

(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2004-534889
(P2004-534889A)

(43) 公表日 平成16年11月18日(2004.11.18)

(51) Int.Cl.⁷**C08G 64/06**
G11B 7/24
G11B 7/26

F 1

C08G 64/06
G11B 7/24
G11B 7/24
G11B 7/26

テーマコード(参考)

4 J 0 2 9
5 D 0 2 9
5 D 1 2 1

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 67 頁)

(21) 出願番号 特願2003-511238 (P2003-511238)
 (86) (22) 出願日 平成14年6月24日 (2002.6.24)
 (85) 翻訳文提出日 平成15年12月26日 (2003.12.26)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2002/020274
 (87) 國際公開番号 WO2003/005354
 (87) 國際公開日 平成15年1月16日 (2003.1.16)
 (31) 優先権主張番号 09/895,125
 (32) 優先日 平成13年7月2日 (2001.7.2)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 390041542
 ゼネラル・エレクトリック・カンパニー
 GENERAL ELECTRIC CO
 MPANY
 アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネ
 クタディ、リバーロード、1番
 (74) 代理人 100093908
 弁理士 松本 研一
 (74) 代理人 100105588
 弁理士 小倉 博
 (74) 代理人 100106541
 弁理士 伊藤 信和

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】制振性モノリシックポリマー

(57) 【要約】

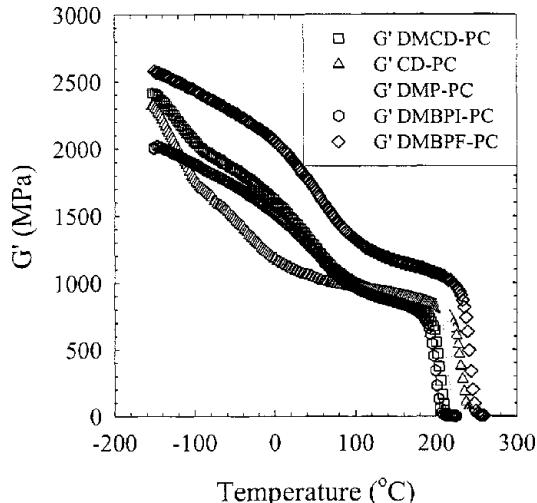
【課題】

データ記憶装置、特に基板用途、での使用に適したポリマーを用いた制振系を提供する。

【解決手段】

製品及びポリカーボネート組成物の制振性能を改善するとともに、ガラス転移温度が約150℃を超えるデータ用記憶媒体が提供される。具体的には、(1)1以上のポリカーボネート部分を含む基板と(2)基板上に設けられた1以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体において、ポリカーボネートとして、約150℃以上のガラス転移温度を有する特定の構造のものを選択する。

【選択図】図1

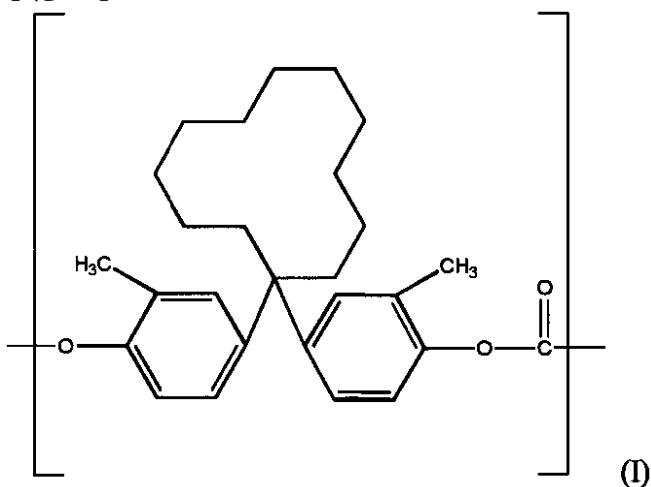


【特許請求の範囲】

【請求項 1】

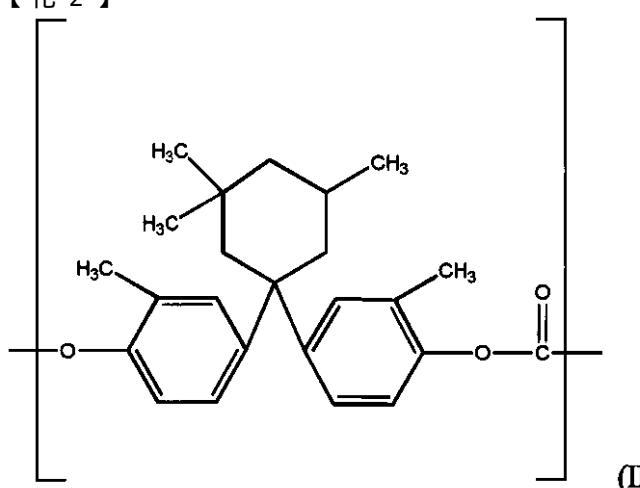
(1) 1 以上のポリカーボネート部分を含む基板と、(2) 基板上に設けられた 1 以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、上記ポリカーボネートが、下記の構造 (I)、(II)、(III)、(IV) 又はその組合せからなる 1 種以上の化合物を含み、約 150 を超えるガラス転移温度を有する、記憶媒体。

【化 1】



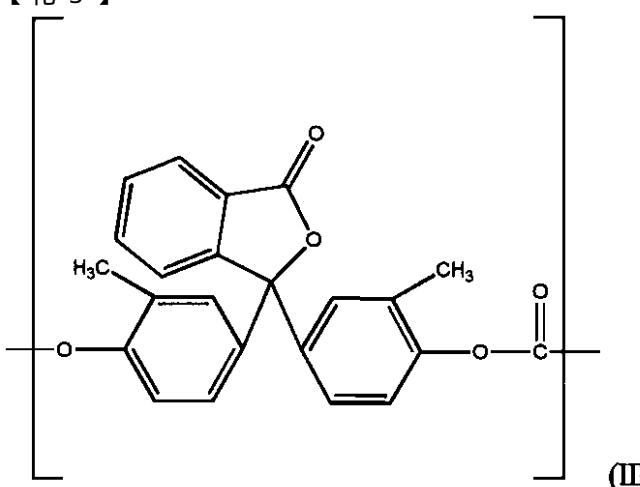
(I)

【化 2】



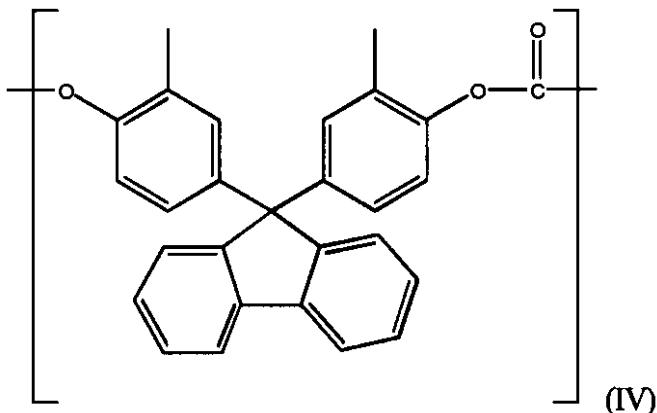
(II)

【化 3】



(III)

【化4】



【請求項2】

前記ポリカーボネートが構造(Ⅰ)を含む、請求項1記載の記憶媒体。

【請求項3】

前記ポリカーボネートが構造(Ⅱ)を含む、請求項1記載の記憶媒体。

【請求項4】

前記ポリカーボネートが構造(Ⅲ)を含む、請求項1記載の記憶媒体。

【請求項5】

前記ポリカーボネートが構造(Ⅳ)を含む、請求項1記載の記憶媒体。

20

【請求項6】

前記ポリカーボネートが約24℃の温度で約0.04を超える機械的減衰係数を有する、請求項1記載の記憶媒体。

【請求項7】

前記ポリカーボネートが約24℃の温度で約0.1を超える機械的減衰係数を有する、請求項6記載の記憶媒体。

【請求項8】

前記ポリカーボネートが約24℃の温度で約0.5を超える機械的減衰係数を有する、請求項7記載の記憶媒体。

【請求項9】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約10000～約100000の範囲の重量平均分子量を有する、請求項1記載の記憶媒体。

30

【請求項10】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約10000～約50000の範囲の重量平均分子量を有する、請求項9記載の記憶媒体。

【請求項11】

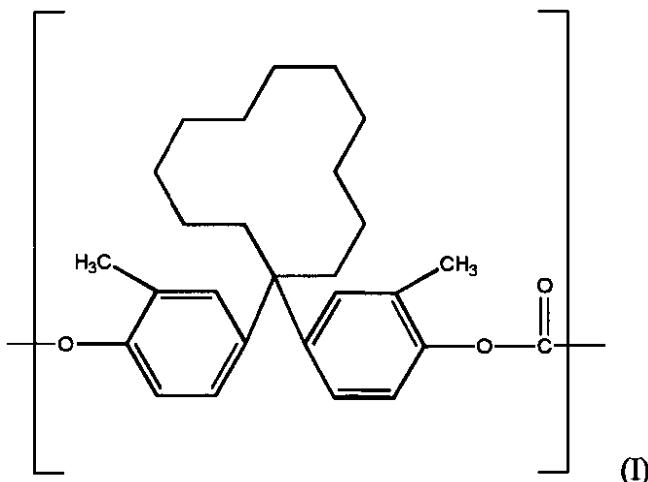
前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約12000～約40000の範囲の重量平均分子量を有する、請求項10記載の記憶媒体。

【請求項12】

(1) 1以上のポリカーボネート部分を含む基板と、(2)基板上に設けられた1以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、上記ポリカーボネート部分が下記の構造(Ⅰ)を有する残基を含んでおり、上記ポリカーボネートが約150℃を超えるガラス転移温度及び約24℃の温度で約0.04を超える機械的減衰係数を有する、記憶媒体。

40

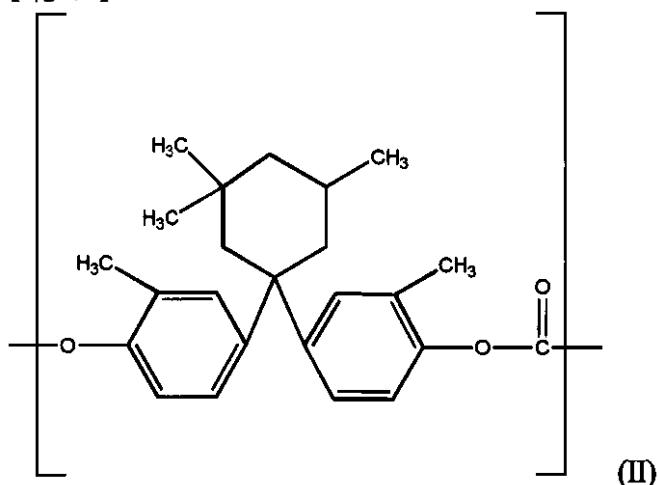
【化 5】



【請求項 13】

(1) 1 以上のポリカーボネート部分を含む基板と、(2) 基板上に設けられた 1 以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、上記ポリカーボネート部分が下記の構造(II)を有する残基を含んでおり、上記ポリカーボネートが約 150 を超えるガラス転移温度及び約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数を有する、記憶媒体。

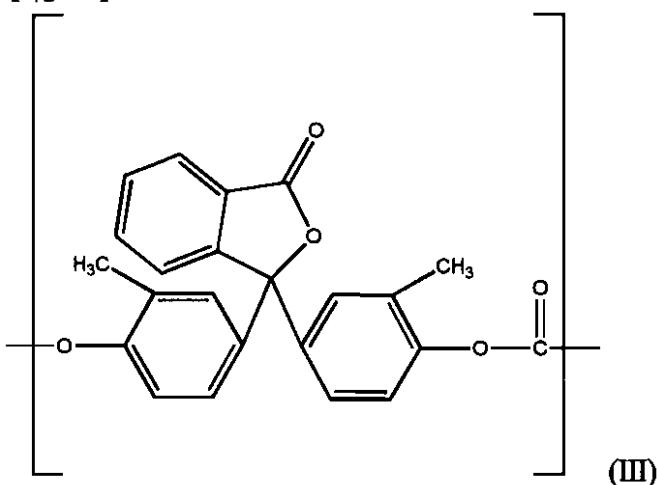
【化 6】



【請求項 14】

(1) 1 以上のポリカーボネート部分を含む基板と、(2) 基板上に設けられた 1 以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、上記ポリカーボネート部分が下記の構造(III)を有する残基を含んでおり、上記ポリカーボネートが約 150 を超えるガラス転移温度及び約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数を有する、記憶媒体。

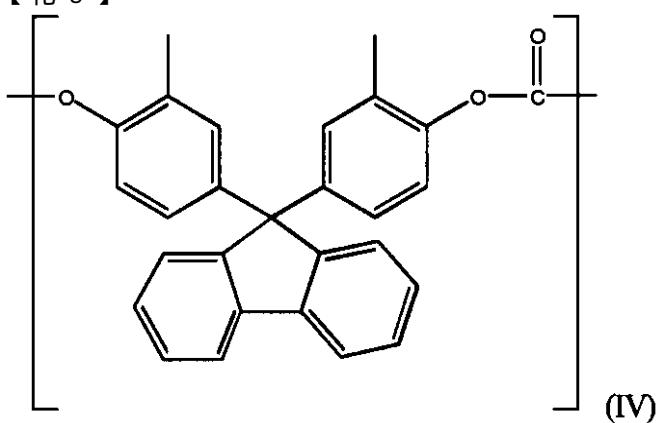
【化7】



【請求項 15】

(1) 1 以上 の ポリカーボネート部分を含む基板と、(2) 基板上に設けられた 1 以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、上記ポリカーボネート部分が下記の構造(VI)を有する残基を含んでおり、上記ポリカーボネートが約 150 を超えるガラス転移温度及び約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数を有する、記憶媒体。

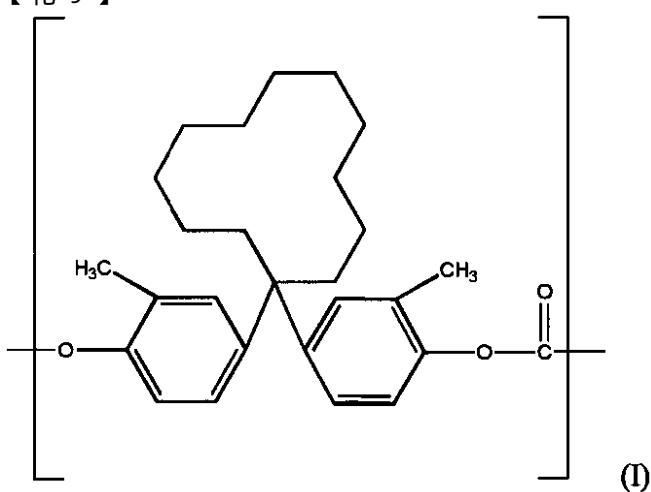
【化8】



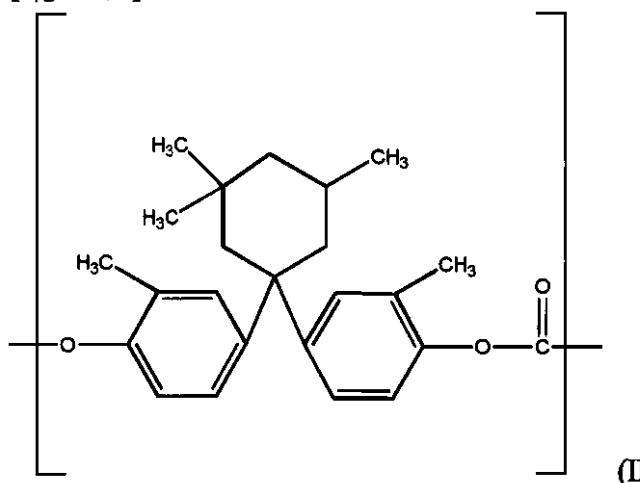
【請求項 16】

下記の構造(I)、(II)、(III)、(IV)又はその組合せからなる 1 種以上の化合物を含む、改善された制振性能を有するポリカーボネート組成物であって、ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、ポリカーボネート組成物。

