



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105612228 B

(45)授权公告日 2018.03.30

(21)申请号 201480055840.6

(22)申请日 2014.10.03

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105612228 A

(43)申请公布日 2016.05.25

(30)优先权数据

61/890,045 2013.10.11 US

61/890,059 2013.10.11 US

61/890,055 2013.10.11 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.04.11

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2014/058932 2014.10.03

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/054036 EN 2015.04.16

(73)专利权人 光学转变公司

地址 美国佛罗里达州

(72)发明人 J·D·杜盆 C·库池寇
G·T·欧文斯 V·拉桑嘉
J·L·寇尼吉二世

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

代理人 邓毅

(51)Int.Cl.

G09D 175/14(2006.01)

G09D 175/16(2006.01)

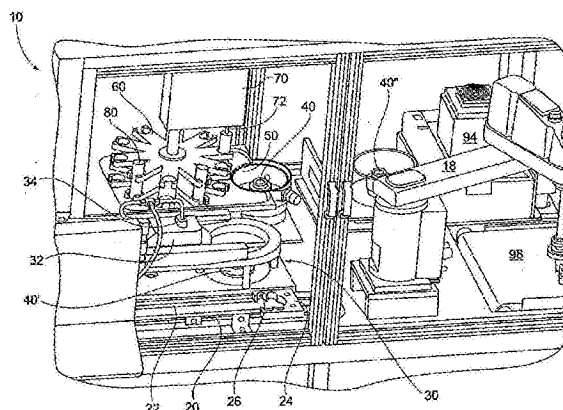
审查员 李文倩

(54)发明名称

具有脲基甲酸酯保护性涂层的光致变色光学
制品及其制造方法

(57)摘要

提供了一种光致变色光学制品,其包括:光学基材;在该光学基材的表面上的光致变色层,其中该光致变色层包括光致变色化合物;和在该光致变色层上的保护层,其中该保护层包括基质,该基质包括含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和和可自由基聚合材料的残余物。还提供了一种形成光致变色光学制品的方法。



1. 一种光致变色光学制品,其包含:
 - (i) 光学基材;
 - (ii) 在所述光学基材的表面上的光致变色层,其中所述光致变色层包含光致变色化合物;以及
 - (iii) 在所述光致变色层上的保护层,其中所述保护层包含基质,所述基质包含含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料的残余物。
2. 权利要求1的光致变色光学制品,其中该光致变色层包含含有氨基甲酸酯连接基的基质。
3. 权利要求1的光致变色光学制品,其中所述光致变色层的所述光致变色化合物选自茚并稠合萘并吡喃、萘并[1,2-b]吡喃、萘并[2,1-b]吡喃、螺茚并[1,2-b]吡喃、菲并吡喃、喹啉并吡喃、荧蒽并吡喃、螺吡喃、苯并噁嗪、萘并噁嗪、螺吡啉喹啉萘并噁嗪、螺吡啉喹啉吡啶并苯并噁嗪、螺吡啉喹啉荧蒽并噁嗪、螺吡啉喹啉喹啉并噁嗪、俘精酸酐、俘精酰亚胺、二芳基乙烯、二芳基烷基乙烯和二芳基烯基乙烯以及其两种或更多种的组合。
4. 权利要求1的光致变色光学制品,其中所述保护层的所述基质进一步包含氨基塑料材料的残余物。
5. 权利要求1的光致变色光学制品,其中所述保护层的所述基质进一步包含不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料的残余物。
6. 权利要求1的光致变色光学制品,其在所述保护层上进一步包含硬涂覆层。
7. 权利要求1的光致变色光学制品,其进一步包含偏振层,所述偏振层插入所述光学基材的所述表面与所述光致变色层之间,或在所述光致变色层上。
8. 权利要求1的光致变色光学制品,其中所述光致变色光学制品为光致变色眼用制品。
9. 一种制备光致变色光学制品的方法,其包括:
 - (a) 将可固化光致变色涂料组合物施加在光学基材的表面上,由此在所述光学基材的所述表面上形成可固化光致变色层,其中所述可固化光致变色涂料组合物包含光致变色化合物;
 - (b) 使所述可固化光致变色层至少部分固化,由此在所述光学基材的所述表面上形成至少部分固化的光致变色层;
 - (c) 将可固化保护性涂料组合物施加在所述至少部分固化的光致变色层上,由此在所述至少部分固化的光致变色层上形成可固化保护层,其中所述可固化保护性涂料组合物包含含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料;以及
 - (d) 使所述可固化保护层至少部分固化,由此在所述至少部分固化的光致变色层上形成至少部分固化的保护层。
10. 权利要求9的方法,其中
所述可固化光致变色层通过暴露于升高的温度而至少部分固化,以及
所述可固化保护层通过暴露于光化辐射而至少部分固化。
11. 权利要求9的方法,其中所述至少部分固化的光致变色层包含含有氨基甲酸酯连接基的基质。
12. 权利要求9的方法,其中所述可固化光致变色涂料组合物的所述光致变色化合物选

自茚并稠合萘并吡喃、萘并[1,2-b]吡喃、萘并[2,1-b]吡喃、螺茚并[1,2-b]吡喃、菲并吡喃、喹啉并吡喃、荧蒹并吡喃、螺吡喃、苯并噁嗪、萘并噁嗪、螺吡啉萘并噁嗪、螺吡啉吡啶并苯并噁嗪、螺吡啉萘并噁嗪、螺吡啉喹啉并噁嗪、俘精酸酐、俘精酰亚胺、二芳基乙烯、二芳基烷基乙烯和二芳基烯基乙烯及其两种或更多种的组合。

13. 权利要求9的方法,其中所述可固化保护性涂料组合物包含氨基塑料材料,且所述可固化保护层通过暴露于光化辐射和任选的升高的温度而至少部分固化。

14. 权利要求9的方法,其中所述可固化保护性涂料组合物包含不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料。

15. 权利要求9的方法,其中所述可固化保护性涂料组合物具有基于所述可固化保护性涂料组合物的总重量计95重量%至100重量%的固体含量。

16. 权利要求9的方法,其进一步包括

将可固化硬涂层涂料组合物施加在所述至少部分固化的保护层上,由此在所述至少部分固化的保护层上形成可固化硬涂层,以及

使所述可固化硬涂层至少部分固化,由此在所述至少部分固化的保护层上形成至少部分固化的硬涂层。

17. 权利要求9的方法,其进一步包括形成偏振层,所述偏振层插入所述光学基材的所述表面与所述至少部分固化的光致变色层之间,或

在所述至少部分固化的光致变色层上。

18. 权利要求9的方法,其中所述光致变色光学制品为光致变色眼用制品。

具有脲基甲酸酯保护性涂层的光致变色光学制品及其制造方法

[0001] 相关申请的交叉参考

[0002] 本申请有权并主张2013年10月11日提交的美国临时专利申请号61/890,045、2013年10月11日提交的美国临时专利申请号61/890,055和2013年10月11日提交的美国临时专利申请号61/890,059的优先权,它们的公开内容在每种情况下各以全文引用的方式并入本文中。

技术领域

[0003] 本发明涉及一种光致变色光学制品,其包括:光学基材;在该光学基材的表面上上的光致变色层,其中该光致变色层包括光致变色化合物;和在该光致变色层上的保护层,其中该保护层包括基质,该基质包括含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和和可自由基聚合材料的残余物。

[0004] 背景

[0005] 提供良好成像质量同时减少入射光透射入眼睛中的光学制品为多种应用所需,诸如太阳镜、视觉校正眼镜片、平光镜片和时尚镜片,例如非处方和处方镜片、运动眼罩、护面罩、护目镜、面罩、相机镜头、窗、汽车挡风玻璃以及飞机和汽车玻璃窗(transparency),例如T型顶、侧灯和背光灯。

[0006] 响应于电磁辐射(或光化辐射)的某些波长,光致变色材料进行从一种形式或状态至另一形式的转变,其中每一形式具有与其相关的特征性或可识别吸收光谱。通常,在暴露于光化辐射时,许多光致变色材料从对应于光致变色材料的未活化(或发白(bleached),例如基本上无色)状态的封闭形式转变成对应于光致变色材料的活化(或着色)状态的开放形式。在未暴露于光化辐射下,这种光致变色材料可逆地从活化(或着色)状态转变回未活化(或发白)状态。

[0007] 用于光学应用的光致变色塑料制品已成为相当关注的主题。特别地,光致变色塑料镜片是令人感兴趣的,因为它们可提供与玻璃镜片相比重量减轻带来的优点。光致变色光学制品通常呈现无色(例如透明)和着色状态,它们对应于其中含有的光致变色材料的无色和着色状态。光致变色化合物可通过包括将光致变色化合物直接吸取至光学基材中的方法,或通过在光学基材上形成含有光致变色化合物的光致变色涂层来并入光学制品中。

[0008] 包括光致变色涂层的光致变色制品在一些情况下进一步在光致变色涂层上包括诸如保护层的其他层。保护层可用来保护下伏光致变色层免受随后在其上施加的其他层的影响。保护层经常由保护层涂料组合物形成。为形成具有均匀厚度的连续保护层,保护层涂料组合物的黏度通常必须是低的。为将保护层涂料组合物的黏度降低至期望的程度,通常在保护层涂料组合物中包括溶剂。保护层涂料组合物中存在的溶剂的量可具有与之相关的涉及经济成本增加和/或不期望的环境影响的问题。

发明内容

[0009] 根据本发明,提供了一种光致变色光学制品,其包含:(i)光学基材;(ii)在该光学基材的表面上的光致变色层,其中该光致变色层包含光致变色化合物;和(iii)在该光致变色层上的保护层,其中该保护层包含基质,该基质包含含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和和可自由基聚合材料的残余物。

[0010] 根据本发明,进一步提供了一种制备光致变色光学制品的方法,其包括:(a)将可固化光致变色涂料组合物施加在光学基材的表面上,由此在该光学基材的表面上形成可固化光致变色层,其中该可固化光致变色涂料组合物包含光致变色化合物;(b)使该可固化光致变色层至少部分固化,由此在该光学基材的表面上形成至少部分固化的光致变色层;(c)将可固化保护性涂料组合物施加在该至少部分固化的光致变色层上,由此在该至少部分固化的光致变色层上形成可固化保护层,其中该可固化保护性涂料组合物包含含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和和可自由基聚合材料;和(d)使该可固化保护层至少部分固化,由此在该至少部分固化的光致变色层上形成至少部分固化的保护层。

[0011] 在权利要求中具有独特性地(with particularity)指出表征本发明的特征,该权利要求附属于本发明且形成其一部分。将由以下详细说明更充分地了解本发明的这些和其他特征、其操作优点和通过其使用获得的特定目标,在详细说明中展示和描述本发明的非限制性实施方式。

[0012] 附图简述

[0013] 图1为可结合本发明方法的一些实施方式使用的旋转涂布机的代表性透视图;

[0014] 图2为图1旋转涂布机的修改实施方式的代表性平面示意图;以及

[0015] 图3为根据本发明方法制备的光致变色光学制品的代表性横截面示意图。

[0016] 图1至3中,除非另有说明,否则相同符号是指相同的组件、元件和方法步骤,视具体情况而定。

[0017] 详细说明

[0018] 如本文所用的术语“光学”、“光学透明”和类似术语是指当在550纳米下通过例如Haze Gard Plus仪器测量时,指定材料(诸如基材、膜、涂层等)显示出至少4%的光透射值(透射入射光)并显示出低于1%的浊度(诸如低于0.5%的浊度)。

[0019] 如本文所用,术语“光致变色”是指具有响应于至少光化辐射的吸收而变化的针对至少可见光辐射的吸收光谱。此外,如本文所用的术语“光致变色材料”是指适于呈现光致变色特性,即适于具有响应于至少光化辐射的吸收而变化的针对至少可见光辐射的吸收光谱的任何物质。

[0020] 如本文所用的术语“眼用”是指与眼睛和视觉相关或关联。如本文所用的术语“眼用基材”是指诸如镜片的眼用基材。如本文所用的术语“镜片(lens)”和“镜片(lenses)”是指且涵盖至少单独镜片(individual lenses)、成对镜片、部分形成(或半成品)镜片、完全形成(或成品)镜片和镜片坯料。眼用基材、制品或元件的实例包括但不限于校正性和非校正性镜片,包括单视觉或多视觉镜片,其可为分段或未分段多视觉镜片(诸如但不限于双焦镜片、三焦镜片和渐进式镜片),以及用于校正、保护或增强(在化妆上或在其他方面)视觉的其他元件,包括但不限于隐形眼镜、眼内镜片、放大镜、保护性镜片、防护性眼罩和防护屏。

[0021] 如本文所用的术语“透明”诸如与基材、膜、材料和/或涂层结合使用,是指所指示

的基材(诸如涂层、膜和/或材料)具有透射光,但不明显散射,使得处于范围外(lying beyond)的对象明显可观察的特性。

[0022] 如本文所用的术语“涂层”是指得自可流动涂料组合物的支撑膜,其任选地具有均匀厚度且特别排除聚合物型片。相比之下,如本文所用的术语“片”是指具有大体均匀厚度且能够自支撑的预成形膜。片具有两个相对表面,其中其至少一个表面可在其上具有一个或多个层(包括涂覆层)。如本文所用的术语“层”和“膜”各涵盖涂层(诸如涂覆层或涂覆膜)与片,且层可包括分开的层的组合,包括子层和/或覆盖层。根据一些实施方式,且如本文所用的术语“涂布”是指在适当情况下,施加涂料组合物(或材料)至基材以形成涂层(或涂覆层)的过程。

