

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(11) 022678

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента  
2016.02.29

(51) Int. Cl. C03C 17/30 (2006.01)  
G02B 1/10 (2006.01)  
G02B 1/11 (2006.01)  
G02B 27/00 (2006.01)

(21) Номер заявки  
201200976

(22) Дата подачи заявки  
2010.12.22

(54) ОПТИЧЕСКОЕ ИЗДЕЛИЕ, СОДЕРЖАЩЕЕ ВРЕМЕННОЕ  
ПРОТИВОЗАПОТЕВАЮЩЕЕ ПОКРЫТИЕ, ХАРАКТЕРИЗУЮЩЕЕСЯ УЛУЧШЕННОЙ  
ДОЛГОВЕЧНОСТЬЮ

(31) 0959685; 1053269  
(32) 2009.12.31; 2010.04.28

(56) JP-A-2004317539  
US-A1-2006088666  
JP-A-2002308651  
EP-A1-1688469  
US-A1-2005008784  
JP-A-2002240186

(33) FR

(43) 2012.12.28

(86) PCT/FR2010/052895

(87) WO 2011/080472 2011.07.07

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
САТИСЛО АГ (CH)

(72) Изобретатель:  
Кадэ Мамонжи, Феяд Матье, Анки  
Франсис (FR)

(74) Представитель:  
Воробьева Е.В. (RU)

(57) Изобретение относится к оптическому изделию, содержащему подложку, снабженную покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, и находящемуся в непосредственном контакте с данным покрытием покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия, при этом упомянутое покрытие-предшественник характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, большим чем 10° и меньшим чем 50°, и толщиной, меньшей или равной 5 нм, и его получают в результате прививки по меньшей мере одного органосиланового соединения, содержащего полиоксиалкиленовую группу, содержащую менее чем 80 атомов углерода, и по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу. Предшественника противозапотевающего покрытия превращают в фактическое противозапотевающее покрытие в результате нанесения на его поверхность пленки жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество. Противозапотевающее покрытие является сразу же пригодным к эксплуатации и обеспечивает получение долговременного действия.

B1

022678

022678  
B1

Изобретение относится к оптическому изделию, снабженному покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, обычно противоотражающим покрытием, поверхность которого модифицировали для обеспечения эффективного и долговременного нанесения раствора для получения временного противозапотевающего покрытия, а также к способу получения такого оптического изделия.

Очень многим носителям, таким как пластиковые материалы и стекло, к сожалению, свойственен недостаток, заключающийся в образовании покрытия в результате запотевания при уменьшении температуры их поверхностей ниже температуры точки росы окружающего воздуха. В особенности это имеет место в случае стекла, которое используют для изготовления остекления транспортных средств или строений, стекол для очков, линз, зеркал и тому подобного. Запотевание, которое развивается на данных поверхностях, приводит к уменьшению прозрачности вследствие диффундирования света через капли воды, что может вызвать появление существенного дискомфорта.

Для предотвращения образования какого-либо запотевания в очень влажных средах, другими словами конденсации очень маленьких капелек воды на носителе, было предложено нанесение на внешнюю поверхность такого носителя гидрофильных покрытий, характеризующихся низким статическим краевым углом смачивания по воде, предпочтительно меньшим чем  $50^\circ$ , более предпочтительно меньшим чем  $25^\circ$ . Такие постоянные противозапотевающие покрытия, в действительности, исполняют функцию губок в отношении запотевания и обеспечивают приставание капелек воды к поверхности носителя в результате образования очень тонкой пленки, которая создает впечатление прозрачности. Данные покрытия в общем случае изготавливают из высокогидрофильных веществ, таких как сульфонаты или полиуретаны.

Коммерчески доступные продукты включают гидрофильные слои с толщиной в несколько микрометров.

Как правило при высокой толщине покрытий (несколько микронов) данные покрытия вследствие поглощения воды, в действительности, набухают, размягчаются и становятся механически менее стойкими.

В соответствии с использованием в настоящем документе постоянное противозапотевающее покрытие предполагает обозначение покрытия, гидрофильные свойства которого представляют собой результат наличия гидрофильных соединений, необратимо связанных с другим покрытием или носителем. В заявке EP 1324078 описывается линза с нанесенным покрытием в виде покрытия, стойкого к истиранию, и многослойного противоотражающего покрытия, содержащего чередующиеся друг с другом слои, характеризующиеся высоким и низким показателями преломления, в числе которых внешним слоем является слой, характеризующийся низким показателем преломления ( $1,42-1,48$ ), имеющий толщину в диапазоне от 5 до 100 нм и образующий противозапотевающее покрытие, состоящее из гибридного слоя, характеризующегося статическим краевым углом смачивания по воде, меньшим чем  $10^\circ$ , и полученного в результате проведения вакуумного осаждения одновременно как органического соединения, так и диоксида кремния или диоксида кремния и оксида алюминия, другими словами, в результате совместного испарения данных различных компонентов. Противозапотевающее покрытие предпочтительно содержит от 0,02 до 70 мас.% органического соединения в расчете на совокупную массу покрытия, а обычно от 6 до 15 мас.% в соответствии с примерами.

Упомянутое органическое соединение имеет одну гидрофильную группу и одну реакционноспособную группу, например триалкоксисилильную группу, содержащую от 3 до 15 атомов углерода, и предпочтительно имеет молекулярную массу в диапазоне от 150 до 1500 г/моль. Некоторые предпочтительные соединения включают основную цепь простого полиэфира, в особенности один полиоксиэтилен, и по одной реакционно-способной группе на каждом конце молекулы. Предпочтительные соединения включают полиэтиленгликольглицидиловый эфир, полиэтиленгликольмоноакрилат и N-(3-триметоксисилилпропил)глюконамид.

Поэтому противозапотевающее покрытие изготавливают в виде слоя на основе диоксида кремния (или слоя на основе диоксида кремния + оксид алюминия), включающего одно гидрофильное органическое соединение. Однако, в действительности, его противозапотевающий характер с течением времени изменяется, и может наблюдаться постадийное ухудшение противозапотевающих свойств. При достижении ими чрезмерно низкого уровня они могут быть восстановлены в результате проведения "промывающей обработки" противозапотевающей пленки, в частности обработки при использовании плазмы.

На практике способ совместного испарения из заявки EP 1324078 является очень сложным для реализации. Предпочтительным было бы существование способа получения противозапотевающего покрытия без проведения какого-либо процесса совместного испарения.

В американских патентах US 6251523 и US 6379776 описывается противоотражающее противозапотевающее стекло для автомобилей или линз, включающее стеклянную подложку, снабженную противоотражающим покрытием на основе диоксида кремния, имеющим толщину 110-250 нм, характеризующимся шероховатостью поверхности Ra, равной приблизительно 5-10 нм, и, в свою очередь, снабженным постоянным противозапотевающим покрытием, имеющим толщину 8 нм и полученным в результате осаждения из жидкой или паровой фазы соединения  $\text{CH}_3\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{6-9}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$  или его гидролизата. На начальной стадии противозапотевающее покрытие характеризуется статическим краевым уг-

лом смачивания по воде 3°.

Еще одно решение по объединению противоотражающих и противозапотевающих свойств заключается в использовании тонкого пористого слоя, характеризующегося низким показателем преломления и частично образованного из поверхностно-активных веществ, что делает возможным приобретение слоем противозапотевающих свойств. Данный слой в общем случае осаждают на гидрофильную поверхность.

Таким образом, в патенте US 5997621 описывается пористое противоотражающее и противозапотевающее покрытие на основе оксидов металлов (бисерин диоксида кремния) и относительно водорасторимых анионных поверхностно-активных веществ, имеющих в общем случае ионную гидрофильную голову, относящуюся к типу карбоновой кислоты, сульфоната или фосфата, и фторированную цепь. Для обеспечения иммобилизации на подложке поверхностно-активные вещества предпочтительно способны ковалентно связываться с оксидами металлов. В заявке WO 97/43668 описывается подобная конструкция.

В заявке EP 0871046 описывается противоотражающая и противозапотевающая система, содержащая один пористый слой на основе неорганического оксида, осажденный на водопоглощающем слое, имеющем толщину в несколько микрометров и полученном в результате поликонденсации гидролизата неорганического аллоксида в присутствии соединения полиакриловой кислоты. Пористый слой, который исполняет функцию противоотражающего барьера, делает возможным доступ воды к поглощающему слою.

Противозапотевающие свойства также могут быть получены и в результате нанесения растворов для нанесения временных покрытий, коммерчески доступных в виде аэрозолей или влажных салфеток, на очковые стекла, содержащие в качестве внешнего слоя противозагрязняющее (гидрофобное и олеофобное) покрытие, зачастую рассматриваемое в качестве существенного при снабжении очкового стекла противоотражающим покрытием. Это делает возможным получение противозапотевающего свойства в течение короткого периода времени. Сохраняется аспект легкости удаления грязи, который придается противозагрязняющему покрытию, но после проведения пары операций по протиранию противозапотевающее свойство значительно изменяется. Действительно, растворы для нанесения временных покрытий содержат материалы, которые являются гидрофильными по своей природе, демонстрируя неудовлетворительное взаимодействие с гидрофобной поверхностью противозагрязняющего покрытия, так что после проведения нескольких операций по протиранию данные гидрофильные материалы удаляются.

Одно более интересное решение заключается в получении противозапотевающего покрытия в результате нанесения гидрофильного раствора для получения временного покрытия на поверхность покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия, что представляет собой альтернативу постоянным противозапотевающим покрытиям.

В заявке EP 1275624 описывается линза с нанесенным покрытием в виде твердого неорганического гидрофильного слоя на основе оксидов металлов и диоксида кремния. Его гидрофильная природа и наличие наноразмерных вогнутых участков на его поверхности делают возможными импрегнирование поверхностью-активным веществом и удерживание его в адсорбированном состоянии в течение продолжительного периода времени, что, таким образом, обеспечивает сохранение противозапотевающего действия в течение нескольких дней. Однако противозапотевающее действие также можно наблюдать и в отсутствие какого-либо поверхностно-активного вещества.

В заявках JP 2004317539 и JP 2005281143 описывается линза с нанесенными покрытиями в виде многослойного противоотражающего покрытия и/или стойкого к истиранию покрытия и покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия, характеризующаяся статическим краевым углом смачивания по воде в диапазоне от 50 до 90°. Противозапотевающее покрытие как таковое, которое представляет собой временное покрытие, получают после нанесения поверхностно-активного вещества на поверхность покрытия-предшественника.

Покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия получают из композиции, содержащей органическое соединение, имеющее гидрофильную группу полиоксиэтиленовой природы, реакционно-способную группу, способную вступать в реакцию с внешним слоем противоотражающего покрытия, в частности, слоем на основе диоксида кремния, такую как аллоксисилановая  $\text{Si}(\text{OR})_n$ , силанольная  $\text{SiOH}$  или изоцианатная группа, и необязательно фторированную гидрофобную группу, и композицию выбирают таким образом, чтобы статический краевой угол смачивания по воде у покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия варьировался в диапазоне от 50 до 90°. Органические соединения, используемые в предшественнике противозапотевающего покрытия, предпочтительно имеют молекулярную массу в диапазоне от 700 до 5000 или от 430 до 3700 г/моль. В качестве примеров таких соединений должны быть упомянуты соединения  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{22}\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$  или  $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ . Покрытие-предшественник описывается как имеющее толщину в диапазоне от 0,5 до 20 нм. У покрытия-предшественника предполагается относительно высокий краевой угол смачивания, поскольку в соответствии с данными заявками это обеспечивает легкое удаление грязи, представляющей собой результат высыхания капель воды.

Однако ученые все еще проводят поиск композиций временных противозапотевающих покрытий, слои из которых могли бы быть получены по легким для реализации способам, противозапотевающие

свойства которых были бы более эффективными, и которые были бы более долговечными во времени и/или в условиях воздействия механических напряжений при одновременном сохранении приемлемой легкости очистки.

Все еще ведется поиск противозапотевающих покрытий, также обладающих и хорошими механическими свойствами (стойкостью к истиранию и царапанию).

Настоящее изобретение имеет своей целью получение таких временных противозапотевающих покрытий, которые значительно улучшают долговечность противозапотевающего свойства при одновременном сохранении хороших механических свойств.

Одна дополнительная цель настоящего изобретения заключается в предложении противозапотевающего покрытия, которое было бы сразу же пригодным к эксплуатации, другими словами, покрытия, которое при попадании прозрачной стеклянной подложки с нанесенным покрытием в виде такого покрытия в условия образования запотевания на упомянутой подложке, лишенной упомянутого покрытия, делает возможным немедленное достижение (другими словами, в течение менее чем одной секунды) зрительного восприятия  $> 6/10$  (остроты зрения), а предпочтительно 10/10 без образования запотевания для наблюдателя, смотрящего через стекло с нанесенным покрытием, в соответствии со шкалой остроты зрения Snellen E (ARMAIGNAC scale (Tridents) (Snellen E) reading at 5M, ref. T6, что доступно в компании FAX INTERNATIONAL), расположенной на расстоянии 5 м.

Одна дополнительная цель настоящего изобретения заключается в предложении оптического изделия, обладающего как противоотражающими, так и противозапотевающими свойствами.

В соответствии с изобретением достижения данных целей можно добиться благодаря модифицированию силанольных групп на поверхности оптического изделия в результате прививки на них конкретного органосиланового соединения.