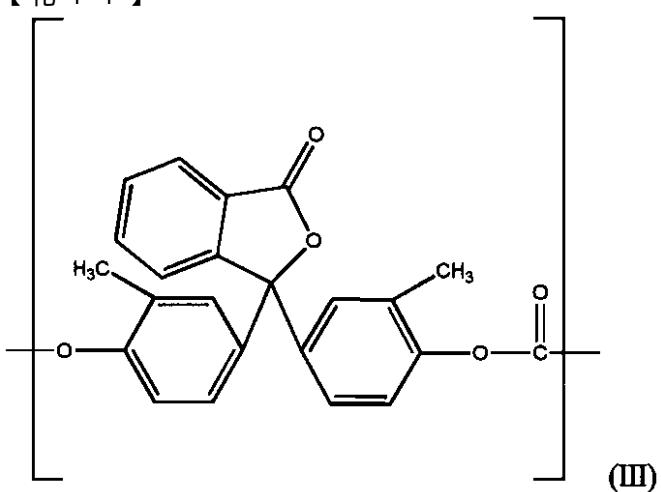
【化9】



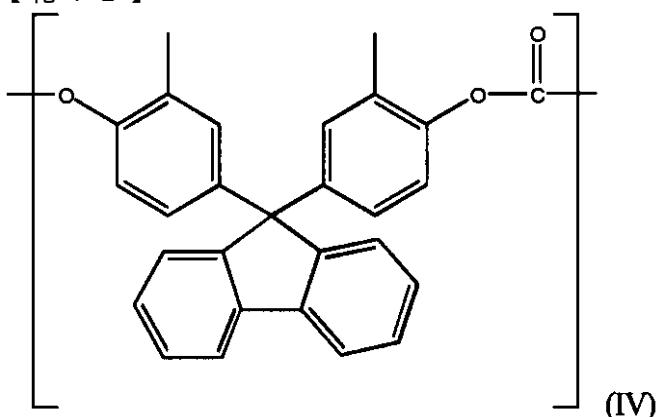
【化 1 0】



【化 1 1】



【化 1 2】



【請求項 1 7】

構造 (I) を含む、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 1 8】

構造 (II) を含む、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 1 9】

構造 (III) を含む、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 0】

構造 (IV) を含む、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 1】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 1 0 0 0 0 ~ 約 1 0 0 0 0 0 の範囲

50

の重量平均分子量を有する、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 2】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 1 0 0 0 0 ~ 約 5 0 0 0 0 の範囲の重量平均分子量を有する、請求項 2 1 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 3】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 1 2 0 0 0 ~ 約 4 0 0 0 0 の範囲の重量平均分子量を有する、請求項 2 2 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 4】

前記ポリカーボネートが約 2 4 の温度で約 0 . 1 を超える機械的減衰係数を有する、請求項 1 6 記載のポリカーボネート組成物。

10

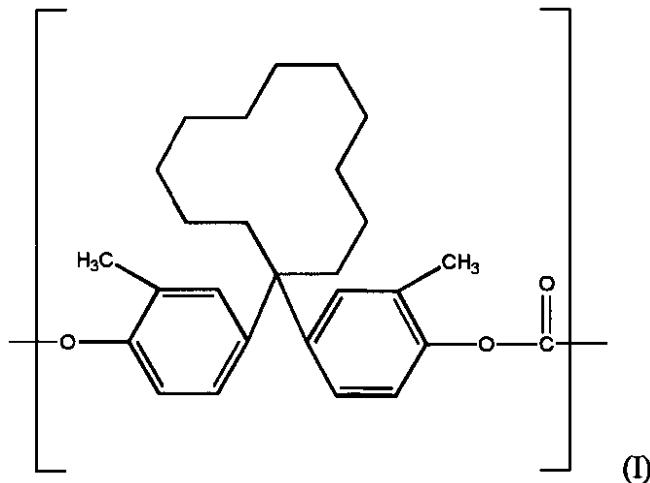
【請求項 2 5】

前記ポリカーボネートが約 2 4 の温度で約 0 . 5 を超える機械的減衰係数を有する、請求項 2 4 記載のポリカーボネート組成物。

【請求項 2 6】

下記の構造 (I) の化合物を含む、改善された制振性能を有するポリカーボネート組成物であって、ポリカーボネートが約 2 4 の温度で約 0 . 0 4 を超える機械的減衰係数及び約 1 5 0 を超えるガラス転移温度を有する、ポリカーボネート組成物。

【化 1 3】



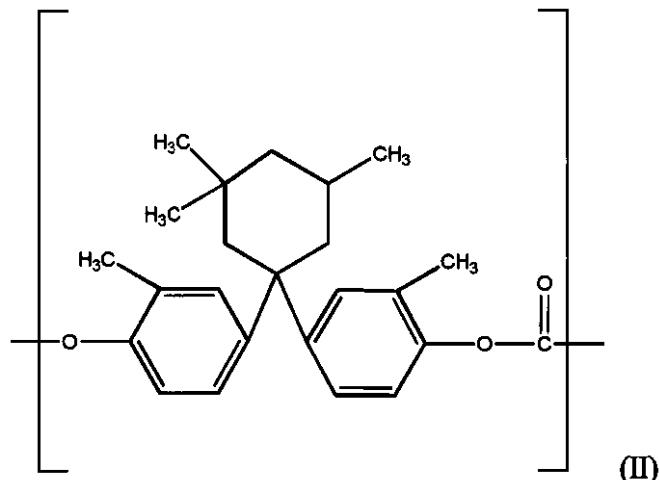
20

30

【請求項 2 7】

下記の構造 (II) の化合物を含む、改善された制振性能を有するポリカーボネート組成物であって、ポリカーボネートが約 2 4 の温度で約 0 . 0 4 を超える機械的減衰係数及び約 1 5 0 を超えるガラス転移温度を有する、ポリカーボネート組成物。

【化 1 4】



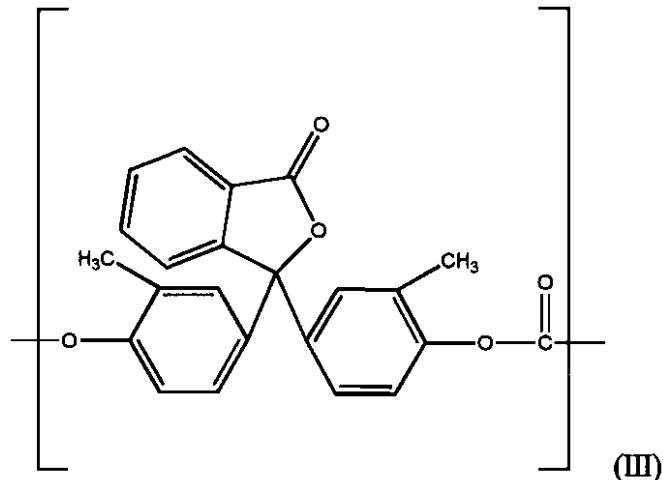
40

【請求項 2 8】

50

下記の構造 (III) の化合物を含む、改善された制振性能を有するポリカーボネート組成物であって、ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、ポリカーボネート組成物。

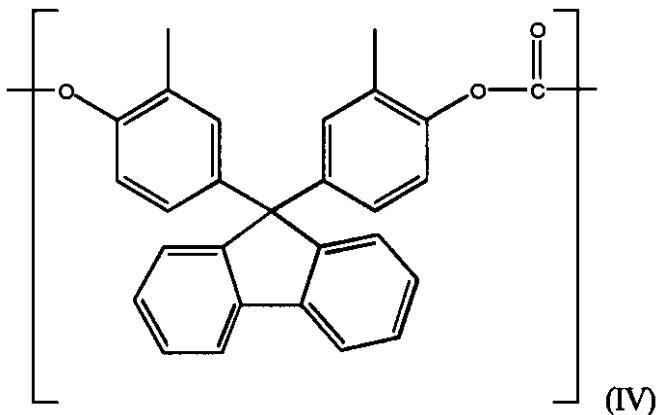
【化 15】



【請求項 29】

下記の構造 (IV) の化合物を含む、改善された制振性能を有するポリカーボネート組成物であって、ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、ポリカーボネート組成物。

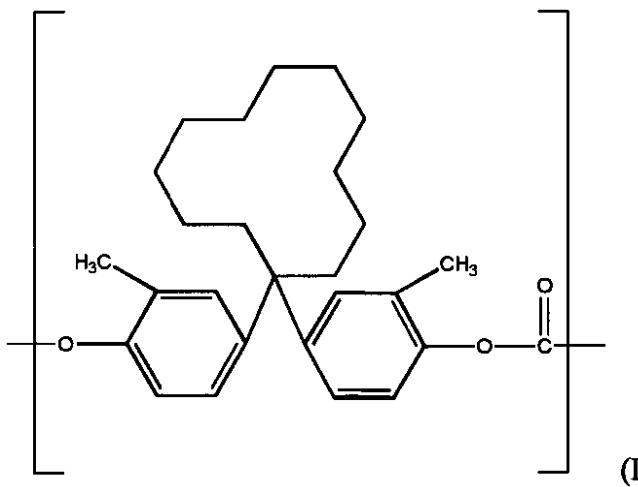
【化 16】



【請求項 30】

物品の制振性能を改善するための方法であって、下記の構造 (I)、(II)、(III)、(IV) 又はその組合せからなる 1 種以上の化合物を有するポリカーボネートで物品を作ることを含んでなり、上記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、方法。

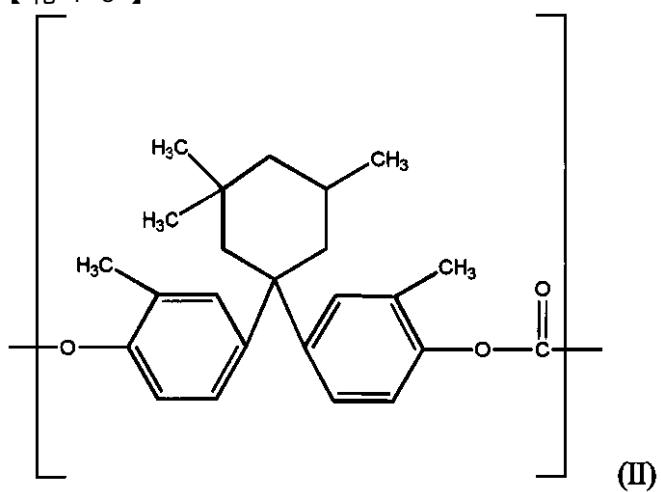
【化 1 7】



10

(I)

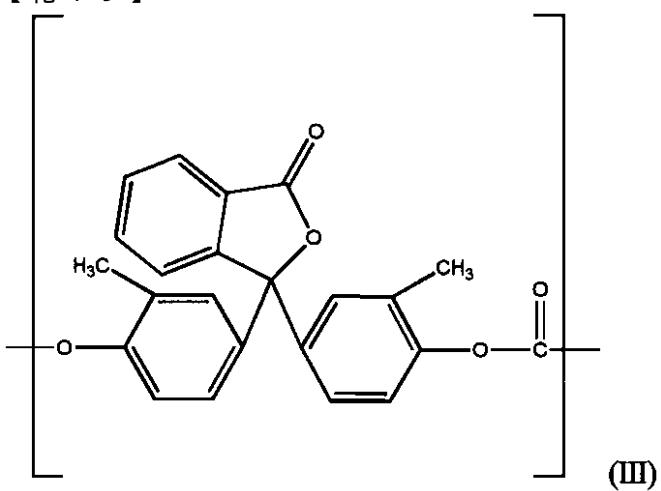
【化 1 8】



20

(II)

【化 1 9】

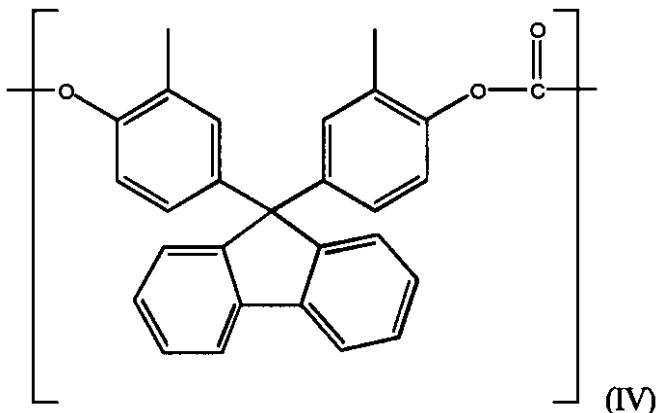


30

40

(III)

【化 2 0】



【請求項 3 1】

前記ポリカーボネートが構造 (I) を含む、請求項 3 0 記載の方法。

【請求項 3 2】

前記ポリカーボネートが構造 (II) を含む、請求項 3 0 記載の方法。

【請求項 3 3】

前記ポリカーボネートが構造 (III) を含む、請求項 3 0 記載の方法。

【請求項 3 4】

前記ポリカーボネートが構造 (IV) を含む、請求項 3 0 記載の方法。

20

【請求項 3 5】

前記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.1 を超える機械的減衰係数を有する、請求項 3 0 記載の方法。

【請求項 3 6】

前記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.5 を超える機械的減衰係数を有する、請求項 3 5 記載の方法。

【請求項 3 7】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 10000 ~ 約 100000 の範囲の重量平均分子量を有する、請求項 3 0 記載の方法。

30

【請求項 3 8】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 10000 ~ 約 50000 の範囲の重量平均分子量を有する、請求項 3 7 記載の方法。

【請求項 3 9】

前記ポリカーボネートがポリスチレンを標準として約 12000 ~ 約 40000 の範囲の重量平均分子量を有する、請求項 3 8 記載の方法。

【請求項 4 0】

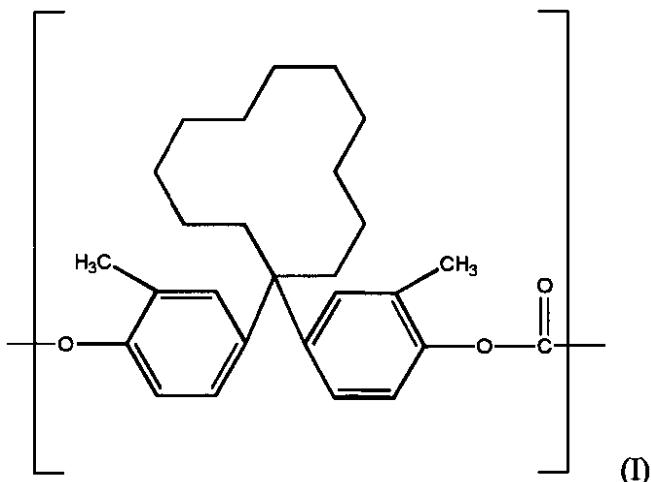
物品がデータ用記憶媒体からなる、請求項 3 0 記載の方法。

【請求項 4 1】

データ用記憶媒体の制振性能を改善するための方法であって、下記の構造 (I) の化合物を有するポリカーボネートで記憶媒体を作ることを含んでなり、上記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、方法。

40

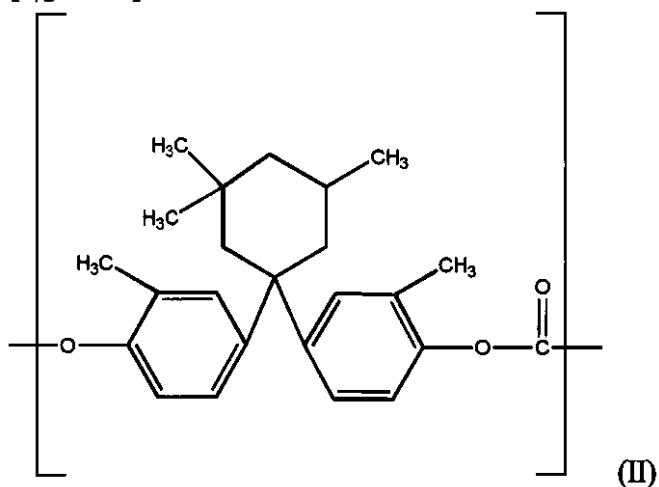
【化 2 1】



【請求項 4 2】

データ用記憶媒体の制振性能を改善するための方法であって、下記の構造 (II) の化合物を有するポリカーボネートで記憶媒体を作ることを含んでなり、上記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、方法。

【化 2 2】

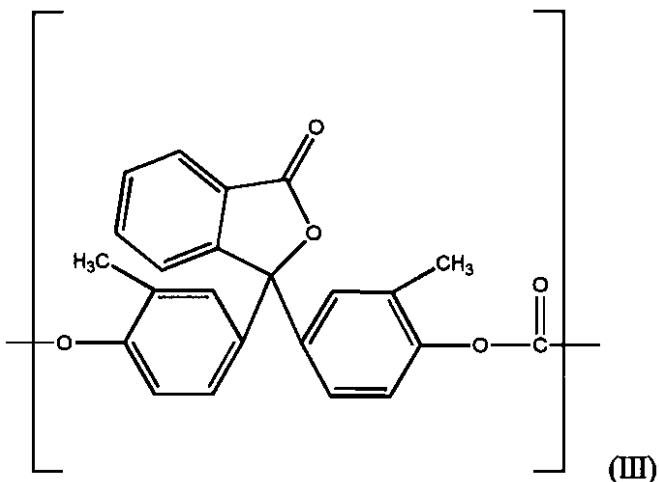


【請求項 4 3】

データ用記憶媒体の制振性能を改善するための方法であって、下記の構造 (III) の化合物を有するポリカーボネートで記憶媒体を作ることを含んでなり、上記ポリカーボネートが約 24 の温度で約 0.04 を超える機械的減衰係数及び約 150 を超えるガラス転移温度を有する、方法。