[0023] 如本文所用,术语“基材”是指具有至少一个能够容纳光致变色涂层(例如光致变色聚合物涂层)的表面的制品;即基材具有光致变色涂层可施加到的表面。基材表面的形状的非限制性实施方式可包括圆形、平坦、圆柱形、球形、平面、基本上平面、平凹和/或平凸、曲面(包括但不限于凸面和/或凹面),如用于眼镜片的各种基础曲面所例示。

[0024] 如本文所用的术语“固化”、“固化的”和相关术语是指形成可固化组合物的可聚合和/或可交联组分的至少一部分至少部分聚合和/或交联。根据一些实施方式,交联程度可在完全交联的5%至100%范围内变化。根据一些其他实施方式,交联程度可在完全交联的30%至95%,诸如35%至95%或50%至95%或50%至85%范围内变化。交联程度可在包括所引述值的这些所引述的下限值和上限值的任何组合之间的范围内变化。

[0025] 如本文所用的术语“光化辐射”是指能够引起材料响应,诸如但不限于光致变色材料从一种形式或状态转变成另一形式或状态(如本文中进一步详细论述)或固化诸如涂料组合物的材料的电磁辐射。光化辐射包括波长从紫外(“UV”)光范围、经可见光范围且至红外(IR)范围内变化的电磁辐射。可用于固化本发明中使用的涂料组合物的光化辐射通常具有在150至2,000纳米(nm)范围内的电磁辐射波长,可在180至1,000nm范围内,且也可在200至500nm范围内。适合的紫外光源的实例包括汞弧、碳弧、低压、中压或高压汞灯、漩流等离子体弧和紫外光发射二极管。在一些实施方式中,紫外光发射灯包括具有沿着灯管长度,在每寸200至600瓦(每厘米79至237瓦)范围内的输出的中压汞蒸气灯。在一些实施方式中,在通过使膜在中压汞蒸气灯下穿过以提供每平方厘米湿润膜200至1000毫焦耳的光化辐射暴露而暴露于光化辐射时,涂料组合物的1密耳(25微米)厚的湿润膜可经由其厚度固化至不黏状态。

[0026] 除非以其他方式明确且肯定地限于一种指示物,否则如本文所用的冠词“一个”、“一种”和“该”包括多个指示物。

[0027] 除非另外指明,否则应了解本文所公开的所有范围或比率涵盖任何和所有其中所包含的子范围或子比率。例如,“1至10”的所述范围或比率应视为包括最小值1与最大值10之间(且包括最小值1与最大值10)的任何和所有子范围;即,以最小值1或更大开始且以最大值10或更小结束的所有子范围或子比率,诸如但不限于1至6.1、3.5至7.8和5.5至10。

[0028] 除非另外指明,否则应了解本说明书及权利要求中所用的所有表示尺寸、物理特性等的数字在所有情况下均由术语“约”修饰。

[0029] 如本文所用的术语“无阀”是指不含阀(不包括阀)。

[0030] 如本文所用,可结合本发明方法的一些实施方式使用的旋转涂布机也称为灵活性

(flexible) 旋转涂布机,以用于这样的目的,包括但不限于表明旋转涂布机可提供的关于将多种涂料组合物按可选自多种涂层施加顺序的顺序施加的灵活性。

[0031] 如本文所用的术语“IR”是指红外,诸如红外辐射。

[0032] 如本文所用的术语“UV”是指紫外,诸如紫外辐射。

[0033] 如本文所用的术语“(甲基)丙烯酸酯”和相关术语(诸如“(甲基)丙烯酸的酯”)是指丙烯酸酯和/或甲基丙烯酸酯。如本文所用的术语“(甲基)丙烯酰基”是指丙烯酰基和/或(甲基)丙烯酰基。

[0034] 如本文所用,且除非另外指示,否则分子量值(诸如Mn和Mw值)使用尺寸排阻色谱法,诸如凝胶渗透色谱法,使用适合的标准物,诸如聚苯乙烯标准物来测定。

[0035] 应了解如本文中呈现的本发明的各种实施方式和实施例例示本发明,且不对其进行限制,且对本发明的范围是非限制性的。

[0036] 本发明的光致变色光学制品和方法包括光学基材。可用于本发明的各种实施方式的光学基材的实例包括但不限于平光镜片、处方镜片,其在每种情况下可为成品镜片、未完成镜片或镜片坯料。根据一些其他实施方式,用于本发明的各种实施方式的镜片具有50-85mm的直径,且具有不同的背面曲率(back curvature)(诸如1/2基弧(base)至高达10倍基弧)。供参考,成品镜片为镜片的前和后表面(通常通过研磨和抛光)成形为所期望轮廓的镜片,而半成品镜片仅仅具有一个(例如顶或前)完成表面。成品与未完成镜片经常进行进一步加工,诸如用光致变色材料、硬涂层、着色层、平坦化层(通常分类为提供光学、美观或保护特性的涂层)涂布,以及磨边以配合所期望的形状或其他加工以与框架或支撑结构结合(couple)。

[0037] 在一些实施方式中,本发明的各种实施方式的光学基材可由有机材料、无机材料或其组合(例如复合材料)形成且相应地包括有机材料、无机材料或其组合(例如复合材料)。

[0038] 根据本发明的各种实施方式可用作光学基材的有机材料的实例包括聚合材料,诸如均聚物和共聚物,由美国专利5,962,617和美国专利5,658,501中第15栏第28行至第16栏第17行所公开的单体和单体混合物制备。例如,这种聚合材料可为热塑性或热固性聚合材料,可为透明或光学透明的,且可具有任何所期望的折射率。这种单体和聚合物的实例包括:多元醇(碳酸烯丙酯)单体,例如烯丙基二乙二醇碳酸酯,诸如二乙二醇双(碳酸烯丙酯),该单体由PPG Industries, Inc.以商标CR-39出售;聚脲-聚氨基甲酸酯(聚脲-氨基甲酸酯)聚合物,其例如通过聚氨基甲酸酯预聚物与二胺固化剂的反应制备,一种这样的聚合物的组合物由PPG Industries, Inc.以商标TRIVEX出售;多元醇(甲基)丙烯酰基封端碳酸酯单体;二乙二醇二甲基丙烯酸酯单体;乙氧基化苯酚甲基丙烯酸酯单体;二异丙烯基苯单体;乙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯单体;乙二醇双甲基丙烯酸酯单体;聚(乙二醇)双甲基丙烯酸酯单体;氨基甲酸酯丙烯酸酯单体;聚(乙氧基化双酚A二甲基丙烯酸酯);聚(乙酸乙烯酯);聚(乙烯醇);聚(氯乙烯);聚(偏二氯乙烯);聚乙烯;聚丙烯;聚氨基甲酸酯;聚硫代氨基甲酸酯;热塑性聚碳酸酯,诸如得自双酚A和光气的碳酸酯键联的树脂,一种这样的材料以商标LEXAN出售;聚酯,诸如以商标MYLAR出售的材料;聚(对苯二甲酸乙二醇酯);聚乙烯醇缩丁醛;聚(甲基丙烯酸甲酯),诸如以商标PLEXIGLAS出售的材料,和通过多官能异氰酸酯与聚硫醇或聚环硫化物单体反应,与聚硫醇、多异氰酸酯、多异硫氰酸酯和任选的烯

属不饱和单体或卤化含芳族基乙烯基单体均聚或共聚和/或三聚所制备的聚合物。还涵盖这样的单体的共聚物和所述聚合物和共聚物与例如形成嵌段共聚物或互穿网状产物的其他聚合物的共混物。

[0039] 在本发明的一些实施方式中,光学基材可为眼用基材。适用于形成眼用基材的有机材料的实例包括本领域认可 (art-recognized) 的可用作眼用基材的聚合物,诸如用于制备供光学应用的光学透明铸件 (诸如眼镜片) 的有机光学树脂。

[0040] 在本发明的一些实施方式中可用作光学基材的无机材料的实例包括玻璃、矿物质、陶瓷和金属。在一些实施方式中,光学基材可包括玻璃。在其他实施方式中,光学基材可具有反射表面,例如抛光陶瓷基材、金属基材或矿物质基材。在其他实施方式中,反射涂层或层 (例如金属层,诸如银层) 可沉积或以其他方式施加至无机或有机基材的表面以使其为反射性的或增强其反射性。

[0041] 可用于本发明的各种实施方式的光学基材也可包括未着色、着色、线性偏振、圆偏振、椭圆偏振、光致变色或着色-光致变色基材。如本文所用,关于光学基材,术语“未着色”是指基本上没有着色剂添加 (诸如常规的染料) 且具有响应于光化辐射不显著变化的针对可见光辐射的吸收光谱的光学基材。此外,关于光学基材,术语“着色”是指具有着色剂添加 (诸如常规的染料) 且具有响应于光化辐射不显著变化的针对可见光辐射的吸收光谱的基材。

[0042] 如本文所用,关于光学基材的术语“圆偏振”是指适于使电磁辐射圆偏振的光学基材。如本文所用,关于光学基材的术语“椭圆偏振”是指适于使电磁辐射椭圆偏振的光学基材。此外,如本文所用,关于光学基材的术语“着色-光致变色”是指含有着色剂添加以及光致变色材料且具有响应于至少光化辐射变化的针对可见光辐射的吸收光谱的光学基材。因此,例如,当暴露于光化辐射时,着色-光致变色基材可具有表征着色剂的第一颜色和表征着色剂与光致变色材料的组合的第二颜色。

[0043] 本发明的光致变色制品在光学基材的表面上包括光致变色层。光致变色层包括光致变色化合物。光致变色层可包括单层,或多层,各具有相同或不同的组成,诸如包括相同或不同的光致变色化合物。在一些实施方式中光致变色层由包括光致变色化合物的可固化光致变色涂料组合物形成。

[0044] 光致变色层和相应地可固化光致变色涂料组合物包括至少一种光致变色化合物。可包括在光致变色层和可固化光致变色涂料组合物中的光致变色化合物类别包括但不限于无机光致变色化合物、热可逆吡喃、非热可逆吡喃、热可逆噁嗪、非热可逆噁嗪、热可逆俘精酸酐和/或非热可逆俘精酸酐。

[0045] 可包括在可固化光致变色涂料组合物和光致变色层中的无机光致变色化合物的实例包括但不限于卤化银、卤化镉和/或卤化铜的微晶。无机光致变色材料的其他实例包括但不限于通过添加铈 (II) 和/或铈 (II) 至诸如钠硅玻璃的无机玻璃中所制备的那些。根据一些实施方式,无机光致变色材料可添加至熔融玻璃中且形成颗粒,该颗粒并入光致变色涂料组合物中以形成包含这种颗粒的微粒。玻璃微粒可通过各种本领域认可的方法中的任一种形成。无机光致变色材料的其他实例进一步描述于Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology,第4版,第6卷,第322-325页中。

[0046] 光致变色化合物可选自其且可用于本发明的各种实施方式的热可逆光致变色吡

喃的实例包括但不限于：茛并吡喃；萘并吡喃，例如萘并[1,2-b]吡喃、萘并[2,1-b]吡喃；茛并稠合萘并吡喃，诸如美国专利US5,645,767第2栏第16行至第12栏第57行中所公开的那些；杂环稠合萘并吡喃，诸如美国专利号US5,723,072第2栏第27行至第15栏第55行、US5,698,141第2栏第11行至第19栏第45行、US6,153,126第2栏第26行至第8栏第60行和US6,022,497号第2栏第21行至第11栏第46行中所公开的那些；螺-9-茛并[1,2-b]吡喃；菲并吡喃；喹啉并吡喃；荧蒽并吡喃；螺吡喃，例如螺(茛并吡喃)萘并吡喃、螺(吡喃)茛并吡喃、螺(吡喃)萘并吡喃、螺(吡喃)喹啉并吡喃和螺(吡喃)吡喃。萘并吡喃和相关有机光致变色物质的额外实例描述于例如美国专利US5,658,501第1栏第64行至第13栏第17行。前述美国专利的相关引用部分以引用的方式并入本文中。螺(吡喃)吡喃也描述于文本 Techniques in Chemistry, 第III卷, “Photochromism”, 第3章, Glenn H. Brown, 编辑, John Wiley and Sons, Inc., New York, 1971中。

[0047] 光致变色化合物可选自其且可用于本发明的各种实施方式的热可逆光致变色噻嗪的实例包括但不限于茛并噻嗪、萘并噻嗪和螺噻嗪，例如螺(吡喃)萘并噻嗪、螺(吡喃)吡喃并茛并噻嗪、螺(茛并吡喃)吡喃并茛并噻嗪、螺(茛并吡喃)萘并噻嗪、螺(吡喃)茛并噻嗪、螺(吡喃)荧蒽并噻嗪和螺(吡喃)喹啉并噻嗪。

[0048] 光致变色化合物可选自其且可用于本发明的各种实施方式的热可逆光致变色俘精酸酐的实例包括但不限于：俘精酰亚胺，诸如3-呋喃基和3-噻吩基俘精酰亚胺；俘精酸酐，诸如3-呋喃基和3-噻吩基俘精酸酐，公开于美国专利4,931,220第2栏第51行至第10栏第7行中，和任何前述光致变色材料/化合物的混合物。可用于本发明的各种实施方式的其他非热可逆光致变色化合物的实例包括但不限于美国专利申请公开2005/0004361第[0314]段至第[0317]段中所公开的光致变色化合物。