Таким образом, настоящее изобретение относится к оптическому изделию, предпочтительно линзе для очков, содержащему подложку, снабженную покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, и находящееся в непосредственном контакте с этим покрытием покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия, которое характеризуется тем, что покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия

получается в результате прививки по меньшей мере одного органосиланового соединения, имеющего

полиоксиалкиленовую группу и

по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу;

имеет толщину, меньшую или равную 5 нм,

характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, большим чем  $10^\circ$  и меньшим чем  $50^\circ$ .

Настоящее изобретение дополнительно относится к оптическому изделию, предпочтительно линзе для очков, такой как вышеупомянутая, покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия у которого, кроме того, снабжают покрытием в виде пленки жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество. Другими словами, такое оптическое изделие снабжают временным противозапотевающим покрытием, соответствующим изобретению.

Изобретение более подробно будет описываться при обращении к прилагаемому чертежу, демонстрирующему изменение в зависимости от времени противозапотевающих свойств оптических изделий, соответствующих изобретению, и сравнительных оптических изделий, первоначально подвергнутых воздействию горячего пара.

В настоящем изобретении покрытие, которое находится "на" подложке/покрытии или которое осадили "на" подложку/покрытие, определяют как покрытие, которое (i) располагается поверх подложки/покрытия, (ii) необязательно находится в контакте с подложкой/покрытием, другими словами, между подложкой/покрытием и рассматриваемым покрытием могут быть расположены одно или несколько промежуточных покрытий (однако, предпочтительно, чтобы оно находилось в контакте с упомянутыми подложкой/покрытием), и (iii) необязательно полностью покрывает подложку/покрытие. В случае "расположения слоя 1 под слоем 2" подразумевается обозначение того, что слой 2 является более удаленным от подложки, чем слой 1.

В соответствии с использованием в настоящем документе "противозапотевающее покрытие" подразумевает обозначение покрытия, которое при попадании прозрачной стеклянной подложки с нанесенным покрытием в виде такого покрытия в условия образования запотевания на упомянутой подложке, лишенной упомянутого покрытия, делает возможным немедленное достижение остроты зрения  $> 6/10$  для наблюдателя, смотрящего через стекло с нанесенным покрытием при расположении шкалы остроты зрения на расстоянии 5 м. В экспериментальном разделе описываются несколько испытаний для оценки противозапотевающих свойств покрытия. В условиях образования запотевания противозапотевающие покрытия либо могут не обнаруживать запотевание на своей поверхности (в идеальном случае при отсутствии какого-либо искажения зрительного восприятия, либо при наличии искажения зрительного восприятия, но при остроте зрения  $> 6/10$  в вышеупомянутых условиях проведения измерения), либо могут обнаруживать определенное запотевание на своей поверхности, но все еще делают возможным, несмотря на

нарушение зрительного восприятия, являющегося результатом запотевания, достижение остроты зрения  $> 6/10$  в вышеупомянутых условиях проведения измерения. Непротивозапотевающее покрытие не обеспечивает получения остроты зрения  $> 6/10$ , пока его подвергают воздействию условий образования запотевания, и в общем случае демонстрирует наличие помутнения от конденсации в вышеупомянутых условиях проведения измерения.

В соответствии с использованием в настоящем документе "противозапотевающее стекло" подразумевает обозначение стекла, снабженного "противозапотевающим покрытием", таким как определенное в настоящем документе выше.

Таким образом, предшественник противозапотевающего покрытия, соответствующий изобретению, который представляет собой гидрофильное покрытие, не рассматривается в качестве противозапотевающего покрытия, соответствующего настоящему изобретению, даже и в случае наличия у него определенных противозапотевающих свойств, которые могут наблюдаться, например, при использовании испытания на действие дыхания, описанного в экспериментальном разделе. Действительно, данный предшественник противозапотевающего покрытия не обеспечивает получения остроты зрения  $> 6/10$  в вышеупомянутых условиях проведения измерения, как это представлено на чертеже, что будет обсуждаться впоследствии.

В соответствии с использованием в настоящем документе временное противозапотевающее покрытие подразумевает обозначение противозапотевающего покрытия, полученного после нанесения жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, на поверхность покрытия-предшественника упомянутого противозапотевающего покрытия. Долговечность временного противозапотевающего покрытия в общем случае ограничиваются операции по протиранию, проводимые на его поверхности, при этом молекулы поверхностно-активного вещества не прикрепляются необратимо к поверхности покрытия, а всего лишь адсорбируются в течение более или менее продолжительного периода времени.

Оптическое изделие, полученное в соответствии с изобретением, содержит подложку, предпочтительно прозрачную, имеющую переднюю и заднюю основные поверхности, при этом по меньшей мере одну из упомянутых основных поверхностей снабжают покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, предпочтительно обе основные поверхности. В соответствии с использованием в настоящем документе задняя лицевая поверхность (в общем случае вогнутая) подложки подразумевает обозначение лицевой поверхности, которая при использовании изделия находится ближе всего к глазу владельца линзы. Наоборот, передней лицевой поверхностью (в общем случае выпуклой) подложки является лицевая поверхность, которая при использовании изделия находится дальше всего от глаза владельца линзы.

Хотя изделием, соответствующим изобретению, может быть любое оптическое изделие, которое может сталкиваться с проблемой образования запотевания, такое как экран, остекление для автомобильной промышленности или строительной промышленности или зеркало, предпочтительно им являются оптическая линза, более предпочтительно глазная линза для очков или заготовка для оптических или глазных линз.

Это исключает изделия, такие как интраокулярные линзы, которые находятся в контакте с живыми тканями, или контактные линзы, которые по самой своей природе не сталкиваются с проблемой образования запотевания в противоположность стеклам для очков.

В соответствии с изобретением покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, может быть получено по меньшей мере на одной из основных поверхностей оголенной подложки, другими словами, подложки без нанесенного покрытия или по меньшей мере на одной из основных поверхностей подложки, которая уже имеет покрытие в виде одного или нескольких функциональных покрытий.

Подложка для оптического изделия, соответствующего изобретению, может представлять собой минерал или органическое стекло, например термопластичный или термоотверждающийся пластиковый материал.

В особенности предпочтительные классы подложек включают поли(тиоуретаны), полиэписульфиды и смолы, представляющие собой результат полимеризации или (со)полимеризации алкиленгликоль-бисаллилкарбонатов. Их продают, например, под торговым наименованием CR-39® в компании PPG Industries (линзы ORMA® от компании ESSILOR).

В некоторых областях применения до осаждения покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, на основную поверхность подложки предпочтается наносить покрытие в виде одного или нескольких функциональных покрытий. Данные функциональные покрытия, традиционно использующиеся в оптике, могут представлять собой, но не ограничиваются указанным, слой грунтовки, стойкой к ударным воздействиям, покрытие, стойкое к истиранию, и/или покрытие, стойкое к царапанию, поляризованное покрытие, фотохромное покрытие или тонирующее покрытие, в частности слой грунтовки, стойкой к ударным воздействиям, с нанесенным покрытием в виде слоя, стойкого к истиранию, и/или покрытия, стойкого к царапанию.

Покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, предпочтительно осаждают на покрытие, стойкое к истиранию и/или стойкое к царапанию. Покрытие, стойкое к истиранию и/или стойкое к царапанию, может представлять собой любой слой, традиционно использующийся в качестве покрытия, стойкого к истиранию, и/или покрытия, стойкого к царапанию, в области глазных линз.

Покрытиями, стойкими к истиранию и/или стойкими к царапанию, предпочтительно являются твердые покрытия на основе поли(мет)акрилатов или силанов, содержащие в общем случае один или несколько минеральных наполнителей, которые предназначены для улучшения твердости и/или показателя преломления покрытия непосредственно после отверждения. В соответствии с использованием в настоящем документе (мет)акрилат представляет собой акрилат или метакрилат.

Покрытие, стойкое к истиранию, и/или твердые покрытия, стойкие к царапанию, предпочтительно получают из композиций, содержащих по меньшей мере один алcoxисилан и/или его гидролизат, полученный, например, в результате гидролиза под действием раствора хлористоводородной кислоты, и необязательно катализаторы конденсации и/или отверждения и/или поверхностно-активные вещества.

Рекомендованные покрытия настоящего изобретения включают покрытия на основе эпоксисилановых гидролизатов, таких как те, которые описываются в патентах EP 0614957, US 4211823 и US 5015523.

Толщина покрытия, стойкого к истиранию, и/или покрытия, стойкого к царапанию, в общем случае варьируется в диапазоне от 2 до 10 мкм, предпочтительно от 3 до 5 мкм.

До осаждения покрытия, стойкого к истиранию, и/или покрытия, стойкого к царапанию, на подложку можно нанести покрытие грунтовки для улучшения стойкости к ударным воздействиям и/или адгезии последующих слоев в готовом продукте.

Данное покрытие может представлять собой любой слой грунтовки, стойкой к ударным воздействиям, традиционно использующийся для изделий из прозрачного полимерного материала, таких как глазные линзы.

Предпочтительные композиции грунтовок включают композиции на основе термопластичных полиуретанов, такие как те, которые описываются в патентах JP 63141001 и JP 6387223, композиции поли(мет)акриловых грунтовок, такие как те, которые описываются в патенте US 5015523, композиции на основе термоотверждающихся полиуретанов, такие как те, которые описываются в патенте EP 0404111, и композиции на основе поли(мет)акриловых латексов или латексов, относящихся к полиуретановому типу, такие как те, которые описываются в патентах US 5316791 и EP 0680492.

Предпочтительными композициями грунтовок являются композиции на основе полиуретанов и композиции на основе латексов, в частности латексов, относящихся к полиуретановому типу, и поли(мет)акриловых латексов, и их комбинации. Слои грунтовок после отверждения в общем случае имеют толщины в диапазоне от 0,2 до 2,5 мкм, предпочтительно в диапазоне от 0,5 до 1,5 мкм.

Далее в настоящем документе будет описываться покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности. В соответствии с использованием в настоящем документе покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, подразумевает обозначение покрытия, которое естественным образом имеет силанольные группы на своей поверхности, или покрытие, силанольные группы которого образованы после проведения обработки, активирующей поверхность. Поэтому данным покрытием является покрытие на основе силоксанов или диоксида кремния, например, но не ограничиваясь указанным ниже, слой на основе диоксида кремния, золь-гелевое покрытие на основе органосилановых веществ, таких как алcoxисиланы, или покрытие на основе коллоидов диоксида кремния. В особенности им могут быть покрытие, стойкое к истиранию, и/или покрытие, стойкое к царапанию, или в соответствии с предпочтительным вариантом осуществления однослойное противоотражающее покрытие или многослойное противоотражающее покрытие, внешний слой которого имеет силанольные группы на своей поверхности. В соответствии с использованием в настоящем документе внешний слой покрытия подразумевает обозначение слоя, который больше всего удален от подложки.

Обработку, активирующую поверхность и генерирующую силанольные группы или, по меньшей мере, увеличивающую их долю на поверхности покрытия, в общем случае проводят в вакууме. Она может представлять собой бомбардировку энергетическими и/или реакционно-способными частицами, например, при использовании ионного пучка ("ионная предварительная очистка" или "ИПО") или при использовании электронного пучка, обработку коронным разрядом, обработку ионными продуктами расщепления ядер, обработку ультрафиолетовым излучением или обработку при использовании плазмы в вакууме, в общем случае при использовании кислородной или аргоновой плазмы. Это также могут быть кислотная или основная обработка и/или обработка на основе растворителя (воды, перекиси водорода или любого органического растворителя). Многие из данных обработок могут быть объединены.

В соответствии с использованием в настоящем документе энергетические частицы (и/или реакционно-способные частицы) обозначают в особенности ионные частицы, имеющие энергию в диапазоне от 1 до 300 эВ, предпочтительно от 1 до 150 эВ, более предпочтительно от 10 до 150 эВ, а еще более предпочтительно от 40 до 150 эВ. Энергетическими частицами могут быть химические частицы, такие как ионы, радикалы, или такие частицы, как фотоны или электроны.

Активирующую обработкой также могут быть кислотная или основная химическая обработка поверхности, предпочтительно влажная обработка, или обработка при использовании растворителя или

комбинации растворителей.

Покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, предпочтительно представляет собой слой, характеризующийся низким показателем преломления, на основе диоксида кремния (содержащий диоксид кремния), наиболее предпочтительно оно состоит из слоя на основе диоксида кремния ( $\text{SiO}_2$ ), в общем случае, полученном в результате осаждения из паровой фазы.

Упомянутый слой на основе  $\text{SiO}_2$  в дополнение к диоксиду кремния может содержать один или несколько других материалов, традиционно используемых для получения тонких слоев, например один или несколько материалов, выбранных из диэлектрических материалов, описанных далее в настоящем описании изобретения. Данный слой на основе  $\text{SiO}_2$  предпочтительно свободен от  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Согласно наблюдениям изобретателей проведение обработки поверхности будет несущественным в случае слоя в виде слоя на основе диоксида кремния, в частности, при получении его в результате испарения.

Покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, предпочтительно содержит по меньшей мере 70 мас.%  $\text{SiO}_2$ , более предпочтительно по меньшей мере 80 мас.%, а еще более предпочтительно по меньшей мере 90 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Как уже отмечалось, в наиболее предпочтительном варианте осуществления оно содержит 100 мас.% диоксида кремния.

Покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, также может быть золь-гелевое покрытие на основе силанов, таких как алкоксисиланы, например тетраэтоксисилан, или органосиланов, таких как  $\gamma$ -глицидоксипропилтритометоксисилан. Такое покрытие получают в результате проведения мокрого осаждения при использовании жидкой композиции, содержащей гидролизат силанов и необязательно коллоидальные материалы, характеризующиеся высоким ( $> 1,55$ , предпочтительно  $> 1,60$ , более предпочтительно  $> 1,70$ ) или низким ( $\leq 1,55$ ) показателями преломления. Такое покрытие, слой которого содержит органическую/неорганическую гибридную матрицу на основе силанов, где коллоидальные материалы диспергируют для регулирования показателя преломления каждого слоя, описывается, например, в патенте FR 2858420.

В одном варианте осуществления изобретения покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, представляет собой слой на основе диоксида кремния, осажденный на покрытии, стойком к истиранию, предпочтительно осажденный непосредственно на данное покрытие, стойкое к истиранию.

Упомянутым слоем на основе диоксида кремния (содержащим диоксид кремния) предпочтительно является слой на основе диоксида кремния, в общем случае полученный в результате химического осаждения из паровой фазы. Предпочтительно он имеет толщину, меньшую или равную 500 нм, более предпочтительно находящуюся в диапазоне от 5 до 20 нм, а еще более предпочтительно от 10 до 20 нм.

Предпочтительно осаждение упомянутого слоя на основе диоксида кремния проводят в результате регулирования давления, что означает добавление газа в камеру осаждения, при этом газ имеет неионную форму, предпочтительно в результате добавления кислорода, при этом давление обычно находится в диапазоне от  $5,10^{-5}$  до  $5,10^{-4}$  мбар.

В еще одном варианте осуществления изобретения, который является наиболее предпочтительным вариантом осуществления, оптическое изделие, соответствующее изобретению, включает противоотражающее покрытие. В случае наличия такого покрытия оно в общем случае будет представлять собой покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, в рамках значения, принятого в данном изобретении. Данным противоотражающим покрытием может быть любое противоотражающее покрытие, традиционно использующееся в области оптики, в частности, офтальмологической оптики, при условии наличия силанольных групп на его поверхности.

Противоотражающее покрытие определяют как покрытие, осажденное на поверхность оптического изделия, которое улучшает противоотражающие свойства готового оптического изделия. Это делает возможным уменьшение отражения света на межфазной поверхности между изделием и воздухом на относительно большом участке видимого спектра.

Как также хорошо известно, противоотражающие покрытия традиционно включают однослойную или многослойную стопку, образованную из диэлектрических материалов. Они предпочтительно представляют собой многослойные покрытия, включающие слои, характеризующиеся высоким показателем преломления (ВПП), и слои, характеризующиеся низким показателем преломления (НПП).

В настоящей заявке слой противоотражающего покрытия считается слоем, характеризующимся высоким показателем преломления, в случае его показателя преломления, большего чем 1,55, предпочтительно большего или равного 1,6, более предпочтительно большего или равного 1,8, а еще более предпочтительно большего или равного 2,0. Слой противоотражающего покрытия считается слоем, характеризующимся низким показателем преломления, в случае его показателя преломления, меньшего или равного 1,55, предпочтительно меньшего или равного 1,50, более предпочтительно меньшего или равного 1,45. Если только не будет указано другого, то показатели преломления, упомянутые в настоящем изобретении, устанавливают при  $25^\circ\text{C}$  при длине волны 550 нм.

Слоями ВПП являются традиционные слои, характеризующиеся высоким показателем преломления, которые хорошо известны на современном уровне техники. В общем случае они содержат один или

несколько оксидов металлов, таких как, не ограничиваясь указанным, диоксид циркония ( $ZrO_2$ ), диоксид титана ( $TiO_2$ ), пентаоксид тантала ( $Ta_2O_5$ ), оксид неодима ( $Nd_2O_5$ ), оксид празеодима ( $Pr_2O_3$ ), титанат празеодима ( $PrTiO_3$ ),  $La_2O_3$ ,  $Dy_2O_5$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $Y_2O_3$ .

Слои НПП также хорошо известны и могут содержать без ограничения  $SiO_2$ ,  $MgF_2$ ,  $ZrF_4$ , оксид алюминия ( $Al_2O_3$ ),  $AlF_3$ , хиолит ( $Na_3Al_1F_14$ ), криолит ( $Na_3[AlF_6]$ ) и их комбинации, предпочтительно  $SiO_2$  или  $SiO_2$ , допированный оксидом алюминия. Также могут быть использованы и слои  $SiOF$  ( $SiO_2$ , допированный фтором).

В случае использования слоя НПП, содержащего смесь  $SiO_2$  и  $Al_2O_3$ , он предпочтительно будет содержать от 1 до 10 мас.%, более предпочтительно от 1 до 8 мас.%, а еще более предпочтительно от 1 до 5 мас.%,  $Al_2O_3$  в расчете на совокупную массу  $SiO_2 + Al_2O_3$  в данном слое.

В сущности говоря, слои ВПП имеют физическую толщину в диапазоне от 10 до 120 нм, а слои НПП имеют физическую толщину в диапазоне от 10 до 100 нм.

Предпочтительно совокупная толщина противоотражающего покрытия является меньшей чем 1 мкм, более предпочтительно меньшей или равной 800 нм, а еще более предпочтительно меньшей или равной 500 нм. Совокупная толщина противоотражающего покрытия в общем случае является большей чем 100 нм, предпочтительно большей чем 150 нм.

Еще более предпочтительно противоотражающее покрытие включает по меньшей мере два слоя, характеризующихся низким показателем преломления (НПП), и по меньшей мере два слоя, характеризующихся высоким показателем преломления (ВПП). Предпочтительно совокупное количество слоев в противоотражающем покрытии является меньшим или равным 8, более предпочтительно меньшим или равным 6.

Слои ВПП и НПП не требуют чередования друг с другом в противоотражающем покрытии, хотя также они могут и чередоваться в соответствии с одним вариантом осуществления изобретения. Два (и более) слоя ВПП могут быть осаждены друг на друга, а также друг на друга могут быть осаждены два (и более) слоя НПП.

Различные слои в противоотражающем покрытии предпочтительно осаждали в результате осаждения из паровой фазы в вакууме в соответствии с любым одним из следующих далее способов: i) в результате испарения, необязательно при использовании ионного пучка; ii) в результате ионно-лучевого напыления; iii) в результате катодного напыления; iv) в результате химического осаждения из паровой фазы при использовании плазмы. Данные различные способы описываются в следующих далее ссылках "Thin Film Processes" и "Thin Film Processes II", Vossen & Kern, Ed., Academic Press, 1978 и 1991 соответственно. В особенности рекомендованный способ представляет собой испарение в вакууме.

В случае, когда покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, является противоотражающим покрытием, коэффициент отражения яркости у изделия с нанесенным покрытием в виде такого противоотражающего покрытия, обозначаемый как  $R_v$ , является меньшим чем 2,5% на лицевую поверхность, более предпочтительно меньшим чем 2% на лицевую поверхность, а еще более предпочтительно меньшим чем 1% на лицевую поверхность изделия. В наиболее предпочтительном варианте осуществления изделие содержит подложку, обе основные поверхности которой имеют покрытие в виде противоотражающего покрытия, соответствующего изобретению, и характеризуется совокупным значением  $R_v$  (совокупное отражение для обеих лицевых поверхностей), меньшим чем 1,5%. Средства достижения таких значений  $R_v$  хорошо известны специалисту в соответствующей области техники.

В настоящей заявке "коэффициент отражения яркости" является таким, как это определено в документе ISO standard 13666:1998, и его измеряют в соответствии со стандартом ISO 8980-4, другими словами, это средневзвешенная величина спектральной отражательной способности в пределах всего диапазона длин волн видимого спектра от 380 до 780 нм.

До получения предшественника противозапотевающего покрытия на покрытии, имеющем силанольные группы на своей поверхности, например противоотражающем покрытии, поверхность такого покрытия обычно подвергают физической или химической активирующей обработке, пред назначенной усиливать адгезию предшественника противозапотевающего покрытия. Данные обработки могут быть выбраны из тех, которые ранее описывались для активирования покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности.

В соответствии с изобретением покрытие, имеющее силанольные группы на его поверхности, находится в непосредственном контакте с покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия, которое будет описываться в настоящем документе ниже.

В соответствии с использованием в настоящем документе термин "предшественник противозапотевающего покрытия" подразумевает обозначение покрытия, которое в случае нанесения на его поверхность жидкого раствора, содержащего поверхностно-активное вещество, для получения пленки будет представлять собой противозапотевающее покрытие в рамках значения, принятого в данном изобретении. Покрытие-предшественник системы + пленка раствора на основе поверхностно-активного вещества представляют противозапотевающее покрытие как таковое.

Покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия представляет собой покрытие, имеющее толщину, меньшую или равную 5 нм, предпочтительно равную 4 нм или менее, более предпочтитель-

тельно 3 нм или менее, а еще более предпочтительно 2 нм или менее, и демонстрирующее статический краевой угол смачивания по воде, больший чем  $10^\circ$ , и меньший чем  $50^\circ$ , которое получают в результате проведения необратимой прививки, по меньшей мере одного органосиленового соединения, имеющего полиоксиалкиленовую группу и по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу.

В одном варианте осуществления изобретения покрытие осаждают в результате нанесения композиции, содержащей гидролизат органосиленового соединения, содержащего полиоксиалкиленовую группу и по меньшей мере один атом кремния, несущий по меньшей мере одну гидролизуемую группу.

Рекомендуется избегать какой-либо конденсации гидролизованных органосиленовых соединений, для того чтобы они могли бы сохранять по возможности больше силанольных функциональностей, свободных для вступления в реакцию, в целях облегчения прививки данных соединений на поверхность оптического изделия и ограничения образования силоксановых форполимеров до прививки. В этом заключается причина того, почему толщина осажденного органосиленового соединения является настолько малой.

Поэтому композицию рекомендуется относительно быстро наносить после гидролиза, обычно в течение менее чем 2 ч, предпочтительно менее чем 1 ч, более предпочтительно менее чем 30 мин, после проведения гидролиза (в результате добавления кислотного водного раствора обычно на основе HCl).

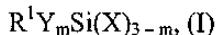
Наиболее предпочтительно композицию наносят в течение менее чем 10 мин, еще более предпочтительно менее чем 5 мин, а предпочтительно менее чем 1 мин после проведения гидролиза.

Гидролиз предпочтается проводить без подвода тепла, т.е. обычно при температуре в диапазоне от 20 до  $25^\circ\text{C}$ .

Как правило, осаждение слоев с толщиной в несколько нанометров требует использования очень разбавленных композиций, характеризующихся очень низким уровнем содержания сухого вещества, что замедляет кинетику конденсации.

Использующееся органосиленовое соединение благодаря своей кремнийсодержащей реакционноспособной группе способно обеспечивать образование ковалентной связи с силанольными группами, присутствующими на поверхности покрытия, на которое его осаждают.

Органосиленовое соединение изобретения включает полиоксиалкиленовую цепь, функционализованную только на одном своем конце или на обоих своих концах, предпочтительно только на одном конце, группой, содержащей по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу. Данное органосиленовое соединение предпочтительно содержит атом кремния, имеющий по меньшей мере две гидролизуемые группы, предпочтительно три гидролизуемые группы. Предпочтительно оно не имеет какой-либо уретановой группы. Предпочтительно оно представляет собой соединение, описывающееся формулой I



где группы Y, являющиеся идентичными или различными, представляют собой одновалентные органические группы, связанные с атомом кремния через атом углерода, группы X, являющиеся идентичными или различными, представляют собой гидролизуемые группы,  $\text{R}^1$  представляет собой группу, содержащую полиоксиалкиленовую функциональность,  $m$  представляет собой целое число, равное 0, 1 или 2. Предпочтительно  $m = 0$ .

Группы X предпочтительно выбирают из аллоксигрупп  $-\text{O}-\text{R}^3$ , в частности  $\text{C}_1\text{-C}_4$  аллоксигрупп, ацилоксигрупп  $-\text{O}-\text{C}(\text{O})\text{R}^4$ , где  $\text{R}^4$  представляет собой алкильный радикал, предпочтительно  $\text{C}_1\text{-C}_6$  алкильный радикал, предпочтительно металльный или этильный, галогенов, таких как Cl, Br и I, или триметилсилилокси  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}$ - и комбинаций данных групп. Предпочтительно группами X являются аллоксигруппы, в частности метокси- или этоксигруппы, а более предпочтительно этоксигруппы.

Группой Y, присутствующей в случае неравенства  $m$  нулю, предпочтительно является насыщенная или ненасыщенная углеводородная группа, предпочтительно  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ , а более предпочтительно  $\text{C}_1\text{-C}_4$  группа, например алкильная группа, такая как метильная или этильная группа, винильная группа, арильная группа, например необязательно замещенная фенильная группа, в особенности замещенная одной или несколькими  $\text{C}_1\text{-C}_4$  алкильными группами. Предпочтительно Y представляет собой метильную группу.

В одном предпочтительном варианте осуществления соединение, описывающееся формулой I, имеет триаллоксисилильную группу, такую как триэтоксисилильная или триметоксисилильная группа.

