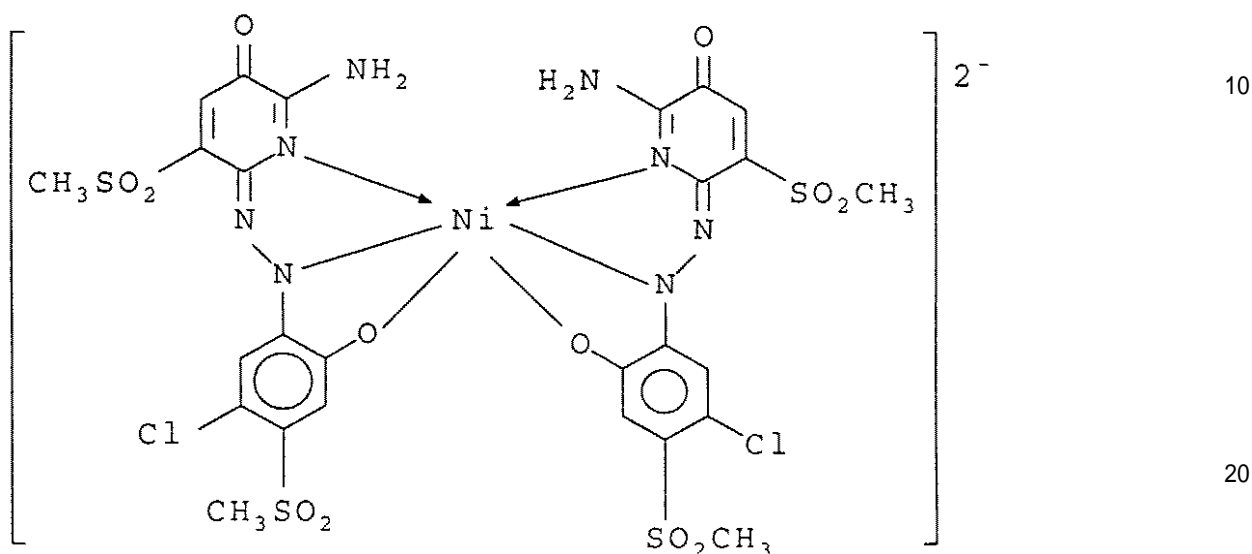
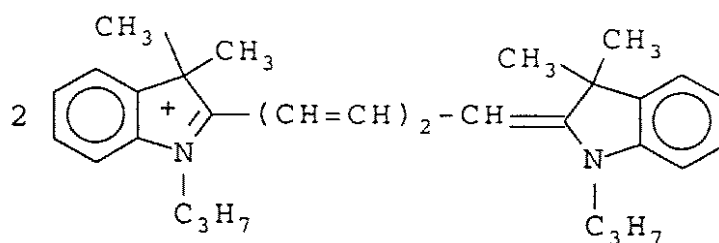
【0034】

2 : 1 の色素 : ニッケル錯体のナトリウム塩の生成

二陰イオン性色素(28g)を、メタノール性テトラブチルアンモニウム水酸化物(1M、140ml)に添加し、メタノール(500ml)で希釈した。固体の酢酸ニッケルを少しずつ添加して、TLCで金属化をモニターした。7.1gを添加した後は、金属化されていない色素は無かった。この反応混合物を水(1.5L)に注ぎ、一晚攪拌した。この生成物を濾過して除き、水で洗浄し、真空オーブン中で乾燥した。ビステトラブチルアンモニウム塩は、38.1gであり、32gを、アセトニトリル(500ml)に溶解することによりビスナトリウム塩に変え、沃化ナトリウム(16g)を加え、濾過して生成物を除去した。収量は22gであった。

