

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第6部門第2区分

【発行日】平成22年1月28日(2010.1.28)

【公表番号】特表2009-525497(P2009-525497A)

【公表日】平成21年7月9日(2009.7.9)

【年通号数】公開・登録公報2009-027

【出願番号】特願2008-552863(P2008-552863)

【国際特許分類】

G 0 2 B	5/23	(2006.01)
G 0 2 B	1/10	(2006.01)
G 0 2 C	7/10	(2006.01)
C 0 9 K	9/02	(2006.01)
B 3 2 B	9/00	(2006.01)

【F I】

G 0 2 B	5/23	
G 0 2 B	1/10	Z
G 0 2 C	7/10	
C 0 9 K	9/02	B
B 3 2 B	9/00	A

【手続補正書】

【提出日】平成21年12月4日(2009.12.4)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

a ) 下記式で示される化合物から選ばれる無機前駆物質：

M(X)<sub>4</sub> (I)

式中、X基は、互いに同一でも異なっていてもよく、アルコキシ、アシロキシおよびハロゲン基から選ばれる加水分解性基であり、かつMは、Ti、Zr、Hf、SnおよびSiから選ばれる4価の金属または半金属であり；

少なくとも1つの有機溶媒；

少なくとも1つの孔形成剤；

水；および

任意に、X基を加水分解するための触媒を含有するメソポア膜の前駆体ゾルを調製し、

b ) 基材の主表面上に、前記前駆体ゾルの膜を堆積し；

c ) 任意に、前記堆積された膜を固化し；

d ) 前工程で得られた膜から孔形成剤を除去し、メソポア膜を形成し；

e ) 工程d)で得られたメソポア膜に、少なくとも1つのフォトクロミック試薬を含む溶液を含浸させ；その後

f ) メソポアフォトクロミック膜被覆層を有する基材を回収する；  
工程を含む方法であって、

(i) 前記孔形成剤の除去が、150以下の温度で行なわれ；かつ

(ii) 該方法が、前駆体ゾル膜の堆積工程b)に先だって、前記前駆体ゾル中に少なくとも1つの疎水性基をもつ少なくとも1つの疎水性前駆物質を導入する工程を含み、前記

疎水性前駆物質の式(Ⅰ)で示される無機前駆物質に対するモル比が10:90~50:50の範囲にあることを特徴とする、

メソポアフォトクロミック膜の被覆層を有する透明な無機または有機ガラス基材の製造方法。

【請求項2】

a) 下記式で示される化合物から選ばれる無機前駆物質：



式中、X基は、互いに同一でも異なっていてもよく、アルコキシ、アシロキシおよびハロゲン基から選ばれる加水分解性基であり、かつMは、Ti、Zr、Hf、SnおよびSiから選ばれる4価の金属または半金属であり；

少なくとも1つの有機溶媒；

少なくとも1つの孔形成剤；

少なくとも1つのフォトクロミック試薬；

水；および

任意に、X基を加水分解するための触媒

を含有するフォトクロミック膜の前駆体ゾルを調製し、

b) 基材の主表面上に前駆体ゾルの膜を堆積してフォトクロミック膜を形成し；

c) 任意に、前記堆積されたフォトクロミック膜を固化し；

d) フォトクロミック膜被覆層を有する基材を回収する；

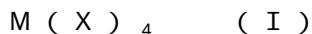
工程を含む方法であって、

該方法が、前駆体ゾル膜の堆積工程b)に先だって、前記前駆体ゾル中に少なくとも1つの疎水性基をもつ少なくとも1つの疎水性前駆物質を導入する工程を含み、前記疎水性前駆物質の式(Ⅰ)で示される無機前駆物質に対するモル比が10:90~50:50の範囲にあることを特徴とする、

フォトクロミック膜の被覆層を有する透明な無機または有機ガラス基材の製造方法。

【請求項3】

a) 下記式で示される化合物から選ばれる無機前駆物質：



式中、X基は、互いに同一でも異なっていてもよく、アルコキシ、アシロキシおよびハロゲン基から選ばれる加水分解性基であり、かつMは、Ti、Zr、Hf、SnおよびSiから選ばれる4価の金属または半金属であり；