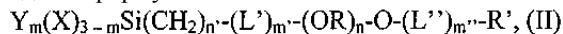
Полиоксиалкиленовая группа органосиленового соединения (группа  $\text{R}^1$ ) предпочтительно содержит менее чем 80 атомов углерода, более предпочтительно менее чем 60 атомов углерода, а еще более предпочтительно менее чем 50 атомов углерода. Группа  $\text{R}^1$  предпочтительно удовлетворяет тем же самым условиям.

Группа  $\text{R}^1$  в общем случае соответствует формуле  $-\text{L}-\text{R}^2$ , где L представляет собой двухвалентную группу, связанную с атомом кремния соединений, описывающих формулами I или II, через атом углерода, а  $\text{R}^2$  представляет собой группу, содержащую одну полиоксиалкиленовую группу, связанную с группой L через атом кислорода, при этом данный атом кислорода включен в группу  $\text{R}^2$ . Неограничи-

вающие примеры групп L включают линейные или разветвленные, необязательно замещенные алкильные, циклоалкиленовые, ариленовые, карбонильные группы, амидогруппы или комбинации данных групп, подобные циклоалкиленалкиленовым, бисциклоалкиленовым, бисциклоалкиленалкиленовым, ариленалкиленовым, бисфениленовым, бисфениленалкиленовым, амидоалкиленовым группам, в число которых входят, например, группа CONH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> или группы -OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>- и -NHC(O)-. Предпочтительными группами L являются алкильные группы (предпочтительно линейные), содержащие предпочтительно 10 атомов углерода или менее, более предпочтительно 5 атомов углерода или менее, например этиленовая и пропиленовая группы.

Предпочтительные группы R<sup>2</sup> включают полиоксиэтиленовую группу -(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>-, полиоксипропиленовую группу или комбинации данных групп.

Предпочтительные органосиланы, описывающиеся формулой I, представляют собой соединения, описывающиеся следующей далее формулой II



где R' представляет собой атом водорода, линейную или разветвленную ацильную или алкильную группу, необязательно замещенную одной или несколькими функциональными группами, и которая, кроме того, может содержать одну или несколько двойных связей, R представляет собой линейную или разветвленную алкиленовую группу, предпочтительно линейную, например этиленовую или пропиленовую группу, L' и L'' представляют собой двухвалентные группы, X, Y и m являются такими, как определено в настоящем документе выше, n' представляет собой целое число в диапазоне от 1 до 10, предпочтительно от 1 до 5, n представляет собой целое число в диапазоне от 2 до 50, предпочтительно от 5 до 30, более предпочтительно от 5 до 15, m' составляет 0 или 1, предпочтительно 0, m'' составляет 0 или 1, предпочтительно 0.

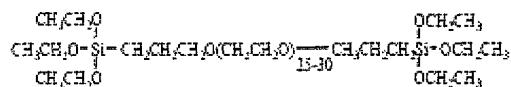
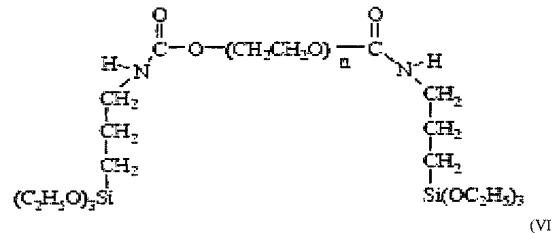
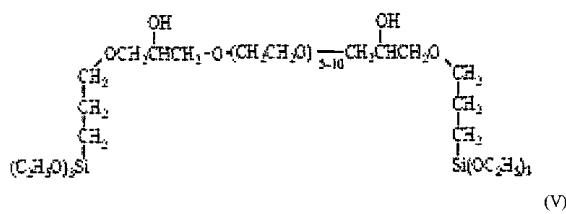
Группы L' и L'' в случае присутствия таковых могут быть выбраны из описанных прежде двухвалентных групп L, а предпочтительно представляют собой группу -OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>- или группу -NHC(O)-. В данном случае группы -OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>- или -NHC(O)- соединены с соседними группами (CH<sub>2</sub>)<sub>n'</sub> (при использовании группы L') и R' (при использовании группы L'') через их атом кислорода (для группы -OCH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>-) или через их атом азота (для группы -NHC(O)-).

В одном варианте осуществления m = 0, а гидролизуемые группы X представляют собой метокси- или этоксигруппы. n' предпочтительно составляет 3. В еще одном варианте осуществления R' представляет собой алкильную группу, содержащую менее чем 5 атомов углерода, предпочтительно металльную группу. R' также может представлять собой алифатическую или ароматическую ацильную группу, в особенности ацетильную группу.

В заключение, R' может представлять собой триалкоxsисилиалкиленовую группу или тригалогенсилапиленовую группу, такую как группа -(CH<sub>2</sub>)<sub>n''</sub>Si(R<sup>5</sup>)<sub>3</sub>, где R<sup>5</sup> представляет собой гидролизуемую группу, такую как определенные прежде группы X, а n'' представляет собой целое число, такое как определенное прежде целое число n'. Одним примером такой группы R' является группа -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>. В данном варианте осуществления органосилановое соединение содержит два атома кремния, имеющих по меньшей мере одну гидролизуемую группу.

В предпочтительных вариантах осуществления n составляет 3 или, в действительности, находится в диапазоне от 6 до 9, от 9 до 12, от 21 до 24 или от 25 до 30, предпочтительно от 6 до 9.

В качестве подходящих для использования соединений, описывающихся формулой II, необходимо упомянуть, например, 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]тристетоксисилановые соединения, описываемые формулами CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (III) и CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>9-12</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (IV), представленные на рынке компаниями Gelest, Inc. или ABCR, соединение, описывающееся формулой CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (VIII), соединения, описывающиеся формулой CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>, где n = 21-24, 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]трихлорсиланы, 2-[ацетокси(полиэтиленокси)пропил]тристетоксисилан, описывающийся формулой CH<sub>3</sub>C(O)O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 2-[ацетокси(полиэтиленокси)пропил]триэтоксисилан, описывающийся формулой CH<sub>3</sub>C(O)O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>, 2-[гидрокси(полиэтиленокси)пропил]-тристетоксисилан, описывающийся формулой HO-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 2-[гидрокси(полиэтиленокси)пропил]триэтоксисилан, описывающийся формулой HO-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>, соединения, описывающиеся формулами HO-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>8-12</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> и HO-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>8-12</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>, полипропилен-бис[(3-метилдиметоксисилил)пропил]оксид и соединения, содержащие две силоксановые головы, такие как полиилиен-бис[(3-триэтоксисилилпропокси)-2-гидроксипропокси]оксид, описывающийся формулой (V), полиилиен-бис[(N,N'-триэтоксисилилпропил)аминокарбонил]оксид, описывающийся формулой (VI) при n = 10-15, и полиилиен-бис(триэтоксисилилпропил)оксид, описывающийся формулой (VII)



Предпочтительные соединения, описывающиеся формулой II, представляют собой [алкокси(полиалкиленокси)алкил]триалкоксисиланы или их тригалогенированные аналоги ( $m = m' = m'' = \text{O}$ ,  $R'$  = алкокси).

Предпочтительно органосилановое соединение изобретения не содержит атом фтора. Обычно массовая доля фтора в расчете на массу покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия является меньшей чем 5 мас.%, предпочтительно меньшей чем 1 мас.%, а более предпочтительно равной 0 мас.%.

Предпочтительно, в действительности, молекулярная масса органосиланового соединения, соответствующего изобретению, находится в диапазоне от 400 до 4000 г/моль, предпочтительно от 400 до 1500 г/моль, более предпочтительно от 400 до 1200 г/моль, а еще более предпочтительно от 400 до 1000 г/моль.

Само собой разумеется, что можно прививать и смесь соединений, описывающихя формулами I или II, например смесь соединений, имеющих различные длины полиоксиалкиленовой цепи  $\text{RO}$ .

В одном варианте осуществления изобретения предшественник противозапотевающего покрытия содержит более чем 80 мас.% органосиланового соединения, соответствующего изобретению, в расчете на совокупную массу предшественника противозапотевающего покрытия, предпочтительно более чем 90 %, более предпочтительно более чем 95%, а наиболее предпочтительно более чем 98 %. В одном варианте осуществления предшественник противозапотевающего покрытия заключается в слое упомянутого органосиланового соединения.

Предпочтительно предшественник противозапотевающего покрытия изобретения содержит менее чем 5 мас.% оксида металла или металлоида (например, диоксида кремния или оксида алюминия), в расчете на совокупную массу покрытия, более предпочтительно он свободен от них. В случае осаждения в вакууме органосиланового соединения, использующегося для получения противозапотевающего покрытия, предпочтительно никакой оксид металла не подвергают совместному испарению в соответствии со способом совместного испарения по меньшей мере одного органического соединения и по меньшей мере одного неорганического соединения, описанным в заявке EP 1324078.

Предпочтительно покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия не содержит какого-либо сшивателя, что означает, что предпочтительно его не получают из композиции, содержащей сшиватель, например тетраэтоксисилан.

Предшественник противозапотевающего покрытия изобретения характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, большим чем  $10^\circ$  и меньшим чем  $50^\circ$ , предпочтительно меньшим или равным  $45^\circ$ , более предпочтительно  $\leq 40^\circ$ , еще более предпочтительно  $\leq 30^\circ$ , а наиболее предпочтительно  $\leq 25^\circ$ . В действительности, данный краевой угол смачивания предпочтительно находится в диапазоне от  $15$  до  $40^\circ$ , более предпочтительно от  $20$  до  $30^\circ$ .

Осаждение органосиланового соединения на поверхность покрытия, имеющего силанольные группы, может быть проведено в соответствии с обычными методиками, предпочтительно в результате осаждения из газовой фазы или осаждения из жидкой фазы, наиболее предпочтительно в газовой фазе, в результате испарения в вакууме.

В случае проведения прививки в газовой фазе, например в результате испарения в вакууме, при необходимости за этим может следовать стадия удаления избытка осажденного органосиланового соединения в целях удерживания только органосиланового соединения, которое является реально привитым на

поверхности покрытия, имеющего силанольные группы. Таким образом, непривитые молекулы удаляют. Такая стадия удаления в особенности должна быть проведена при толщине первоначально осажденного предшественника противозапотевающего покрытия большей чем 5 нм.

Однако данная стадия удаления присутствующего в избытке органосиланового соединения в некоторых случаях может быть опущена, поскольку органосилановое соединение можно осаждать для получения привитого слоя, другими словами, как только будет уверенность, что осажденная толщина не превышает нескольких нанометров. Регулирование параметров осаждения для получения таких толщин соответствует обычному уровню знаний специалиста в соответствующей области техники.

Тем не менее покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия предпочтается получать в результате осаждения присутствующего в избытке органосиланового соединения на поверхность покрытия, имеющего силанольные группы, а после этого удаления избытка данного осажденного, но не привитого соединения. Действительно, согласно наблюдениям изобретателей в случае непосредственного получения слоя привитого органосиланового соединения, имеющего толщину, меньшую или равную 5 нм, что не требует какого-либо удаления присутствующего в избытке органосиланового соединения, иногда можно получить покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия, поверхность которого не обладает достаточным сродством по отношению к жидкому раствору, содержащему по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, что привело бы к получению покрытия, не обладающего желательными противозапотевающими свойствами.

Как это ни удивительно, но этого не наблюдали при осаждении избытка органосиланового соединения, на что указывалось прежде, и удаления такого избытка впоследствии. Фактическая физическая толщина слоя органосиланового соединения, осажденного в избытке, предпочтительно является меньшей или равной 20 нм.

Удаление органосиланового соединения, осажденного в избытке, может быть проведено в результате прополаскивания (мокрый способ) при использовании, например, мыльного раствора на водной основе и/или в результате протирания (сухой способ). Предпочтительно стадия удаления включает операцию по прополаскиванию с последующим проведением операции по протиранию.

Предпочтительно операцию по прополаскиванию проводят в результате очистки изделия определенным количеством мыльного раствора (содержащего поверхностно-активное вещество) при использовании губки. После этого операцию по прополаскиванию проводят при использовании деионизованной воды и необязательно линзу после этого подвергают воздействию операции по протиранию обычно в течение менее чем 20 с, предпочтительно от 5 до 20 с, при использовании ткани Cémoi™ или Selvith™, импрегнированной спиртом, обычно изопропиловым спиртом. Затем может быть повторена еще одна операция по прополаскиванию деионизованной водой, а после этого - операция по протиранию противоречной тканью. Все данные стадии могут быть проведены вручную или частично или полностью автоматически.

Стадия удаления присутствующего в избытке органосиланового соединения приводит к получению слоя органосиланового соединения, имеющего толщину, равную 5 нм и менее. Поэтому органосилановое соединение, осажденное на поверхность оптического изделия, образует мономолекулярный или квазимономолекулярный слой.

Для лучшего контроля скорости испарения и скорости осаждения органосилановое соединение до испарения может быть предварительно растворено в растворителе. Таким образом, толщину пленки можно контролировать благодаря данному растворению и в результате регулирования количества испаряемого раствора.

В случае проведения прививки при использовании мокрого способа, например в результате окунания или нанесения покрытия в ходе центрифугирования, в общем случае не требуется проводить стадию удаления органосиланового соединения, осажденного в избытке.

Покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия, соответствующее изобретению, характеризуется низкой шероховатостью. Обычно для органосиланового соединения, осажденного из паровой фазы, шероховатость Ra является меньшей, чем 2 нм, обычно равной приблизительно 1 нм.