[0049] 在一些实施方式中，可固化光致变色涂料组合物和光致变色层包括选自以下的光致变色化合物：茛并稠合萘并吡喃、萘并[1,2-b]吡喃、萘并[2,1-b]吡喃、螺茛并[1,2-b]吡喃、菲并吡喃、喹啉并吡喃、荧蒽并吡喃、螺吡喃、茛并噻嗪、萘并噻嗪、螺(吡喃)萘并噻嗪、螺(吡喃)吡喃并茛并噻嗪、螺(吡喃)荧蒽并噻嗪、螺(吡喃)喹啉并噻嗪、俘精酸酐、俘精酰亚胺、二芳基乙烯、二芳基烷基乙烯、二芳基烯基乙烯及其两种或更多种的组合。

[0050] 光致变色化合物以至少足够提供具有期望水平光致变色特性的光致变色光学制品的量(其在一些实施方式中称作光致变色量)存在于光致变色层中。在一些实施方式中，存在于光致变色涂层中的光致变色化合物的量为基于光致变色涂覆层的总重量计0.01重量%至40重量%。根据一些其他实施方式，存在于可固化光致变色涂料组合物中的光致变色化合物的量为基于可固化光致变色涂料组合物的固体重量计0.01重量%至40重量%。

[0051] 在一些本发明的实施方式中，光致变色层由可固化光致变色涂料组合物形成。在一些实施方式中，可固化光致变色涂料组合物包括：可固化树脂组分；光致变色化合物；任选的有机溶剂；以和任选的一种或多种添加剂。根据本发明的一些实施方式，所施加的可固化光致变色涂料组合物和相应地可固化光致变色层可通过暴露于例如以下来固化：环境温度，诸如在两组分涂料组合物的情况下；升高的温度(例如80℃至150℃，持续5至60分钟)，诸如在热固化涂料组合物的情况下；或光化辐射，诸如在紫外光可固化涂料组合物的情况下。

[0052] 根据一些实施方式，所得(或至少部分固化的)光致变色层(由可固化光致变色层

的至少部分固化产生)包括有机基质,该有机基质包括:(i)选自聚(甲基)丙烯酸酯、聚醚、聚硫醚、聚酯、聚酰胺、聚氨基甲酸酯、聚硫代氨基甲酸酯、聚乙烯基类物质(polyvinyl)、聚烯烃及其组合的聚合物;以及(ii)选自醚连接基、硫化物连接基、羧酸酯连接基、碳酸酯连接基(例如 $-O-C(O)-O-$)、氨基甲酸酯连接基(例如 $-N(H)-C(O)-O-$)、硫代氨基甲酸酯连接基(例如 $-N(H)-C(O)-S-$)、硅氧烷连接基、碳碳连接基及其组合的多种交联连接基。在一些实施方式中,在至少部分固化的光致变色层的有机基质中通过自由基反应或自由基聚合,诸如在光化辐射可固化涂料组合物的情况下形成碳碳连接基。

[0053] 在本发明的一些实施方式中,光致变色层包括含有氨基甲酸酯连接基(例如 $-N(H)-C(O)-O-$)的基质。相应地且根据本发明的一些其他实施方式,可固化光致变色涂料组合物包括引起包括氨基甲酸酯连接基的基质形成的材料(或反应物)。在一些实施方式中,氨基甲酸酯连接基由羟基($-OH$)与异氰酸酯基($-NCO$)的反应产生。在一些实施方式中,羟基可存在于一种或多种聚合物上,包括本文中先前描述的聚合物,诸如(甲基)丙烯酸酯聚合物。在一些实施方式中,异氰酸酯基可存在于多异氰酸酯交联剂上,包括如本文中进一步描述的那些。

[0054] 根据一些其他实施方式,可固化光致变色涂料组合物包括:具有选自羟基、硫醇、伯胺、仲胺及其组合的活性氢官能度的(甲基)丙烯酸酯共聚物;任选的不同于(甲基)丙烯酸酯共聚物的多元醇;多异氰酸酯,诸如二异氰酸酯和/或三异氰酸酯,各任选地用诸如3,5-二甲基吡唑的适合的封端或离去基封端;一种或多种有机溶剂,如本文中进一步描述;以和任选的一种或多种添加剂,包括但不限于黏着促进剂、偶合剂、紫外光吸收剂、热稳定剂、催化剂、自由基清除剂、塑化剂、流动添加剂和/或静态染色剂(tint)或静态染料(即不光致变色的染色剂或染料)。

[0055] 可制备可固化光致变色涂料组合物的活性氢官能(甲基)丙烯酸酯共聚物的(甲基)丙烯酸酯单体的实例包括但不限于 C_1-C_{20} (甲基)丙烯酸酯、具有选自羟基、硫醇、伯胺和仲胺的至少一种活性氢基的 C_1-C_{20} (甲基)丙烯酸酯。(甲基)丙烯酸酯的 C_1-C_{20} 基团可选自例如 C_1-C_{20} 线性烷基、 C_3-C_{20} 支化烷基、 C_3-C_{20} 环烷基、 C_3-C_{20} 稠环多环烷基、 C_5-C_{20} 芳基和 $C_{10}-C_{20}$ 稠环芳基。

[0056] 可存在于可固化光致变色涂料组合物中的多元醇包括但不限于丙三醇、三羟甲基丙烷、三羟甲基乙烷、三羟基乙基异氰尿酸酯、季戊四醇、乙二醇、丙二醇、1,3-丙二醇、丁二醇、庚二醇、己二醇、辛二醇、4,4'-(丙-2,2-二基)二环己醇、4,4'-亚甲基二环己醇、新戊二醇、2,2,3-三甲基戊-1,3-二醇、1,4-二羟甲基环己烷、2,2,4-三甲基戊二醇、4,4'-(丙-2,2-二基)二酚和4,4'-亚甲基二酚。在一些其他实施方式中,可存在于可固化光致变色涂料组合物中的多元醇包括但不限于数均分子量为500至3500或650至2500或650至1500或850至1200或850至1000的多元醇,诸如但不限于聚醚多元醇和/或聚碳酸酯多元醇。制备光致变色涂层的可固化光致变色涂料组合物中可使用的额外多元醇包括但不限于本领域认可的材料,诸如聚醚多元醇和聚碳酸酯多元醇,描述于美国专利号7,465,414第15栏第22行至第16栏第62行中,其公开内容以引用的方式并入本文中。

[0057] 根据一些其他实施方式,可存在于可固化光致变色涂料组合物中的多元醇包括但不限于在其主链内具有碳酸酯基的一种或多种高分子量聚碳酸酯多元醇。在一些实施方式中,这种高分子量聚碳酸酯多元醇为高分子量聚碳酸酯二醇。在一些额外实施方式中,高分

子量聚碳酸酯多元醇在主链中进一步包括一种或多种选自酯连接基、醚连接基、酰胺连接基和/或氨基甲酸酯连接基的连接基。在一些实施方式中,高分子量聚碳酸酯多元醇具有至少5000克/摩尔或至少6000克/摩尔或至少8000克/摩尔的Mn值。在一些实施方式中,高分子量聚碳酸酯多元醇具有小于或等于20,000克/摩尔或小于或等于15,000克/摩尔或小于或等于10,000克/摩尔的Mn值。根据一些其他实施方式,高分子量聚碳酸酯多元醇具有在上述上限与下限值的任何组合之间的范围内的Mn值,诸如5000至20,000克/摩尔或6000至15,000克/摩尔或8000至10,000克/摩尔。在一些实施方式中,聚碳酸酯多元醇具有小于或等于2.0或小于或等于1.5或小于或等于1.3的PDI值。

[0058] 在一些实施方式中,高分子量聚碳酸酯多元醇通过本领域认可的分离方法制备,该方法包括从由低和高分子量聚碳酸酯多元醇的混合物构成的进料聚碳酸酯多元醇分离聚碳酸酯多元醇的高分子量级分。在一些实施方式中,高分子量聚碳酸酯多元醇如下获得:通过用诸如甲醇的适合溶剂连续洗涤进料聚碳酸酯多元醇,在各连续洗涤之间移除低分子量级分,直至获得具有期望高(或增加)的分子量(诸如Mn值为至少5000克/摩尔),和期望低(或降低)的PDI值(诸如小于或等于1.5)的产物聚碳酸酯多元醇。在一些实施方式中,从进料脂族聚碳酸酯多元醇分离高分子量聚碳酸酯多元醇。在一些实施方式中,分离出高分子量聚碳酸酯多元醇的市售进料脂族聚碳酸酯多元醇的实例包括但不限于:PC-1122聚碳酸酯多元醇,其商购自Stahl USA;ETERACOLL™ PH-200D、PH-200和UH-200聚碳酸酯多元醇,其商购自Ube Chemical;DURANOL™ T5652聚碳酸酯多元醇,其商购自Asahi-KASEI;和/或RAVECARB™ 107聚碳酸酯多元醇,其商购自Enichem。

[0059] 可存在于可固化光致变色涂料组合物中的高分子量聚碳酸酯多元醇包括但不限于进一步详细描述于美国专利申请公开号US2012/0212840A1的第[0041]-[0047]段和第[0102]-[0114]段中的那些,其引用公开内容以引用的方式并入本文中。

[0060] 可存在于制备(或形成)光致变色层的可固化光致变色涂料组合物中的多官能异氰酸酯(或多异氰酸酯)包括但不限于脂族、芳族、环脂族和杂环多异氰酸酯和这样的多异氰酸酯的混合物。可存在于可固化光致变色涂料组合物中的多异氰酸酯的实例包括但不限于:甲苯-2,4-二异氰酸酯;甲苯-2,6-二异氰酸酯;二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯;二苯基甲烷-2,4'-二异氰酸酯;对亚苯基二异氰酸酯;联二苯二异氰酸酯;3,3'-二甲基-4,4'-二亚苯基二异氰酸酯;四亚甲基-1,4-二异氰酸酯;六亚甲基-1,6-二异氰酸酯;2,2,4-三甲基己烷-1,6-二异氰酸酯;赖氨酸甲基酯二异氰酸酯;双(异氰酸基乙基)反丁烯二酸酯;异佛尔酮二异氰酸酯;亚乙基二异氰酸酯;十二烷-1,12-二异氰酸酯;环丁烷-1,3-二异氰酸酯;环己烷-1,3-二异氰酸酯;环己烷-1,4-二异氰酸酯;甲基环己基二异氰酸酯;六氢甲苯-2,4-二异氰酸酯;六氢甲苯-2,6-二异氰酸酯;六氢亚苯基-1,3-二异氰酸酯;六氢亚苯基-1,4-二异氰酸酯;全氢二苯基甲烷-2,4'-二异氰酸酯;全氢二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯;含有异氰尿酸酯基、尿丁啶基(uretidino)、缩二脲或脲基甲酸酯连接基的这样的二异氰酸酯的二聚体和三聚体(诸如异佛尔酮二异氰酸酯的三聚体);以及其两种或更多种的混合物和/或组合。可存在于可固化光致变色涂料组合物中的多异氰酸酯的其他实例包括但不限于美国专利号7,465,414第16栏第63行至第17栏第38行中所描述的那些,其公开内容以引用的方式并入本文中。

[0061] 制备(或形成)光致变色层的可固化光致变色涂料组合物中可使用的催化氨基甲

酸酯连接基形成的催化剂包括但不限于本领域认可的材料,诸如有机酸的一种或多种亚锡盐,其实例包括但不限于辛酸亚锡、二月桂酸二丁锡、二乙酸二丁锡、硫醇二丁锡、二顺丁烯二酸二丁锡、二乙酸二甲锡、二月桂酸二甲锡和1,4-二氮杂双环[2.2.2]辛烷。催化剂的额外类别包括但不限于有机酸的铋盐,诸如2-乙基己酸铋和基于锌的催化剂。在一些实施方式中,催化剂以至少足以在采用的特定固化条件下催化氨基甲酸酯连接基形成的量存在于可固化光致变色涂料组合物中。在一些实施方式中,催化剂为有机酸的亚锡盐,其以每100份形成聚氨基甲酸酯的组分0.0005-0.02份的量存在。在一些实施方式中,可与可固化聚氨基甲酸酯涂料组合物(本发明方法的可固化光致变色涂料组合物可选自其)一起使用的诸如多元醇、多异氰酸酯和催化剂的组分的其他非限制性实例描述于US4,889,413和US6,187,444B1中。

[0062] 可固化光致变色涂料组合物可进一步包括至少一种添加剂,该至少一种添加剂在一些实施方式中,能够促进可固化光致变色涂料组合物和所得光致变色层的加工、特性或性能中的一种或多种。这样的添加剂的非限制性实例包括静态染料、光引发剂、热引发剂、聚合抑制剂、光稳定剂(诸如但不限于紫外光吸收剂和光稳定剂,诸如受阻胺光稳定剂(HALS))、热稳定剂(诸如但不限于受阻酚)、脱模剂、流变控制剂、流平剂(诸如但不限于表面活性剂)、自由基清除剂和黏着促进剂(诸如己二醇二丙烯酸酯和偶合剂)。

[0063] 可存在于可固化光致变色涂料组合物和所得光致变色层中的静态染料(即不光致变色的染色剂或染料)的实例包括但不限于本领域认可的能够赋予光致变色涂层所期望的颜色或其他光学性质的静态有机染料。可存在于可固化光致变色涂料组合物和光致变色层中的静态染料的实例包括但不限于偶氮染料、蒽醌染料、咕吨染料、吡嗪类(azime)染料、碘、碘化物盐、多偶氮染料、芪染料、吡唑啉酮染料、三苯基甲烷染料、喹啉染料、噁嗪染料、噻嗪染料、多烯染料及其混合物和/或组合。在一些实施方式中,蒽醌染料(固定染料可选自其)的实例包括但不限于1,4-二羟基-9,10-蒽二酮(CAS注册号81-64-1)、1,4-双(4-甲基苯基)氨基-9,10-蒽二酮(CAS注册号128-80-3)、1,4-双(2-溴-4,6-二甲基苯基)氨基-9,10-蒽二酮(CAS注册号18038-98-8)及其混合物。