30

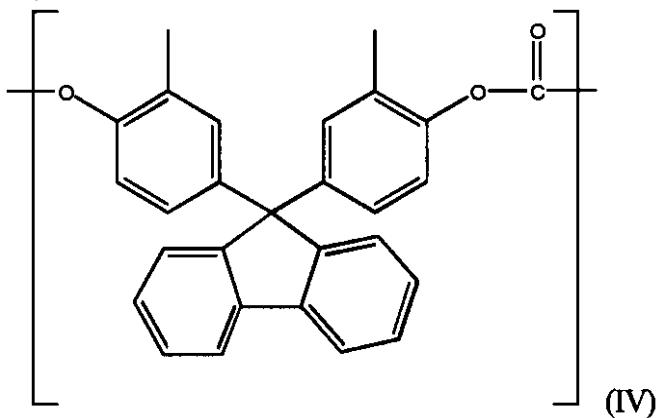
【化23】



【請求項44】

データ用記憶媒体の制振性能を改善するための方法であつて、下記の構造(IV)の化合物を有するポリカーボネートで記憶媒体を作ることを含んでなり、上記ポリカーボネートが約240の温度で約0.04を超える機械的減衰係数及び約150を超えるガラス転移温度を有する、方法。

【化24】



【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリマーからなる制振材料に関する。さらに、本発明は高いガラス転移温度を有する制振材料から製造されたデータ記憶媒体に関する。

【背景技術】

【0002】

制振は、通常の振動で不都合な共振が起こりかねない多くの機械系に共通して必要とされる。例えば自動車のサスペンション系は、適切に制振しないと、道路の凹凸に応じて不都合に大きく振動してしまう。自動車に用いられる制振器は、自動車座席アセンブリを衝撃及び振動から遮断するばねからなる。

【0003】

エネルギーを吸収するエラストマー材料の層は別のタイプの制振材料である。これらの制振系には、ポリエチレン、ポリプロピレン、非共役ジエン、ゴム架橋剤及び類似の材料が用いられる。多くのコンピューターハードディスクドライブの外側には、コンピューター内部でのドライブのノイズを低減させるため金属とポリマーの複合材料が用いられる。制振材料は、内部ディスクドライブ用途のプリント配線板及びスピンドルモーターにも用いられる。特に、制振材料はディスクドライブの内部を外部の衝撃力から保護するのに用いられる。

10

20

30

40

50

【0004】

潜在的用途が広範囲にわたるため、制振作用をもつポリマー系について鋭意研究が行われてきた。大半のポリマー系は低い基本振動数を有する。こうした系の多くでは、単一相の均質材料（すなわち、モノリシック系）とは異なり、エラストマーはガラス状ポリマー、金属又はそれらの組合せと併用される。モノリシックポリマーは、表面平滑度に優れるという利点を有する。従って、分散ゴム相又はブロック共重合体を使用せずに室温で制振性を与える制振系を開発できれば望ましいであろう。本明細書で用いる「ブロック共重合体」という用語は、鎖長の種々異なり得る単量体連鎖が交互に並んだ多相ポリマー系をいう。

【0005】

制振性ポリマー系に関して多大な研究が行われてきた領域は、「第一表面」媒体である。コンパクトディスクやデジタルビデオディスク（DVD）とは異なり、（通例5ギガビット每平方インチを超える）高い面積密度能力を有する記憶媒体では、面積密度を増大させるために第一表面又は近接場読取／書き技術が用いられる。本明細書で用いる「第一表面」とは、基板の表面のデータ層で、光路が基板を通過しないデータ層をいう。本明細書で用いる「近接場読取／書き技術」とは、開口数が約1を超える光学機構をいう。かかる記憶媒体では、光学品質は関係しないものの、基板の物性及び機械的性質が一段と重要になる。第一表面用途を始めとする高面積密度用途では、記憶媒体の表面品質は読取装置の精度、データの記憶能力、及び基板の複製品質に影響を及ぼす可能性がある。さらに、記憶媒体の物性は使用時にデータの記憶・検索能力にも影響を及ぼす可能性がある。例えば、媒体の軸方向変位が大きすぎると、軸方向変位は正確なデータ検索を妨害したり、読取／書き装置に損傷を与える可能性がある。そこで、制振性能の改善は高い弾性率又は高度の制振のいずれかによって達成し得る。

【0006】

高度の制振に加えて、記憶媒体は、後段のプロセスパラメーター、例えば、スパッタリングのような後続層の成膜（すなわち、磁気媒体では最高約200もしくは以上、通例最高約300もしくは以上の温度、光磁気媒体では、約25～約150の温度）に耐えることができるべきである。

【0007】

ハードディスク産業では、スパッタ媒体として通常のコバルト-クロム-白金（CoCrPt）水平記録合金が主に利用されている。スパッタリングプロセスでは、高い基板温度が幾つかの目的を果たしている。第一に、低ノイズのフィルムが得られる傾向がある。温度は、クロムの粒界への拡散を促進して結晶粒の組成偏析を促進すると推測される。低ノイズフィルムは、信号が低減しても妥当な信号対ノイズ（S/N）比を維持できるので高密度記録を支持する能力に直結する。二番目の主要な効果は、こうしたタイプの合金では、（他の因子の中でも）温度が高いとフィルム保磁力が高まる傾向があることである。保磁力が高いと熱安定性の向上を促し、性能が向上する。そこで、記憶媒体は成膜段階での変形を防止するのに十分な熱安定性を有するのが望ましい。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

光ディスクドライブ及びハードディスクドライブのようなデータ記憶装置の設計には、振動の問題及び熱安定性が重大である。そこで、データ記憶装置（特に基板用途）での使用に適したポリマーを用いた制振系を開発することが必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、（1）1以上のポリカーボネート部分を含む基板と、（2）基板上に設けられた1以上のデータ層とを含むデータ用記憶媒体であって、該ポリカーボネートが、下記の構造（I）、（II）、（III）又は（IV）からなる1種以上の化合物を含んでおり、約150以上のガラス転移温度を有する、記憶媒体を提供する。

10

20

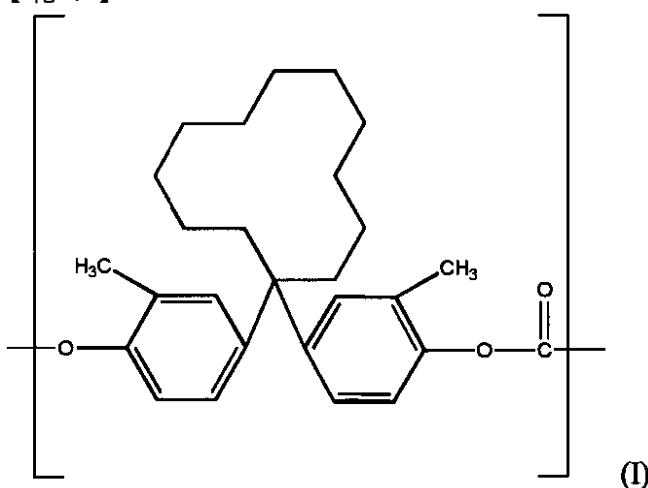
30

40

50

【 0 0 1 0 】

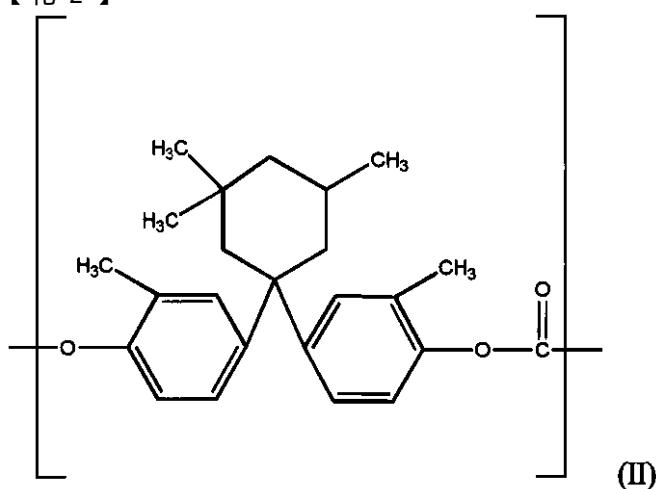
【 化 1 】



10

【 0 0 1 1 】

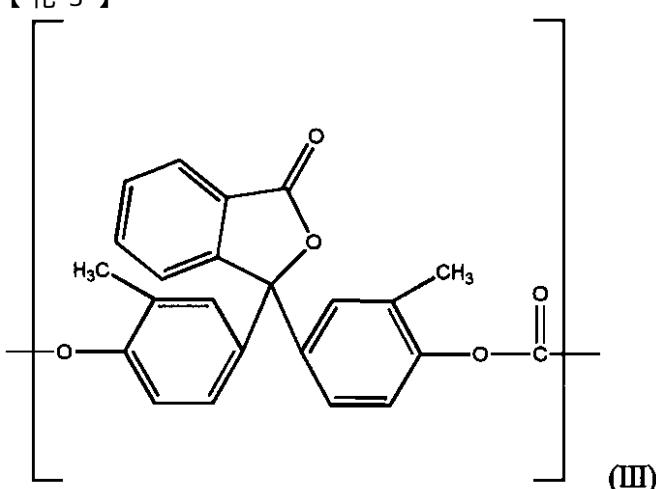
【 化 2 】



20

【 0 0 1 2 】

【 化 3 】

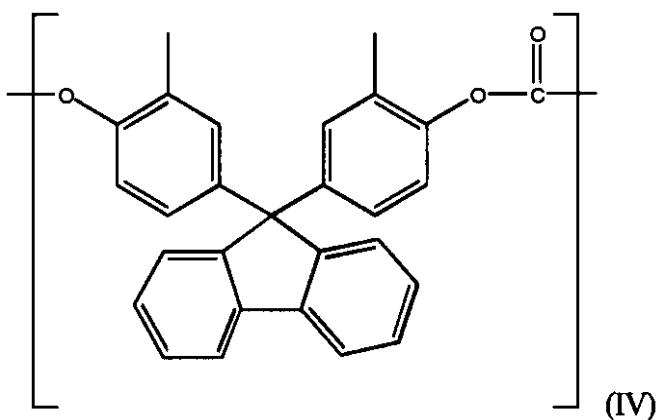


30

40

【 0 0 1 3 】

【 化 4 】



10

【0014】

本発明は、構造(I)、(II)、(III)、(IV)又はその組合せからなる1種以上の化合物を含んでなるポリカーボネート組成物であって、該ポリカーボネートが約24の温度で約0.04を超える機械的減衰係数及び約150を超えるガラス転移温度を有するポリカーボネート組成物を提供する。

【0015】

さらに本発明は、物品の制振性能を改善するための方法であって、構造(I)、(II)、(III)、(IV)又はその組合せからなる1種以上の化合物を有するポリカーボネートで物品を作ることを含んでなり、該ポリカーボネートが約24の温度で約0.04を超える機械的減衰係数及び約150を超えるガラス転移温度を有する方法を提供する。 20

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

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、以下の意味で定義される。

【0017】

単数形で記載したものであっても、特に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。

【0018】

「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きる場合と起こらない場合を包含する。 30

【0019】

「BPA」はビスフェノールAつまり2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンである。BPA-PCは、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン単量体から合成されたポリカーボネートである。

【0020】

「CD」はシクロドデシル-1,1-(ビス-4-ヒドロキシベンゼン)である。CD-PCは、シクロドデシル-1,1-(ビス-4-ヒドロキシベンゼン)単量体から合成されたポリカーボネートである。

【0021】

「DMCD」はシクロドデシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)である。DMCD-PCは、シクロドデシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)単量体から合成されたポリカーボネートである。 40

【0022】

「DMBPI」は3,3,5-トリメチルシクロヘキシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)である。DMBPI-PCは、3,3,5-トリメチルシクロヘキシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)単量体から合成されたポリカーボネートである。

【0023】

「DMBPF」はフルオレニリデン-9-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン 50

) である。D M B P F - P C は、フルオレニリデン - 9 - (ビス - 3 - メチル - 4 - ヒドロキシベンゼン) 单量体から合成されたポリカーボネートである。

【 0 0 2 4 】

「 D M P 」は 3 , 3 - ビス (3 - メチル - 4 - ヒドロキシフェニル) - (3 H) - イソベンゾフラノンである。D M P - P C は、3 , 3 - ビス (3 - メチル - 4 - ヒドロキシフェニル) - (3 H) - イソベンゾフラノン单量体から合成されたポリカーボネートである。

【 0 0 2 5 】

本発明では、本明細書に開示したポリマーからなる基板が、優れたガラス転移温度を示すとともに、優れた制振特性を示すという予想外の知見が得られた。効果的な制振のため、材料はその材料を通して伝達される振動のエネルギーを、その材料の平面剪断又は体積圧縮・膨張によって変換された熱エネルギーとして吸収及び / 又は散逸させるべきである。

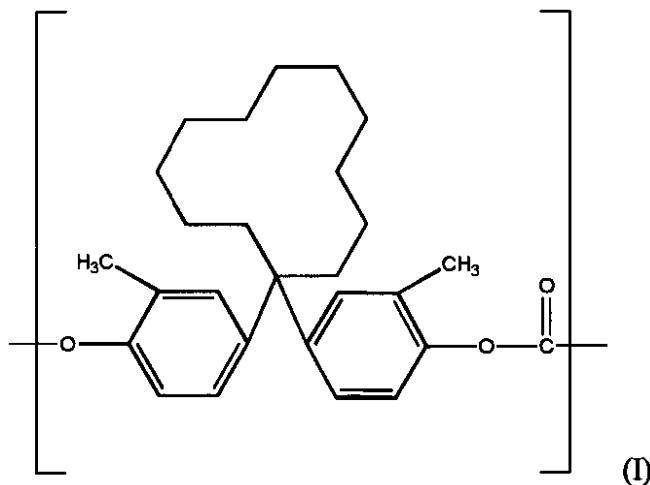
10

【 0 0 2 6 】

本発明の記憶媒体は、下記の構造単位 (I) 、 (II) 、 (III) 、 (IV) 又はその組合せを含んでいて優れた制振特性及び約 150^o を超えるガラス転移温度を有するポリカーボネートを含んでおり、基板用途に適している。