【0035】

【化9】



【 0 0 3 6 】

シアニン色素および色素：ニッケル錯体からのテトラ色素の単離

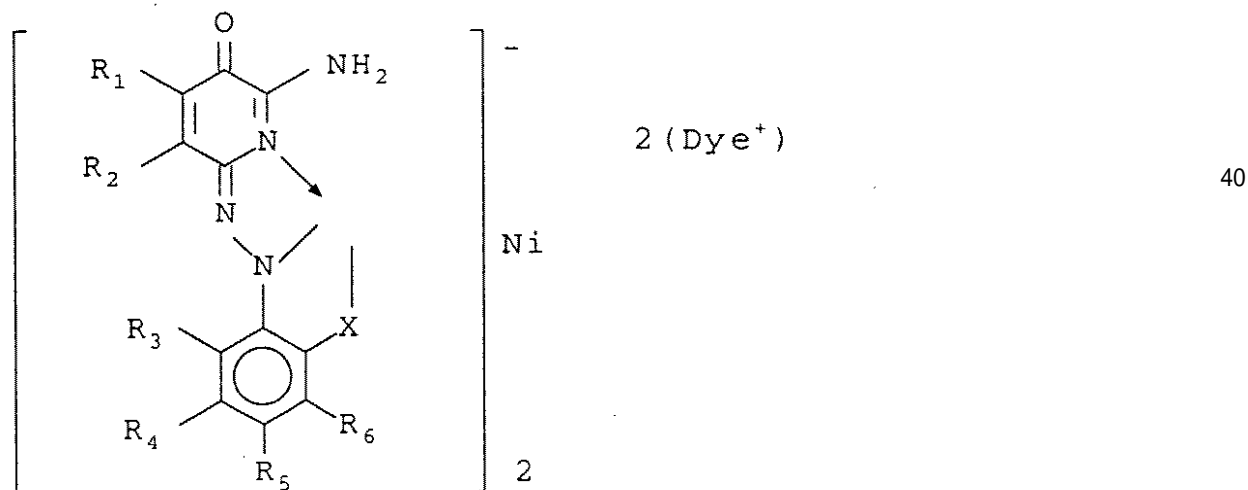
塩化物塩としてのシアニン色素（4.7 g）をメタノール（100 ml）に溶解し、色素：ニッケル錯体（4.7 g）を添加した。この混合物を攪拌して、水（100 ml）で希釈した。沈澱した固形分を濾過して除き、水で洗浄し、次にイソプロピルアルコール（5 ml）で洗浄した。オープンで乾燥した後、収量は、7.3 gであった。ジクロロメタンに溶解し、次に濾過し、リグロインで再沈澱させて精製した。他のテトラ色素類も同じように適当な陽イオン性色素および二陰イオン性金属化アゾ色素類から準備した。

【 0 0 3 7 】

次の表 I のアゾ構造式を、表 II に挙げる陽イオン性色素のいくつかと組み合わせた。

【 0 0 3 8 】

【 化 1 0 】



【 0 0 3 9 】

【表 1】

表 I

テトラ色素：陰イオン部分

色素	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	X
A	H	H	H	Cl	CH ₃ SO ₂	H	O
B	H	Br	H	H	CH ₃ SO ₂	H	O
C	H	CH ₃ SO ₂	H	Cl	CH ₃ SO ₂	H	O
D	H	CH ₃ SO ₂	H	Cl	(CH ₃) ₃ CNHSO ₂	H	O
E	CH ₃	CH ₃ SO ₂	H	Cl	CH ₃ SO ₂	H	O
F	CH ₃	CH ₃ SO ₂	H	H	NO ₂	H	SO ₃
G	H	CH ₃ SO ₂	H	H	CH ₃ SO ₂	H	O