[0064] 在一些实施方式中,可固化光致变色涂料组合物可包括一种或多种溶剂。溶剂的实例包括但不限于以下:丙二醇单甲醚乙酸酯及其衍生物(以DOWANOL溶剂出售)、丙酮、丙酸戊酯、苯甲醚、苯、乙酸丁酯、环己烷、乙二醇的二烷基醚(例如二乙二醇二甲醚及其衍生物(以CELLOSOLVE溶剂出售))、二乙二醇二苯甲酸酯、二甲亚砜、二甲基甲酰胺、二甲氧基苯、乙酸乙酯、异丙醇、甲基环己酮、环戊酮、甲基乙基酮、甲基异丁基酮、丙酸甲酯、碳酸丙烯酯、四氢呋喃、甲苯、二甲苯、2-甲氧基乙基醚、3-丙二醇甲基醚及其混合物。在一些实施方式中,溶剂可以在每种情况下基于可固化光致变色涂料组合物的总重量计1重量%至95重量%,或10重量%至75重量%,或25重量%至60重量%的量存在于可固化光致变色涂料组合物中。

[0065] 可固化光致变色涂料组合物可根据一种或多种本领域认可的施加方法施加在光学基材上。在一些实施方式中,可固化光致变色涂料组合物通过选自喷涂法、幕涂法、浸渍(或浸没)涂布法、旋转涂布法、刮(或刮擦(draw-down))刀涂覆法和这样的施加方法中的两种或更多种的组合的施加方法施加在光学基材上。

[0066] 可为至少部分固化的光致变色层的光致变色层可具有任何适合的厚度,条件为其

向光致变色制品提供所期望水平的光致变色特性。在一些实施方式中,光致变色层具有0.5微米至20微米,诸如1至10微米,或2至8微米,或3至5微米的厚度,包括所叙述的值。

[0067] 本发明的光致变色光学制品在光致变色层上进一步包括保护层。保护层可包括单层,或多层,各自具有相同或不同的组成。保护层包括基质,该基质包括含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料的残余物。在一些实施方式中,保护层由包括含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料的可固化保护性涂料组合物形成。

[0068] 含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料可选自本领域认可的单体、低聚和/或聚合材料,诸如氨基甲酸酯,各自具有至少一个或至少两个或至少三个烯属不饱和可自由基聚合基团。含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料可根据本领域认可的方法制备。

[0069] 在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料由例如以下制备:(i)脂族和/或芳族多官能异氰酸酯,诸如二异氰酸酯;以及(ii)选自单官能脂族和/或芳族醇和/或多官能醇(诸如双官能脂族和/或芳族醇)的脂族和/或芳族羟基官能材料。在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料包括两摩尔六亚甲基二异氰酸酯与脂族和/或芳族单官能醇的反应产物的残余物。残余物的单官能醇可包括至少一种烯属不饱和可自由基聚合基团。此外或备选地,残余物的异氰酸酯基可与具有至少一种烯属不饱和可自由基聚合基团的羟基官能材料反应。

[0070] 在一些其他实施方式中,根据本领域认可的方法,由含有异氰酸酯二聚体(uretdione)基团的一种或多种化合物和含有烯属不饱和可自由基聚合基团的一种或多种羟基官能化合物制备含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料,诸如美国专利号7,902,315、7,960,446B2和8,604,097B2中所描述,其公开内容以全文引用的方式并入本文中。

[0071] 根据一些其他实施方式,根据本领域认可的方法,由一种或多种多异氰酸酯(诸如一种或多种二异氰酸酯)的加合物制备含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料,诸如美国专利号7,294,656中所描述,其公开内容以全文引用的方式并入本文中。

[0072] 含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料中脲基甲酸酯基的含量不受限制。在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料中脲基甲酸酯基的含量(计算为 $C_2N_2H_3O_3=101$ 克/摩尔)在每种情况下基于含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料的总重量计为至少1重量%,或至少2重量%,且小于或等于50重量%,或小于或等于40重量%,或小于或等于35重量%,或小于或等于30重量%,或小于或等于25重量%。含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料中脲基甲酸酯基的含量可在这些上限和下限值的任何组合之间的范围内,包括所叙述的值。

[0073] 含有至少一个脲基甲酸酯基的材料的烯属不饱和可自由基聚合基团可选自一种或多种本领域认可的在暴露于升高的温度和/或光化辐射(诸如UV辐射)下可自由基聚合的基团。在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的材料的烯属不饱和可自由基聚合基团选自(甲基)丙烯酸酯基、乙烯基、乙烯基-芳族基、烯基(olefinic group)和/或烯丙

基。在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的材料的烯属不饱和可自由基聚合基团选自(甲基)丙烯酸酯基和/或烯丙基。

[0074] 如本文所用,“烯丙基”和相关术语,诸如“烯丙基的”是指经取代和/或未经取代的烯丙基,诸如由下式(A)表示,



[0076] 关于式(A), R^d 为氢、卤素或 C_1 至 C_4 烷基。在一些实施方式中, R^d 为氢或甲基,且因此式(A)表示未经取代的(甲基)烯丙基。

[0077] 含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料可具有任何适合的分子量。在一些实施方式中,含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料具有至少500克/摩尔或至少1000克/摩尔且小于或等于20,000克/摩尔或小于或等于15,000克/摩尔或小于或等于10,000克/摩尔或小于或等于8,000克/摩尔或小于或等于7,000克/摩尔的分子量,诸如 Mn 。含有至少一个脲基甲酸酯基的烯属不饱和可自由基聚合材料的分子量可在这些上限和下限值的任何组合之间的范围内,包括所叙述的 Mn 值。

[0078] 在一些实施方式中,保护层的基质可进一步包括不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料的残余物。在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物相应地可进一步包括不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料。在一些实施方式中,第二烯属不饱和可自由基聚合材料可包括选自(甲基)丙烯酸酯基、乙烯基、乙烯基-芳族基、烯基和/或烯丙基的烯属不饱和可自由基聚合基团。

[0079] 不含脲基甲酸酯基且可包括在可固化保护性涂料组合物中的第二烯属不饱和可自由基聚合材料的实例包括但不限于: C_1 - C_{20} 直链、支化或环状(甲基)丙烯酸烷基酯单体;烯丙基单体;双(碳酸烯丙酯)单体,诸如多元醇(碳酸烯丙酯)单体,诸如聚亚烷基二醇双(碳酸烯丙酯)单体、二乙二醇双(碳酸烯丙酯)单体、双酚A双(碳酸烯丙酯)单体和烷氧基化双酚A双(碳酸烯丙酯)单体;多官能(甲基)丙烯酸酯单体,诸如亚烷基二醇双(甲基)丙烯酸酯单体、聚亚烷基二醇双(甲基)丙烯酸酯单体、三羟甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯单体、烷氧基化三羟甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯单体、聚烷氧基化三羟甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯单体、季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、烷氧基化季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、烷氧基化季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、聚烷氧基化季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、聚烷氧基化季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇六(甲基)丙烯酸酯、烷氧基化二季戊四醇六(甲基)丙烯酸酯和聚烷氧基化二季戊四醇六(甲基)丙烯酸酯;乙烯基芳族单体,诸如苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、对氯甲基苯乙烯、二乙烯基苯、乙烯基萘和二乙烯基萘;羧酸的乙烯酯,诸如乙酸乙烯酯、丁酸乙烯酯、3,4-二甲氧基苯甲酸乙烯酯和苯甲酸乙烯酯;烯炔单体,诸如丙烯、1-丁烯、1,3-丁二烯、异丁烯和二异丁烯;以及其他烯属不饱和可自由基聚合单体,诸如环状酸酐(诸如顺丁烯二酸酐、1-环戊烯-1,2-二羧酸酐和衣康酸酐)、不饱和但不具有 α,β -烯属不饱和的酸的酯(诸如十一碳烯酸的甲酯)和烯属不饱和二元酸的二酯(诸如顺丁烯二酸二乙酯)。

[0080] 不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料可选自的烯丙基单体的实例包括但不限于(甲基)烯丙醇;(甲基)烯丙醚,诸如甲基(甲基)烯丙醚;羧酸的烯丙酯,诸如乙酸(甲基)烯丙酯、丁酸(甲基)烯丙酯、3,4-二甲氧基苯甲酸(甲基)烯丙酯和苯甲酸(甲基)烯丙酯。

[0081] 不含脲基甲酸酯基的第二烯属不饱和可自由基聚合材料可选自的C₁-C₂₀直链、支化或环状(甲基)丙烯酸烷基酯单体的实例包括但不限于(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸丙酯、(甲基)丙烯酸异丙酯、(甲基)丙烯酸丁酯、(甲基)丙烯酸异丁酯、(甲基)丙烯酸叔丁酯、(甲基)丙烯酸2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸月桂基酯、(甲基)丙烯酸异冰片基酯、(甲基)丙烯酸环己酯和(甲基)丙烯酸3,3,5-三甲基环己酯。

[0082] 在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物可进一步包括能够引发其组分的烯属不饱和基团和之间的自由基聚合的引发剂。引发剂可为热引发剂和/或光化辐射活化引发剂。在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物包括热活化的自由基引发剂。“热活化”是指自由基引发剂在升高的温度下,诸如在超过环境室温,诸如超过25℃的温度下变得有活性。

[0083] 在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物的热活化的自由基引发剂可选自有机过氧基化合物、偶氮二(有机腈)化合物、N-酰氧基胺化合物、O-亚氨基-异脲化合物及其两种或更多种的组合。

[0084] 可用作热聚合引发剂的有机过氧基化合物的实例包括但不限于:过氧单碳酸酯,诸如叔丁基过氧基2-乙基己基碳酸酯和叔丁基过氧基异丙基碳酸酯;过氧化缩酮,诸如1,1-二-(叔丁基过氧基)-3,3,5-三甲基环己烷;过氧二碳酸酯,诸如二(2-乙基己基)过氧二碳酸酯、二(仲丁基)过氧二碳酸酯和二异丙基过氧二碳酸酯;过氧化二酰基,诸如过氧化2,4-二氯苯甲酰基、过氧化异丁酰基、过氧化癸酰基、过氧化十二烷基、过氧化丙酰基、过氧化乙酰基、过氧化苯甲酰基、过氧化对氯苯甲酰基;过氧化酯,诸如叔丁基过氧化新戊酸酯、叔丁基过氧化辛酸酯和叔丁基过氧化异丁酸酯;过氧化甲基乙基酮和过氧化乙酰基环己烷磺酰基。在一些实施方式中,过氧化物(自由基引发剂可选自其)的其他实例包括但不限于2,5-二甲基-2,5-二(2-乙基己基过氧基)己烷和/或1,1-双(叔丁基过氧基)-3,3,5-三甲基环己烷。

[0085] 可用作可固化保护性涂料组合物中的热聚合引发剂的偶氮二(有机腈)化合物的实例包括但不限于偶氮二(异丁腈)、2,2'-偶氮二(2-甲基-丁腈)和/或偶氮二(2,4-二甲基戊腈)。

[0086] 在一些其他实施方式中,热活化的自由基引发剂选自1-乙酰氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶和/或1,3-二环己基-O-(N-亚环己基氨基)-异脲。

[0087] 在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物包括通过暴露于诸如UV辐射和/或可见光的光化辐射而活化的自由基引发剂。在一些实施方式中,这种光化辐射可活化的自由基引发剂一般称为光引发剂。

[0088] 可存在于可固化保护性涂料组合物中的光引发剂的非限制性实例包括但不限于裂解型光引发剂和提取型光引发剂。裂解型光引发剂的非限制性实例包括苯乙酮、 α -氨基烷基酰苯(α -aminoalkylphenone)、安息香醚、苯甲酰基肟、酰基膦氧化物和双酰基膦氧化物或这样的引发剂的混合物。这样的光引发剂的一个商业实例为**DAROCURE®**4265,其可获自Ciba Chemicals, Inc.。提取型光引发剂的非限制性实例包括二苯甲酮、米歇酮(Michler's ketone)、噻吨酮、葱醌、樟脑醌、荧光酮、香豆素酮(ketocoumarin)或这样的引发剂的混合物。

[0089] 可存在于可固化保护性涂料组合物中的光引发剂的另一非限制性实例为可见光

光引发剂。适合的可见光光引发剂的实例包括但不限于苯偶酰、安息香、安息香甲基醚、安息香异丁基醚苯并苯酚、苯乙酮、二苯甲酮、4,4'-二氯二苯甲酮、4,4'-双(N,N'-二甲氨基)二苯甲酮、二乙氧基苯乙酮、荧光酮(例如可获自Spectra Group Limited的H-Nu系列引发剂)、2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮、1-羟基环己基苯基酮、2-异丙基噻吨酮、 α -氨基烷基酰苯(例如2-苄基-2-二甲氨基-1-(4-吗啉基苯基)-1-丁酮)、酰基膦氧化物(例如2,6-二甲苯基苯甲酰基二苯基膦氧化物、2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基膦氧化物、2,6-二氯苯甲酰基二苯基膦氧化物和2,6-二甲氧基苯甲酰基二苯基膦氧化物)、双酰基膦氧化物(例如双(2,6-二甲氧基苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基膦氧化物、双(2,6-二甲基苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基膦氧化物、双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基膦氧化物和双(2,6-二氯苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基膦氧化物)、六氟锑酸苯基-4-辛基氧基苯基碘鎓、六氟锑酸十二烷基二苯基碘鎓、六氟锑酸(4-(2-十四醇)氧基苯基)碘鎓及其混合物。光引发剂的其他实例阐述于美国专利6,602,603的第12栏第11行至第13栏第21行,其具体地以引用的方式并入本文中。