【 0 0 2 7 】

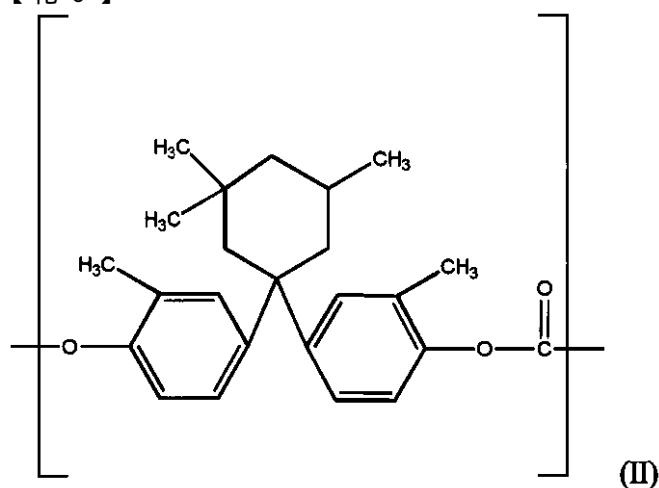
【 化 5 】



20

【 0 0 2 8 】

【 化 6 】

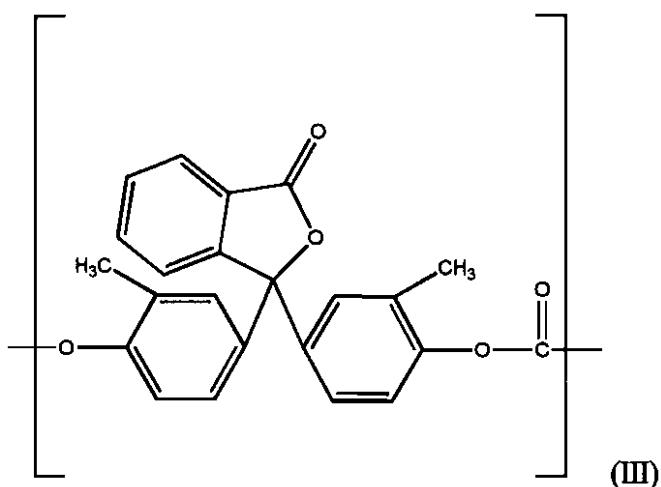


30

【 0 0 2 9 】

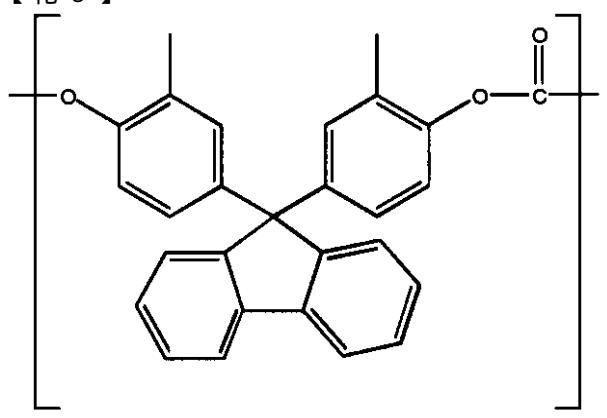
【 化 7 】

40



【 0 0 3 0 】

【 化 8 】



【 0 0 3 1 】

換言すれば、上記のポリカーボネートは、成膜段階での変形を防止するのに十分な熱安定性を有している。本発明において、基板は通例、損失弾性率と貯蔵弾性率との比として定義される機械的減衰係数が約0.04を超える、好ましくは機械的減衰係数がある温度で約0.10を超える、特に好ましくは機械的減衰係数が約1～約500Hzの振動数域において約24の温度で約0.5を超える。機械的減衰は損失弾性率と貯蔵弾性率との比として定義される。プラスチック樹脂のような粘弾性材料では、貯蔵弾性率と損失弾性率が共に存在する。貯蔵弾性率は弾性剛性を表し、損失弾性率は粘性剛性を表す。

【 0 0 3 2 】

カーボネート構造単位(I)を有するポリカーボネートはシクロドデシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)(DMCD-PC)ともいわれ、カーボネート構造単位(II)を有するものは3,3,5-トリメチルシクロヘキシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)(DMBPI-PC)ともいわれ、カーボネート構造単位(III)を有するものは3,3-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-3H-イソベンゾフラノン(DMP-PC)ともいわれ、カーボネート構造単位(IV)を有するものはフルオレニリデン-9-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)(DMBPF-PC)ともいわれる。

【 0 0 3 3 】

カーボネート構造単位(I)、(II)、(III)、(IV)又はそれらの組合せを含む本発明の基板は、良好なピット複製及び高い表面品質を示す。その理由の一つは、この材料がモノリシックでポリマーに充填剤を添加する必要がないことによる。好ましくは、基板は、その表面の少なくとも一部が約10オングストローム未満の表面粗さを有し、さらに好ましくは約5オングストローム未満の表面粗さを有する。粗さは典型的には原子間力顕微鏡を用いて10ミクロン×10ミクロンの面積の平均値として測定される。

10

20

30

40

50

【0034】

ポリカーボネートの重量平均分子量 (M_w) は、ポリスチレンを標準としてゲルパーキエーションクロマトグラフィーで測定して、典型的には約100000～約1000000の範囲、さらに典型的には約10000～約50000の範囲、さらに一段と典型的には約12000～約40000の範囲にある。

【0035】

本発明の樹脂組成物は、この種の樹脂組成物に通常配合される各種添加剤を含んでいてもよい。かかる添加剤は、例えば、充填剤又は強化剤、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、並びに以上の添加剤を1種以上含む組合せである。充填剤又は強化剤の例としては、ガラス纖維、アスベスト、炭素纖維、シリカ、タルク及び炭酸カルシウムがある。熱安定剤の例としては、トリフェニルホスファイト、トリス-(2,6-ジメチルフェニル)ホスファイト、トリス-(混合モノ-ノジ-ノニルフェニル)ホスファイト、ジメチルベンゼンホスホネート及びトリメチルホスフェートがある。酸化防止剤の例としては、オクタデシル-3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、及びペンタエリトリトール-テトラキス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]がある。光安定剤の例としては、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-5-tert-オクチルフェニル)-ベンゾトリアゾール及び2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノンがある。可塑剤の例としては、ジオクチル-4,5-エポキシ-ヘキサヒドロフタレート、トリス-(オクトキシカルボニルエチル)イソシアヌレート、トリステアリン及びエポキシ化大豆油がある。帯電防止剤の例としては、グリセロールモノステアレート、ステアリルスルホン酸ナトリウム、及びドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムがある。離型剤の例としては、ステアリン酸ステアリル、蜜蠟、モンタン蠟及びパラフィン蠟がある。他の樹脂の例としては、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、及びポリフェニレンオキシドがあるが、これらに限定されない。以上の添加剤のいかなる組合せを使用してもよい。かかる添加剤は、組成物を形成するための成分の混合時の適切な時期に混合すればよい。

【0036】

本発明の組成物は、プラスチック及び着色剤に加えて、この種の樹脂組成物に通常配合される各種添加剤を任意成分として含んでいてもよい。かかる添加剤としては、酸化防止剤、熱安定剤、帯電防止剤(テトラアルキルアンモニウムベンゼンスルホン酸塩、テトラアルキルホスホニウムベンゼンスルホン酸塩など)、離型剤(ペンタエリトリトールテトラステアレート、グリセロールモノステアレートなど)、さらにはこれらの1種以上を含む組合せが挙げられる。例えば、本発明の基板は、基板の全重量を基準にして、約0.01～約0.1wt%の熱安定剤、約0.01～約0.2wt%の帯電防止剤、及び約0.1～約1wt%の離型剤を含んでいてもよい。

【0037】

考えられる酸化防止剤を幾つか挙げると、例えば、オルガノホスファイト、例えば、トリス(ノニル-フェニル)ホスファイト、トリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト、ビス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ペンタエリトリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリトリトールジホスファイトなど、アルキル化モノフェノール、ポリフェノール及びポリフェノールとジエンのアルキル化反応生成物、例えば、テトラキス[メチレン(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシンナメート)メタン、3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシンナメートオクタデシル、2,4-ジ-tert-ブチルフェニルホスファイトなど、パラ-クレゾールとジシクロペンタジエンのブチル化反応生成物、アルキル化ヒドロキノン、ヒドロキシル化チオジフェニルエーテル、アルキリデン-ビスフェノール、ベンジル化合物、- (3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロピオン酸と一価又は多価アルコールとのエステル、- (5-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェニ

10

20

30

40

50

ル) - プロピオン酸と一価又は多価アルコールとのエステル、チオアルキル又はチオアリール化合物のエステル、例えば、ジステアリルチオプロピオネート、ジラウリルチオプロピオネート、ジトリデシルチオジプロピオネートなど、- (3, 5 - ジ - tert - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) - プロピオン酸のアミドなど、並びに以上のものを1種以上含む組合せがある。

【0038】

使用できるその他の添加剤としては、特に、UV吸収剤、光及び熱安定剤（例えば、酸性リン系化合物）のような安定剤、ヒンダードフェノール、酸化亜鉛及び/又は硫化亜鉛粒子、滑剤（鉛油など）、可塑剤、染料（キニン、アゾベンゼンなど）、さらにはこれらの添加剤を1種以上含む組合せがある。

10

【0039】

プラスチック（特にポリカーボネート）の加工処理を補助すべく、押出機その他の混合装置内で触媒（1種類以上）を使用してもよい。触媒は通常得られる材料の粘度の調節に役立つ。考えられる触媒には、水酸化物、例えば水酸化テトラアルキルアンモニウム、水酸化ジエチルジメチルアンモニウム、水酸化テトラアルキルホスホニウム、水酸化テラブチ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ラブチルホスホニウムが好ましい。触媒（1種類以上）は単独で使用してもよいし、酸（リン酸など）のような奪活剤と併用してもよい。また、コンパウンディング時にポリマーメルトに水を注入し、水蒸気としてベントを介して除去して残留する揮発性化合物を除去してもよい。

20

【0040】

本発明の記憶媒体は高面積密度用途、第一表面及びその類似用途で有用であり、かかる用途では、（1以上の）データ記憶層に入射するエネルギー場は、基板とは一切接触せずに或いは少なくとも基板と接触する前に（1以上の）データ記憶層と接触する。換言すれば、慣用コンパクトディスク及びその類似用途とは対照的に、エネルギー場は、基板を通過してデータ記憶層と接触するわけでも、基板を通過してから反射されて読み取り装置に戻るわけでもない。かかる高面積密度用途で機能するには、記憶媒体の品質は慣用コンパクトディスク及びその関連媒体の品質を超えていなければならない。慣用コンパクトディスク及びその類似媒体として比較して、記憶媒体は、他の品質の中でも、特に環境振動、回転振動又はその組合せによって励起されたときに軸方向変位が低くなければならず、凹凸又は欠陥が少ないことで表される優れた表面品質を有していなければならず、低い回転慣性モーメント（典型的には約5.5スラグ(slug) - in²以下、さらに典型的には約4.5スラグ - in²以下、特に典型的には約4.0スラグ - in²以下）を有していなければならない。さらに、記憶媒体は、典型的には約5ギガビット毎平方インチ（G bits / in²）超、さらに典型的には約20G bits / in²超、最も典型的には約50G bits / in²超の面積密度を有しており、さらには約100G bits / in²以上のものが考えられる。

30

【0041】

一般に、高面積密度用途（すなわち、約5G bits / in²以上）では、読み取り/書き込み装置は記憶媒体の表面の比較的近くに位置する（スタンドオフディスタンス）。一般に、求める密度が高いほど、読み取り/書き込み装置を記憶媒体の表面に近づけるべきである。通常このような場合、スタンドオフディスタンスは概して約0.3ミリメートル（mm）未満であり、大抵は約760ナノメートル（nm）未満である。極めて高い密度には、通常読み取り/書き込み装置が極めて近いのが好ましく、例えば表面から約0.064ミクロン（μ）未満、往々にして約0.013μ未満である。従って、振動状態、衝撃状態又はそれらの組合せに際して読み取り/書き込み装置又は記憶媒体表面の損傷を防止するため、基板の軸方向変位は許容システム軸方向変位距離よりも十分に小さいことが必要である。例えば、約1G（重力加速度）の正弦波重力荷重及び約170ヘルツ（Hz）の共振振動数を受けるディスク（外径130mm、内径40mm、厚さ1.2mm）では、ピーク間で測定した軸方向変位が約250μ未満であるのが典型的であり、基板、読み取り/書き込み装置又はその両者の損傷が

40

50

最も重要な場合は約125μ未満であるのが特に典型的である。通例、持続時間約2～約10ミリ秒(msec)の約25Gの衝撃最大値に対し、ピーク間測定で約500μ以下(さらに好ましくは約250μ以下)の軸方向変位が維持され、かかる変位を約35Gに対して維持することが好ましい。ただし、例えばスタンドオフディスタンスが大きい(例えば、約0.30μ以上のスタンドオフ)場合など、状況が異なる場合は、ヘッドの損傷はさしたる問題ではなく、むしろ軸方向変位、ディスク傾斜又はその両方を非常に小さくして光学系の焦点を保つのが好ましい。光学系は焦点距離の急速な変化に対応できないからである。基板に記憶されたデータを読み取るための装置は、典型的には約1～約500Hzの振動数域で動作し、さらに典型的には約100～約200Hzの範囲で動作する。最大半径方向傾斜及び接線方向傾斜は、静止状態(すなわち、非回転状態)で測定して、通例それぞれ独立に約1°以下であり、さらに典型的にはそれぞれ約0.3°未満である。

10

【0042】

基板の軸方向変位は、ディスクの要求寸法(内径、外径、厚さ)、その剛性(曲げ弾性率)と密度、ポアソン比、損失弾性率及び貯蔵弾性率の関数である。ディスクの外径の増加に伴い、衝撃下でのディスクの軸方向変位は増加する。ディスクの厚さの減少に伴い、その断面剛性は減少し、軸方向変位は増加する。現在、現状で利用可能な記憶媒体用読み取り/書き込み装置での使用を可能にするため、記憶媒体の寸法については業界に規定が設けられている。記憶媒体は典型的には内径約15～約40mmの範囲、外径約65～約130mmの範囲、全厚約0.8～約2.5mmの範囲であるが、厚さ約1.2mm以下が通例好ましい。より堅固なアーキテクチャを得るため、必要に応じて、他の直径及び厚さを使用してもよい。

20

【0043】

本明細書に記載された記憶媒体は、慣用の光学的、磁気光学的及び磁気的装置、並びにさらに高品質の記憶媒体、高い面積密度又はそれらの組合せが必要とされる高性能装置に使用することができる。使用中、記憶媒体は読み取り/書き込み装置との関係においてエネルギー(例えば、磁気エネルギー、光エネルギー、電気エネルギー又はそれらの組合せ)が記憶媒体に入射するエネルギー場の形態でデータ記憶層に接するように配置される。エネルギー場は、記憶媒体上に設けられたデータ記憶層に接する。エネルギー場は記憶媒体に何らかの物理的又は化学的变化を引起させることもあるし、或いは入射光線が光による材料の加熱部位に相変態を引起させることもある。

30

【0044】

記憶媒体の製造には、特に限定されないが、射出成形、発泡法、スパッタリング、プラズマ気相成膜、真空蒸着、電着、スピンドルコーティング、スプレーコーティング、メニスカスコーティング、データスタンピング、エンボシング、表面研磨、フィクスチャリング、積層、回転成形、ツーショット成形、共射出、フィルムのオーバーモールディング、超微細発泡成形及びそれらの組合せを始めとする数多くの方法を使用し得る。典型的な場合、用いる技術は、所望の構造(例えば、ピット及び溝)を有する基板の現場製造を可能にする。かかる方法の一つは、本明細書に定義される溶融ポリマーで金型を満たす射出成形-圧縮技術である。金型は、プリフォーム、インサートなどを含んでいてもよい。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して、らせん状、同心円状又は他の配向に並んだ所望の表面構造を基板の所望部分(すなわち、所望領域の片面又は両面)に刻印する。基板はかかる後に室温に冷却される。

40

【0045】

基板への磁気的データ記憶では、記憶される情報は基板の表面上に1以上のデータ層として記憶される。この情報は、(コンパクトディスクの場合のように)ピット、溝又はその組合せとして表面に直接に刻印されることもあれば、基板の表面上に堆積された光学的、熱的又は磁気的に定義し得る媒体に記憶されることもある。

【0046】

50

本発明のポリカーボネートは、界面法、溶融法又は固相法で製造し得る。界面法を用いる場合、任意成分として各種の相間移動触媒を添加し得る。適当な相間移動触媒としては、特に限定されないが、トリエチルアミンのような第三級アミン、臭化テトラブチルアンモニウムのようなアンモニウム塩、塩化ヘキサエチルグアニジウム及びこれらの組合せが挙げられる。p-クミルフェノールや4-ブチルフェノールのような単官能性フェノール、カルダノールやノニルフェノールのような長鎖アルキルフェノール、及び二官能性フェノールを連鎖停止剤として使用してもよい。任意には、繰返し単位の全モル数を基準にして、約0.1～約10モル%、さらに典型的には約1～約5モル%の範囲の連鎖停止剤をポリカーボネートに配合し得る。

【0047】

10

界面法では、ホスゲンのようなカーボネート前駆体を使用する。界面法では場合によってホスゲン化条件を調整しなければならない。特に、反応媒質中の単量体の溶解度及び単量体の構造に関係した単量体の固有反応性によって不都合な環状オリゴマーの生成が促進される場合には、ホスゲン化条件を調整すべきである。

【0048】

20

本発明のポリカーボネートは溶融法又はエステル交換法でも製造できる。この方法はホスゲンや溶媒を使用する必要がなく、最終ポリマー中の環状及び線状低分子量オリゴマーなどの低分子量夾雑物の生成が最少限に抑えられる。単量体をカーボネート源（ジアリールカーボネートなど）及び少量の触媒（例えばアルカリ金属水酸化物や水酸化アンモニウムなど）と混合し、反応混合物上のヘッドスペースの圧力を周囲圧力から約1トルまで下げながら一連の段階を通して温度を上昇させるというプロトコルに従って真空下で加熱する。