Величина Ra (нм) представляет собой среднее значение шероховатости для измеряемой поверхности

$$Ra = \frac{1}{L_x L_y} \cdot \iint_0^{L_x L_y} |f(x, y)| dx dy$$

Величины Lx и Ly представляют собой размеры измеряемой поверхности, f(x, y) представляет собой поверхность в средней плоскости.

Временное противозапотевающее покрытие, соответствующее изобретению, получают в результате нанесения пленки жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, на поверхность покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия.

Данный раствор придает стеклу временную защиту от запотевания в результате создания на поверхности стекла однородного слоя, что вносит свой вклад в диспергирование капелек воды на поверхности стекла для того, чтобы они не образовывали бы какого-либо видимого запотевания.

Нанесение раствора поверхностно-активного вещества может быть проведено по любому известному способу, в особенности в результате окунания или нанесения покрытия в ходе центрифугирования.

Раствор поверхностно-активного вещества предпочтительно наносят в результате нанесения капли данного раствора на поверхность предшественника противозапотевающего покрытия, а после этого размазывания ее для нанесения покрытия на все покрытие-предшественник.

Невнесенным раствором поверхностно-активного вещества в общем случае является водный раствор, предпочтительно содержащий от 0,5 до 10 мас.%, более предпочтительно от 2 до 8 мас.% поверхностно-активного вещества. Выгодно использовать коммерчески доступный очищающий раствор, который содержит поверхностно-активное вещество и поступает в виде аэрозоля или влажных салфеток.

Может быть использован широкий спектр самых разнообразных поверхностно-активных веществ. Данными поверхностно-активными веществами могут быть ионные (катионные, анионные или амфотерные) или неионные поверхностно-активные вещества, предпочтительно неионные или анионные поверхностно-активные вещества. Однако может быть предусмотрена и смесь поверхностно-активных веществ, относящихся к данным различным категориям. Большинство из данных поверхностно-активных веществ коммерчески доступно.

Предпочтительно используют поверхностно-активное вещество, которое имеет поли(оксиалкиленовые) группы.

Примеры неионных поверхностно-активных веществ, подходящих для использования в настоящем изобретении, включают простые поли(алкиленокси)алкиловые эфиры, в особенности простые поли(этиленокси)алкиловые эфиры, представленные на рынке, например, компанией ICI под торговым наименованием BRIJ®, поли(алкиленокси)алкиламины, поли(алкиленокси)алкиламиды, полизетоксилированные, полипропоксилированные или полиглицеринированные жирные спирты, полизетоксилированные, полипропоксилированные или полиглицеринированные жирные альфа-диолы, полизетоксилированные, полипропоксилированные или полиглицеринированные жирные алкилфенолы и полизетоксилированные, полипропоксилированные или полиглицеринированные жирные кислоты, при этом все включают жирную цепь, содержащую, например, от 8 до 18 атомов углерода, где количество этиленоксидных или пропиленоксидных звеньев в особенности может находиться в диапазоне от 2 до 50 и где количество глицериновых фрагментов в особенности может находиться в диапазоне от 2 до 30, этоксилированные ацетилендиолы, соединения, относящиеся к блок-сополимерному типу и одновременно содержащие гидрофильные и гидрофобные блоки (например, полиоксиэтиленовые и полиоксипропиленовые блоки соответственно), сополимеры поли(оксиэтилена) и поли(диметилсилоксана) и поверхностно-активные вещества, включающие сорбитановую группу.

Предпочтительными анионными поверхностно-активными веществами являются те, которые включают сульфокислотную группу, в числе которых необходимо упомянуть алкилсульфосукцинаты, алкилэфирсульфосукцинаты на основе простого эфира, алкиламидсульфосукцинаты, алкилсульфосукцинаты, двухосновные соли полиоксиэтиленалкилсульфоянтарной кислоты, двухосновные соли алкилсульфоянтарной кислоты, алкилсульфоацетаты, соли сложных полуэфиров сульфоянтарной кислоты, алкилсульфаты и арилсульфаты, такие как додецилбензольсульфонат натрия и додецилсульфат натрия, сульфаты этоксилированных жирных спиртов, алкилэфирсульфаты на основе простого эфира, алкиламидоэфирсульфаты на основе простого эфира, алкиларилполиэфирсульфаты на основе простого эфира, алкилсульфонаты, алкилфосфаты, алкилэфирфосфаты на основе простого эфира, алкиламидсульфонаты, алкиларилсульфонаты,  $\alpha$ -олефинсульфонаты, этоксисульфаты вторичных спиртов, простые эфиры полиоксиалкилированных карбоновых кислот, моноглицеридсульфаты, соли простых полиоксиэтиленалкиловых эфиров серной кислоты, соли сложных эфиров серной кислоты, N-ацилтауринаты, такие как N-ацилметилтауриновые соли, соли гидроксиалканмоносульфоновых кислот или алкенмоносульфонаты, при этом алкильные или ацильные радикалы всех данных соединений предпочтительно содержат от 12 до 20 атомов углерода, а необязательная оксиалкиленовая группа данных соединений предпочтительно содержит от 2 до 50 мономерных звеньев. Данные анионные поверхностно-активные вещества и многие другие вещества, подходящие для использования в настоящей заявке, описываются в заявке EP 1418211 и в патенте US 5997621.

Примеры катионных поверхностно-активных веществ, подходящих для использования в настоящем изобретении, включают соли первичных, вторичных или третичных жирных аминов, необязательно полиоксиалкилированные, четвертичные аммониевые соли, такие как хлориды или бромиды тетраалкиламмония, алкиламидоалкилтриалкиламмония, триалкилбензиламмония, триалкилгидроксиалкиламмония или алкилпиридиния, имидазолиновые производные аминоксидов катионной природы.

В одном варианте осуществления использующееся поверхностно-активное вещество включает фторированное поверхностно-активное вещество. В данном случае предпочтительно будут использоваться те соединения, которые имеют по меньшей мере одну фторалкильную или полифторалкильную группу, а более предпочтительно те, которые имеют по меньшей мере одну перфторалкильную группу.

Коммерчески доступным раствором поверхностно-активного вещества, который придает противозапотевающее свойство, является раствор Clarity Defog it® от компании Nanofilm.

Вместо раствора поверхностно-активного вещества можно использовать гидрофильные соединения, говоря более конкретно, соединения, не обладающие поверхностно-активными свойствами и имеющие по меньшей мере одну гидрофильную группу, предпочтительно поли(оксиалкиленовую) группу, но растворы поверхностно-активных веществ являются предпочтительными и приводят к получению намного лучших результатов по защите от запотевания в сопоставлении с растворами на основе гидрофильных соединений, не являющихся поверхностно-активными соединениями. Противозапотевающее покрытие изобретения предпочтительно характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, меньшим или равным 10°, более предпочтительно меньшим или равным 5°.

Сразу же пригодное к эксплуатации противозапотевающее покрытие получают, как только будет нанесена композиция поверхностно-активного вещества, что представляет собой одно из основных преимуществ изобретения. Таким образом, отсутствует потребность в многократном нанесении раствора поверхностно-активного вещества для достижения противозапотевающего действия, как это имеет место в случае продуктов предшествующего уровня техники.

В дополнение к этому противозапотевающее действие, придаваемое противозапотевающим покрытием, является долговечным во времени, поскольку оно длится в течение периода времени в диапазоне от нескольких дней вплоть до нескольких недель, что представляет собой значительное улучшение в сопоставлении с тем, что имеет место для известных противозапотевающих покрытий. Испытания на данную долговечность проводят при использовании механических напряжений, соответствующих неоднократным операциям по протиранию, по методике, описанной в экспериментальном разделе.

Противозапотевающее покрытие является временным, но легко восстанавливаемым, поскольку необходимо провести всего лишь новое нанесение поверхностно-активного вещества, если достаточного количества молекул поверхностно-активного вещества больше уже не будет адсорбировано на поверхности предшественника противозапотевающего покрытия. Поэтому последний остается "активируемым" во всех обстоятельствах.

Оптическое изделие, соответствующее изобретению, не имеет какого-либо противозагрязняющего покрытия, в частности какого-либо противозагрязняющего покрытия на основе фторированных силанов, тем не менее оно обнаруживает наличие удовлетворительной легкости очистки. Легкость удаления следовых количеств кожного жира у него не является настолько же хорошей, как у фторированного противозагрязняющего покрытия, но является лучшей, чем у оголенного противоотражающего покрытия, другими словами, при отсутствии какого-либо противозагрязняющего покрытия.

Однако легкость нанесения временных противозапотевающих продуктов на предшественника противозапотевающего покрытия, соответствующего изобретению, является лучшей, чем в случае фторированных противозагрязняющих покрытий, которые используют в общем случае. Кроме того, долговечность противозагрязняющего действия, полученного благодаря временному противозапотевающему продукту, является более продолжительной в контексте изобретения в сопоставлении со случаем нанесения данного противозапотевающего продукта на противозагрязняющее покрытие.

Настоящее изобретение дополнительно относится к способу получения оптического изделия, предпочтительно линзы для очков, такого как это определено выше в настоящем документе, включающему стадии:

- а) получения подложки, снабженной покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности,
- б) осаждения на упомянутое покрытие, предпочтительно посредством испарения в вакууме, по меньшей мере одного органосиланового соединения, имеющего полиоксиалкиленовую группу и по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу, в целях получения слоя привитого органосиланового соединения, имеющего толщину, меньшую или равную 5 нм, посредством необязательного удаления избытка органосиланового соединения, которое было осаждено, но не привито на поверхности покрытия, имеющего силанольные группы, для получения статического краевого угла смачивания по воде, большего чем 10° и меньшего чем 50°.

Данный способ, кроме того, может включать дополнительную стадию нанесения пленки жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, на поверхность слоя, полученного на стадии б), таким образом, обеспечивая получение доступа к противозапотевающему покрытию.

Предпочтительно до нанесения упомянутого жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество, покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия не подвергают продолжительному нагреванию. Нагревание покрытия-предшественника при 50-60°C в течение нескольких часов могло бы повредить оптическое изделие. Кроме того, отсутствует потребность в нагревании оптического изделия и после осаждения предшественника противозапотевающего покрытия.

В заключение, настоящее изобретение относится к оптическому изделию, предпочтительно линзе для очков, содержащему подложку, снабженную покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, при этом одна часть поверхности упомянутого покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, находится в непосредственном контакте с покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия, таким как определенное прежде, а другая часть поверхности упомянутого

покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, предпочтительно остаток его поверхности, находится в непосредственном контакте с гидрофобным и/или олеофобным покрытием и пристает к нему. Данные части могут быть непрерывными или дискретными.

Такое оптическое изделие в особенности может быть использовано в качестве демонстрационного образца для показа противозапотевающих свойств после нанесения на его поверхность жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и/или одно гидрофильное соединение, не обладающее какими-либо поверхностно-активными свойствами, такое как определенно прежде, посредством воздействия затем на изделие условий образования запотевания (действие дыхания, холодильника, пара кипящей воды...) или в результате проведения для его поверхности одной или нескольких операций по протиранию до воздействия условий образования запотевания.

Оптическое изделие запотевает на той части поверхности, которая покрыта гидрофобным и/или олеофобным покрытием, и остается прозрачным на участке, имеющем противозапотевающее покрытие.

Гидрофобные и/или олеофобные покрытия или противозагрязняющие покровные покрытия, которые в подходящем случае могут быть использованы в данном оптическом изделии, в особенности описываются в заявке WO 2010/055261. Естественно, что они отличаются от противозапотевающих покрытий изобретения.

Использующиеся гидрофобные и/или олеофобные покрытия предпочтительно характеризуются поверхностной энергией, меньшей или равной 14 мДж/м<sup>2</sup>, предпочтительно меньшей или равной 12 мДж/м<sup>2</sup>, в соответствии с методом Оуэнса Вендта, описанным в статье, на которую ссылаются в заявке WO 2010/055261.

Хотя настоящее изобретение и не ограничивается данным способом, но такое оптическое изделие может быть получено при использовании оптического изделия, снабженного покрытием, имеющим силанольные группы на своей поверхности, при этом по меньшей мере одна часть поверхности упомянутого покрытия непосредственно имеет покрытие в виде гидрофобного и/или олеофобного покрытия, в результате проведения по меньшей мере для одной части данного гидрофобного и/или олеофобного покрытия удаляющей обработки в целях оголения подстилающего покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, а после этого осаждения на таким образом оголенную поверхность по меньшей мере одного органосиланового соединения, соответствующего изобретению, для получения покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия, такого как описано прежде.

Могут быть использованы любые химические или физические средства удаления части гидрофобного и/или олеофобного покрытия. Предпочтительной будет бомбардировка покрытия ионами аргона при использовании ионной пушки, но в подходящем случае также могут быть использованы и обработка при использовании плазмы в вакууме, коронный разряд, бомбардировка при использовании электронного пучка или обработка ультрафиолетовым излучением в условиях, которые легко будут определены специалистами в соответствующей области техники. В случае включения в оптическое изделие электропроводящего слоя, в особенности проводящего слоя, придающего антистатические свойства в противоотражающем покрытии, во избежание какого-либо повреждения изделия предпочтительно будут использовать ионную бомбардировку. Для ограничения удаляющей обработки всего лишь одной частью гидрофобного и/или олеофобного покрытия могут быть использованы защитные средства, такие как маска, или любой другой подходящий способ, при размещении маски на поверхности обрабатываемого изделия или необязательно в промежутке между источником и обрабатываемой поверхностью в случае обработок при использовании энергетических частиц, например при использовании ионов, фотонов или электронов.