[0090] 在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物可进一步包括一种或多种添加剂,该一种或多种添加剂可选自如本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述的那些类别和实例中的一种或多种。在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物包括聚合抑制剂。聚合抑制剂的实例包括但不限于:硝基苯、1,3,5-三硝基苯、对苯醌、四氯苯醌、DPPH、FeCl₃、CuCl₂、氧、硫、苯胺、苯酚、对二羟基苯、1,2,3-三羟基苯和2,4,6-三甲基苯酚。

[0091] 在一些实施方式中,保护层的基质进一步包括氨基塑料材料的残余物。相应地且在一些实施方式中,可固化保护性涂料组合物进一步包括氨基塑料材料(或树脂)。氨基塑料树脂通常为胺或酰胺与醛的缩合产物。可用于制备氨基塑料树脂的胺或酰胺的实例包括但不限于三聚氰胺、苯并胍胺、甘脲、脲和类似化合物。在一些实施方式中,氨基塑料树脂具有至少两个反应性基团。

[0092] 通常,制备氨基塑料材料的醛为甲醛,不过产物可由诸如乙醛、巴豆醛、苯甲醛和糠醛的其他醛制备。缩合产物通常含有羟甲基或类似的羟烷基(alkylol)基团,取决于采用的特定的醛。这些羟烷基基团可通过与醇反应而醚化。可用于醚化的醇的实例包括但不限于含有1至6个碳原子的一元醇,诸如甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、戊醇和己醇。在一些实施方式中,含有1至4个碳原子的醇用于醚化。

[0093] 可用于本发明的各种实施方式的氨基塑料材料(或树脂)包括可从American Cyanamid Co.以商标CYMEL和/或自Monsanto Chemical Co.以商标RESIMENE购得的氨基塑料材料。在一些实施方式中,用于本发明的实施方式的氨基塑料树脂为在诸如CYMEL345、350和/或370树脂和/或RESIMENE 718树脂的产品中发现的烷基化三聚氰胺-甲醛缩合物。在一些其他实施方式中,其他胺和酰胺的缩合产物也可用于本发明的各种实施方式,诸如三嗪、二嗪、三唑、胍、胍胺和这样的化合物经烷基和芳基取代的衍生物(包括经烷基和芳基取代的三聚氰胺)的醛缩合物。这样的化合物的一些实例包括但不限于N,N'-二甲基脲、苯并脲、双氰胺、甲酰胍胺、乙酰胍胺、氰尿二酰胺、2-氯-4,6-二氨基-1,3,5-三嗪、6-甲基-2,4-二氨基-1,3,5-三嗪、3,5-二氨基三唑、三氨基嘧啶、2-巯基-4,6-二氨基-嘧啶、3,4,6-三(乙基氨基)-1,3,5-三嗪、三(烷氧基羰基氨基)三嗪等。

[0094] 在一些实施方式中,氨基塑料材料基于可固化保护性涂料组合物的固体重量计至

少1重量%，或至少5重量%，且小于或等于40重量%，或小于或等于30重量%，或小于或等于25重量%，或小于或等于20重量%的量存在于可固化保护性涂料组合物中。

[0095] 在一些实施方式中，可固化保护性涂料组合物包括氨基塑料材料，且可固化保护性涂料组合物通过暴露于光化辐射和任选的热能（诸如升高的温度）而可固化。额外和任选的热固化步骤可在光化辐射固化步骤之前、与其同时和/或在其之后进行。在一些实施方式中，额外和任选的热固化步骤可在光化辐射固化步骤完成之后进行。

[0096] 根据一些实施方式，可固化保护性涂料组合物包括氨基塑料材料，且不含具有与氨基塑料材料有反应性的官能团（诸如羟基）的材料。

[0097] 在本发明的一些实施方式中，保护层的基质和相应地可固化保护性涂料组合物各不含光致变色化合物。

[0098] 在一些实施方式中，可固化保护性涂料组合物可包括一种或多种溶剂，该一种或多种溶剂可选自如本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述的那些溶剂类别和实例。在一些实施方式中，任选的溶剂可以任何适合的量，诸如但不限于如本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述的那些量和范围，存在于可固化保护性涂料组合物中。

[0099] 在一些实施方式中，可固化保护性涂料组合物具有基于可固化保护性涂料组合物的总重量计95重量%至100重量%的固体含量。如本文关于可固化保护性涂料组合物所用的术语“固体含量”是指非挥发性，诸如保持在所得固化保护性涂层中，且不包括溶剂的可固化保护性涂料组合物的那些组分。在一些实施方式中，可固化保护性涂料组合物具有基于可固化保护性涂料组合物的总重量计0重量%至5重量%的溶剂含量。

[0100] 保护层可具有任何适合的厚度。在一些实施方式中，保护层具有0.5微米至20微米，诸如1至10微米，或2至8微米，或3至5微米的厚度，包括所叙述的值。

[0101] 出于非限制性说明的目的并参考附图的图3，描绘根据本发明的代表性光致变色光学制品7，其包括在光学基材52上且与其呈邻接关系的光致变色层54。光致变色光学制品7进一步包括保护层56，其在光致变色层54上且与其呈邻接关系。一个或多个任选的其它层（未显示）可 (i) 插入光学基材52与光致变色层54之间；和/或 (ii) 插入光致变色层54与保护层56之间；和/或 (iii) 在保护层56上。

[0102] 在一些实施方式中，光致变色光学制品为光致变色眼用制品。眼用制品或元件的非限制性实例包括但不限于本文中先前描述的那些，诸如校正性和非校正性镜片，包括单视觉或多视觉镜片，其可为分段或未分段多视觉镜片（诸如但不限于双焦镜片、三焦镜片和渐进式镜片），以及用于校正、保护或增强（在化妆上或在其他方面）视觉的其他元件，包括但不限于隐形眼镜、眼内镜片、放大镜和保护性镜片或面罩。

[0103] 根据一些实施方式，光致变色光学制品在保护层上进一步包括硬涂层。在一些实施方式中，通过将可固化硬涂层涂料组合物施加在至少部分固化的保护层上来形成硬涂层。

[0104] 各硬涂层可包括单层，或多层，各具有相同或不同的组成。由任选的可固化硬涂层涂料组合物形成的任选的硬涂层可选自包括有机硅烷的耐磨涂层、包括辐射固化的基于丙烯酸酯的薄膜的耐磨涂层、基于诸如二氧化硅、二氧化钛和/或氧化锆的无机材料的耐磨涂层、紫外光可固化类型的有机耐磨涂层、氧气阻隔涂层、UV屏蔽涂层及其组合。在一些实施方式中，任选的硬涂覆层为包括辐射固化的基于丙烯酸酯的薄膜的第一涂层和包括有机硅

烷的第二涂层的硬涂覆层。市售硬涂层产品的非限制性实例包括可商购自SDC Coatings, Inc.的**SILVUE®**124涂层和可商购自PPG Industries, Inc.的**HI-GARD®**涂层。

[0105] 任选的硬涂层可选自本领域认可的硬涂层材料,诸如有机硅烷耐磨涂层。有机硅烷耐磨涂层经常称为硬涂层或基于硅酮的硬涂层,为本领域中所熟知,且可商购自多家制造商,诸如SDC Coatings, Inc.和PPG Industries, Inc.。参考美国专利号4,756,973第5栏第1-45行;以及美国专利号5,462,806第1栏第58行至第2栏第8行和第3栏第52行至第5栏第50行,其公开内容描述有机硅烷硬涂层和其公开内容以引用的方式并入本文中。关于有机硅烷硬涂层的公开内容,也参考美国专利号4,731,264、5,134,191、5,231,156和国际专利公开W094/20581,其公开内容也以引用的方式并入本文中。硬涂覆层可通过如本文中先前关于光致变色涂层所描述的那些涂布方法,诸如旋转涂布来施加。

[0106] 可用于形成任选的硬涂覆层的其他可固化硬涂层组合物包括但不限于可固化多官能丙烯酸类硬涂层组合物、可固化的基于三聚氰胺的硬涂层组合物、可固化的基于氨基甲酸酯的硬涂层组合物、可固化的基于醇酸树脂的硬涂层组合物、可固化的基于二氧化硅溶胶的硬涂层组合物和其他有机或无机/有机混合硬涂层组合物。

[0107] 在一些实施方式中,任选的可固化硬涂层组合物选自本领域认可的可固化有机硅烷型硬涂层组合物。有机硅烷型硬涂层组合物(任选的可固化硬涂层组合物可选自其)包括但不限于美国专利号7,465,414B2的第24栏第46行至第28栏第11行所公开的那些,其公开内容以引用的方式并入本文中。

[0108] 涂料组合物(任选的可固化硬涂层组合物可选自其)的其他实例包括但不限于:可固化的基于(甲基)丙烯酸酯的硬涂层组合物,诸如US7,410,691中所描述;辐射可固化的基于丙烯酸酯的硬涂层组合物,诸如US7,452,611B2中所描述;热固化硬涂层组合物,诸如US7,261,843中所描述;基于顺丁烯二酰亚胺的硬涂层组合物,诸如US7,811,480中所描述;以及基于树突状聚酯(甲基)丙烯酸酯的硬涂层组合物,诸如US7,189,456中所描述。

[0109] 可固化硬涂层涂料组合物可任选地包括一种或多种添加剂,诸如本文中关于可固化光致变色涂料组合物所描述。可固化硬涂层涂料组合物可通过一种或多种本领域认可的施加方法,包括先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述的那些来施加。

[0110] 在一些实施方式中,可固化硬涂层组合物通过暴露于例如以下而可固化:环境温度,诸如在两组分涂料组合物的情况下;升高的温度(例如80°C至150°C持续5至60分钟),诸如在热固化的涂料组合物的情况下;或光化辐射,诸如在紫外光可固化涂料组合物的情况下。

[0111] 任选的硬涂覆层可具有任何适合的厚度。在一些实施方式中,任选的硬涂覆层具有0.5微米至20微米,诸如1至10微米,或2至8微米,或3至5微米的厚度,包括所叙述的值。

[0112] 在一些实施方式中,本发明的光致变色光学制品可进一步任选地包括偏振层,其:(i)插入所述光学基材的表面与光致变色层之间;和/或(ii)在光致变色层上。

[0113] 在一些实施方式中,各任选的偏振层可独立地选自本领域认可的偏振层。在一些实施方式中,各任选的偏振层为由一或多层单向拉伸的聚合物膜(诸如单向拉伸的聚乙烯醇膜)形成的常规的线性偏振层,任选地含有二色性材料。

[0114] 根据本发明,进一步提供了一种形成如本文中先前所描述的光致变色光学制品的方法。如用于本发明方法的各种实施方式的可固化光致变色涂料组合物、可固化保护性涂

料组合物、任选的可固化硬涂覆层涂料组合物和任选的偏振层各如本文中先前在一些实施方式中所描述。

[0115] 可固化光致变色涂料组合物、可固化保护性涂料组合物和任选的可固化硬涂覆层涂料组合物各可用本发明的方法,根据一种或多种本领域认可的施加方法,包括但不限于本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述的那些来施加。

[0116] 根据一些实施方式,各涂料组合物独立地用本发明的方法,通过旋转涂布工艺来施加。根据一些其他实施方式,各涂料组合物独立地用本发明的方法,通过旋转涂布的工艺,使用旋转涂布机,诸如但不限于附图的图1和2中描绘的旋转涂布机10来施加。

[0117] 非限制性地参考附图,图1为灵活性旋转涂布机10的代表性透视图,该旋转涂布机包括或联有整合的固化台,以根据本发明的一些实施方式选择性施加多涂层至光学基材。参考图2,描绘图1旋转涂布机10的修改实施方式的代表性平面示意图。

[0118] 如本文中所述且根据一些实施方式的灵活性旋转涂布机10提供了低成本、小规模(诸如每小时生产至多100个经涂布的光学基材)的顶侧旋转涂布机器,其可包括清洗、涂布(利用多涂层中的一个或多个和涂层的组合)且利用若干不同固化方法(诸如UV、IR和/或热固化设备)中的一种或多种或其组合的表面预处理台(诸如但不限于等离子体预处理台)。在一些实施方式中,用于本发明的方法的旋转涂布机可在形成最少废料液和/或废料下操作。

[0119] 根据本发明方法的一些实施方式使用的旋转涂布机可具有任何适合的尺寸,其在一些实施方式中可按比例适当调整为这样的空间,诸如房间(room),在其中置放旋转涂布机进行操作。在一些实施方式中,包括壳体(enclosure)、控制面板和过滤器(诸如高效率颗粒空气或HEPA过滤器)的旋转涂布机具有0.76米(m)至1.52m(2.5至5英尺)或0.91m至1.37m(3至4.5英尺)的宽度;0.91m至3.66m(3至12英尺)或0.91m至3.05m(3至10英尺)或1.22m至2.13m(4至7英尺)的长度;以及1.83m至3.05m(6至10英尺)或2.13m至2.74m(7至9英尺)的高度。

[0120] 在一些实施方式中,旋转涂布机10可用于涂布多种基材,诸如但不限于光学基材。根据本发明的各种实施方式可用旋转涂布机涂布的光学基材的实例包括但不限于如本文中先前所描述的那些光学基材,诸如平光镜片、处方镜片,其在每种情况下可为成品镜片、未完成镜片或镜片坯料。