【0049】

30

適当なカーボネート源、触媒及び反応条件は、米国特許第5880248号及び「Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology」第4版、第19巻第585～600頁に記載されている。段階の時間及び温度は、発泡などによる材料の機械的損失が避けられるようにする。フェノールと過剰のジフェニルカーボネートをオーバーヘッドから除去して重合プロセスを完了する。生成物の高重合体はメルトとして単離されるが、そのペレット化に先だって安定剤や離型剤などの他の添加剤をコンパウンドイングしてもよい。溶融法で製造した生成物は、界面法で製造した生成物に比べて、未溶解粒子の数が少なく、環状オリゴマーのような低分子量夾雑物の含有量が少ない。

【実施例】

【0050】

以下の実施例は、本発明の組成物及び方法を如何に製造し評価するかを当業者に十分に開示し説明するためのものであり、本発明者らがその発明と思料するものの範囲を限定するものではない。数値（例えば、量、温度など）に関しては正確を期すべく努めたが、若干の誤差や偏差もある。特記しない限り、部は重量部であり、温度は摂氏温度（℃）又は室温であり、圧力は大気圧又はその付近の圧力である。

【0051】

40

本実施例に示す結果を得るために用いた材料及び試験法は以下の通りである。

【0052】

D M C D ホモポリカーボネートの調製

500ミリリットル(mL)のモートンフラスコに、DMCD(19.0g、50mmol)、90mLの塩化メチレン及び90mLの水を入れた。50重量%の水酸化ナトリウム(NaOH)でpHを10.5～11.0に調整した。ホスゲンを0.6グラム/分(g/min)で添加し、5.0g(50mmol)のところでp-クミルフェノール(0.43g、4モル%)を添加し、6.0g(20モル%過剰)が添加されるまでホスゲンの添加を続けた。pHが(ホスゲンにより)10.5に低下した時点で50μLのトリエチルアミン(TEA)を添加し、その3分後さらに50μLのTEAを添加した。クロロ

50

ホルメートが消失した後、さらに3.5 gのホスゲンを添加した。反応混合物中のクロロホルメートの有無を試験した。存在するときは、D M B A (10 μ L) (ジメチルブチルアミン)を添加することにより加水分解した。ブラインからポリマー溶液を分離し、塩酸(H C 1)水溶液で洗浄し、水洗し、ブレンダー内で蒸気団粒化した。M w = 39300 (ポリスチレン標準)、T_g = 197。

【0053】

D M B P I ホモポリカーボネートの調製

500 mLモートンフラスコに、D M B P I (16.9 g、50 mmol)、100 mLの塩化メチレン及び80 mLの水を入れた。50重量%NaOHでpHを12.5に調整した。0.6 g / minでホスゲン(5.0 g、50 mmol)を添加し、p-クミルフェノール(0.21 g、2モル%)を添加し、6.0 g(20モル%過剰量)が添加されるまでホスゲンの添加を続けた。pHは(ホスゲンで)10.5に低下したが、この時点で25 μ LのT E Aを添加し、5分後さらに25 μ LのT E Aを添加した。クロロホルメートが消失した後、さらに25 μ LのT E A(全量125 μ L、約1モル%)を添加し、次いで3.5 gのホスゲンを添加した。反応混合物中のクロロホルメートについて試験した。クロロホルメートが存在するときは、D M B A (5 μ L) (ジメチルブチルアミン)を添加して加水分解した。ブラインからポリマー溶液を分離し、H C 1水溶液で洗浄し、水洗し、ブレンダー内で蒸気団粒化した。M w = 46100 (ポリスチレン標準)、T_g = 196。

【0054】

D M B P F ホモポリカーボネートの調製

500 mLモートンフラスコに、D M B P F (18.9 g、50 mmol)、90 mLの塩化メチレン及び90 mLの水を入れた。50重量%NaOHでpHを11.5に調整した。0.6 g / minでホスゲンを添加し、5.0 g (50 mmol)のところでp-クミルフェノール(0.43 g、4モル%)を添加し、6.0 g(20モル%過剰)が添加されるまでホスゲンの添加を続けた。pHは(ホスゲンにより)10.5に低下したが、この時点で50 μ LのT E Aを添加し、3分後さらに50 μ LのT E Aを添加した。クロロホルメートが消失した後、さらに2.25 gのホスゲンを添加した。反応混合物中のクロロホルメートの有無を試験した。存在する時は、D M B A (5 μ L) (ジメチルブチルアミン)を添加して加水分解した。ブラインからポリマー溶液を分離し、H C 1水溶液で洗浄し、水洗し、ブレンダー内で蒸気団粒化した。M w = 29400 (ポリスチレン標準)、T_g = 237。

【0055】

D M P ホモポリカーボネートの調製

500 mLモートンフラスコに、D M P (34.6 g、100 mmol)、90 mLの塩化メチレン及び90 mLの水を入れた。50重量%NaOHでpHを10.0に調整した。ホスゲンを0.6 g / minで添加し、9.5 g (95 mmol)のところでp-クミルフェノール(0.64 g、3モル%)を添加し、12.1 g(20モル%過剰)が添加されるまでホスゲンの添加を続けた。pHが(ホスゲンにより)10.5に低下した時点で75 μ LのT E Aを添加し、3分後さらに73 μ LのT E Aを添加した。クロロホルメートが消失した後、さらに3.5 gのホスゲンを添加した。反応混合物中のクロロホルメートを試験した。存在するときは、D M B A (10 μ L) (ジメチルブチルアミン)の添加により加水分解した。ポリマー溶液をブラインから分離し、H C 1水溶液で洗浄し、水洗し、ブレンダー内で蒸気団粒化した。M w = 61300 (ポリスチレン標準)、T_g = 218。

【0056】

図1及び2は、幾つかのポリカーボネートの捩り動的機械的測定値から得られた損失及び貯蔵弾性率のプロットである。室温付近での損失弾性率の大きなベータ緩和は有用な制振材料を表す(ピーク間の軸方向変位は損失弾性率の逆数に比例する)。

【0057】

10

20

30

40

50

捩り角形取付具を用いて、RHEOMETRICS DYNAMIC SPECTROSCOPE（モデル7700）で上記の各種材料系の捩り弾性率を測定した。これらの試験に用いた試験片は、長さ2.5インチ、幅0.5インチ及び厚さ0.125インチの公称寸法を有していた。試験片は圧縮成形で製造した。試験はすべて、試験片を毎秒10ラジアンの振動数で0.1%のひずみに付して行った。試料は加熱速度毎分2で-150~150の熱走査サイクルに付した。試験中、加えたひずみ及び荷重を連続的に測定し、このデータから貯蔵弾性率（G）、損失弾性率（G）及び接線損失（tan）を算出した。

【0058】

下記のピーク間軸方向変位を予測する伝達関数によって、高い弾性率及び制振で達成し得るゲインを定量化した。 10

【0059】

【数1】

$$\delta_{\max}^{Peak-Peak} = \frac{nc\gamma(1-\nu)}{2E''h^2}$$

【0060】

及び

【0061】

【数2】

$$\omega_{m1} = b \sqrt{\frac{E' h^2}{\gamma(1-\nu^2)}}$$

【0062】

式中、b及びcは材料特性とは無関係に有限要素解析から得られる定数、E'は貯蔵弾性率、E''（損失弾性率）は材料制振の尺度、γはポアソン比、ρは比重、hはディスクの厚さ、 ω_{m1} は一次モード振動数、nはピーク間の「g」（加速度）荷重である。各材料の分散及び振動数を決定するため、図からE'、E''及びtanの値を求めた。表1は、25で求めた捩り状態のG及びG測定値に基づく軸方向変位及び固有振動数の予測値の結果をまとめたものである。 30

【0063】

【表1】

表1

系	周波数 1.59 Hz				
	E' (psi)	E'' (psi)	tanδ	変位 (インチ)	周波数 (Hz)
DMCD-PC	5.84×10^5	2.99×10^4	5.12×10^{-2}	0.007075	231.84
CD-PC	4.39×10^5	1.29×10^4	2.94×10^{-2}	0.016405	201.01
DMP-PC	7.30×10^5	3.70×10^4	5.07×10^{-2}	0.005725	259.03
DMBPI-PC	5.60×10^5	2.34×10^4	4.18×10^{-2}	0.009036	226.99
DMBPF-PC	7.66×10^5	3.38×10^4	4.41×10^{-2}	0.006264	265.39
BPA-PC	4.28×10^5	3.11×10^3	7.27×10^{-3}	0.068043	198.39
DMB-PC	5.79×10^5	3.48×10^4	6.01×10^{-2}	0.006081	230.75

【0064】

120mmのディスクの予測振動応答に関するこれらの結果から明らかな通り、振動荷重下でのディスクの最大軸方向変位は、BPA-PC及びCD-PCと比べてDMCD-PC、DMP-PC、DMBPI-PC及びDMBPF-PCで顕著に低減した。

【0065】

例示の目的で典型的な実施形態を挙げて説明して来たが、以上の説明は本発明の範囲を限 50

定するものではない。従って、当業者には、本発明の思想と範囲から逸脱することなく様々な修正、応用及び代替が明らかであろう。

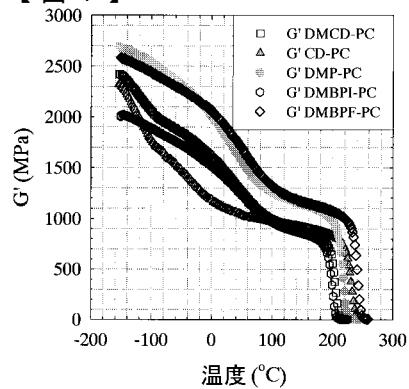
【図面の簡単な説明】

【0066】

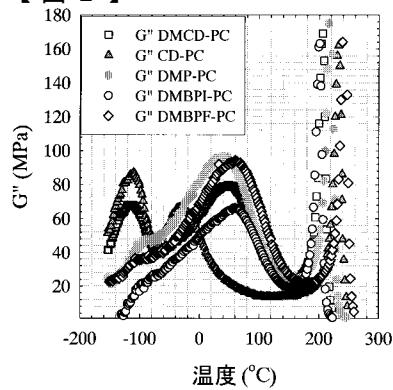
【図1】シクロドデシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMCD-PC)、シクロドデシル-1,1-(ビス-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(CD-PC)、3,3-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-(-3H)-イソベンゾフラノンポリカーボネート(DMP-PC)、3,3,5-トリメチルシクロヘキシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMBPI-PC)、及びフルオレニリデン-9-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMBPF-PC)の捻り貯蔵弾性率(G')のプロットである。
10

【図2】シクロドデシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMCD-PC)、シクロドデシル-1,1-(ビス-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(CD-PC)、3,3-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-(-3H)-イソベンゾフラノンポリカーボネート(DMP-PC)、3,3,5-トリメチルシクロヘキシル-1,1-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMBPI-PC)、及びフルオレニリデン-9-(ビス-3-メチル-4-ヒドロキシベンゼン)ポリカーボネート(DMBPF-PC)の捻り損失弾性率(G")のプロットである。
20

【図1】



【図2】



【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau(43) International Publication Date
16 January 2003 (16.01.2003)

PCT

(10) International Publication Number
WO 03/005354 A1(51) International Patent Classification¹: G11B 7/24,
C08G 6/406Kathryn, Lynn, 39 Nottingham Road, Saratoga Springs,
NY 12866 (US). DAVIS, Gary, Charles, 5 Felicia Court,
Albany, NY 12205 (US). HAY, Grant, 2475 Brookshire
Drive, Niskayuna, NY 12309 (US).

(21) International Application Number: PCT/US02/20274

(74) Agents: WINTER, Catherine, J. et al.; General Electric
Company, 3135 Easton Turnpike W5C, Fairfield, CT 06431
(US).

(22) International Filing Date: 24 June 2002 (24.06.2002)

(74) Agents: WINTER, Catherine, J. et al.; General Electric
Company, 3135 Easton Turnpike W5C, Fairfield, CT 06431
(US).

(25) Filing Language: English

(81) Designated States (national): 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, GI,
GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC,
LK, LR, LS, LI, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SG, SG,
SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN,
YU, ZA, ZM, ZW.

(26) Publication Language: English

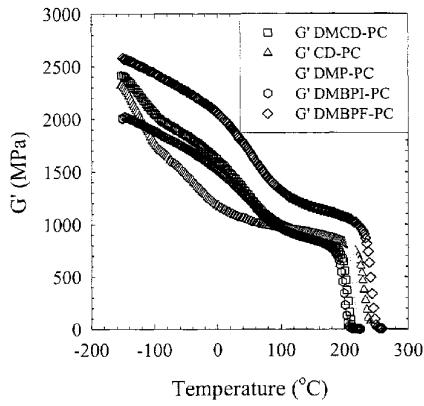
(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM,
KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW).

(30) Priority Data: 09/895,125 2 July 2001 (02.07.2001) US

[Continued on next page]

(71) Applicant: GENERAL ELECTRIC COMPANY
[US/US]; One River Road, Schenectady, NY 12345 (US).(72) Inventors: HARIHARAN, Ramesh; 82C Yorkshire
Drive, Guilderland, NY 12084 (US). LONGLEY,

(54) Title: VIBRATION DAMPING MONOLITHIC POLYMERS

(57) Abstract: The damping
performance of an article and
a polycarbonate composition is
improved and a storage medium
for data is provided with a glass
transition temperature greater
than about 150°C.

WO 03/005354 A1

WO 03/005354 A1

Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TI, TM),
European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR,
GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SI, TR), OAPI patent
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

*before the expiration of the time limit for amending the
claims and to be republished in the event of receipt of
amendments*

Published:
with international search report

*For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guid-
ance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the begin-
ning of each regular issue of the PCT Gazette.*

WO 03/005354

PCT/US02/20274

VIBRATION DAMPING MONOLITHIC POLYMERS

BACKGROUND OF THE INVENTION

[0001] The present invention relates to vibration damping materials comprising a polymer. The invention further relates to data storage medium prepared from the high glass transition temperature vibration damping materials.

[0002] Vibration damping is a common need in many mechanical systems where undesired resonances may be excited by normal perturbations. The suspension system in an automobile, for example, will exhibit large unwanted oscillations in response to road irregularities unless properly damped. Vibration dampers used in automobiles consist of springs providing shock and vibration isolation to a motor vehicle seat assembly.

[0003] Layers of elastomeric materials that absorb energy are other types of damping material. Polyethylene, polypropylene, non-conjugated dienes, rubber cross linkers and similar materials are used in these vibration systems. Composites of metal and polymer are employed on the outside of many computer hard disk drives to reduce the noise of the drive within the computer. Vibration dampers are also used in printed circuit boards and spindle motors in internal disk drive applications. In particular, vibration damping materials are used to guard the interior of a disk drive from external shock forces.

[0004] Due to a wide range of possible applications, there has been an intense research in polymer systems capable of damping out vibrations. Most polymer systems have a low fundamental vibration frequency. Many of these systems employ an elastomer in combination with a glassy polymer, metal, or combination thereof which are in contrast to single phase homogenous materials, i.e. monolithic systems. Monolithic polymers have the advantage of better surface smoothness. Thus, it would be desirable to develop damping systems which offer damping at room temperature without the use of a dispersed rubbery phase or blocky copolymer. "Blocky

WO 03/005354

PCT/US02/20274

copolymer" as used herein refers to multiple phase polymer systems with alternating monomer sequences that may be of varying length.

[0005] One area in which there has been intense research in polymer systems capable of damping out vibrations is in "first surface" media. Unlike compact discs and digital video disks (DVD), storage medium having high areal density capabilities, typically greater than 5 Gigabits per square inch, employ first surface or near field read/write techniques in order to increase the areal density. "First surface" as used herein refers to the data layer which is on the surface of a substrate wherein an optic does not pass through the substrate. "Near field read/write techniques" as used herein refers to an optical mechanism wherein the numerical aperture is greater than about 1. For such storage media, although the optical properties are not relevant, the physical and mechanical properties of the substrate become increasingly important. For high areal density applications, including first surface applications, the surface quality of the storage medium can affect the accuracy of the reading device, the ability to store data, and replication qualities of the substrate. Furthermore, the physical characteristics of the storage medium when in use can also affect the ability to store and retrieve data. For instance, if the axial displacement of the medium is too great, the axial displacement can inhibit the accurate retrieval of data and/or damage the read/write device. Thus, improved vibration performance may be achieved by either high modulus or high damping.