Использование масок в оптике является обычным и в особенности описывается в патенте US 5792537.

В качестве альтернативы прежде упомянутое оптическое изделие может быть изготовлено из линзы с нанесенным покрытием в виде покрытия, соответствующего изобретению, при этом поверхность, имеющую силанольные группы, покрытия частично оголяют в соответствии с прежде описанным способом, а после этого на упомянутую оголенную поверхность осаждают гидрофобное и/или олеофобное покрытие.

Следующие далее примеры иллюстрируют изобретение более детальным, но тем не менее неограничивающим образом.

### Примеры

#### 1. Использующиеся материалы и оптические изделия.

Диоксид кремния используют в форме гранул, поставляемых компанией Optron Inc. Органосилановое соединение, использующееся в примерах для получения предшественника противозапотевающего покрытия, представляет собой 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]триметоксисилан, содержащий от 6 до 9 этиленоксидных звеньев (примеры 1-4, 6, 7), описывающийся формулой (III) и имеющий молекулярную массу 450-600 г/моль, (CAS No.: 65994-07-2. Ref: SIM6492.7, поставляется от компании Gelest, Inc.) или 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]триметоксисилан, содержащий 3 этиленоксидных звена (пример 5) и описывающийся формулой (VIII).

Сравнительные органосилановые соединения, использующиеся в сравнительных примерах от C4 до C7, представляют собой 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]триэтоксисилан, содержащий 45 этиленок-

сидных звеньев, описывающийся формулой  $\text{CH}_3\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{45}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$  (IX) и поставляемый компанией Interchim, или соединение  $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{45}\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$  (X), поставляемое компанией ABCR, (CAS No.: 37251-86-8). Соединением, описывающимся формулой (X), является соединение, использующееся в сравнительном примере 3 заявки JP 2005281143.

Если только не будет указано другого, то линзы, использующиеся в примерах изобретения, содержат двумерную полиуретановую подложку линзы (термоотверждающийся материал PTU, представленный на рынке компанией Mitsui Toatsu Chemicals), характеризующуюся показателем преломления 1,60, диаметром 65 мм, оптической силой - 2,00 диоптрии и толщиной 1,2 мм.

Данные стекла обрабатывают по обеим лицевым сторонам в соответствии со способами, описанными в настоящем документе ниже, при этом вогнутую лицевую поверхность обрабатывают до выпуклой лицевой поверхности.

На данную подложку наносят покрытие в виде стойкого к истиранию и стойкого к царапанию покрытия, характеризующегося показателем преломления 1,60, а также однослойного противоотражающего покрытия, характеризующегося толщиной, равной приблизительно 100 нм, и показателем преломления 1,40 и полученного по золь-гель-способу (обозначенного как противоотражающее покрытие X) (полученного в результате осаждения композиции на основе алcoxисилана, содержащей пустотельные коллоидальные частицы, при нагревании после осаждения в течение 3 ч при 100°C), или четырехслойного коммерческого противоотражающего покрытия  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$  (обозначенного как противоотражающее покрытие Z), осажденного на покрытие, стойкое к истиранию, в результате испарения в вакууме материалов в том порядке, в котором они упоминаются, (относительные толщины слоев: 27, 21, 80 и 81 нм).

До осаждения предшественника противозапотевающего покрытия линзы, включающие противоотражающее покрытие X, подвергают обработке, активирующей поверхность, при использовании плазмы (0,2 мбар, 200 мл  $\text{O}_2$ /мин, 2 мин при 500 Вт, после этого 5 мин при 0 Вт).

Линзы, содержащие противоотражающее покрытие Z, какой-либо активирующей обработке не подвергают.

В примерах 4-6 использующаяся линза содержит подложку линзы из материала ORMA®, содержащую стойкую к ударным воздействиям грунтовку на полиуретановой основе, имеющую толщину, равную приблизительно 1 мкм, саму снабженную стойким к истиранию покрытием, имеющим толщину, равную приблизительно 3 мкм, которое получено в результате осаждения и отверждения композиции, такой как определенная в примере 3 патента EP 614957, в свою очередь, имеющим покрытие (за исключением примера 4) в виде пятислойного противоотражающего покрытия  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2/\text{ITO}/\text{SiO}_2$  (обозначенного как противоотражающее покрытие Y), осажденного на стойкое к истиранию покрытие в результате испарения в вакууме материалов в том порядке, в котором они упомянуты, (соответствующие толщины слоев: 29, 23, 68, 7 и 85 нм). Слоем ITO является электропроводящий слой из оксида индия, допированного оловом, ( $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ ).

До осаждения предшественника противозапотевающего покрытия линзы, содержащие покрытие, стойкое к истиранию, подвергают обработке, активирующей поверхность, которая заключается в проведении ионной бомбардировки при использовании благородного газа или кислорода, в настоящем случае благородного газа, который представляет собой аргон, в вакууме при давлении, обычно равном  $3,5 \cdot 10^{-5}$  мбар.

В примерах до осаждения предшественника противозапотевающего покрытия противоотражающее покрытие не подвергают какой-либо активирующей обработке.

Предшественник противозапотевающего покрытия осаждается в соответствии с двумя различными способами.

## 2. Получение предшественников противозапотевающих покрытий.

а) Осаждение предшественника противозапотевающего покрытия при использовании мокрого способа (пример 1).

1 г силоксанового соединения, описывающегося формулой III, разбавляют в 9 г изопропанола. После этого 4 г получающегося в результате раствора разбавляют в 145 г изопропанола. Раствор перемешивают в течение 2 мин при комнатной температуре, после этого слегка подкисляют в результате добавления 0,2 г HCl при концентрации 0,1 н, а, в заключение, осаждают в результате нанесения покрытия в ходе центрифugирования (3000 об/мин/30 с/ускорение: 2000 об/мин/с; 50%-ная влажность) на противоотражающее покрытие X линзы, поверхность которой активировали так, как это указано в настоящем документе выше. После этого предшественника противозапотевающего покрытия нагревают в течение 15 мин при 75°C, затем в течение 3 ч при 100°C. По окончании данной стадии его толщина согласно оценке в ходе эллипсометрического анализа находится в диапазоне от 3 до 5 нм. Поскольку силоксановое соединение, описывающееся формулой III, в избытке не осаждали, какой-либо стадии удаления в результате протирания или промывания не проводили.

б) Осаждение из паровой фазы предшественника противозапотевающего покрытия (примеры 2-6).

В примере 2 осаждение проводят на противоотражающее покрытие Z линзы в результате испарения в вакууме при использовании теплового источника на основе эффекта Джоуля. 150 мкл силоксанового

соединения, описывающегося формулой III, импрегнируют в пеноникеле в медной капсule (толщина осаждения: 10 нм, скорость осаждения: 0,25 нм/с, давление в начале осаждения:  $2 \cdot 10^{-5}$  мбар).

Сразу по завершении испарения поверхность каждой линзы протирают сухой тканью Cémoi<sup>TM</sup> вплоть до удаления избытка осажденного силоксанового соединения, описывающегося формулой III. После этого получают однородное покрытие. Противозапотевающее покрытие из примера 2 имеет толщину 1-3 нм.

Тканью Cémoi<sup>TM</sup> является ткань, предлагаемая поставщиком Facol под обозначением Microfibre M8405 30x40.

В примере 4 осаждение проводят на стойкое к истиранию покрытие линзы в результате испарения в вакууме при использовании теплового источника на основе эффекта Джоуля. Силоксановое соединение, описывающееся формулой III, выливают в медную капсулу (в отсутствие какого-либо пористого материала) и данную капсулу устанавливают на опоре нагревателя в проводящем тантале. Испаряющее устройство представляет собой аппарат SATIS 1200 DLF. Давление испарения силоксанового соединения, описывающегося формулой III, в действительности, в общем случае варьируется в диапазоне от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $8 \cdot 10^{-6}$  мбар. Сразу по завершении испарения поверхность каждой линзы прополаскивают определенным количеством мыльной воды, необязательно изопропиловым спиртом, после этого дезинфицированной водой и протирают сухой тканью Cémoi<sup>TM</sup> для того, чтобы удалить избыток осажденного силоксанового соединения, описывающегося формулой III.

В примерах 5-6 осаждение проводят на противоотражающее покрытие Y линзы в результате испарения в вакууме в соответствии с протоколом, подобным тому, что и в примере 4, при использовании органосилана, описывающегося формулами III или VIII, с запрограммированной скоростью испарения 0,3 нм/с. Получают слой, имеющий толщину, равную приблизительно 12 нм (до удаления силоксанового соединения, присутствующего в избытке), который необязательно нагревают в течение 1 ч при 60°C (только для примеров C6 и C7). После этого избыток силоксанового соединения удаляют так, как это описывается в примере 4.

с) Сравнительные примеры.

Линзы из сравнительного примера C1 отличаются от линз из примера 1 тем, что они не включают какого-либо предшественника противозапотевающего покрытия.

Линзы из сравнительного примера C2 отличаются от линз из примера 2 тем, что они не включают какого-либо предшественника противозапотевающего покрытия.

Линзы из сравнительного примера C3 отличаются от линз из сравнительного примера C2 тем, что на противоотражающем покрытии получают противоагрязняющее покрытие с толщиной в 2-3 нм в результате испарения в вакууме композиции OPTOOL DSX®, представленной на рынке компанией Dailin Industries (фторированная смола, имеющая перфторпропиленовые группы и соответствующая формуле, приведенной в патенте US 6183872).

Линзы из сравнительных примеров от C4 до C7 имеют покрытие-предшественника противозапотевающего покрытия, полученное из органосиланового соединения, которое не соответствует настоящему изобретению вследствие содержания в полиоксисиалкиленовой группе более чем 80 атомов углерода.

д) Нанесение жидкого раствора, содержащего поверхностно-активное вещество (раствора для получения временного противозапотевающего покрытия).

Изделия из примеров 1A, 2A, C1A-C7A, 4A, 5An и 6A получали в результате только однократного нанесения, соответственно, на поверхность изделий из примеров 1, 2, C1-C3 и 4 раствора Clarity® Defog It, содержащего поверхностно-активные вещества (полиэтиленгликоли в растворе в изопропаноле), представленного на рынке компанией Nanofilm и ниже в настоящем документе просто обозначаемого как "Defog It". Он может быть нанесен на линзы при использовании влажной салфетки торговой марки "Defog It", содержащей данный раствор, или в результате непосредственного размазывания противозапотевающей жидкости торговой марки "Defog It".

е) Испытания и результаты.

Эксплуатационные характеристики полученных оптических изделий и их строение суммарно представлены в таблицах 1, 2 и в абзацах, приведенных ниже в настоящем документе.

Таблица 1

Пример	1/1A	2/2A	C1/C1A	C2/C2A	C3/C3A
Противоотражающее покрытие	X	Z	X	Z	Z
Предшественник противозапотевающего покрытия	Да	Да	Нет	Нет	Нет
Способ осаждения для предшественника противозапотевающего покрытия	Мокрый способ	Испарение	--	--	--
Противозагрязняющее покрытие	Нет	Нет	Нет	Нет	Да
Статический краевой угол смачивания по воде (°) до нанесения продукта Defog It	25 (пример 1)	25 (пример 2)	102 (C1)	42 (C2)	118 (C3)
Легкость очистки (балл/10) до нанесения продукта Defog It	5 (пример 1)	3 (пример 2)	0 (C1)	2 (C2)	9 (C3)
Испытание на действие дыхания	Нет (пример 1, 1A)	Нет (пример 2, 2A)	Да (C1) Нет (C1A)	Да (C2) Нет (C2A)	Да (C3) Нет (C3A)
Долговечность во времени для противозапотевающего действия после нанесения раствора Defog It	> 15 дней	> 15 дней	< 3 дней	< 24 часов	< 24 часов
Эффективность нанесения для влажной салфетки Defog It (количество нанесений *)	1	1	3	> 5	5
Эффективность нанесения для раствора Defog It (количество нанесений *)	1	1	> 3	> 3	> 3
Испытание на действие холодильника	1A(0)	2A(0)		C2(2)	
Испытание на действие горячего пара	2A(0)	2A(0)	C1(2) C1A(2)	C2(2) C2A(2)	

\* По линзе, включающей предшественника противозапотевающего покрытия (без какого-либо предшествующего нанесения на нее продукта Defog It).

Линзы из примера 4А обладают противозапотевающими свойствами, сопоставимыми с теми, что и в примерах 1А и 2А.

е1) Оценка противозапотевающих свойств.

Противозапотевающие свойства могут быть оценены в соответствии с тремя методами, "испытание на действие дыхания" (качественное испытание, в котором не используют какого-либо измерения остроты зрения), "испытание на действие горячего пара" и "испытание на действие холодильника". Испытания на действие дыхания и холодильника считаются вызывающими малое напряжение при запотевании. Испытание на действие горячего пара считается вызывающим большое напряжение при запотевании.

Испытание на действие дыхания.

Для данного испытания испытатель располагает оцениваемую линзу на расстоянии от своего рта, равном приблизительно 2 см. Испытатель в течение 3 с дышит на обнаженную поверхность стекла. Испытатель может визуально наблюдать за наличием или отсутствием помутнения/искажения от конденсации.