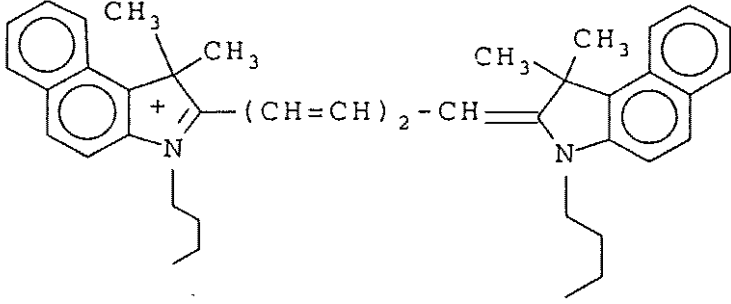
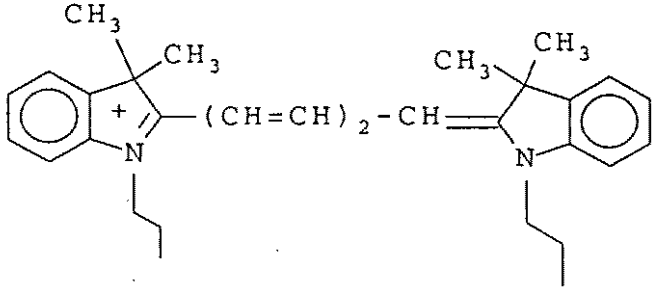
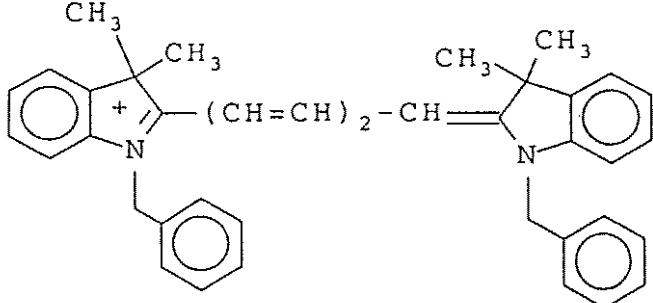
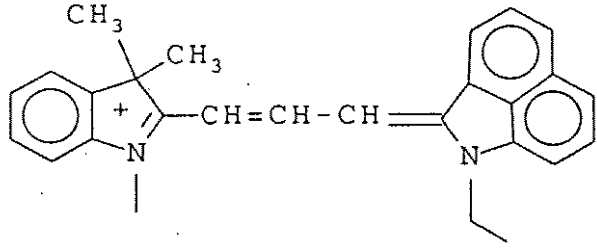
10

【 0 0 4 0 】

【表 2】

表 II

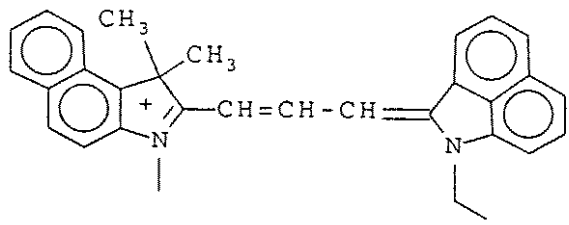
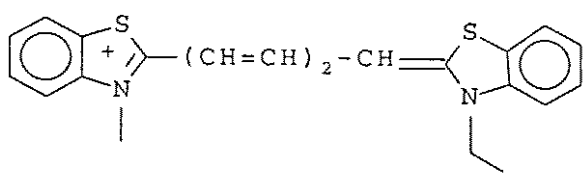
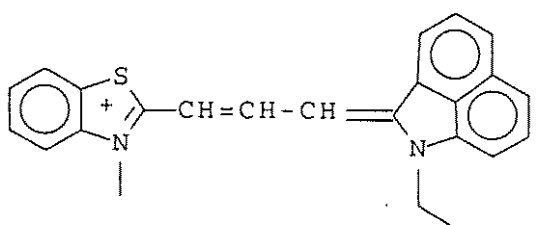
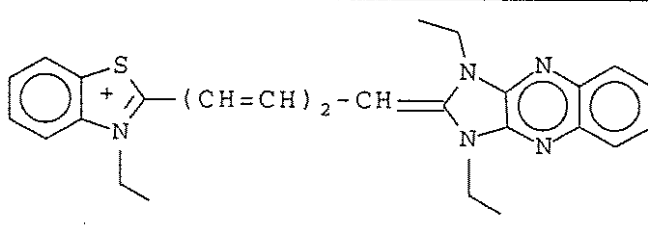
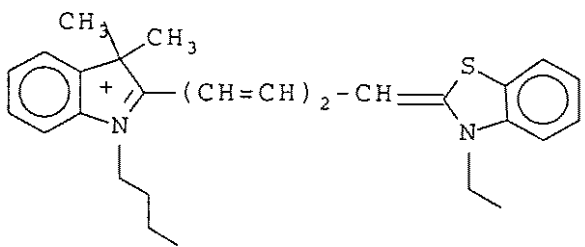
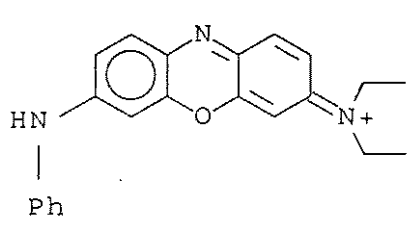
テトラ色素：陽イオン部分