[0006] In addition to high damping, the storage medium should be capable of withstanding subsequent processing parameters, for example, application of subsequent layers such as sputtering (i.e. temperatures up to and exceeding about 200°C, typically up to or exceeding about 300°C) for magnetic media, and temperatures of about 25°C up to about 150°C for magneto-optic media.

[0007] In the hard disk industry standard Cobalt-Chromium-Platinum (CoCrPt) longitudinal recording alloys are predominantly utilized as the sputtered medium. In the sputtering process the high substrate temperatures serve a few purposes. First, it tends to lead to lower-noise films. It is speculated that temperature

WO 03/005354

PCT/US02/20274

promotes compositional segregation of grains by promoting the diffusion of chromium to grain boundaries. Lower noise films directly translate to the ability to support higher density recording by allowing one to maintain an acceptable signal to noise (S/N) with decreasing signal. The second major influence is that for these types of alloys, higher temperature (among other factors) tends to promote higher film coercivity. Higher coercivity promotes improved thermal stability and thus improves performance. Thus, it is desirable for the storage medium to have sufficient thermal stability to prevent deformation during the deposition steps.

[0008] Vibration concerns and thermal stability are critical in the design of data storage devices, such as optical disk drives and hard disk drives. Thus, there is a need to develop damping systems utilizing polymers which are suitable for use in data storage devices, in particular in substrate applications.

BRIEF SUMMARY OF THE INVENTION

[0009] The present invention provides a storage medium for data, the storage medium comprising:

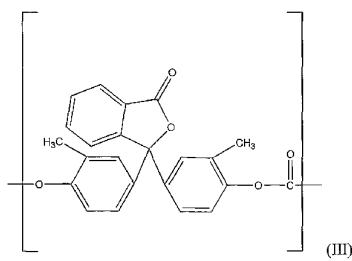
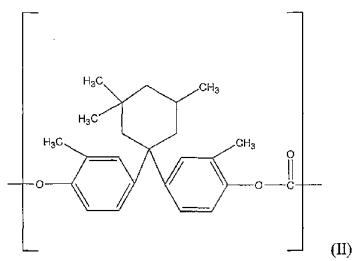
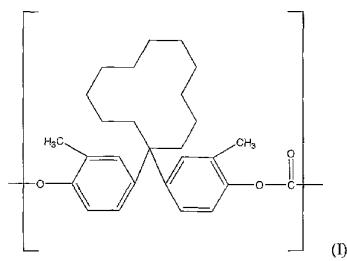
1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and

2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate comprising at least one compound of structure (I), (II), (III), or (IV):

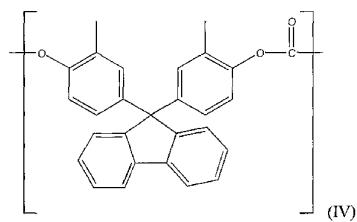
WO 03/005354

PCT/US02/20274



WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a glass transition temperature of at least about 150°C.

[0010] The present invention further provides a polycarbonate composition comprises at least one compound of structure (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[0011] The present invention further provides a method for improving the damping performance of an article, the method comprising constructing the article of a polycarbonate with at least one compound of structure (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

[0012] Figure 1 is a plot of torsional storage modulus (G') of cyclododecyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMCD-PC), cyclododecyl-1,1-(bis-4-hydroxybenzene) polycarbonate (CD-PC), 3,3-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-(3*H*)-isobenzofuranone polycarbonate (DMP-PC), 3,3,5-trimethylcyclohexyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMBPI-

WO 03/005354

PCT/US02/20274

PC), and fluorenylidene-9-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMBPF-PC).

[0013] Figure 2 is a plot of torsional loss modulus (G") of cyclododecyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMCD-PC), cyclododecyl-1,1-(bis-4-hydroxybenzene) polycarbonate (CD-PC), 3,3-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-(3*H*)-isobenzofuranone polycarbonate (DMP-PC), 3,3,5-trimethylcyclohexyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMBPI-PC), and fluorenylidene-9-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) polycarbonate (DMBPF-PC).

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

[0014] In this specification and in the claims that follow, reference will be made to a number of terms that shall be defined to have the following meaning.

[0015] The singular forms "a", "an" and "the" include plural referents unless the context clearly dictates otherwise.

[0016] "Optional" or "optionally" mean that the subsequently described event or circumstance may or may not occur, and that the description includes instances where said event or circumstance occurs and instances where it does not.

[0017] "BPA" is bisphenol A or 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propane. BPA-PC is the polycarbonate made from the 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propane monomer.

[0018] "CD" is cyclododecyl-1,1-(bis-4-hydroxybenzene). CD-PC is the polycarbonate made from the cyclododecyl-1,1-(bis-4-hydroxybenzene) monomer.

[0019] "DMCD" is cyclododecyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene). DMCD-PC is the polycarbonate made from the cyclododecyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) monomer.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

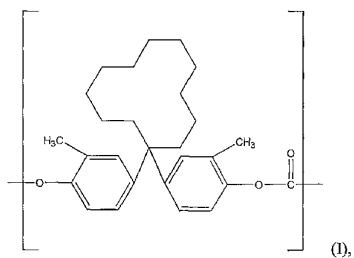
[0020] "DMBPI" is 3,3,5-trimethylcyclohexyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene). DMBPI-PC is the polycarbonate made from the 3,3,5-trimethylcyclohexyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) monomer.

[0021] "DMBPF" is fluorenylidene-9-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene). DMBPF-PC is the polycarbonate made from the fluorenylidene-9-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) monomer.

[0022] "DMP" is 3,3-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-(3*H*)-isobenzofuranone. DMP-PC is the polycarbonate made from the 3,3-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-(3*H*)-isobenzofuranone monomer.

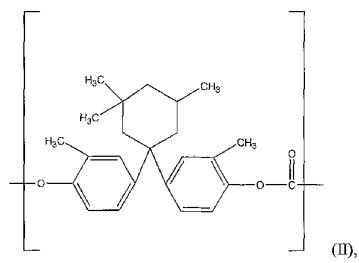
[0023] In the present invention, it was unexpectedly found that a substrate comprising polymers disclosed herein exhibits favorable glass transition temperatures and exhibits excellent damping characteristics. For effective damping, the material should absorb the energy, dissipate the energy, or combination thereof, of vibration transmitted through the material as heat energy converted as a result of planar shearing or bulk compression and expansion of the material.

[0024] The storage medium of the present invention comprises a polycarbonate comprising structural units (I), (II), (III), (IV),

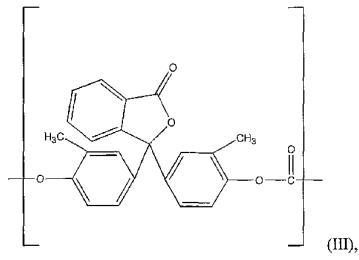


WO 03/005354

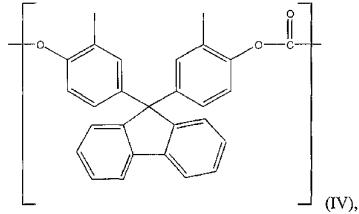
PCT/US02/20274



(II),



(III),



(IV),

or combinations thereof, having excellent damping characteristics, a glass transition temperature greater than about 150°C and are suitable for use in substrate applications. That is, the polycarbonate has sufficient thermal stability to prevent

WO 03/005354

PCT/US02/20274

deformation during the deposition steps. In the present invention, the substrate typically has a mechanical damping coefficient defined as the ratio of the loss modulus over the storage modulus of greater than about 0.04, with a mechanical damping coefficient of greater than about 0.10 at a temperature preferred, and a mechanical damping coefficient of greater than about 0.5 at a temperature of about 24°C especially preferred at a frequency range between about 1 Hz and about 500 Hz. Mechanical damping is defined as the ratio of the loss modulus over the storage modulus. Viscoelastic materials, such as plastic resins have both a storage modulus, which represent elastic stiffness, and a loss modulus, which represent viscous stiffness.

[0025] The polycarbonate with carbonate structural units (I) is also known as cyclododecyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) (DMCD-PC); carbonate structural units (II) is also known as 3,3,5-trimethylcyclohexyl-1,1-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) (DMBPI-PC); carbonate structural units (III) is also known as 3,3-bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-(3*H*)-isobenzofuranone (DMP-PC); and carbonate structural units (IV) is also known as fluorenylidene-9-(bis-3-methyl-4-hydroxybenzene) (DMBPF-PC).

[0026] The substrate of the present invention, comprising carbonate structural units (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof, exhibit good pit replication and high surface quality. In part, this results from the fact that the material is monolithic and does not require the addition of fillers to the polymer. Preferably the substrate has at least a portion of its surface with a surface roughness of less than about 10 angstroms, and more preferably less than about 5 angstroms. Roughness is typically measured on average over a 10 micron by 10 micron area and measured using an atomic force microscope.

[0027] The weight average molecular weight (M_w) of the polycarbonate, as determined by gel permeation chromatography relative to polystyrene, is typically in a range between about 10,000 and about 100,000, more typically in a range between about 10,000 and about 50,000, even more typically in a range between about 12,000 and about 40,000.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

[0028] The resin composition may also include various additives ordinarily incorporated in resin compositions of this type. Such additives are, for example, fillers or reinforcing agents; heat stabilizers; antioxidants; light stabilizers; plasticizers; antistatic agents; mold releasing agents; additional resins; blowing agents; and the like, as well as combinations comprising at least one of the foregoing additives. Examples of fillers or reinforcing agents include glass fibers, asbestos, carbon fibers, silica, talc and calcium carbonate. Examples of heat stabilizers include triphenyl phosphite, tris-(2,6-dimethylphenyl)phosphite, tris-(mixed mono-and di-nonylphenyl)phosphite, dimethylbenene phosphonate and trimethyl phosphate. Examples of antioxidants include octadecyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate, and pentaerythritol-tetrakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate]. Examples of light stabilizers include 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl)benzotriazole, 2-(2-hydroxy-5-tert-octylphenyl)-benzotriazole and 2-hydroxy-4-n-octoxy benzophenone. Examples of plasticizers include dioctyl-4,5-epoxy-hexahydrophthalate, tris-(octoxycarbonylethyl)isocyanurate, tristearin and epoxidized soybean oil. Examples of the antistatic agent include glycerol monostearate, sodium stearyl sulfonate, and sodium dodecylbenzenesulfonate. Examples of mold releasing agents include stearyl stearate, beeswax, montan wax and paraffin wax. Examples of other resins include but are not limited to polypropylene, polystyrene, polymethyl methacrylate, and polyphenylene oxide. Combinations of any of the foregoing additives may be used. Such additives may be mixed at a suitable time during the mixing of the components for forming the composition.

[0029] In addition to the plastic and colorant, the composition may optionally include various additives ordinarily incorporated in resin compositions of this type. Such additives may include antioxidants, heat stabilizers, anti-static agents (tetra alkylammonium benzene sulfonate salts, tetra alkylphosphonium benzene sulfonate salts, and the like), mold releasing agents (pentaerythritol tetrastearate; glycerol monostearate, and the like), and the like, and combinations comprising at least one of the foregoing. For example, the substrate can comprise about 0.01 to about 0.1 wt% of a heat stabilizer; about 0.01 to about 0.2 wt% of an antistatic agent; and about

WO 03/005354

PCT/US02/20274

0.1 to about 1 wt% of a mold releasing agent; based upon the total weight of the substrate.

[0030] Some possible antioxidants include, for example, organophosphites, e.g., tris(nonyl-phenyl)phosphite, tris(2,4-di-t-butylphenyl)phosphite, bis(2,4-di-t-butylphenyl)pentaerythritol diphosphite, distearyl pentaerythritol diphosphite and the like; alkylated monophenols, polyphenols and alkylated reaction products of polyphenols with dienes, such as, for example, tetrakis[methylene(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamate)] methane, 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamate octadecyl, 2,4-di-tert-butylphenyl phosphite, and the like; butylated reaction products of para-cresol and dicyclopentadiene; alkylated hydroquinones; hydroxylated thiadiphenyl ethers; alkylidene-bisphenols; benzyl compounds; esters of beta-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionic acid with monohydric or polyhydric alcohols; esters of beta-(5-tert-butyl-4-hydroxy-3-methylphenyl)-propionic acid with monohydric or polyhydric alcohols; esters of thioalkyl or thioaryl compounds, such as, for example, distearylthiopropionate, dilaurylthiopropionate, ditridecylthiodipropionate, and the like; amides of beta-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionic acid; and the like, as well as combinations comprising at least one of the foregoing.

[0031] Other potential additives which may be employed comprise: UV absorbers; stabilizers such as light and thermal stabilizers (e.g., acidic phosphorous-based compounds); hindered phenols; zinc oxide and/or zinc sulfide particles; lubricants (mineral oil, and the like), plasticizers, dyes (quinines, azobenzenes, and the like); among others, as well as combinations comprising at least one of the foregoing additives.

[0032] In order to aid in the processing of the plastic, particularly polycarbonate, catalyst(s) may also be employed, namely in the extruder or other mixing device. The catalyst typically assists in controlling the viscosity of the resulting material. Possible catalysts include hydroxides, such as tetraalkylammonium hydroxide, diethyldimethylammonium hydroxide, tetraalkylphosphonium hydroxide, tetrabutylphosphonium hydroxide, and the like, with diethyldimethylammonium

WO 03/005354

PCT/US02/20274

hydroxide and tetrabutylphosphonium hydroxide preferred. The catalyst(s) can be employed alone or in combination with quenchers such as acids, such as phosphoric acid, and the like. Additionally, water may be injected into the polymer melt during compounding and removed as water vapor through a vent to remove residual volatile compounds.

[0033] The storage media of the present invention is useful in high areal density applications, first surface and similar applications, wherein an energy field incident on the data storage layer(s) contacts the data storage layer(s) without or at least prior to contacting the substrate. In other words, in contrast to conventional compact disks and similar applications, the energy field does not pass through the substrate to contact the data storage layer or reflect back through the substrate to the reading device. In order to function in such high areal density applications the storage media quality must exceed that of conventional compact discs and related media. The storage media, compared to conventional compact discs and similar media, should have a reduced axial displacement when excited by environmental vibrations, rotational vibrations, or combinations thereof, greater surface quality denoted by fewer irregularities or imperfections, and lower rotating moment of inertia (typically about 5.5 slug-in² or less, with about 4.5 slug-in² or less more typical, and about 4.0 slug-in² or less especially typical), among other qualities. Furthermore, the storage media typically comprises areal densities exceeding about 5 Gigabits per square inch (Gbits/in²), with greater than about 20 Gbits/in² more typical, greater than about 50 Gbits/in² most typical, and up to or exceeding about 100 Gbits/in² anticipated.

[0034] Generally, in high areal density applications, i.e. about 5 Gbits/in² or greater, the read/write device is located relatively close to the surface of the storage medium (stand-off distance). In general, the higher the density sought, the closer the read/write device should be to the surface of the storage medium. Typically in these instances, the stand-off distance is generally less than about 0.3 millimeters (mm), and often less than about 760 nanometers (nm). For extremely high density, the read/write device is typically extremely close, e.g., less than about 0.064 microns (μ), often less than about 0.013 μ from the surface. Consequently, the axial

WO 03/005354

PCT/US02/20274

displacement of the substrate should be sufficiently less than a tolerable system axial displacement distance in order to prevent damage to the read/write device, storage medium surface during vibration, shock conditions, or combinations thereof. For example, for a disk (130 mm in outer diameter, 40 mm in inner diameter, and 1.2 mm in thickness) experiencing a sinusoidal gravitational loading of about 1 G (acceleration of gravity) and a resonant frequency of about 170 Hertz (Hz), an axial displacement in peak to peak measurement of less than about 250 μ is typical, with less than about 125 μ especially typical for instances when the primary concern is damage to the substrate, the read/write device, or combinations thereof. Typically, an axial displacement in peak to peak measurement of about 500 μ or less, with about 250 μ or less preferred, is maintained to a shock maximum of about 25 G's with an application time in a range between about 2 milliseconds and about 10 milliseconds (msec) and maintaining such a displacement to about 35 G's preferred. However, in other instances, e.g., those with a larger standoff distance (e.g., the stand-off at about 0.30 μ or more) damage to the head is not a dominating issue but rather, it is preferred to have a very low axial displacement, disk tilt, or combinations thereof to allow for the optics to remain in focus since they may be incapable of responding to rapid changes in focal length. Systems for reading data stored in substrate typically operate in a frequency range between about 1 Hz and about 500 Hz, and more typically in a range between about 100 Hz and about 200 Hz. Typically, the maximum radial tilt and tangential tilt are independently no more than about 1° each, and more typically less than about 0.3° each, measured in a resting state (i.e., not spinning).