Да - наличие запотевания.

Нет - отсутствие запотевания. Такая линза по завершении испытания на действие дыхания считается обладающей противозапотевающими свойствами, другими словами, она подавляет эффект помутнения, являющийся результатом запотевания, (но она необязательно представляет собой противозапотевающее стекло в рамках значения, принятого в данном изобретении, поскольку она может обнаруживать визуальное искажение, приводящее только к получению остроты зрения < 6/10).

Испытание на действие горячего пара.

До испытания стекла размещают на 24 ч в среде с регулируемой температурой (20-25°C) и при 50%-ной влажности.

Для испытания стекла размещают на 15 с над нагретым контейнером, содержащим воду при 55°C. Непосредственно после этого через испытуемое стекло рассматривают шкалу остроты зрения, расположенную на расстоянии 5 м. Наблюдатель оценивает остроту зрения в зависимости от времени и в соответствии со следующими далее критериями.

0 - отсутствие запотевания, отсутствие визуального искажения (острота зрения = 10/10).

1 - запотевание и/или визуальное искажение, обеспечивающие получение остроты зрения > 6/10.

2 - запотевание и/или визуальное искажение, обеспечивающие получение остроты зрения < 6/10.

В практическом смысле для получения балла 0 или 1 владелец линзы, обладающий остротой зрения 10/10 и разместивший стекло перед своим глазом, должен быть способен различать ориентацию букв "E" на строке 6/10 таблицы оптотипа Snellen, расположенной на расстоянии 5 м.

Данное испытание делает возможным моделирование обычных условий жизни, когда владелец линзы наклоняет свое лицо к чашке чая/кофе или к кастрюле, заполненной кипящей водой.

Испытание на действие холодильника.

Для данного испытания линзы размещают в запечатанных коробках, содержащих влагопоглотитель (силикагель). Коробки, в свою очередь, размещают по меньшей мере на 24 ч в холодильнике при 4°C. По истечении данного периода времени коробки достают из холодильника и стекла сразу же подвергают испытанию. Затем их размещают в атмосфере при 45-50%-ной влажности и при 20-25°C. Через стекло рассматривают шкалу остроты зрения, расположенную на расстоянии 4 м. Наблюдатель оценивает остроту зрения в зависимости от времени и в соответствии с теми же самыми критериями, что и в испытании на действие горячего пара (баллы 0, 1 или 2).

Данное испытание делает возможным моделирование обычных условий жизни, когда владелец линзы покидает холодное и сухое место и входит в жаркое и влажное помещение.

Результаты испытаний для оценки противозапотевающих свойств.

Результаты испытания на действие горячего пара представлены на чертеже. Как можно видеть, только стекла из примеров 1А и 2А представляют собой противозапотевающие стекла в рамках значения, принятого в данном изобретении. В дополнение к этому они являются сразу же пригодными к эксплуатации. Стекла, которые лишены какого-либо гидрофильного поверхностного покрытия (примеры С2 и С3), и стекла, снабженные покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия, не являются противозапотевающими стеклами в рамках значения, принятого в данном изобретении, поскольку после воздействия горячего пара они создают визуальное искажение, не обеспечивающее достижения остроты зрения > 6/10. Однако стекла из примеров 1 и 2 обладают противозапотевающими свойствами в контексте испытания на действие дыхания.

Все непротивозапотевающие стекла по истечении определенного промежутка времени восстанавливаются, приводя к получению остроты зрения 10/10 сразу после испарения водяного пара.

е2) Оценка характеристик легкости удаления грязи (легкости очистки).

Легкость удаления грязи (легкость очистки) для поверхности линзы без нанесения жидкого растворителя, содержащего поверхностью-активное вещество, оценивали в результате нанесения на поверхность стекла отпечатка пальца при использовании трафарета и протирания данной отметки тканью gef. TWILLX 1622. Стекла рассматриваются на черном фоне и классифицируются испытателем в диапазоне от наиболее легких для очистки до наименее легких для очистки. С данной классификацией связывают балл, даваемый испытателем, в диапазоне от 0 - трудная очистка до 10 - очень легкая очистка. Данное испытание делает возможным моделирование обычных условий жизни, когда владелец линзы протирочной тканью счищает отпечатки пальцев, которые имеются на его стеклах.

Испытуемые стекла и результаты представлены в табл. 1 и демонстрируют то, что стеклом, которое легче всего очищать, естественно, является то, которое снабжено фторированным противозагрязняющим покрытием, (пример С3). Стекла, включающие предшественника противозапотевающего покрытия, соответствующего изобретению (примеры 1 и 2), легче очищаются в сопоставлении с теми, которые его не включают, или подобны тем (примеры С1 и С2), которые имеют противоотражающее покрытие без нанесенного покрытия.

е3) Оценка эффективности нанесения противозапотевающих временных продуктов.

Последовательные нанесения временного противозапотевающего продукта (раствор или влажная салфетка) на испытуемых стеклах (примеры 1, 2, 4, С1, С2, С3) проводят до тех пор, пока в испытании на действие горячего пара, описанном в настоящем документе выше, не перестанет образовываться и запотевание, и искажение (безупречное противозапотевающее действие). Ожидаемый эффект представляет собой уровень эксплуатационных характеристик, приводящий к получению стекла, демонстрирующего отсутствие как запотевания, так и искажения. Количество нанесений, которые требуются для достижения такого уровня эксплуатационных характеристик, приведено в табл. 1.

Использование влажной салфетки Defog It. Стекла протирают влажной салфеткой, проводя спиральное перемещение из центра к периферии влажной салфеткой Defog It на каждой лицевой поверхности. Это соответствует одному нанесению. Количество нанесений ограничивали 5.

Использование раствора Defog It. Две капли раствора Defog It наносят на каждую лицевую поверхность стекла и растирают, проводя спиральное перемещение из центра к периферии протирочной тканью Cémoi™. Это соответствует одному нанесению. Количество нанесений ограничивали тремя.

Результаты приведены в табл. 1 и позволяют отметить то, что для получения противозапотевающего покрытия требуется единственное нанесение временного противозапотевающего продукта на покрытии-предшественнике противозапотевающего покрытия, соответствующем изобретению, что упрощает использование растворов для нанесения временных противозапотевающих покрытий. Другие поверхности требуют нескольких нанесений противозапотевающего раствора для возможного достижения достижения того же самого уровня противозапотевающих характеристик. Благодаря настоящему изобретению поверхность покрытия, имеющего силанольные группы, каким-то образом становится совместимой с поверхностью-активным веществом вследствие прививки органосиланового соединения, соответствующего изобретению.

Как считают изобретатели, такая легкость нанесения является результатом не только наличия гидрофильных свойств у поверхностей предшественников противозапотевающих покрытий, но также и химической природы органосиланового соединения, описывающегося формулой III.

е4) Долговечность противозапотевающего действия после механического напряжения (после нанесения раствора Defog It).

Долговечность в отношении механического напряжения (протирание) у противозапотевающего действия, достигнутого при использовании раствора для получения временного противозапотевающего покрытия, нанесенного при использовании влажной салфетки Defog It, оценивали следующим далее образом.

Нанесение раствора для получения временного противозапотевающего покрытия проводят столько раз, сколько это будет необходимо, для того чтобы в начальный момент все линзы можно было бы считать противозапотевающими линзами по завершении испытания на действие горячего пара, описанного в настоящем документе выше. После этого линзы протирают протирочной тканью Cémoi™ и еще раз подвергают испытанию на действие горячего пара. (Стекла протирают, когда исчезнет водяная пленка, обусловленная запотеванием. В случае протирания стекол все еще при наличии водяной пленки противозапотевающий раствор частично будет удален).

Операция по протиранию соответствует двум очень явно выраженным круговым движениям протирочной тканью Cémoi™ на поверхности линзы. Баллы (0, 1 или 2) соответствуют уровню запотевания по завершении второго испытания на действие горячего пара по завершении соответствующего количества операций по протиранию.

Результаты испытания на долговечность представлены в табл. 2.

Таблица 2

Количество операций по протиранию	Пример 1, Балл по противозапотевающему действию	Пример С1, Балл по противозапотевающему действию	Пример С3, Балл по противозапотевающему действию
1	0	0	2
2	0	0	
3	0	0	
4	0	0	
5	0	1	
6	0	2	
10	1		

На гидрофобной поверхности (пример С3) для полного изменения противозапотевающих свойств, придаваемых раствором для получения временного покрытия Defog It, достаточной является одна операция по протиранию.

На более гидрофильной поверхности (поверхности противоотражающего покрытия из примера С1) для выявления начала ухудшения противозапотевающих свойств, придаваемых раствором для получения временного покрытия Defog It, требуются 5 операций по протиранию.

На поверхности противозапотевающего покрытия, соответствующего изобретению, для выявления начала ухудшения противозапотевающих свойств, придаваемых раствором для получения временного покрытия Defog It, требуются 10 операций по протиранию.

Поэтому противозапотевающее покрытие, соответствующее изобретению, делает возможным значительное улучшение долговечности противозапотевающего свойства, придаваемого раствором для получения временного противозапотевающего покрытия, в отношении операции по механическому протиранию.

е5) Долговечность во времени для противозапотевающего действия (после нанесения раствора Defog It).

Оценивали долговечность во времени для противозапотевающего действия после нанесения раствора для получения временного покрытия Defog It, в данном случае при отсутствии механического напряжения на стекле после нанесения. Стекло хранят при комнатных температуре и влажности (~ 20-25°C, относительная влажность ~ 30%). Нанесение противозапотевающего раствора проводят столько раз, сколько это будет необходимо, для того чтобы в начальный момент все линзы можно было бы считать противозапотевающими линзами по завершении испытания на действие дыхания. После этого при использовании испытания на действие дыхания проводят регулярные испытания на эволюцию противозапотевающего действия. В табл. 1 приведено время после нанесения противозапотевающего раствора, по истечении которого стекло по завершении испытания на действие дыхания больше уже не считается обладающим противозапотевающими свойствами. Испытания прекращали по истечении 15 дней.

Как можно отметить, поверхности предшественников противозапотевающего покрытия, соответствующих изобретению, приводят к получению долговечности противозапотевающего действия, придаваемого раствором для получения временного покрытия, большей чем 15 дней, что намного лучше, чем у других испытуемых поверхностей. Как считают изобретатели, данная долговечность является результатом не только наличия гидрофильных свойств у поверхностей предшественников противозапотевающих покрытий, но также и химической природы органосиленового соединения, описывающегося формулой III.

е6) Краевой угол смачивания у покрытия-предшественника противозапотевающего покрытия (табл. 1 и 4).

Измерения проводят на гониометре Digidrop от компании GBX для образцов, с которых удалили органосилановое соединение, осажденное в избытке. На поверхность анализируемого образца автоматически наносят 4 мкл воды, после этого измеряют краевой угол смачивания. Результаты приведены в табл. 1.

е7) Противоотражающие свойства.

Спектры отражения для стекла рассматривали до и после нанесения раствора для получения временного покрытия Defog It. Каждая из линз по завершении испытания на действие дыхания после нанесения данного раствора обладает противоотражающими свойствами.

Табл. 3, приведенная в настоящем документе ниже, демонстрирует вариации, наблюдаемые для спектров отражения после нанесения раствора для получения временного покрытия Defog It.

Таблица 3

Пример	Rv% До нанесения раствора Defog It	Rv% После нанесения раствора Defog It	ΔRv%
1/1A	1,45	1,92	0,47
2/2A	0,72	0,44	- 0,28
C2/C2A	0,77	0,48	- 0,29
C3/C3A	0,50	0,46	- 0,04

Изделия, являющиеся результатом модифицирования их поверхности в результате прививки органосилана, описывающейся формулой III, (до нанесения поверхностно-активного раствора) сохраняют противоотражающие свойства, соответствующие критериям офтальмологической промышленности.

В дополнение к этому все испытуемые стекла сохраняют свои противоотражающие свойства после нанесения раствора для получения временного противозапотевающего покрытия.

4. Пример 3.

В данном примере вместо линзы использовали кремниевую подложку (пластину) в целях более точного измерения толщины осажденных слоев.

Оптическое изделие, использующееся в данном примере, включает кремниевую подложку с нанесенным покрытием в виде слоя на основе диоксида кремния с толщиной в 50 нм, нанесенного в результате осаждения из паровой фазы (запрограммированная толщина: 140 нм, запрограммированная скорость осаждения: 3 нм/с). Данный слой на основе диоксида кремния по истечении 3 дней после осаждения характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде 33°, эволюционирующим вплоть до 43° в течение 2-3 месяцев.

Предшественника противозапотевающего покрытия осаждают на данном слое на основе диоксида кремния в результате химического осаждения из паровой фазы силоксанового соединения, описывающейся формулой III, в тех же самых условиях, как и в примере 2, что до удаления избытка органосиланового соединения приводит к получению слоя с толщиной в 10 нм, характеризующегося в момент  $t = 3$  дня статическим краевым углом смачивания по воде 10°.

Сразу по завершении испарения поверхность изделия промывают определенным количеством мыльного раствора и протирают сухой тканью Cémoi™. После этого получают покрытие, имеющее толщину 1-3 нм и однородную поверхность и характеризующееся статическим краевым углом смачивания по воде 39°.

После нанесения раствора для получения временного покрытия "Defog It", содержащего поверхностно-активное вещество, получают противоотапывающее покрытие, характеризующееся статическим краевым углом смачивания по воде, меньшим чем 5°.

