

315386

85.11.22 修正
年 月 日 補充

公告本

申請日期	84.12.07.
案 號	84113020
類 別	69D183/00, 183/41 G02B 5/50, G02C 17/50 Int. Cl.

A4
C4

315386

315386

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	完全水解之酮亞胺矽烷/環氧化物矽烷共聚物液態硬塗料組合物以及浸塗聚碳酸酯眼鏡鏡片之方法
	英 文	FULLY-HYDROLIZED KETIMINE SILANE/EPOXIDE SILANE COPOLYMER LIQUID HARDCOATING COMPOSITIONS & PROCESSES FOR DIPCOATING POLYCARBONATE SPECTACLE LENSES
二、發明 創作人	姓 名	1. 喬治·約瑟夫·格利克 2. 史帝芬·麥克·摩斯
	國 籍	1-2 均 美 國
	住、居所	1. 美國明尼蘇答州哥倫比亞高地聖摩瑞茲路5140號 2. 美國明尼蘇答州奧索市泰瑞托爾路16220號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商格利克及摩斯合夥事業
	國 籍	美 國
	住、居所 (事務所)	美國明尼蘇答州哥倫比亞高地聖摩瑞茲路5140號
	代 表 人 姓 名	喬治·約瑟夫·格利克

315386

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

美國(地區) 申請專利，申請日期：1995.10.16案號：08/533,126 ☐有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

41564.DOC

- 3 -

本紙張尺度適用中國國家標準 (CNS) A4規格 (210×297公釐)

五、發明說明 (1)

技術範圍

本發明係關於新穎液態熱固化矽氧烷共聚物硬塗層組合物，及其化學合成方法，適合用於浸塗耐刮損塑膠眼鏡鏡片。更特定言之，本發明係關於改進之組合物及方法，用於共聚完全水解之酮亞胺官能性矽烷與完全水解之環氧官能性矽烷，及選用之共反應有機官能性樹脂改質劑，在摻合溶劑中形成一種液體浸塗料。尤具特殊利益者是聚碳酸酯射出成型塑膠眼鏡鏡片與其他聚碳酸酯眼罩(帽舌、護目鏡)之低成本、高產量之自動浸塗。最特定言之是需要改良的硬塗層用於成長快速的聚碳酸酯眼科處方眼鏡鏡片市場，其除需要基本耐刮損性質，需要染色著色性，防水粘粘著，耐熱衝擊/脆裂性，與抗反射真空浸積表塗層相容性。

發明背景

傳統上眼鏡鏡片是以玻璃製作，或較晚近使用鑄造之熱固塑膠諸如 CR-39(烯丙二甘醇碳酸酯，鑄造聚合以過氧化物固化)。然而，在晚近二十年間，眼鏡鏡片工業發現可以藉熱塑膠(最特定言之光學級聚碳酸酯)之高度自動化射出成型加上高度自動化液體浸塗與固化，獲致更佳的鏡片且價格較低廉。例如二十年前，用於工業界工作人員之非視力矯正("零能力"或"平光"眼片)眼鏡之世界市場，仍以熱煨玻璃鏡片為主。現時此市場是以硬塗層之聚碳酸酯平光鏡片為主，其製作成本是玻璃眼片之幾分之一，及同時對工作人員提供更佳的眼睛保護(由於其具較高的碎裂抵抗，聚碳酸酯之耐衝擊強度是玻璃之10~20倍)及更佳的紫外線吸收保護。結果

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(2)

是在美國全部零功率工業安全眼鏡鏡片，現時約85%是硬塗層之聚碳酸酯。這些鏡片硬塗層是極為成熟的產品，故在維持薄膜硬度之際低成本與使用容易之改進甚為重要。這些不著色的熱固化矽酮硬塗層之一般化學，是單甲基矽烷與膠體二氧化矽之共聚物(本案申請者Galic在共待決專利申請美國編號08/430,251關於此硬塗層之改良型是共發明者)。