[0121] 根据本发明的一些实施方式,旋转涂布机10使用中的初始步骤包括将光学基材(诸如光学基材52)装载(参见参考或图2的步骤12)至诸如等离子体腔室14的表面处理腔室。在腔室14内进行的等离子体表面处理可选自一种或多种本领域认可的等离子体表面处理方法,包括但不限于电晕处理、常压等离子体处理、常压处理、火焰等离子体处理和/或化学等离子体处理。在一些实施方式中,在腔室14中进行的表面处理为氧等离子体处理。在一些实施方式中,在腔室14中进行的等离子体处理如本文中先前所描述。装载步骤12允许操作员在工艺开始前目测检查光学基材(或镜片)的缺陷或破坏。若污迹可见,则操作员可在置放于等离子体腔室14(在那里它们进行等离子体处理)中之前手动清洁镜片。在一些实施方式中,手动清洁步骤可用去离子空气进行。在一些替代实施方式中,操作员可按需要用若干清洁剂之一,诸如醇(诸如异丙醇)或异丙醇水溶液或清洁剂水溶液擦拭镜片。

[0122] 在腔室14中进行等离子体表面处理之后,在步骤16移除经表面处理的光学基材且

在置放至旋转涂布机10的负载单元20上之前可任选地经受目测和/或自动检查。光学基材沿着负载单元20上的行进路径22运送,这可借助于诸如输送带的输送机来实现。光学基材沿着行进路径22运送,直至其啮合定位凹部 (pocket) 24。负载单元20使光学基材排队,且防止光学基材彼此损害(诸如通过彼此啮合/摩擦/敲击),同时依序呈现并引入每个单独光学基材至定位凹部24中。定位凹部24的边缘经配置,诸如成角,以使每个单独光学基材相对于定位凹部的宽度位于预先选择的位置(诸如中心位置或地点)。在一些实施方式中,定位凹部24也包括至少一个(诸如至少两个)邻近传感器(诸如梁断裂传感器26),其鉴别每个单独光学基材的前边缘(leading edge)和/或后边缘(trailing edge),且当感测光学基材且确定恰当定位(诸如居中)于定位凹部24内时使输送机停止。

[0123] 定位凹部24允许旋转涂布机10用抓放机械臂18(仅仅在图1中展示)自动操作。机械臂18以在旋转涂布机10中进行的整个工艺步骤中,维持光学基材的已知中心位置诸如在约2mm内的方式啮合光学基材。在一些实施方式中,光学镜片的已知中心位置可作为机械臂18的精确度与光学基材由定位凹部24和在其内的恰当初始定位的组合作的结果而如此维持。抓放机械臂18的使用允许旋转涂布机10在机械臂18的极限数据(envelope)(或操作范围)内全自动操作,且与诸如完全手动工艺的手动工艺相比使光学基材表面的破坏,诸如印痕(marking)最小化。

[0124] 当通过机械臂18抓取时,光学基材可为湿润或干燥。在一些实施方式中,当湿润时,光学基材在其上包括一个或多个湿润涂覆层(其不硬,诸如是黏性的和/或未固化的)。在一些其他实施方式中,当干燥时,光学基材不含涂覆层或包括一个或多个干燥涂层(其是硬(和不黏的)的,诸如固化的)。根据一些实施方式,在其湿润抓取期间(当光学基材湿润时)机械臂18的夹持元件的下部(lower portion)啮合且固定光学基材。在一些其他实施方式中,在其干燥抓取期间(当光学基材干燥时)机械臂18的夹持元件的上部(upper portion)啮合且固定镜片。

[0125] 在步骤12置放至腔室14中且在步骤16从腔室14移除各可用额外的抓放机械臂(或同一抓放机械臂18)自动操作,其在一些实施方式中在腔室14上游移动定位凹部24(或其他定位机构)。在腔室14使用操作员允许在置放于腔室14前与从腔室14移除后目测检查光学基材,且在一些实施方式中,允许在其操作期间人员对旋转涂布机10进行监管和控制。在一些实施方式中,本领域认可的自动操作检查程序和设备可用于在腔室14中其处理之前和/或之后结合或代替手动检查以检查光学基材。

[0126] 在一些实施方式中,在步骤28机械臂18将光学基材(诸如光学基材52)移至任选的洗涤和干燥台30。在一些实施方式中,机械臂18将光学基材置放在可旋转夹盘40'上(洗涤和干燥台30内),在一些实施方式中,可旋转夹盘40'可为可旋转真空夹盘40'。可旋转夹盘40'为可程式化的且可高速旋转,诸如在一些实施方式中,高达4,000rpm。在将光学基材固定至可旋转夹盘40'上之后,顶部32(或盖子)滑动至闭合位置,将高压水喷雾喷嘴34与固持在旋转夹盘40'上的光学基材对准。在一些实施方式中,高压水喷雾喷嘴相对于固持在旋转真空夹盘40'上的光学基材的表面(包括边缘)成角,以清洁光学基材。以此方式,在一些实施方式中,等离子体处理的光学基材的整个上表面和边缘可诸如用去离子水在升高的压力条件(诸如约1,000psi)下清洁。可旋转夹盘40'可在喷雾洗涤期间旋转以确保光学基材表面的均匀清洁。诸如液压、洗涤时间和旋转速度的洗涤参数可为可程序化的且可基于诸如

光学基材的类型和/或尺寸、等离子体处理和/或后续涂布工艺的参数变化。

[0127] 洗涤之后,在一些实施方式中,光学基材可在台30中通过一种或多种干燥方法干燥,包括但不限于可旋转夹盘40'的高速旋转和/或可为过滤空气喷嘴的高速空气喷嘴(未显示)。在一些实施方式中,干燥参数可以类似于与洗涤参数相关的那些的方式程序化。

[0128] 在台30中洗涤和干燥之后,顶部32滑动至打开位置,机械臂18再次啮合可旋转夹盘40'上的光学基材,且在步骤48中机械臂18移动光学基材至涂布机碗状物50中的可旋转夹盘40并将光学基材安装其上,可旋转夹盘40在一些实施方式中可为可旋转真空夹盘40。可旋转夹盘40经配置以在涂布机碗状物50内接收光学基材,且经配置以使光学基材在涂布期间旋转,旋转的速度和时间可取决于包括但不限于涂层和光学基材的参数而变化。

[0129] 涂布机碗状物50经配置以收集:从施加在其中的光学基材排出,和/或在本文中进一步论述的储槽80冲洗期间排出的过量涂层材料;和/或定期用以清洁涂布机碗状物50(诸如在一周或一天结束时或转换(shift)时)的清洁材料。在一些实施方式中,用于本发明的各种实施方式的旋转涂布机10有效作为用于小规模生产的单程系统(once through)。单程系统是指所收集的材料无需再循环,且因此来自涂布机碗状物50的收集的材料可经由排液管(未显示)移除,无需分离或加工以供再次使用。在一些实施方式中,单程系统允许不同涂层材料的有效改变。

[0130] 在一些实施方式中,可用于本发明的各种实施方式的旋转涂布机10包括含有多个涂料储槽80的可转位涂料储槽平台60。在一些实施方式中,各涂料储槽可各独立地含有可固化光致变色涂料组合物、可固化保护性涂料组合物和任选的一种或多种额外和任选的涂料组合物。可转位涂料储槽平台60经配置以将所选储槽80转位至涂布机碗状物50上方的分配位置中,因此在分配位置可用分配单元70分配储槽80的内容物。分配单元70可与所选涂料储槽80在分配位置啮合以从啮合和所选择的涂料储槽80分配选择(或预定)量的第一有机溶剂或涂料组合物。

[0131] 在一些实施方式中,可转位涂料储槽平台60为具有不同圆周位置的可旋转料架,其中各不同圆周位置可逆地接收多个涂料储槽80(其可为一次性的(disposable))中的一个。在一些实施方式中,旋转料架可包括八个或十个台。对于储槽80,旋转料架可具有其他数目的位置,在一些其他实施方式中,诸如但不限于十八个或二十个台。如所示的旋转料架代表一个用于形成和操作可转位涂料储槽平台60的有效实施方式。然而,其他转位配置可根据用于本发明的各种实施方式的旋转涂布机使用。出于非限制性说明的目的,储槽80的线性移动托架或管线可用于形成平台60,对可存在于这样的配置中的不同储槽80的数目无限制。使平台60旋转的马达可利用多种本领域认可的对准机构,诸如弹簧偏置的制动锁定机构,以确保固持的储槽80移动至精确和预定的转位位置中,使得储槽80在分配单元70下面的分配位置中且与分配单元70对准。

[0132] 在一些实施方式中,各涂料储槽80包括含有可移动活塞(未显示)的细长筒(未显示),以从涂料储槽80分配涂层材料(诸如可固化光致变色涂料组合物和可固化保护性涂料组合物)且其中分配位置中所选涂料储槽80的可移动活塞的前进将涂层材料从所选涂料储槽80分配。在一些实施方式中,各涂料储槽80成形为一次性塑料注射器,且因此各涂料储槽80经由位于筒末端的无阀分配孔口分配涂料。塑料注射器可商购且因与其相关的精确分配特征而特别适合形成储槽80。在一些实施方式中,后表面上和横越无阀分配孔口的盖(未显

示)可用于运送填充储槽80。在一些其他实施方式中,盖也可再应用于移除和储存储槽80。

[0133] 在一些实施方式中,各储槽80适用于在光学基材上印刷人类和/或机器可读的鉴别标志,诸如但不限于条形码、QR码和/或矩阵码。在一些实施方式中,机器可读的鉴别标志可包括关于涂层鉴别、与特定涂层材料相关的涂布参数和/或光学基材类型的信息。在一些实施方式中,涂布参数可包括以下中的一种或多种:给定基材的涂层材料的单位剂量(诸如对于常规的镜片涂层,0.2ml至0.6ml);分配速率;分配模式(诸如在真空夹盘固持的基材的中心开始且移出,反之亦然,或一些其他变化的分配位置);真空夹盘40的速度(有时称为扩散速度);和/或旋转时间(也称为扩散时间)。

[0134] 储槽80的狭窄末端孔口(在一些实施方式中,与可移动活塞84组合)允许涂层材料固持在储槽中且在不存在阀下分配。在一些实施方式中,储槽80的无阀分配器基本上消除(除了单一冲洗液滴/滴)其他旋转涂布机分配器所必须的装填(priming),且大大减少在旋转涂布机10操作期间形成的废料量。

[0135] 分配单元70包括棒72,其与分配位置中的所选储槽80对准且经配置以选择性地使分配位置中所选涂料储槽80的可移动活塞(未显示)前进以从啮合的所选涂料储槽80分配选择(或预定)单元量的涂层材料。在一些实施方式中,棒72为螺钉,诸如细长螺钉。棒72可通过静止马达(未显示)可控制地驱动。在一些实施方式中,所分配的选择(或预定)单元量的涂层材料为0.2ml至4ml,或0.2至1ml,或0.2ml至0.6ml。单元量包括涂布量和冲洗量(诸如滴)且可取决于包括但不限于涂层材料、基材特征、所期望的涂层厚度和涂布方案的参数而变化。

[0136] 根据本发明的一些实施方式,棒72为静止棒且与其相关的马达(未显示)沿着棒72可移动,诸如可垂直移动。马达可包括与储槽80的筒的活塞邻接啮合的延伸部分(未显示)。在一些实施方式中,诸如垂直向下的马达沿着静止棒的可控制移动用以驱动活塞84至储槽80中,这引起选择(或预定)量的涂层材料从其末端无阀孔口分配。

[0137] 在操作中,且在一些实施方式中,可转位涂料储槽平台60、储槽80和单元70作为单元,至少在以下各者之间可移动,示意性展示在78:(i)冲洗位置,其中分配位置中的所选涂料储槽80在涂布机碗状物50上方,但不在光学基材或镜片上方;以及(ii)至少一个分配位置,其中涂布机碗状物上方的分配位置中的所选涂料储槽在光学基材上方。涂布机碗状物50可经构建以包括延伸至与冲洗位置对准的点的槽(trough)或延伸部分(未显示)。在冲洗位置中,可移动活塞通过单元70的棒72推进,以分配最少冲洗滴的涂层材料来清除储槽80的末端无阀孔口处的涂层材料弯月面(meniscus)的外表面。弯月面的外表面可在给定储槽80中涂层材料未使用期间暴露于空气,这可引起弯月面氧化和/或积垢,因而需要冲洗其。在一些实施方式中,通过从末端孔口冲洗涂层材料的可能非均质部分,单一滴为装填(prime)涂层材料分布系统所需要的全部。在初始冲洗滴之后,可转位涂料储槽平台60、储槽80和单元70作为单一单元(示意性展示在78),可移动至至少一个分配位置,在那里涂布机碗状物50上方的分配位置中的所选涂料储槽80在光学基材上方。

[0138] 在一些实施方式中,末端孔口径尺寸化使得在其中不存在在筒内朝向其末端孔口定位(或移动)的可移动活塞下,储槽80的筒内的涂层材料不从其流出。在一些实施方式中,末端孔口为圆形且具有小于或等于3.18mm(1/8英寸)的直径。