Долговечность противозапотевающего покрытия оценивали в результате проведения 50 операций по сухому протиранию поверхности оптического изделия при использовании протирочной ткани Cémoi™ (50 движений вперед и вперед). По завершении данной операции изделие характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, меньшим чем 3°, что демонстрирует все еще присутствие на его поверхности раствора для получения временного покрытия "Defog It".

В данном примере толщины анализировали при использовании эллипсометрии по одной длине волны, принимая во внимание равенство совокупного показателя преломления для двухслойной структуры диоксида кремния/предшественник противозапотевающего покрытия 1,45.

5. Примеры 5-6 и сравнительные примеры C4-C7: испытания и результаты.

Эксплуатационные характеристики оптических изделий, полученных в данных примерах, и их строение суммарно представлены в табл. 4 и в абзацах, приведенных в настоящем документе ниже.

Таблица 4

Пример	5/5A	6/6A	C4/C4A	C5/C5A	C6/C6A	C7/C7A
Противоотражающее покрытие	У	У	У	У	У	У
Предшественник противозапотевающего покрытия	Да, Соединение VIII	Да, Соединение III	Да, Соединение IX	Да, Соединение X	Да, Соединение IX	Да, Соединение X
Способ осаждения для предшественника противозапотевающего покрытия	Испарение	Испарение	Испарение	Испарение	Испарение	Испарение
Высушивание предшественника противозапотевающего покрытия в течение 1 часа при 60°C	Нет	Нет	Нет	Нет	Да	Да
Противозагрязняющее покрытие	Нет	Нет	Нет	Нет	Нет	Нет
Статический краевой угол смачивания по воде (°) до нанесения продукта Defog It	41 (пример 5)	36 (пример 6)	34 (пример C4)	31 (пример C5)	32 (пример C6)	29 (пример C7)
Балл для противозапотевающего действия после 0 операций по протиранию *	A	A	A	A	A	A
Балл для противозапотевающего действия после 2 операций по протиранию *	A	A	A	C	C	B
Балл для противозапотевающего действия после 5 операций по протиранию *	A	A	B	C	C	B или C
Балл для противозапотевающего действия после 10 операций по протиранию *	A или C	A	C	C	C	C
Балл для противозапотевающего действия после 20 операций по протиранию *	C	B	C	C	C	C

\* По стеклу, включающему противозапотевающее покрытие (после нанесения поверхностно-активного вещества). Количество указанных операций по протиранию является совокупным количеством.

Долговечность противозапотевающего действия после механического напряжения (после нанесения раствора Defog It).

Данное испытание делает возможным оценку стойкости к протиранию у раствора для получения временного противозапотевающего покрытия на поверхности линз. Его проводят для двух образцов каждой линзы.

Нанесение раствора для получения временного противозапотевающего покрытия проводили таким образом, чтобы в начальный момент все линзы можно было бы считать противозапотевающими стеклами по завершении испытания на действие горячего пара, описанного в настоящем документе выше.

По завершении каждого испытания на действие горячего пара линзы должны быть высушены при комнатной температуре, для того чтобы исчезла водяная пленка, обусловленная запотеванием. Действительно, в случае протирания стекол все еще при наличии водяной пленки противозапотевающий раствор частично будет удален.

После этого линзы протирают досуха вручную протирочной тканью Cémoi™ (2 операции по протиранию) и во второй раз подвергают испытанию на действие горячего пара, после этого высушивают так, как это описывалось прежде. Операция по протиранию соответствует двум очень явно выраженным круговым движениям протирочной тканью Cémoi™ на поверхности линзы.

После этого линзы протирают досуха вручную протирочной тканью Cémoi™ (еще 3 операции по протиранию) и в третий раз подвергают испытанию на действие горячего пара, делая возможным определение балла для противозапотевающего действия по завершении 5 операций по протиранию, после этого проводят высушивание так, как это описывалось прежде. Данный цикл повторяют таким образом, чтобы суметь определить балл для противозапотевающего действия по завершении 10 и 20 совокупных операций по протиранию в результате проведения последовательности из 5, а затем последовательности из 10 дополнительных операций по протиранию при наличии стадии высушивания в промежутке.

Баллы для противозапотевающего действия (A, B, C или D) соответствуют уровню запотевания по завершении каждого испытания на действие горячего пара после проведения соответствующего количества операций по протиранию (совокупное количество).

A. Однородная водяная пленка (острота зрения 10/10).

B. Визуальное искажение, считающееся приемлемым для владельца линзы.

C. Визуальное искажение, считающееся неприемлемым для владельца линзы (неоднородная водяная пленка).

D. Создающеее полное рассеивание белое помутнение, мелкие капли воды.

Линзы считаются успешно прошедшими испытание на долговечность при получении ими балла А или В.

### Результаты

Как с очевидностью следует из вышеизложенного, органосилановые соединения изобретения, соответствующие формулам III и VIII, делают возможным получение противозапотевающих покрытий, которые являются более эффективными в сопоставлении с тем, что имеет место для сравнительных соединений, описывающихся формулами IX и X и использующихся на предшествующем уровне техники, которые включают чрезмерно длинную полиоксиалкиленовую цепь. Данный результат является удивительным при том условии, что соединения IX и X делают возможным получение более гидрофильных покрытий в сопоставлении с тем, что имеет место для соединений III и VIII и что в общем случае при увеличении гидрофильного характера покрытия ожидаются лучшие противозапотевающие свойства. Кроме того, соединение III является ощутимо более эффективным в сопоставлении с соединением VIII.

Кроме того, термическая последующая обработка при 60°C в течение одного часа, такая как проводимая в сравнительных примерах C6 и C7 в соответствии с положениями заявки JP 2005281143, не оказывала значительного воздействия на эксплуатационные характеристики противозапотевающего покрытия.

#### 6. Пример 7.

На стекло, изготовленное из материала ORMA® и включающее на своих вогнутой и выпуклой лицевых поверхностях те же самые функциональные покрытия, что и в примерах 5-6, другими словами, стойкую к ударным воздействиям грунтовку на полиуретановой основе, покрытие, стойкое к истиранию, и противоотражающее покрытие Y ( $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2/\text{ITO}/\text{SiO}_2$ ), по обеим его лицевым поверхностям в результате испарения в вакууме наносят покрытие в виде слоя с толщиной в 2 нм противозагрязняющего покрытия на основе материала Optool DSX®, представленного на рынке компанией Daikin Industries.

После этого на его выпуклой лицевой поверхности компонуют маску, изготовленную по способу лазерной резки пластиковой пленки для получения в ней рисунка. Выпуклую лицевую поверхность, частично защищенную при использовании маски, после этого подвергают бомбардировке ионами аргона при использовании ионной пушки, что вызывает удаление противозагрязняющего покрытия на участке, который не был защищен маской, в форме рисунка, и на данном участке становится обнаженным внешний слой противоотражающего покрытия Y - который представляет собой слой на основе диоксида кремния.

После этого на обнаженном участке тем же самым образом, как и в примерах 5-6, проводят осаждение из паровой фазы предшественника противозапотевающего покрытия при использовании органосилана, описывающегося формулой III, и при фиксации маски на поверхности линзы для осаждения в целях получения слоя с толщиной в диапазоне от 2 до 3 нм, привитого покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия.

Для демонстрации противозапотевающих свойств стекла на его выпуклую поверхность наносят несколько капель раствора Clarity® Defog It, после этого данную поверхность протирают протирочной тканью Cémoi™. По завершении нескольких операций по протиранию раствор поверхности-активного вещества полностью удалялся с поверхности стекла с нанесенным покрытием в виде противозагрязняющего покрытия, в то время как он все еще присутствует на участке, соответствующем рисунку.

Это может быть визуально проверено в результате проведения для таким образом полученного стекла испытания на действие дыхания, испытания на действие холодильника или испытания на действие горячего пара, при этом запотевание появляется на всей поверхности стекла за исключением участка, соответствующего рисунку, который имеет покрытие в виде противозапотевающего покрытия, соответствующего изобретению.

### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Линза для очков, содержащая подложку с нанесенным покрытием в виде покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, и непосредственно контактирующее с данным покрытием покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия, отличающаяся тем, что покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия

получено в результате прививки по меньшей мере одного органосиланового соединения, имеющего полиоксиалкиленовую группу, содержащую менее 80 атомов углерода, и

по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу,

при этом покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия имеет толщину, меньшую или равную 5 нм, и

характеризуется статическим краевым смачивания по воде большим 10° и меньшим 50°.

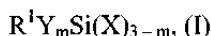
2. Линза для очков по п.1, отличающаяся тем, что покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия имеет покрытие в виде пленки жидкого раствора, содержащего по меньшей мере одно поверхности-активное вещество и/или гидрофильное соединение, не обладающее поверхности-активными свойствами, при этом предпочтительно поверхности-активное вещество имеет полиоксиал-

киленовые группы.

3. Линза для очков по п.2, отличающаяся тем, что она характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, меньшим или равным 10°, более предпочтительно меньшим или равным 5°.

4. Линза для очков по одному из пп.1-3, отличающаяся тем, что покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности, представляет собой противоотражающее покрытие или слой на основе диоксида кремния, осажденный на стойкое к истиранию покрытие.

5. Линза для очков по одному из пп.1-4, отличающаяся тем, что органосилановое соединение описывается формулой



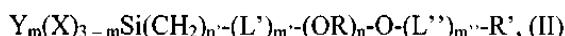
где группы Y, являющиеся идентичными или различными, представляют собой одновалентные органические группы, связанные с атомом кремния через атом углерода;

группы X, являющиеся идентичными или различными, представляют собой гидролизуемые группы;

R<sup>1</sup> представляет собой группу, содержащую полиоксиалкиленовую функциональность и содержащую менее 80 атомов углерода;

m представляет собой целое число, равное 0, 1 или 2.

6. Линза для очков по п.5, отличающаяся тем, что органосилановое соединение описывается формулой



где R' представляет собой атом водорода, ацильную группу или алкильную группу, линейную или разветвленную, необязательно замещенную одной или несколькими функциональными группами и необязательно содержащую одну или несколько двойных связей;

(OR)<sub>n</sub> представляет собой полиоксиалкиленовую группу, такую что R представляет собой линейную или разветвленную алкиленовую группу, предпочтительно линейную;

X, Y и m являются такими, как это определено в п.5;

n' представляет собой целое число в диапазоне от 1 до 10;

n представляет собой целое число в диапазоне от 2 до 30;

m' составляет 0 или 1, предпочтительно 0;

m'' составляет 0 или 1.

7. Линза для очков по п.6, отличающаяся тем, что R' представляет собой алкильную группу.

8. Линза для очков по п.6 или 7, отличающаяся тем, что m'' = 0.

9. Линза для очков по одному из пп.6-8, отличающаяся тем, что органосилановым соединением является соединение, описывающееся формулой (II), где n = 5-30, предпочтительно n = 5-15, более предпочтительно n = 6-9.

10. Линза для очков по одному из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что органосилановое соединение представляет собой [алкокси(полиалкиленокси)алкил]триалкоксисилан, предпочтительно 2-[метокси(полиэтиленокси)пропил]триметоксисилан, более предпочтительно соединение, описывающееся формулами CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>6-9</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> или CH<sub>3</sub>O-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>9-12</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.

11. Линза для очков по одному из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что органосилановое соединение не содержит атом фтора.

12. Линза для очков по одному из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что полиоксиалкиленовая группа органосиланового соединения содержит менее 60 атомов углерода, предпочтительно менее 50 атомов углерода.

13. Способ получения линзы для очков по одному из предшествующих пунктов, который содержит следующие стадии:

получают подложку с нанесенным покрытием в виде покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности,

осаждают на упомянутое покрытие по меньшей мере одно органосилановое соединение, имеющее полиоксиалкиленовую группу, содержащую менее 80 атомов углерода, и по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу, для получения слоя привитого органосиланового соединения, имеющего толщину, меньшую или равную 5 нм, поверхность которого характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, большим 10° и меньшим 50°.

14. Способ по п.13, отличающийся тем, что слой привитого органосиланового соединения, имеющий толщину, меньшую или равную 5 нм, получают в результате удаления присутствующего в избытке органосиланового соединения, осажденного, но не привитого на поверхности покрытия, имеющего силанольные группы.

15. Способ по п.13 или 14, отличающийся тем, что органосилановое соединение осаждают в результате испарения в вакууме на покрытие, имеющее силанольные группы на своей поверхности.

16. Оптическое изделие, содержащее подложку с нанесенным покрытием в виде покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, при этом одна часть поверхности покрытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, находится в непосредственном контакте с гидрофобным и/или олеофобным покрытием и пристает к нему, отличающееся тем, что другая часть поверхности по-

крытия, имеющего силанольные группы на своей поверхности, находится в непосредственном контакте с покрытием-предшественником противозапотевающего покрытия, при этом покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия получено в результате прививки по меньшей мере одного органосиланового соединения, имеющего

полиоксиалкиленовую группу, содержащую менее 80 атомов углерода, и по меньшей мере один атом кремния, имеющий по меньшей мере одну гидролизуемую группу, при этом покрытие-предшественник противозапотевающего покрытия имеет толщину, меньшую или равную 5 нм, и характеризуется статическим краевым углом смачивания по воде, большим 10° и меньшим 50°.