就視力矯正光學配方眼鏡鏡片而言，必須符合其他需求及其他考量。這些硬塗層不周全之處以往妨礙聚碳酸酯Rx眼鏡鏡片之市場佔有率成長。此類需求之一是著色接受性-眼鏡試驗室或眼鏡店在水性染料彩色溶液浸染該硬塗層鏡片之能力，以達成淺色時尚的化粧色彩或深色的太陽眼鏡色彩。以往，硬塗層缺少可染色性，使聚碳酸酯Rx鏡片未被廣受接受，尤以美國為然，在美國大部分之Rx鏡片是著色的，在熱(典型上195~205°F)水性染料浴中進行這些著色作業，是以該硬塗層必須能接受著色，而同時保持耐水粘著至該聚碳酸酯鏡片基材上及該塗層之耐熱衝擊/脆化作用，諸如碎裂或起裂紋，由於這些鏡片(於室溫)是浸入至熱染料浴中，及於在染料浴中移出該熱鏡片後隨即在冷水中沖洗。

Rx眼鏡鏡片硬塗層之另一需求，無法由單甲基矽酮或甲基矽烷/二氧化矽共聚物非著色硬塗層妥善符合者是與抗反射真空塗層之相容性。此類單甲基矽烷/矽氧烷有1.43之折射率；聚碳酸酯有1.586之折射率。藉各種真空沉積方法(諸如熱蒸發，或噴鍍，或離子協助之沉積法)施加這些抗反射塗層，及倘若在沉積AR塗層之前，首先施加一層厚度至

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (3)

少2~6微米之優良液體硬塗層作為基礎塗層，這些AR塗層在任何塑膠鏡片基材上有優異許多的機械耐久性。在日本與其他遠東東方市場，大部分之塑膠Rx鏡片是硬塗覆，然後以此方式AR表塗覆。一旦AR塗覆後，鏡片不能著色，但在這些市場，Rx鏡片只有低許多之百分率是著色的(典型上低於20%)。類似情況，在歐洲大部分Rx玻璃與高指數塑膠鏡片是AR塗覆，及比較少數是著色的。由於以單甲基矽烷為基礎之塗層與聚碳酸酯之折射率不相配，從如此的AR-塗覆/單甲基矽酮塗覆之聚碳酸酯鏡片獲得較差的抗反射塗層性能。於是期企能有一種硬塗層其具有折射率更接近聚碳酸酯之折射率者，供用作AR塗覆之聚碳酸酯Rx鏡片之基礎塗層。AR塗覆方法也包括熱循環方法，是以脆性是一項顧慮，及雖然該AR塗層薄膜是極薄(遠低於1微米)，它也是極脆，因此更加壓迫該硬塗層與基材邊界粘著與耐水鍵。於是經發現水沸試驗(鏡片溫度自室溫幾乎立即至100°C)之熱衝擊及/或周期性溫度試驗預示由於這些塗層之碎裂或脫層之衰壞。

先前技藝

茲正視藉環氧化物官能性之矽烷與胺基官能性矽烷反應生成之硬塗覆共聚物之化學家族，咸信Koda (US 3,961,977, 1976年6月8日頒授)是第一位預料如此的一種組合物可能用於作為硬塗層至模製之塑膠物件上。Koda之組合物揭示一種部分水解之聚矽氧烷，其係自限量之水，限於水解石矽上之有效烷氧基之僅10~40%生成者。然而為防止過早的凝膠

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (4)

化作用，以極稀的水溶液施用這些部分水解之Koda組合物。Koda例1僅含6%固質，具黏度約5厘泊；Koda例2含11.2%固質及黏度是6.3厘泊。雖然Koda示浸塗之聚碳酸酯及對其作刮損試驗，Koda對其用於Rx眼鏡鏡片之適合性保持緘默。事實上，當完全烘箱固化至最高硬度時，Koda組合物是本質上不能著色。

Taniyama (US 4,167,537; US 4,241,116; US 4,196,014)遵循Koda及聲稱對其有所改進。上述之Taniyama第一個專利教導在這些矽烷在一起反應之前，沒有預水解；Taniyama第二個專利有一個預水解之例，在矽上只有"3%之總甲氧"水解；Taniyama之第三個專利沒有提及此問題。一如Koda，Taniyama對可著色性及AR塗覆相容性與其他方面保持緘默，及一般上對用於處方聚碳酸酯眼鏡鏡片之適合性保持緘默。