No.	陽イオン色素構造
1	
2	
3	
4	

【 0 0 4 1 】

【 表 3 】

表 II (続き)

5	
6	
7	
8	
9	
10	

10

20

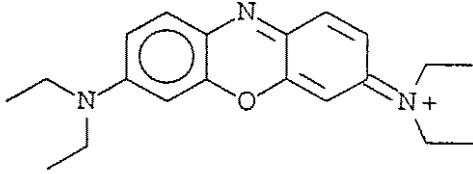
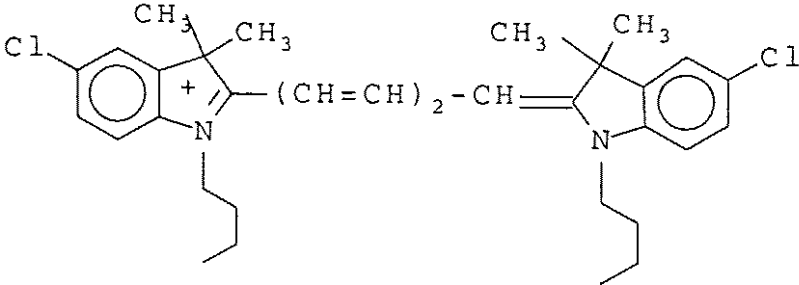
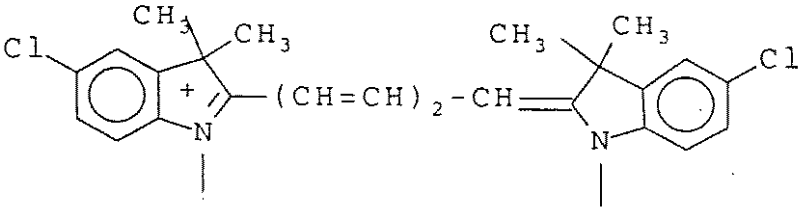
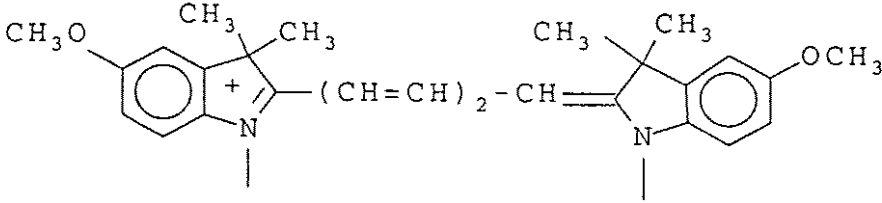
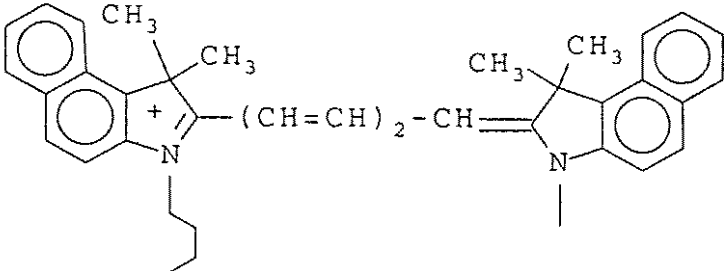
30

40

【 0 0 4 2 】

【 表 4 】

表 II (続き)