[0035] The substrate axial displacement is a function of the disk size requirements (inner and outer radii, and thickness), its stiffness (flexural modulus) and density, Poisson's ratio, loss modulus, and storage modulus. As the disk's outer radius increases, the axial displacement of the disk under shock increases. As the disk thickness decreases, its sectional stiffness decreases while its axial displacement increases. Currently, the dimensions of storage medium are specified by the industry to enable their use in presently available storage medium reading/writing devices. The storage medium typically has an inner diameter in a range between about 15 mm

WO 03/005354

PCT/US02/20274

and about 40 mm, an outer diameter in a range between about 65 mm and about 130 mm, an overall thickness in a range between about 0.8 mm and about 2.5 mm with a thickness up to about 1.2 mm typically preferred. Other diameters and thickness may be employed to obtain a stiffer architecture if necessary.

[0036] The storage media described herein can be employed in conventional optic, magneto-optic, and magnetic systems, as well as in advanced systems requiring higher quality storage medium, high areal density, or combinations thereof. During use, the storage medium is disposed in relation to a read/write device such that energy (for instance, magnetic, light, electric, or a combination) contacts the data storage layer in the form of an energy field incident on the storage medium. The energy field contacts the data storage layer(s) disposed on the storage medium. The energy field causes some physical or chemical change in the storage medium so as to record the incidence of the energy at that point on the layer. For example, an incident magnetic field might change the orientation of magnetic domains within the layer or an incident light beam could cause a phase transformation where the light heats the material.

[0037] Numerous methods may be employed to produce the storage medium including, but not limited to, injection molding, foaming processes, sputtering, plasma vapor deposition, vacuum deposition, electro deposition, spin coating, spray coating, meniscus coating, data stamping, embossing, surface polishing, fixturing, laminating, rotary molding, two shot molding, coinjection, over-molding of film, microcellular molding, and combinations thereof. Typically, the technique employed enables *in situ* production of the substrate having the desired features, for example, pits and grooves. One such process comprises an injection molding-compression technique where a mold is filled with a molten polymer as defined herein. The mold may contain a preform, insert, etc. The polymer system is cooled and, while still in at least partially molten state, compressed to imprint the desired surface features arranged in spiral, concentric, or other orientation onto the desired portions of the substrate, i.e., one or both sides in the desired areas. The substrate is then cooled to room temperature.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

[0038] For magnetic data storage on a substrate, information stored is stored as at least one data layer on the surface of the substrate. This information may be imprinted directly onto the surface as pits, grooves, or combinations thereof (as in the case of a compact disc) or stored in a photo-, thermal-, or magnetically-definable medium which has been deposited onto the surface of the substrate.

[0039] The polycarbonates of the present invention may be prepared by the interfacial process, the melt process, or solid state process. If the interfacial process is used, the addition of various phase transfer catalysts is optional. Phase transfer catalysts which are suitable include, but are not limited to, tertiary amines, such as triethylamine; ammonium salts, such as tetrabutylammonium bromide; hexaethylguanidium chloride; or combinations thereof. Monofunctional phenols, such as p-cumylphenol and 4-butylphenol; long chain alkylphenols, such as cardanol and nonyl phenol; and difunctional phenols may be used as chain stopping agents. Optionally, chain stopping agent may be incorporated into the polycarbonate based on the total moles of the repeating units in a range between about 0.1 mol % and about 10 mol %, more typically in a range between about 1 mol % and about 5 mol %.

[0040] The interfacial process includes the use of a carbonate precursor such as phosgene. In some instances with the interfacial process, the phosgenation conditions must be adjusted. In particular, the phosgenation conditions should be adjusted in cases where the formation of undesired cyclic oligomers is favored by the characteristic reactivity of the monomer which is related to monomer solubility in the reaction medium and monomer structure.

[0041] The polycarbonates of the present invention may also be prepared by the melt or transesterification process. This process does not require the use of phosgene or a solvent and minimizes the formation of low molecular weight contaminants, such as cyclic and linear low molecular weight oligomers in the final polymer. The monomers are mixed with a carbonate source, such as a diarylcarbonate, and a small amount of catalyst, such as an alkali metal hydroxide or ammonium hydroxide, and heated under a vacuum according to a protocol in which

WO 03/005354

PCT/US02/20274

the temperature is raised through a series of stages while the pressure in the headspace over the reaction mixture is lowered from ambient pressure to about 1 torr.

[0042] Suitable carbonate sources, catalysts, and reaction conditions are found in U.S. Patent 5,880,248, and Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, Volume 19, pp. 585-600. The time of the stages and the temperature are such that mechanical losses of material through foaming and the like are avoided. Phenol and excess diphenyl carbonate are removed overhead to complete the polymerization process. The product high polymer is then isolated as a melt which may be compounded with other additives, such as stabilizers and mold release agents, prior to pelletization. The products produced by the melt process have reduced numbers of undissolved particles and reduced content of low molecular weight contaminants, such as cyclic oligomers, relative to the interfacially produced product.

EXAMPLES

[0043] The following examples are put forth so as to provide those of ordinary skill in the art with a complete disclosure and description of how the compositions of matter and methods claimed herein are made and evaluated, and not intended to limit the scope of what the inventors regard as their invention. Efforts have been made to insure accuracy with respect to numbers (e.g., amounts, temperatures, etc.) but some error and deviations should be accounted for. Unless indicated otherwise, parts are by weight, temperature is in degrees Celsius (°C) or is at room temperature, and pressure is at or near atmospheric.

[0044] The materials and testing procedures used for the results shown herein are as follows:

Preparation of DMCD Homopolycarbonate

WO 03/005354

PCT/US02/20274

[0045] Into a 500 milliliter (mL) Morton flask was placed DMCD (19.0 g, 50 mmol), 90 mL methylene chloride and 90 mL of water. The pH was adjusted to 10.5-11.0 with 50 weight % sodium hydroxide (NaOH). Phosgene was added at 0.6 grams per minute (g/min), at 5.0 g (50 mmol), p-cumylphenol (0.43 g, 4 mol%) was added and phosgene was continued until 6.0 g (20 mol% excess) was added. The pH was lowered to 10.5 (with phosgene) at which point 50 μ L of triethylamine (TEA) was added followed 3 minutes later with 50 μ L more TEA. After the chloroformates were gone, an additional 3.5 g of phosgene was added. The reaction mixture was tested for chloroformates. If present, they were hydrolyzed by addition of DMBA (10 μ L) (dimethylbutylamine). The polymer solution was separated from the brine, washed with aqueous hydrochloric acid (HCl), washed with water and steam crumbed in a blender. Mw = 39,300 (Polystyrene standards), T_g = 197°C.

Preparation of DMBPI Homopolycarbonate

[0046] Into a 500 mL Morton flask was placed DMBPI (16.9 g, 50 mmol), 100 mL methylene chloride and 80 mL of water. The pH was adjusted to 12.5 with 50 weight % NaOH. Phosgene was added at 0.6 g/min, at 5.0 g (50 mmol), p-cumylphenol (0.21 g, 2 mol%) was added and phosgene was continued until 6.0 g (20 mol% excess) was added. The pH was lowered to 10.5 (with phosgene) at which point 25 μ L of TEA was added followed 5 minutes later with 25 μ L more TEA. After the chloroformates were gone, an additional 25 μ L of TEA was added (125 μ L total, about 1 mol%) followed by 3.5 g more phosgene. The reaction mixture was tested for chloroformates. If present they were hydrolyzed by addition of DMBA (5 μ L) (dimethylbutylamine). The polymer solution was separated from the brine, washed with aqueous HCl, washed with water and steam crumbed in a blender. Mw = 46,100 (Polystyrene standards), T_g = 196°C.

Preparation of DMBPF Homopolycarbonate

[0047] Into a 500 mL Morton flask was placed DMBPF (18.9 g, 50 mmol), 90 mL methylene chloride and 90 mL of water. The pH was adjusted to 11.5

WO 03/005354

PCT/US02/20274

with 50 weight % NaOH. Phosgene was added at 0.6 g/min, at 5.0 g (50 mmol), p-cumylphenol (0.43 g, 4 mol%) was added and phosgene was continued until 6.0 g (20 mol% excess) was added. The pH was lowered to 10.5 (with phosgene) at which point 50 μ L of TEA was added followed 3 minutes later with 50 μ L more TEA. After the chloroformates were gone, an additional 2.25 g of phosgene was added. The reaction mixture was tested for chloroformates. If present they were hydrolyzed by addition of DMBA (5 μ L) (dimethylbutylamine). The polymer solution was separated from the brine, washed with aqueous HCl, washed with water and steam crumbed in a blender. Mw = 29,400 (Polystyrene standards), T_g = 237°C.

Preparation of DMP Homopolycarbonate

[0048] Into a 500 mL Morton flask was placed DMP (34.6 g, 100 mmol), 90 mL methylene chloride and 90 mL of water. The pH was adjusted to 10.0 with 50 weight % NaOH. Phosgene was added at 0.6 g/min, at 9.5 g (95 mmol), p-cumylphenol (0.64 g, 3 mol%) was added and phosgene was continued until 12.1 g (20 mol% excess) was added. The pH was lowered to 10.5 (with phosgene) at which point 75 μ L of TEA was added followed 3 minutes later with 73 μ L more TEA. After the chloroformates were gone, an additional 3.5 g of phosgene was added. The reaction mixture was tested for chloroformates. If present they were hydrolyzed by addition of DMBA (10 μ L) (dimethylbutylamine). The polymer solution was separated from the brine, washed with aqueous HCl, washed with water and steam crumbed in a blender. Mw = 61,300 (Polystyrene standards), T_g = 218°C.

[0049] Figures 1 and 2 are plots of the loss and storage moduli measured from torsional dynamic mechanical measurements of several polycarbonates. A large beta-relaxation in the loss modulus near room temperature indicates a useful damping material (the peak-to-peak axial displacement is proportional to the inverse of the loss modulus).

[0050] Torsional modulus measurements on the various material systems given above were conducted on a RHEOMETRICS DYNAMIC SPECTROSCOPE (model 7700) using a torsion rectangular fixture. The specimen

WO 03/005354

PCT/US02/20274

used for these tests were nominally 2.5 inches long, 0.5 inches wide and 0.125 inches thick. The specimens were prepared by compression molding. All tests were conducted with the specimen being subjected to 0.1% strain at a frequency of 10 radians per second. The samples were subjected to a thermal scan cycle from -150°C to 150°C at a heating rate of 2°C per minute. The applied strain and load were measured continuously during the test and the storage modulus (G'), loss modulus (G'') and tangent loss (tan δ) were calculated from this data.

[0051] The achievable gains from high modulus and damping was qualified by the transfer function which predicts the peak-to-peak axial displacements as:

$$\delta_{\max} = \frac{nc\gamma(1-\nu)}{2E^n h^2}, \text{ and}$$

$$\omega_m = b \sqrt{\frac{E' h^2}{\gamma(1-\nu^2)}}$$

where b and c were constants obtained independent of material properties from finite element analysis, E' was the storage modulus, E'' (loss modulus) was a measure of material damping, ν the Poissons ratio, γ the specific Gravity, h the disk thickness, ω_m the first modal frequency, and n was the peak to peak "g" (acceleration) loading. The values for E', E'', and tan delta were obtained from the Figures to determine the dispersion and frequency of the respective materials. Table 1 is a summary of the results of the predicted values of axial displacement and natural frequency based on G' and G'' measurements in torsion obtained at 25°C.

Table 1

System	Frequency 1.59 Hertz				
	E' (psi)	E'' (psi)	Tan delta	Displacement (inches)	Frequency (Hertz)
DMCD-PC	5.84 x 10 ³	2.99 x 10 ⁴	5.12 x 10 ⁻²	0.007075	231.84
CD-PC	4.39 x 10 ³	1.29 x 10 ⁴	2.94 x 10 ⁻²	0.016405	201.01
DMP-PC	7.30 x 10 ³	3.70 x 10 ⁴	5.07 x 10 ⁻²	0.005725	259.03
DMBPI-PC	5.60 x 10 ³	2.34 x 10 ⁴	4.18 x 10 ⁻²	0.009036	226.99
DMBPF-PC	7.66 x 10 ³	3.38 x 10 ⁴	4.41 x 10 ⁻²	0.006264	265.39
BPA-PC	4.28 x 10 ³	3.11 x 10 ³	7.27 x 10 ⁻³	0.068043	198.39
DMB-PC	5.79 x 10 ³	3.48 x 10 ⁴	6.01 x 10 ⁻²	0.006081	230.75

[0052] It is clear from these results of the predicted vibration response of the 120 mm disks that the maximum axial displacement of disks were significantly reduced under vibration loading in DMCD-PC, DMP-PC, DMBPI-PC, and DMBPF-PC in comparison to BPA-PC and CD-PC.

[0053] While typical embodiments have been set forth for the purpose of illustration, the foregoing descriptions should not be deemed to be a limitation on the scope of the present invention. Accordingly, various modifications, adaptations, and alternatives may occur to one skilled in the art without departing from the spirit and scope of the present invention.

WO 03/005354

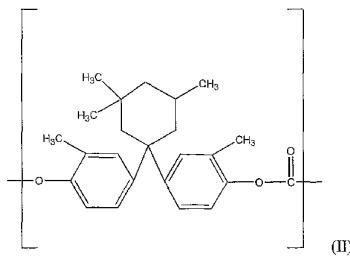
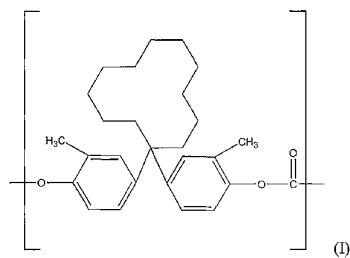
PCT/US02/20274

Claims:

[c1] 1. A storage medium for data, the storage medium comprising:

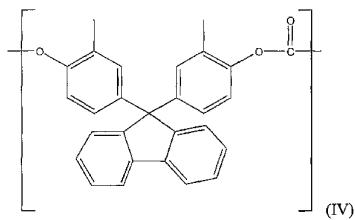
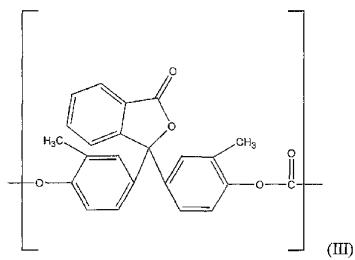
- 1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and
- 2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate comprising at least one compound of structure (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof:



WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c2] 2. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate comprises structure (I).

[c3] 3. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate comprises structure (II).

[c4] 4. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate comprises structure (III).

[c5] 5. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate comprises structure (IV).

WO 03/005354

PCT/US02/20274

[c6] 6. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C.

[c7] 7. The storage medium in accordance with claim 6, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.1 at a temperature of about 24°C.

[c8] 8. The storage medium in accordance with claim 7, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.5 at a temperature of about 24 °C.

[c9] 9. The storage medium in accordance with claim 1, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 100,000 relative to polystyrene.

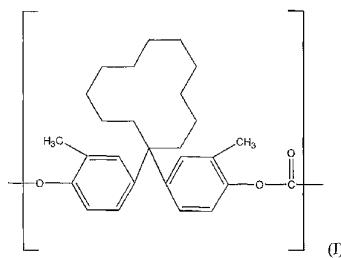
[c10] 10. The storage medium in accordance with claim 9, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 50,000 relative to polystyrene.

[c11] 11. The storage medium in accordance with claim 10, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 12,000 and about 40,000 relative to polystyrene.

[c12] 12. A storage medium for data, the storage medium comprising:

- 1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and
- 2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate portion comprising residues of structure (I):

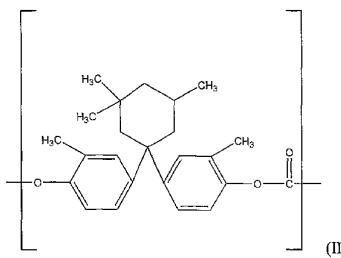


wherein the polycarbonate has the glass transition temperature greater than about 150°C and a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C.

[c13] 13. A storage medium for data, the storage medium comprising:

- 1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and
- 2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate portion comprising residues of structure (II):



WO 03/005354

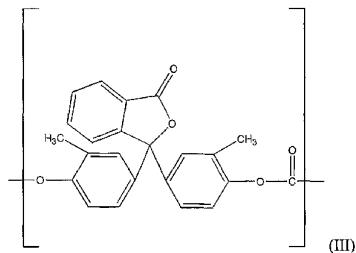
PCT/US02/20274

wherein the polycarbonate has the glass transition temperature greater than about 150°C and a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C.