Treadway (US 4,378,250, 1983年3月29日頒授)聲稱對Koda與Taniyama之先前技藝有所改進，是藉首先將該胺基-官能矽烷基團與酮族之一成員反應以生成酮亞胺，是以"封住"該胺官能性以降低其與該環氧化物官能性過早反應以造成不受控制之粘度增加及/或該液態塗覆組合物之凝膠化作用之趨向。Treadway聲稱其組合物能增加部分水解之程度為完全水解所需之化學計算水量(3莫耳之水對每一莫耳之三烷氧矽烷)之自最低40%(Koda之上限)至高達80%，Treadway仍聲稱在液態中具可接受的穩定性供使用。遍及Treadway之申請專利說明書與申請項目中，對水解所作之每一參照載列

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

衣

訂

五、發明說明 (5)

矽烷之部分水解。Treadway之最佳方式要求60~80%部分水解(第10欄, 7~15行), 及其聲稱耐磨性是"關鍵性視水解之量而定"(第11欄, 62~69行)。Treadway也提及酮亞胺"藉吸收水分分解"(第9欄, 51-55行)。Treadway對水解之甚且更高的程度之後果保持緘默, 但是由於Treadway聲稱改進先前技藝之塗覆穩定性, 過早凝膠化作用可能是為何其未在水解百分率方面推至更高。雖然Treadway籌劃用於塑膠鏡片, 其基材是CR-39, 從未是聚碳酸酯。Treadway施加塗層至塑膠基材之方法是藉流動塗覆法或以繞金屬線之棒塗抹, 從未是藉浸塗法。Treadway未言及可著色性及/或與AR表塗層之相容性之事。

Sallavanti (US 4,800,122, 1989年元月24日頒授)是酮亞胺與環氧化物矽烷共聚物之最晚近先前技藝, 但Sallavanti以多官能有機胺替代Treadway之胺基-官能矽烷, 作為生成酮亞胺反應之原料。與Treadway不同, Sallavanti致力於浸塗聚碳酸酯眼鏡鏡片之適合性, 與其可著色性, 及在著色浴作業期間與之後至少充分的耐水性以保持粘著。Sallavanti未言及塗覆浴穩定性、使用難易、或其他處理限制之事。然而, Sallavanti方法之化學穩定性是可疑, 可以從其建議於冰點以下之溫度使用該塗覆方法見之:"...典型上, 維持該溶液於30°F之作業溫度(第5欄, 32~33行)。冷卻循環浴之傳統方法, 諸如使用心/殼型熱交換器與冷凍水, 有45°F之作業低限。不可能以任何循環冷凍水通過任何熱交換器以維持浴溫度於30°F, 至為顯然。無可避免地, 此類型之浸塗槽勢

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(6)

須使用有循環，相-變換冷媒之浸沉旋管以維持該浴之30°F低溫。如此的冷卻旋管也使浴污染之機會大為增加及成為維持浴純淨之一個問題，由於這些旋管不久即被凝膠片塗覆。尚有，於鏡片自30°F之塗覆浴取出之時，周遭空氣必須是非常、非常乾，否則會發生"起霧"。防止此鏡片起霧勢須保持該塗覆乾燥區域之空氣遠低於30°F以下之露點，此是非常不尋常者，甚至在空氣調節之空間亦然，是以實行Sallavanti之方法會需要特別的除濕設施。

發明目的

本發明之一個目的是製作貯放-穩定完全-水解之環氧化物矽烷(成分"A")與酮亞胺-胺基矽烷(成分"B")成分，其可以在以後於使用之前混合在一起，以在液體浸塗浴中作成主要薄膜生成成分，適合用於聚碳酸酯眼鏡鏡片，及藉使用該2-矽烷共聚物"反應產物"不需要汽提除去過量溶劑或未反應成分之任何隨後步驟以儘可能最低的製造成本製作此2-矽烷共聚物塗層。