[0139] 所选分配储槽80的移动78允许旋转涂布机10适应于涂布机碗状物50内可旋转

夹盘40上涂布光学基材的多种分配方案。在一些实施方式中,来自所选分配储槽80的涂层材料(诸如可固化光致变色涂料组合物或可固化保护性涂料组合物)可分配在光学基材上中心处,和/或横越光学基材的表面的一个或多个选择位置(诸如呈直线、螺旋和/或同心圆,横越/在光学基材的上表面上),且接着可旋转夹盘40啮合以使施加的涂层材料旋转,从而形成具有基本上均匀厚度的涂覆层(诸如可固化涂覆层)。根据一些其他实施方式,与可旋转夹盘40旋转同时,来自所选分配储槽80的涂层材料分配在光学基材上中心处,和/或横越光学基材表面的一个或多个选择位置以形成均匀涂层。这些分配和旋转方案的任何期望组合可用于旋转涂布机10。另外,在一些实施方式中,整个工艺期间,分配速率和旋转速度也可变化。在一些实施方式中,可使用真空夹盘的间歇分配和/或旋转。在一些实施方式中,分配方案基于包括但不限于基材组成和/或其表面处理、施加的涂层材料和/或期望的最终涂布参数的参数。

[0140] 可转位平台60允许旋转涂布机10将单一涂覆层或多涂覆层施加在光学基材上而不从可旋转夹盘40移除镜片。在本发明方法的一些实施方式中,且出于非限制性说明的目的,在第一阶段,可固化光致变色涂料组合物使用第一储槽80施加至光学基材的表面,以便在光学基材上/上面形成可固化光致变色层。随后,旋转料架转位,使得在第二阶段中,可固化保护性涂料组合物从不同/分开的第二储槽80施加在可固化(或至少部分固化)光致变色层上面。任选地,旋转料架可进一步转位,使得在第三阶段,任选的另一涂料组合物(诸如可固化硬涂层组合物)从不同/分开的第三储槽80施加在先前施加的可固化(或至少部分固化)保护性涂层上。旋转料架的转位可随着平台60从储槽80与光学基材的对准移走来进行,因此无来自中间储槽80的杂散(stray)液滴干扰期望的涂布方案,且使得例如在第二阶段,可固化保护性涂料组合物可在分配在可固化(或至少部分固化)光致变色层上之前恰当地冲洗。根据本发明的一些实施方式,具有两个或更多个涂布阶段允许旋转涂布机施加和形成堆叠涂覆层的许多组合,其中其各涂覆层相对于相邻(或邻接)涂覆层具有相同或不同的组成和/或相同或不同的厚度。

[0141] 根据本发明的一些实施方式,旋转涂布机包括或其整合有至少一个不同固化台(诸如固化台92、94和96)以选择性和独立固化(诸如至少部分固化)在光学基材上施加/形成的各涂覆层。在一些其他实施方式中,旋转涂布机包括或其整合有多个不同固化台(诸如两个或更多个固化台,诸如固化台92、94和96)以选择性和独立固化(诸如至少部分固化)施加至光学基材的各涂层。在涂布碗状物50施加所需涂层材料/组合物之后,在步骤88,机械臂18再啮合光学基材且移动其至指定固化台(92、94或96)。在本发明的一些实施方式中,各固化台独立包括以下至少之一:(i)热固化台96;(ii)UV固化台94;(iii)IR固化台92;以及(iv)(i)、(ii)和(iii)中的至少两者的组合。

[0142] 灵活性旋转涂布机10的UV固化台94(图1)包括滑动抽屉和可旋转夹盘40”(在一些实施方式中,其可为可旋转真空夹盘40”)以选择性接收待固化的期望的光学基材。在一些实施方式中,凹形或成角反射镜(未显示)可包围可旋转夹盘40”以辅助或提高边缘固化。在涂布的光学基材在UV固化台94的可旋转夹盘40”上的情况下,关闭抽屉且打开遮光片(shutter)以在UV固化台94内将涂布的光学基材暴露于UV光(诸如来自汞或金属卤化物灯泡)。在一些实施方式中,可旋转夹盘40”可在UV固化台94内在缓慢速度下旋转以进一步确保均匀固化。UV固化台94内的固化时间可取决于例如特定涂布而变化。IR固化台92可具有

类似于UV固化台94的构造,但包括适当的IR源。IR固化台92内的固化时间也可取决于例如特定涂布而变化。在一些实施方式中,各固化台可在其中包括选自惰性气氛(诸如但不限于氩气和/或氮气)和/或反应性气氛(诸如但不限于氧气、CO和/或CO₂)的气氛。

[0143] 在一些实施方式中,热固化台96伴有(或联有)输出输送机(throughput conveyor)98和排放或累积区100。在热固化台中,待热固化的光学基材置放在输入输送机上,诸如并列置放在输送机98上。输送机的速度经选择,以使得经涂布的光学基材在固化台96内具有期望的温度暴露。在一些实施方式中,热固化台96的烘箱可为电烘箱和/或气体燃烧烘箱(诸如天然气燃烧烘箱)。固化时间和温度概况(profile)可取决于例如待固化的涂层而变化。在一些实施方式中,涂布的光学基材在热固化台内暴露于115°-135℃的温度20-40分钟,诸如30分钟在125℃下持续30分钟。在至少部分固化之后,经涂布的光学基材运送至累积区100,在一些实施方式中,该累积区100经设计以容纳所期望数目的光学基材而其间不触碰边缘(诸如但不限于至多30个经涂布的光学基材)。

[0144] 在一些实施方式中,与机械臂18合作的输送机98用于使至少部分固化的经涂布的光学基材从IR固化台和/或UV固化台出去。在一些实施方式中,分开的离开输送机(未显示)用于绕过热固化台96,以传递经涂布的光学基材至累积区100。

[0145] 根据一些其他实施方式,光学基材可经洗涤,随后涂布,随后再次洗涤,并接着后续用相同或不同的涂层材料涂布,之后固化。在一些其他实施方式中,经涂布和固化(或至少部分固化)的光学基材可从固化台(92、94或96)返回至:(i)洗涤和干燥台;和/或(ii)涂布机碗状物50以将后续涂层材料施加至其。在一些实施方式中,光学基材可从累积区100移回至负载单元20,以后续将一种或多种涂层材料施加至其。

[0146] 根据本发明的一些实施方式,光学基材安装在旋转涂布机(诸如旋转涂布机10)的旋转涂布碗状物(诸如旋转涂布碗状物50)的可旋转夹盘(诸如可旋转夹盘40)上。随后在通过可旋转夹盘(诸如可旋转夹盘40)使光学基材旋转时,将可固化光致变色涂料组合物施加在光学基材表面上,这使得可固化光致变色层在光学基材表面上形成。随后可固化光致变色层至少部分固化,这使得至少部分固化的光致变色层在光学基材表面上形成。在一些实施方式中,其表面上具有可固化光致变色层的光学基材通过机械臂18从旋转涂布碗状物50移动至固化台(92、94和/或96)。在固化台中至少部分固化之后,在一些实施方式中,其上具有至少部分固化的光致变色层的光学基材随后通过机械臂18置放回涂布碗状物50中的可旋转夹盘40上。

[0147] 接着在通过可旋转夹盘(诸如可旋转夹盘40)使光学基材旋转时,将可固化保护性涂料组合物施加在光学基材的可固化(或至少部分固化)光致变色层上,由此在光学基材的至少部分固化的光致变色层上形成可固化保护层。在一些实施方式中,随后可固化保护层至少部分固化,这使得至少部分固化的保护层在光学基材的可固化(或至少部分固化)光致变色层上形成。在一些实施方式中,在至少部分固化的光致变色层上具有可固化保护层的光学基材通过机械臂18从旋转涂布碗状物50移动至固化台(92、94和/或96)。在一些实施方式中,在固化台中至少部分固化之后,在至少部分固化的光致变色层上具有至少部分固化的保护层的光学基材随后:(i)通过机械臂18置放回涂布碗状物50中的可旋转夹盘40上,以将一种或多种额外的涂料组合物(诸如可固化硬涂层涂料组合物)施加至其;和/或(ii)通过机械臂18移动至固化台(92、94和/或96)以使其涂覆层完全固化。

[0148] 在本发明方法的一些实施方式中,可固化光致变色层通过暴露于升高的温度而至少部分固化;且可固化保护层通过暴露于光化辐射而至少部分固化。如本文中先前所论述,在一些实施方式中,可固化光致变色层通过暴露于升高的温度(诸如超过环境温度,诸如超过25℃的温度),诸如在IR固化设备(例如IR固化台/设备92)和/或热固化设备(例如热固化台/设备96)中而至少部分固化。通过暴露于光化辐射而使可固化保护层至少部分固化可如本文中先前所论述,通过将可固化保护层暴露于UV辐射,诸如在UV固化设备(例如UV固化台/设备94)中来实现。

[0149] 根据一些实施方式,可固化光致变色涂料组合物储存在第一储槽中,且可固化保护性涂料组合物储存在第二储槽中,其中第一储槽和第二储槽各分开存在于可转位涂料储槽平台上。在一些实施方式中,该方法进一步包括:移动第一储槽至分配位置以将可固化光致变色涂料组合物施加在光学基材表面上;以及移动第二储槽至分配位置以将可固化保护性涂料组合物施加在至少部分固化的光致变色涂层上。

[0150] 在一些实施方式中,可固化涂料组合物可直接施加在可固化涂层上,接着堆叠的可固化涂层可同时至少部分固化。出于非限制性说明的目的,可固化保护性涂料组合物可施加在可固化光致变色层上,由此在可固化光致变色层上形成可固化保护层。堆叠的可固化光致变色层和可固化保护层然后可进行一个或多个固化操作,其可同时和/或依序进行,以便在光学基材上形成堆叠的至少部分固化的光致变色层和至少部分固化的保护层。

[0151] 在一些实施方式中,本发明的方法进一步包括:将可固化硬涂层涂料组合物施加在耐久(或至少部分固化)保护层上,由此在至少部分固化的保护层上形成可固化硬涂覆层;以及使可固化硬涂覆层至少部分固化,由此在可固化(或至少部分固化)保护层上形成至少部分固化的硬涂覆层。硬涂覆层可包括单层,或多层,各具有相同或不同的组成。

[0152] 可使用旋转涂布机10,在通过可旋转夹盘(诸如可旋转夹盘40)使光学基材旋转时,将可固化硬涂层涂料组合物施加在光学基材的可固化(或至少部分固化)光致变色层上,由此在光学基材的至少部分固化的保护层上形成可固化硬涂覆层。在一些实施方式中,随后可固化硬涂层至少部分固化,这使得至少部分固化的硬涂层在光学基材的可固化(或至少部分固化)保护层上形成。在一些实施方式中,在至少部分固化的光致变色层上的具有可固化硬涂覆层的光学基材通过机械臂18从旋转涂布碗状物50移动至固化台(92、94和/或96)。在一些实施方式中,在固化台中至少部分固化之后,在至少部分固化的保护层上具有至少部分固化的硬涂覆层的光学基材随后:(i)通过机械臂18置放回涂布碗状物50中的可旋转夹盘40上,以将一种或多种额外的涂料组合物施加至其;和/或(ii)通过机械臂18移动至固化台(92、94和/或96)以使其涂覆层完全固化。

[0153] 根据一些实施方式,可固化光致变色涂料组合物储存在第一储槽中,可固化保护性涂料组合物储存在第二储槽中,且可固化硬涂层涂料组合物储存在第三储槽中,其中第一、第二和第三储槽各分开存在于可转位涂料储槽平台上。在一些实施方式中,该方法进一步包括:移动第一储槽至分配位置以将可固化光致变色涂料组合物施加在光学基材表面上,由此在光学基材上形成可固化光致变色层;移动第二储槽至分配位置以将可固化保护性涂料组合物施加在可固化(或至少部分固化)光致变色层上;以及移动第三储槽至分配位置以将可固化硬涂层涂料组合物施加在可固化(或至少部分固化)保护性涂层上。

[0154] 根据一些实施方式,第一储槽、第二储槽和第三储槽各独立包括无阀分配孔口,该

无阀分配孔口独立定位在各储槽的末端,在每种情况下可固化光致变色涂料组合物、可固化保护性涂料组合物和可固化硬涂层涂料组合物各经由其独立分配。

[0155] 在一些实施方式中,本发明的方法进一步包括形成偏振层,其可存在于光致变色光学制品的所得涂层堆叠内的任何位置。在一些实施方式中,偏振层:插入光学基材的表面与至少部分固化的光致变色层之间;和/或至少部分固化的光致变色层上;和/或至少部分固化的硬涂覆层上。

[0156] 在一些实施方式中,偏振层可由偏振涂料组合物形成,该偏振涂料组合物包括一种或多种二色性材料,包括但不限于本领域认可的非光致变色二色性化合物和/或光致变色二色性化合物。在一些实施方式中,偏振涂料组合物可包括诸如但不限于可固化树脂组分、任选的添加剂和任选的溶剂的组分,如本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物所描述。在一些实施方式中,偏振涂料组合物可使用旋转涂布机10根据如本文中先前关于可固化光致变色涂料组合物和可固化保护性涂料组合物的施加所描述的那些方法和工艺施加。

[0157] 在一些其他实施方式中,偏振层呈施加在光学基材表面上和/或其上的涂层上的预先存在的膜形式。偏振膜可通过下伏黏着层和/或通过热粘合,诸如通过本领域认可的热压粘合方法黏着于光学基材。

[0158] 本发明更具体描述于以下实施例中,其意欲仅仅是例示性的,因为其中的许多修改和变化对本领域技术人员来说是明显的。除非另外指明,否则所有份数和所有%均按重量计。

实施例

[0159] 部分1.涂料组合物的制备

[0160] 光致变色涂料PC-1:通过将表1中所列的成分组合来制备光致变色聚氨基甲酸酯涂料组合物。

[0161] 表1

组分	重量 %
N-甲基吡咯烷酮 (NMP)	28.321
丙烯酸类多元醇 ¹	17.770
DURANOL ®T5652 ²	16.040
[0162] TRIXENE ®BI7960 ³	30.603
K-KAT ®348 ⁴	0.483
BYK ® 333 ⁵	0.036
SILQUEST ®A-187 ⁶	1.914
TINUVIN ®144 ⁷	0.966