[c14] 14. A storage medium for data, the storage medium comprising:

- 1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and
- 2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate portion comprising residues of structure (III):



wherein the polycarbonate has the glass transition temperature greater than about 150°C and a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C.

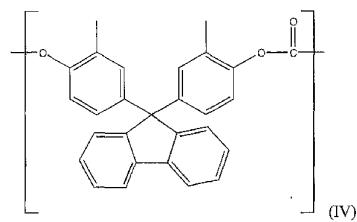
[c15] 15. A storage medium for data, the storage medium comprising:

- 1) a substrate comprising at least one polycarbonate portion, and
- 2) at least one data layer on the substrate;

the polycarbonate portion comprising residues of structure (VI):

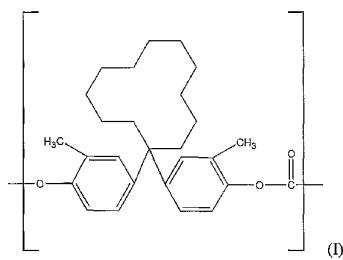
WO 03/005354

PCT/US02/20274



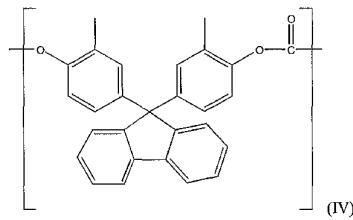
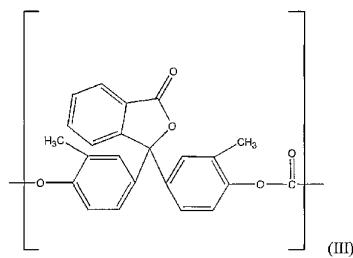
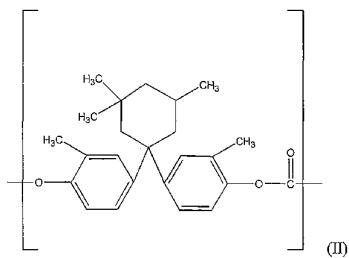
wherein the polycarbonate has a glass transition temperature greater than about 150°C and a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C.

[c16] 16. A polycarbonate composition with improved damping performance which comprises at least one compound of structure (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof:



WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

[c17] 17. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, which comprises structure (I).

[c18] 18. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, which comprises structure (II).

[c19] 19. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, which comprises structure (III).

[c20] 20. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, which comprises structure (IV).

[c21] 21. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 100,000 relative to polystyrene.

[c22] 22. The polycarbonate composition in accordance with claim 21, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 50,000 relative to polystyrene.

[c23] 23. The polycarbonate composition in accordance with claim 22, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 12,000 and about 40,000 relative to polystyrene.

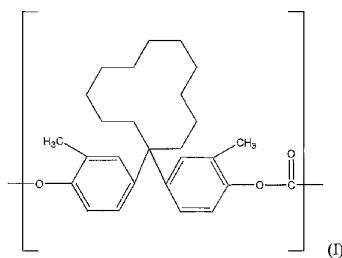
[c24] 24. The polycarbonate composition in accordance with claim 16, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.1 at a temperature of about 24°C.

[c25] 25. The polycarbonate composition in accordance with claim 24, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.5 at a temperature of about 24°C.

[c26] 26. A polycarbonate composition with improved damping performance which comprises a compound of structure (I):

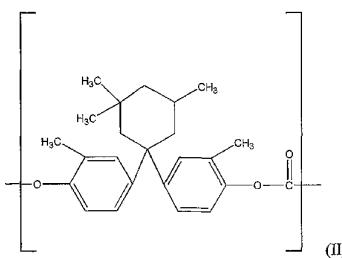
WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c27] 27. A polycarbonate composition with improved damping performance which comprises a compound of structure (II):

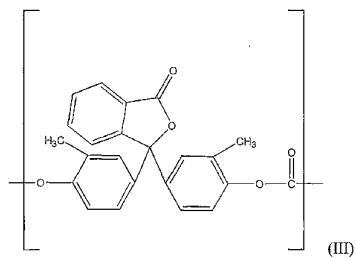


wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c28] 28. A polycarbonate composition with improved damping performance which comprises a compound of structure (III):

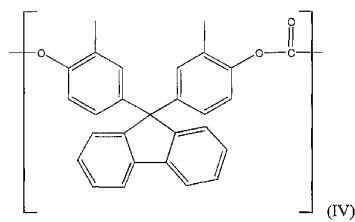
WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c29] 29. A polycarbonate composition with improved damping performance which comprises a compound of structure (IV):

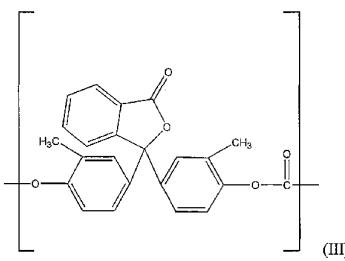
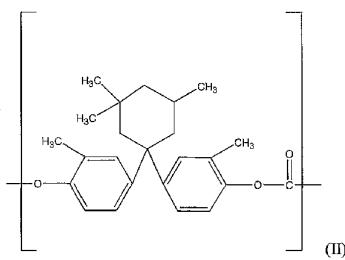
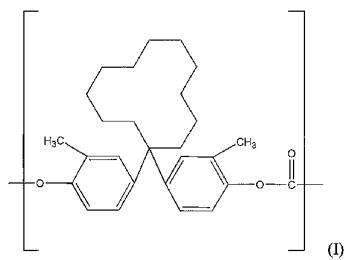


wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c30] 30. A method for improving the damping performance of an article, the method comprising constructing the article of a polycarbonate with at least one compound of structure (I), (II), (III), (IV), or combinations thereof:

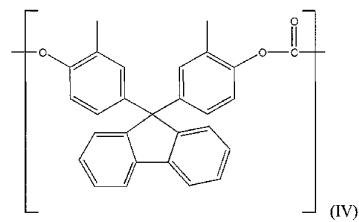
WO 03/005354

PCT/US02/20274



WO 03/005354

PCT/US02/20274



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c31] 31. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate comprises structure (I).

[c32] 32. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate comprises structure (II).

[c33] 33. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate comprises structure (III).

[c34] 34. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate comprises structure (IV).

[c35] 35. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.1 at a temperature of about 24°C.

[c36] 36. The method in accordance with claim 35, wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.5 at a temperature of about 24°C.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

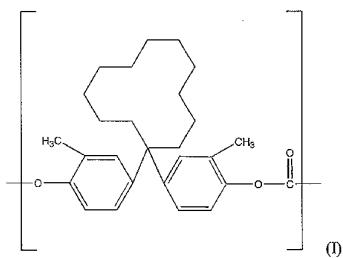
[c37] 37. The method in accordance with claim 30, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 100,000 relative to polystyrene.

[c38] 38. The method in accordance with claim 37, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 10,000 and about 50,000 relative to polystyrene.

[c39] 39. The method in accordance with claim 38, wherein the polycarbonate has a weight average molecular weight in a range between about 12,000 and about 40,000 relative to polystyrene.

[c40] 40. The method in accordance with claim 30, wherein the article comprises a storage medium for data.

[c41] 41. A method for improving the damping performance of a storage medium for data, the method comprising constructing the storage medium of a polycarbonate with a compound of structure (I):

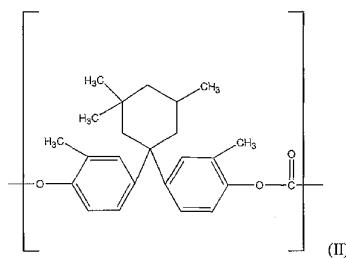


wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

WO 03/005354

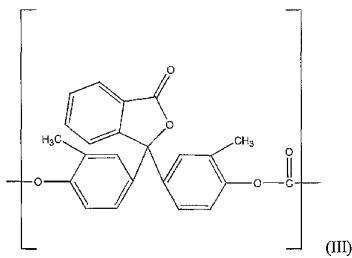
PCT/US02/20274

[c42] 42. A method for improving the damping performance of a storage medium for data, the method comprising constructing the storage medium of a polycarbonate with a compound of structure (II):



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c43] 43. A method for improving the damping performance of a storage medium for data, the method comprising constructing the storage medium of a polycarbonate with a compound of structure (III):

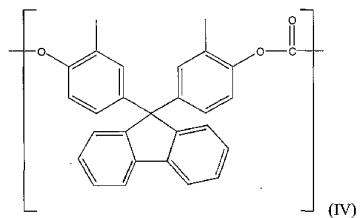


WO 03/005354

PCT/US02/20274

wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

[c44] 44. A method for improving the damping performance of a storage medium for data, the method comprising constructing the storage medium of a polycarbonate with a compound of structure (IV):



wherein the polycarbonate has a mechanical damping coefficient greater than about 0.04 at a temperature of about 24°C and a glass transition temperature greater than about 150°C.

WO 03/005354

PCT/US02/20274

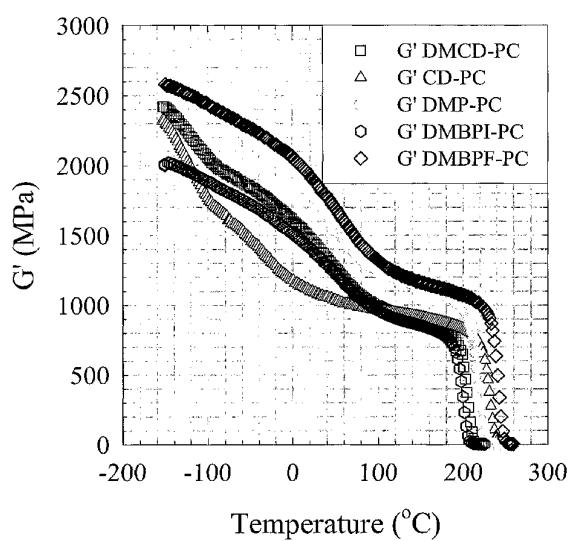


Figure 1

WO 03/005354

PCT/US02/20274

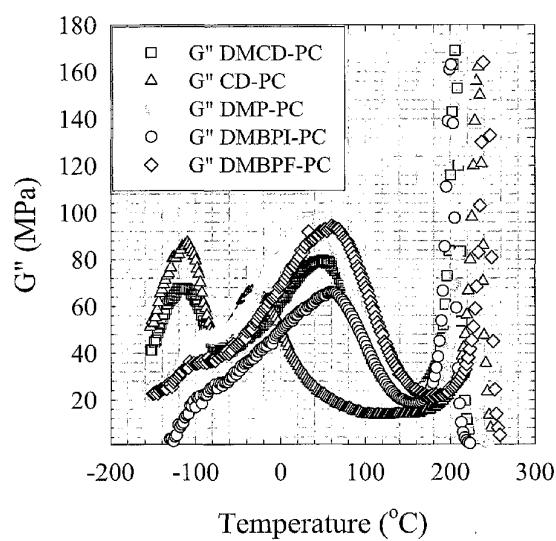


Figure 2

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No. PCT/US 02/20274
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 G11B/24 C08G64/06		
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) IPC 7 G11B C08G		
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) WPI Data, PAU, EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.-
P, X	WO 01 93257 A (GENERAL ELECTRIC) 6 December 2001 (2001-12-06) page 7, line 13 - line 15; claims 1-101 page 10, line 8 - line 13 page 18, line 18 -page 19, line 13	1-3, 6-13, 16-18, 21-27, 30-32, 35-42
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199047 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A05, AN 1990-352144 XP002219056 & JP 02 254462 A (FUJI XEROX), 15 October 1990 (1990-10-15) abstract	16,17 -/-
<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.
<p>* Special categories of cited documents :</p> <p>*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>*E* earlier document but published on or after the International filing date</p> <p>*L* document which may throw doubts on priority, claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other specific reason (as specified)</p> <p>*O* document relating to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>*P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed</p> <p>*T* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but which is considered to be of particular relevance</p> <p>*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>*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 specific documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>*S* document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the International search	Date of mailing of the International search report	
31 October 2002	15/11/2002	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 5818 Patentlaan 2 NL - 2230 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax. 31 651 epo nl Fax. (+31-70) 340-5016	Authorized officer Vanhecke, H	

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No PCT/US 02/20274
C(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 353 594 A (GENERAL ELECTRIC) 7 February 1990 (1990-02-07) page 3, line 57 - line 58; claims 5-7	1,2,12, 16,17,26
X	EP 0 787 756 A (TEIJIN) 8 June 1997 (1997-06-08) claims 3,12,14,15; examples 6,7,11,9	1,3,13, 16,18,27
Y	US 6 060 577 A (G C DAVIS) 9 May 2000 (2000-05-09) claims 2-7	1,3,13, 16,18,27
Y	EP 0 691 361 A (TEIJIN) 10 January 1996 (1996-01-10) claims 4,27	1,3,13, 16,18,27
X	US 5 545 710 A (W HAESE) 13 August 1996 (1996-08-13) claims 1-8	1,4,15, 16,20,29
A	EP 0 965 985 A (SONY) 22 December 1999 (1999-12-22) claims 1,3; figure 2	1
X	EP 1 097 956 A (MITSUBISHI GAS) 9 May 2001 (2001-05-09) claims 1,8 page 14, line 29 - line 31 page 15, line 55 - line 57	12,15, 16,20,29
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 200, no. 019, 5 June 2001 (2001-06-05) & JP 2001 055436 A (MITSUBISHI GAS), 27 February 2001 (2001-02-27) abstract	12,15, 16,20,29

Form PCT/ISA2010 (continuation of second sheet) (July 2002)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT			
Information on patent family members			
International Application No. PCT/US 02/20274			
Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0193257	A 06-12-2001	US 6441123 B1 WO 0193257 A1 US 2002035207 A1	27-08-2002 06-12-2001 21-03-2002
JP 2254462	A 15-10-1990	NONE	
EP 353594	A 07-02-1990	US 5959065 A AU 3809389 A BR 8903944 A EP 0353594 A1 JP 2132122 A	28-09-1999 08-02-1990 20-03-1990 07-02-1990 21-05-1990
EP 787756	A 06-08-1997	US 5858499 A DE 69607929 D1 DE 69607929 T2 EP 0787756 A2 JP 3160209 B2 JP 9268225 A	12-01-1999 31-05-2000 18-01-2001 06-08-1997 25-04-2001 14-10-1997
US 6060577	A 09-05-2000	EP 1169703 A1 WO 0055851 A1	09-01-2002 21-09-2000
EP 691361	A 10-01-1996	JP 8073584 A JP 8081549 A JP 3100862 B2 JP 8293128 A DE 69528223 D1 DE 69528394 D1 EP 0691361 A2 EP 0931804 A2 US 5633060 A	19-03-1996 26-03-1996 23-10-2000 05-11-1996 24-10-2002 31-10-2002 10-01-1996 28-07-1999 27-05-1997
US 5545710	A 13-08-1996	DE 4416325 A1 BE 1009103 A5 IT RM940605 A1 JP 7109342 A NL 9401529 A	23-03-1995 05-11-1996 22-03-1995 25-04-1995 18-04-1995
EP 965985	A 22-12-1999	JP 2000011449 A EP 0965985 A2 KR 2000006267 A US 6201783 B1	14-01-2000 22-12-1999 25-01-2000 13-03-2001
EP 1097956	A 09-05-2001	JP 2001131279 A EP 1097956 A1 US 2002061997 A1 JP 2002030140 A	15-05-2001 09-05-2001 23-05-2002 31-01-2002
JP 2001055436	A 27-02-2001	NONE	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

フロントページの続き

(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,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,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,MW,MX,MZ,NO,NZ,OM,PH,P L,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ハリハラン , ラメシュ

アメリカ合衆国、12084、ニューヨーク州、ギルダーランド、ヨークシャー・ドライブ、82
シー(番地なし)

(72)発明者 ロングリー , キャスリン・リン

アメリカ合衆国、12866、ニューヨーク州、サラトガ・スプリングス、トロッティンガム・ロード、39番

(72)発明者 デービス , ゲーリー・チャールズ

アメリカ合衆国、12205、ニューヨーク州、アルバニー、フェリシア・コート、5番

(72)発明者 ヘイ , グラント

アメリカ合衆国、12309、ニューヨーク州、ニスカユナ、ブルックシャー・ドライブ、247
5番

F ターム(参考) 4J029 AA10 AB07 AC01 AC02 AD01 AD07 AD10 AE05 BD09B BD09C
HA01 HC01 HC05A JB193 JC031 JC091 JF011 KE05 KE11 KE12
5D029 KA07 KC09
5D121 AA02 JJ10