少なくとも1つの有機溶媒；

少なくとも1つの孔形成剤；

少なくとも1つのフォトクロミック試薬；

水；および

任意に、X基を加水分解するための触媒

を含有するフォトクロミック膜の前駆体ゾルを調製し、

b) 基材の主表面上に前駆体ゾルの膜を堆積してフォトクロミック膜を形成し；

c) 任意に、前記堆積されたフォトクロミック膜を固化し；

d) フォトクロミック膜被覆層を有する基材を回収する

工程を含む方法であって、

該方法が、工程b)またはもし実施されるなら工程c)に続いて、前記膜を、少なくとも1つの疎水性基をもつ少なくとも1つの疎水性反応性化合物で処理する工程を含むことを特徴とする、フォトクロミック膜の被覆層を有する透明な無機または有機ガラス基材の製造方法。

【請求項4】

前記X基がアルコキシ基であり、かつ、MがSiである請求項1~3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】

前記孔形成剤が、前記前駆体ゾルの総質量に対し、2~10%存在する請求項1~4の

いずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記有機溶媒が、前記前駆体ゾルの総質量に対し、40 ~ 90 質量%存在する請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

前記水が、前駆体ゾルの総質量に対し、10 ~ 20 質量%存在する請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】

前記式 (I) で示される無機前駆物質が、前駆体ゾルの総質量に対し、10 ~ 30 質量%存在する請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

前記工程のすべてが、温度 150 で実施される請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

前記無機前駆物質がテトラエトキシシラン (TEOS) である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】

前記有機溶媒が、極性溶媒から選ばれる請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

前記孔形成剤が、非イオン性、カチオン性、アニオン性および両性の界面活性剤から選ばれる請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

前記孔形成剤が、エトキシ化脂肪族アルコール、エトキシ化アセチレンジオール、親水性および疎水性両方のブロックを含むブロック共重合体型の化合物、ポリ(アルキレンオキシ)アルキル-エーテルおよびソルビタン基含有界面活性剤から選ばれる請求項 1 2 に記載の方法。

【請求項 14】

前記孔形成剤が、セチルトリメチルアンモニウムプロマイド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、エチレンオキサイドおよびプロピレンオキサイド三元ブロック共重合体、エチレンオキサイドおよびプロピレンオキサイド二元ブロック共重合体およびポリ(エチレンオキシ)アルキル-エーテルから選ばれる請求項 1 2 に記載の方法。

【請求項 15】

前記フォトクロミック試薬が、オキサジン誘導体、クロメンおよびクロメン誘導フォトクロミック化合物、フルギド、フルギミド、ジチゾナート有機金属誘導体ならびにそれらの混合物から選ばれる疎水性有機化合物である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 16】

前記オキサジン誘導体が、ベンゾオキサジンまたはナフトオキサジンである請求項 1 5 に記載の方法。

【請求項 17】

前記フォトクロミック膜が、規則構造を示す請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 18】

前記規則構造が、六方晶系 3d、立方晶系または六方晶系 2d 型の構造である請求項 1 7 に記載の方法。

【請求項 19】

前記フォトクロミック膜が、裸基材の主表面上、または予め設けられた 1 または複数の機能性皮膜をもつ基材の主表面上に堆積される請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 20】

前記基材が眼科用レンズのための基材である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 21】

前記工程 b ) の基材が、仮基材であり、かつ該方法が、以下の付加的な工程を含む請求

項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法 :

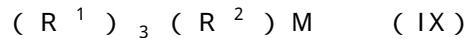
z ) 前記フォトクロミック膜を、仮基材から最終基材上に移設する。

**【請求項 2 2】**

工程 b ) またはもし実施されるなら工程 c ) に続いて、前記膜を、少なくとも 1 つの疎水性基をもつ少なくとも 1 つの疎水性反応性化合物で処理する工程をさらに含み、該疎水性反応性化合物が、前記前駆体ゾル中にそのような物質が存在するならば、該物質とは異なる、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

**【請求項 2 3】**

前記疎水性反応性化合物が、下記式 (IX) で示される化合物および化合物の混合物から選ばれる請求項 2 2 に記載の方法 :



式中、

M は、4 値の金属または半金属であり、Si、Sn、Zr、Hf および Ti から選ばれ、

R<sup>1</sup> 基は、互いに同一でも異なっていてもよく、飽和または不飽和の炭化水素疎水性基を示すか、またはフッ素化もしくはパーフルオロ化した上記炭化水素基相当基を示し、