[0163]	IRGANOX ®245 ⁸	0.966
	KEYPLAST ®Magenta RB ⁹	0.002
	光致变色染料 ¹⁰	2.899

[0164] ¹由甲基丙烯酸羟丙酯(40.4%)、甲基丙烯酸丁酯(57.6%)和丙烯酸(2.0%)的自由基聚合制备,如通过GPC,使用聚苯乙烯标准物和四氢呋喃稀释剂测定的数均分子量为5500。使用二丙二醇甲基醚乙酸酯,将材料降低至61%固体。

[0165] ²获自Asahi Kasei的聚碳酸酯二醇

[0166] ³获自Baxenden的二甲基吡唑封端(blocked)的己烷二异氰酸酯缩二脲

[0167] ⁴获自King Industries的羧酸铋催化剂

[0168] ⁵获自BYKChemie的表面活性剂

[0169] ⁶获自Momentive的环氧基硅烷黏着促进剂

[0170] ⁷获自BASF Company的受阻胺光稳定剂。

[0171] ⁸获自BASF Company的抗氧化剂。

[0172] ⁹获自Keystone Aniline Corporation的品红染料

[0173] ¹⁰经设计以使涂层在通过UV辐射活化时产生灰色色彩的萘并吡喃光致变色材料按比例的混合物。

[0174] 光致变色涂覆层PL-1:通过将表2中所列的组分混合来制备包括脲基甲酸酯丙烯酸酯的涂料组合物。

[0175] 表2

[0176]	材料	量 (g)
	1,12-十二烷二醇二甲基丙烯酸酯	15.57
	丙烯酸四氢呋喃酯	19.6
	DOUBLEMER® 9122 ¹	16.48
	IRGACURE® 819 ²	1.15
	PR011300 ³	7.71
	DESMOLUX® XP2740 ⁴	17.41

[0177]

MIRAMER® SC9610 ⁵	12.23
BYK® 348 ⁶	0.03
3-氨基丙基三甲氧基硅烷	4.9
DAROCUR® 4265 ⁷	1.15
DAROCUR® 1173 ⁸	1.15
GENOCURE® MBF ⁹	1.15
MIRAMER® SC1400 ¹⁰	1.47

[0178] ¹获自Double Bond Chemical Ind.的羟基新戊酰羟基新戊酸酯二丙烯酸酯[0179] ²获自BASF的光引发剂[0180] ³获自Sartomer的环氧丙烯酸酯低聚物[0181] ⁴获自Allnex Belgium的基于氨基甲酸酯丙烯酸酯的脂族脲基甲酸酯[0182] ⁵获自Miwon Specialty Company, Ltd的三聚氰胺丙烯酸酯[0183] ⁶获自BYK Chemie的表面活性剂[0184] ⁷获自BASF公司的光引发剂[0185] ⁸获自BASF公司的光引发剂[0186] ⁹获自Rahn USA Corp的光引发剂[0187] ¹⁰获自Miwon Specialty Company, Ltd.的磷酸酯甲基丙烯酸酯

[0188] 保护性涂覆层PL-2:通过将表3中所列的组分混合来制备包括脲基甲酸酯丙烯酸酯和三聚氰胺树脂的涂料组合物。将所得涂料置放至旋转涂布机的储槽中。

[0189] 表3

[0190]

材料	量 (g)
1,12-十二烷二醇二甲基丙烯酸酯	15.57
丙烯酸四氢呋喃酯	19.50
DOUBLEMER 9122	11.42

[0191]

IRACURE 819	1.15
RESIMENE® 718 ¹	5.00
PR011300	7.71
DESMOLUX XP2740	17.41
MIRAMER SC9610	12.23
BYK 348	0.03
MODAFLOW® 9200 ²	0.15
3-氨基丙基三甲氧基硅烷	4.90
DAROCURE 4265	1.15
DAROCURE 1173	1.15
GENOCURE MBF	1.15
MIRAMER SC9610	1.47

[0192] ¹获自INEOS Melamines的亚氨基类型三聚氰胺树脂[0193] ²获自Cytec Industries, Inc.的丙烯酸类流动改性剂

[0194] 保护性涂层PL-3:丙烯酸酯涂层根据美国专利号7,410,691中的实施例1,表1制备

[0195] 部分2.基材的制备

[0196] 下文描述的所有实施例均使用获自Gentex Optics的0.50基弧76mm半成品单视觉聚碳酸酯镜片作为基材。在旋转涂布之前,使用购自PlasmaEtch, Inc.的PE-50型等离子体清洁剂,使各镜片经受氧等离子体处理。等离子体清洁使用表4中所列的设置进行。

[0197] 表4.

[0198] PE-50等离子体蚀刻设置

[0199]

压力	300 毫托
氧气流	7 sccm
等离子体产生器	120W 13.56Mhz RF 电源, 在 100%
处理时间	3 分钟

[0200] 部分3.经涂布基材的制备

[0201] 通过旋转涂布将光致变色涂料组合物PC-1施加至等离子体处理的基材,以实现20微米的目标膜厚度。经涂布基材在对流烘箱中在125℃下固化一小时。一旦冷却至室温,将经涂布的基材再引入等离子体清洁腔室中且经受以上概述的相同处理。

[0202] 随后用保护性涂覆层涂布所得光致变色镜片。对于各实施例,将1.5mL相应(respective)涂层分配至光致变色镜片的清洁表面上,且经受根据表4的旋转参数。

[0203] 表4

[0204] 用于保护性涂层的旋转涂布参数

[0205]

实施例	保护性涂层	旋转时间 (秒)	旋转速度 (rpm)
1-A	PL-1	15	2500
1-B	PL-1	15	2500
2-A	PL-2	15	2500
2-B	PL-2	15	2500
CE-1	PL-3	4	1200
CE-2	PL-3	4	1200

[0206] 在UV烘箱中,使用配备有提供表5中所述的强度和剂量的标准D灯泡的输送机系统,固化每一镜片。实施例在氧含量维持在或低于150ppm的氮气气氛中或在富氧(即未改变的环境空气)环境中固化。在暴露于UV烘箱之后,定性测试涂层的黏性并定量测试硬度。使用Fischer Microhardness单元模型H100C XYm在100牛顿负载15秒之后在两微米穿透深度下测量硬度值。表6列出结果。所报导的Fischer显微硬度值为在相同镜片表面上不同位置的三个读数的平均值。

[0207] 表5

[0208] 保护性涂层的UV固化条件

[0209]

	强度(W/cm ²)	剂量(J/cm ²)
UV A	1700	5.59
UV B	0.372	1.305
UV C	0.002	0.008
UV V	0.0998	3.316

[0210] 表6.

[0211] 具有保护性涂层的固化光致变色镜片的特性

[0212]

实施例	UV 固化气氛	黏性	Fischer 显微硬度 (N/mm ²)
1-A	环境	否	67
2-A	环境	否	62
CE 1-A	环境	是	太软而无法测量
1-B	氮气	否	70
2-B	氮气	否	63
CE 1-B	氮气	否	70

[0213] 本发明已参考其具体实施方式的具体细节描述。不意欲这样的细节视为限制本发明的范围,除非且在它们包括在所附权利要求中的程度上。

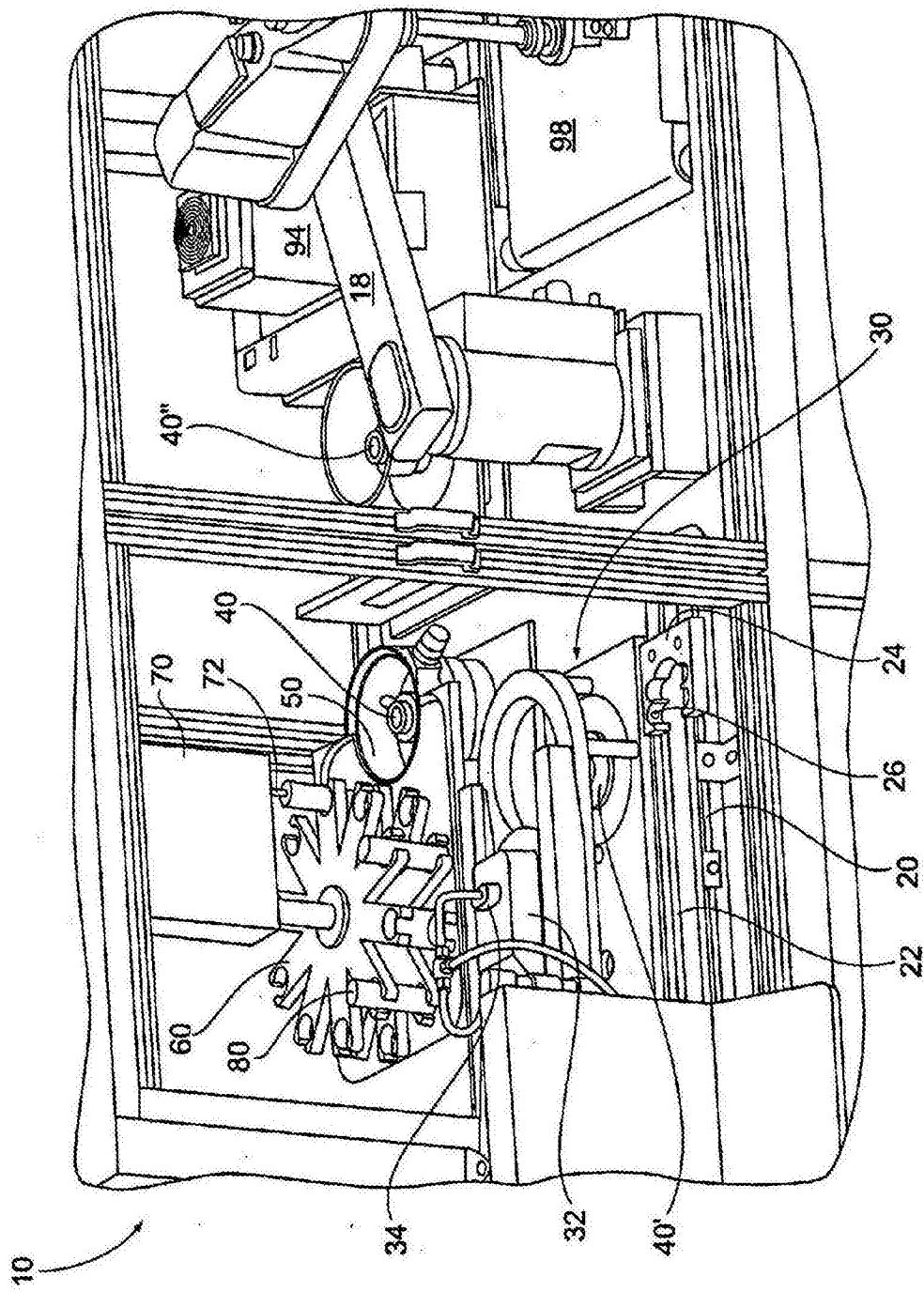


图1

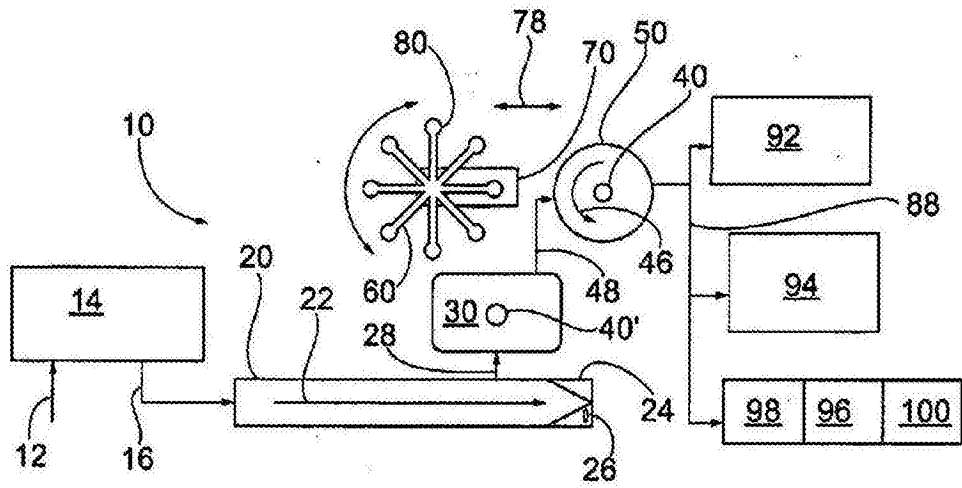


图2

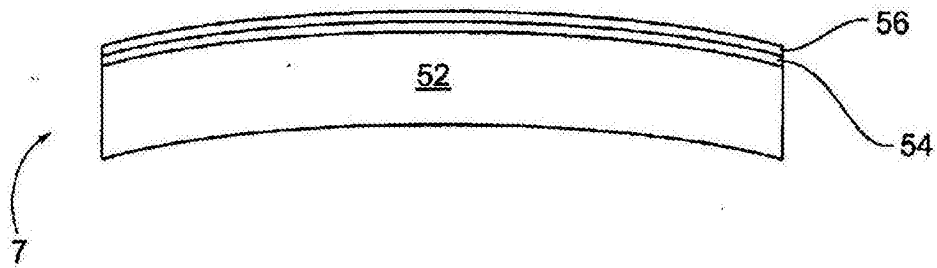


图3