11		
12		10
13		20
14		30
15		

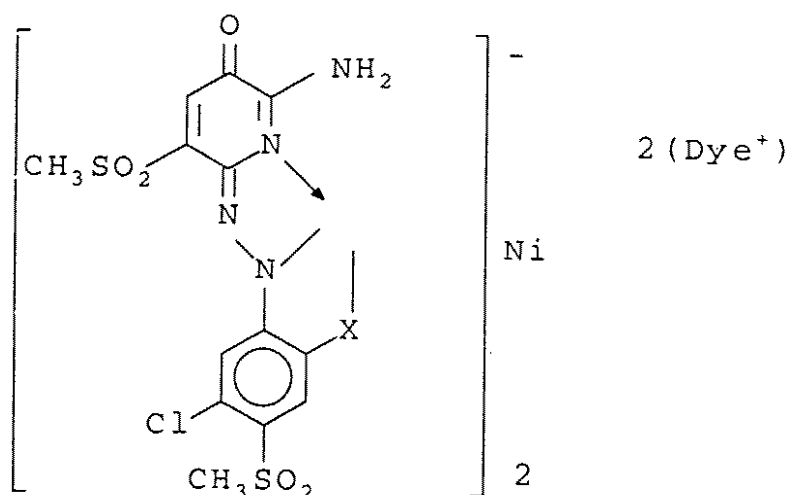
【 0 0 4 3 】

上記の陰イオン性部分「C」を有する昨今の好ましいテトラ色素類は、次の通りである：

【 0 0 4 4 】

【 化 1 1 】

40



10

【0045】

これらの色素は、良好な光学特性および光安定性を有する。特に、色素類C2は優れた光学特性を、色素類C4は、優れた光安定性を有する。従って、これらの色素が、現在好ましいテトラ色素である。C2の合成は、上記で説明した。

【0046】

色素A1を用いる例1

この例は、テトラ色素「A1」の使用を表わす。即ち、陰イオン部分が、表Iの「A」であり、陽イオン部分が、表IIの「1」である。厚さ1.2mm、外径120mm、および内径15mmを有し、その表面に幅0.4μm、そして深さ0.08μmかつピッチ1.6μmにブリグリーブ形成された渦巻線を有するポリカーボネートディスク基板を射出成形により作成した。

20

【0047】

光吸収層を形成するために、色素A1の1重量部を、40体積部の2,2,3,3-テトラフルオロプロパノールに溶解し、室温で1時間攪拌した。その後、この溶液を0.2μmフィルターを通して濾過した。この溶液を、スピンコートにより、基板の表面に、671nmで1.3の光学濃度まで塗布した。これを80℃で15分間乾燥した。

30

【0048】

そして、金反射層を抵抗加熱により、ディスクの表面全体に、約1200オングストローム(1200nm)厚さまで付着させた。

この金属を保護するため、ラッカー「Dai cure SD-17 (商標)」を、スピンコートにより、金属上に7~11μmの厚さになるまで塗布し、出力3000W/インチで15秒間、融解システム硬化を用いるH型バルブで、UV硬化した。

【0049】

このようにして、得られた光ディスクをテストするために、788nmレーザー、0.5NAレンズ、位相トラッキング、および1/2開口焦点合わせを備えた光学ヘッドからなるテストシステムを使用した。光学系は、円偏光を用いてレーザーフィードバック効果を少なくした。記録および再生を、5.6m/s回転スピードで同じレーザーを用いて実施した。読取出力は、0.6mWを維持した。12mW書込み出力で、30Kzフィルターを通して、約3.5μmマーク長さをを用いて、単一周波数を記録し、788nm光で照射する光源を用いて試験した場合に、マークされていない領域よりも反射率の低いマークを形成した。マークを読み取ったとき、CNR(ノイズに対する搬送波の比)は65dBであった。

40

【0050】

例2~18

例2~18においてテストするディスクを、例1と同じ手順で同じ基板で準備した。光学濃度、CNR(dB)および記録のレーザー出力を表IIIに表わす。

50

【 0 0 5 1 】

【表 5】

表 III

[アゾ色素]²⁻ 2[対イオン色素]⁺

例	アゾ色素	対イオン色素	光学濃度 671 nm	CNR (dB) / 出力 (mW)
1	A	1	1.3	65/12
2	A	5	0.9	52/12
3	C	2	1.6	61/15
4	C	3	1.4	50/15
5	C	4	1.2	62/15
6	C	5	1.1	63/13
7	C	6	1.3	64/15
8	C	9	1.3	50/14
9	C	10	1.2	56/16
10	C	12	1.5	58/15
11	C	13	1.4	63/15
12	D	2	1.5	63/16
13	E	10	1.3	61/16
14	E	11	1.3	61/14
15	F	2	1.8	61/18
16	F	4		
17	F	14	1.3	56/17
18	G	14	1.3	65/14