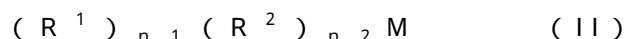
R<sup>2</sup> は、加水分解性基を示し、アルコキシ基、-O-C(O)R アシロキシ基 (ここで R はアルキル基である。)、任意に 1 または 2 の官能基で置換されたアミノ基、およびハロゲンから選ばれる。

**【請求項 2 4】**

前記疎水性反応性化合物が、トリアルキルクロロシラン、トリアルキルアルコキシラン、フルオロアルキルアルコキシラン、フルオロアルキルクロロシラン、トリアルキルシラザン、またはヘキサアルキルジシラザンである請求項 2 3 に記載の方法。

**【請求項 2 5】**

前記疎水性前駆物質が、下記式 (II) または (III) で示される化合物および化合物の混合物から選ばれる請求項 1 または 2 に記載の方法 :



または



上記式中、

M は、4 値の金属または半金属であり、Si、Sn、Zr、Hf および Ti から選ばれ、

R<sup>1</sup>、R<sup>3</sup> および R<sup>5</sup> は、互いに同一でも異なっていてもよく、飽和または不飽和の炭化水素疎水性基を示すか、またはフッ素化もしくはパーフルオロ化した上記炭化水素基相当基を示し、

R<sup>2</sup>、R<sup>4</sup> および R<sup>6</sup> は、互いに同一でも異なっていてもよく、加水分解性基を示し、アルコキシ基、-O-C(O)R アシロキシ基 (ここでの R は C<sub>1</sub> - C<sub>6</sub> アルキル基である。)、およびハロゲンから選ばれる。

R' は、二価の基であり、

n<sub>1</sub> は 1 から 3 までの整数、n<sub>2</sub> は 1 から 3 までの整数で、n<sub>1</sub> + n<sub>2</sub> = 4 であり、n<sub>3</sub>、n<sub>4</sub>、n<sub>5</sub>、および n<sub>6</sub> は、0 から 3 の整数であり、ただし、n<sub>3</sub> + n<sub>5</sub> および n<sub>4</sub> + n<sub>6</sub> の合計は 0 ではなく、かつ n<sub>3</sub> + n<sub>4</sub> = n<sub>5</sub> + n<sub>6</sub> = 3 である。

**【請求項 2 6】**

前記疎水性前駆物質がメチルトリエトキシラン (MTEOS) である請求項 2 5 に記載の方法。

**【請求項 2 7】**

前記式 (I) で示される無機前駆物質に対する前記疎水性前駆物質のモル比が、20 : 80 ~ 45 : 55 の範囲にある請求項 1 または 2 に記載の方法。

**【請求項 2 8】**

前記式 (I) で示される前駆物質と前記前駆体ゾルに添加される疎水性前駆物質との両

方に対する孔形成剤の質量比が、0.01～5の範囲にある請求項1または2に記載の方法。

【請求項29】

前記式(I)で示される前駆物質と前記前駆体ゾルに添加される疎水性前駆物質との両方に対する孔形成剤の質量比が、0.05～1の範囲にある請求項1または2に記載の方法。

【請求項30】

前記疎水性前駆物質の量が、前駆体ゾルの総質量に対し、1～50質量%である請求項1または2に記載の方法。

【請求項31】

前記孔形成剤を除去する工程d)が、溶媒もしくは超臨界流体抽出法、オゾン分解法、プラズマ処理、コロナ放電処理、または光照射への暴露による光分解法により実施される請求項1に記載の方法。

【請求項32】

前記フォトクロミック試薬の量が、前駆体ゾルの総質量に対し、0.05～10質量%である請求項2または3に記載の方法。

【請求項33】

少なくとも1つの疎水性基をもつ少なくとも1つの疎水性反応性化合物を用いて前記膜を処理する工程をさらに含み、該疎水性反応性化合物が疎水性前駆物質とは異なり、この工程が、前記孔形成剤を除去する工程d)の間またはそれに続いて行なわれる、請求項1に記載の方法。

【請求項34】

少なくとも1つの疎水性基をもつ少なくとも1つの疎水性反応性化合物を用いて前記膜を処理する工程をさらに含み、該疎水性反応性化合物が疎水性前駆物質とは異なり、この工程が、前記メソポア膜含浸工程e)に続いて行なわれる、請求項1に記載の方法。

【請求項35】

前記前駆体ゾル中には疎水性前駆物質を含まない請求項3に記載の方法。