【 0 0 5 2 】

色素安定例

本発明に有用な色素および比較色素を、光安定性および暗安定性の両方についてテストした。

光安定性テストのために、これらの色素を、2×2インチ(5.1×5.1cm)ポリカーボネートスライド上にスピンコートした。ダイオードアレイ分光光度計を用いて波長400nm~800nmで、スライドの両側のエッジから5mmで、光学濃度測定を行った。測定したスライドの一方の側を被覆して、このスライドを、ポリカーボネートを通して、標準50kluks昼光露光(ANSI IT9.9-1980「Stability Color Photographic Images」、5章、5.6節、模擬室内間接昼光露光を記載する)のため、画像安定技術センターで16日間露光した。16日後、両側の光学濃度を再度測定した。光学濃度損失の比率を計算するため、露光前のmaxでの光学濃度から、露光後の光学濃度を引算した。得られた値を露光前の光学濃度で割り100倍した。この計算を、スライドの被覆されていない側と被覆された側との両方に関して実施した。そして、被覆されていない側から得られた値から、被覆された側から得られた値を引算し、得られた値を露光による光学濃度損失率とした。

【 0 0 5 3 】

光安定性テスト結果

【 0 0 5 4 】

【表 6】

光安定性表

色素	16日間、50ルクス光 曝露後の光学濃度損失%
'496特許に由来する IV-8およびA15	27.6
C2	11.0
C4	3.1
C5	9.7
C10	2.8
E10	7.1

10

【 0 0 5 5 】

暗安定性

暗安定性テストのために、これらの色素を、2×2インチ(5.1×5.1cm)ポリカーボネートスライド上にスピンコートした。ダイオードアレイ分光光度計を用いて波長400nm～800nmで、インキュベーションの前に光学濃度測定を行った。このスライドを、上部を僅かに開けたベトリ皿に色素面を上にして、スライドを置き、温度を80、相対湿度を80%で設定した湿度チャンバー内で、6週間インキュベートした。そして、6週間のインキュベーション後、光学測定を行った。光学濃度損失の比率を計算するため、インキュベーション前の $-max$ での光学濃度から、インキュベーション後の光学濃度を引算した。得られた値をインキュベーション前の光学濃度で割り100倍し、イン

20

30

【 0 0 5 6 】

暗安定性テスト結果

【 0 0 5 7 】

【表 7】

色素	6週間、80℃／相対湿度 80%後の光学濃度損失%
'496特許に由来する IV-8およびA15	6.9
C2	1.0
C4	5.5
C5	9.9
C10	7.7
E10	4.7

40

【 0 0 5 8 】

50

このように、従来技術の色素の暗安定性は、妥当であるけれども、本発明に用いる色素は、光安定性が非常に改良されている。

【 0 0 5 9 】

’ 4 9 6 号明細書に由来する色素を持つ比較例

’ 4 9 6 号明細書の色素が有効でないことを確認するために、’ 4 9 6 号明細に記載される、色素陽イオン I V - 8 および金属錯体陰イオン A 1 5 に相当する色素を調製した。(これは、上記光安定性テストおよび暗安定性テストに用いた色素と同じである。比較例の「A 1 5」を、本発明の A 1 5 色素と混同すべきでない。比較例において示される「A 1 5」は、’ 4 9 6 号明細書のものである。)

まず、I V 8 - A 1 5 色素を溶解するが、ポリカーボネート基板を攻撃しない溶剤を、見つけることができなかった。次に、この物質の光学的指標を得るために、この物質を別の溶剤からシリコンウェーハに塗布することを試みたが失敗した。この塗膜は不透明になった。1, 2 - ジクロロメタン中 2 . 5 % 溶液のこの色素を用いて、6 7 1 n m で 1 . 4 6 の光学濃度になるまでスピンコートし、その後、1 2 0 n m 厚に成るまで金コートしたガラスディスクを調製した。この塗布層は、7 8 8 n m でテストしたとき、僅か 2 3 . 7 % の反射率であった。書込みしようとしたが、1 1 m W 出力で僅か 4 5 . 6 d B の最大 C N R であった。

フロントページの続き

- (72)発明者 ディレク ディー・チャップマン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14624, ロチェスター, アンドニー レーン 7
- (72)発明者 マイケル ポール カニンガム
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14616, ロチェスター, パークランズ ドライブ 180
- (72)発明者 サバ アンドラス コバクス
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14617, ロチェスター, オークリッジ ドライブ 106

審査官 野田 定文

- (56)参考文献 特公平7-51682(JP, B2)
特開昭60-44389(JP, A)
欧州特許出願公開第0264198(EP, A2)
実開昭58-209742(JP, U)
米国特許第5286592(US, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
B41M 5/26
CAPLUS(STN)
REGISTRY(STN)