本發明之另一目的是製作這些2-矽烷共聚物組合物，當其浸塗至聚碳酸酯鏡片時，其熱-固化成為透明薄膜，具良好硬度與耐鋼絨刮損，但比先前技藝所述之所觀察到之塗層起霧與溶劑溶蝕之特性問題有所改進，及消除使用乾燥劑空氣乾燥器械之任何需要，在本方法中施用該液體塗層與蒸發，及能成功地乾燥這些塗層薄膜。

本發明之另一目的是製作這些2-矽烷共聚物組合物，當其受熱衝擊與濕氣時具有改進的耐脆衰敗(塗層碎裂或發生裂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (7)

紋)及對聚碳酸酯鏡片基材粘著損失。

本發明之另一目的是製作這些2-矽烷共聚物組合物，當其與選用之多官能有機樹脂改質劑配方時其共固化，以生成透明薄膜至聚碳酸酯眼鏡鏡片上，此薄膜具良好硬度與耐鋼絨刮損但也是易於藉浸入至染料槽中著色。

本發明之另一目的是製作這些2-矽烷共聚物組合物，當其與選用之其他多官能有機樹脂改質劑配方時，其共固化以生成透明薄膜至聚碳酸酯眼鏡鏡片上，此薄膜具良好硬度與耐鋼絨刮損，也是極適於作為在真空沉積抗反射多層沉積塗層之下之基礎塗層。

概要說明

根據上述之理由，浸塗聚碳酸酯R_x眼鏡鏡片之特殊需求不僅需要固化之塗層薄膜硬度與耐刮損，且需要與隨後的著色及/或AR塗覆方法相容。化學上，胺基矽烷與環氧化物矽烷之完全水解共聚物生成本發明之熱固化硬塗層之基本化學骨幹，雖然多官能有機樹脂改質劑在交連期間也可以"共-固化"至該骨幹中，也可以考慮是以加添特殊的所需性質至該固化之硬塗層薄膜。

本發明宜以三種化學反應製作該液體塗覆共聚物：

1. 該兩種矽烷成分分別水解(以後在一起反應)：

a) 以化學計算過量之水完全水解一種具有大體上三個烷氧基在矽上之環氧化物-官能矽烷；

b) 以化學計算過量之水完全水解一種具有大體上三個烷氧基在矽上之胺基-官能矽烷；

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(8)

2. 酮亞胺之生成，藉以化學計算過莫耳量之一種酮揮發性溶劑與該完全水解之胺基-官能矽烷成分反應，以生成一種完全水解之酮亞胺矽烷成分其具潛在的封端胺官能性；

3. "濃稠化"該液體硬塗覆料至所需之共聚合程度，藉將該完全水解之酮亞胺矽烷成分與該完全水解之環氧化物-官能矽烷成分反應。

可以不依照以上所列之次序進行首兩種反應。例如，可以在進行該完全水解該胺基-官能矽烷之第一反應之前，進行該酮亞胺生成之第二反應。或本質上可以同時進行第二反應與第一反應。但未發現改變此次序有任何改進。

為本說明書中所述之理由，以以至少一種多官能共-反應性薄膜-生成有機樹脂改質劑稀釋此2成分之基本反應混合物為佳，及最容易的作法或許是在這些3個反應終了時，以另外的酮揮發性溶劑但也至少一些比該選用之酮揮發性溶劑具較慢蒸發率之醇稀釋此液體硬塗覆料也或許是最容易的作法。在該3個反應全部發生之前，可以選擇性加入該多官能共-反應性薄膜-生成有機樹脂改質劑至該反應劑之一種或兩者。本申請者已有如此作法，但發現如此作法沒有利點。尚有，在該3個反應全部發生之前，可以選擇性但不是較可取以這些溶劑預-稀釋反應劑。如此作法只是使反應緩慢，及未發現有何不利之處。

在實際使用時，鏡片製造者可以庫存此兩種完全水解之矽烷成分，經發現兩者均有極佳的長程儲存壽期(典型上6~12個月已令人滿意)。鏡片製造者典型上將混合此兩種成分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(9)

之只是足夠的量，以生成預期用於最近期生產計畫之液體硬塗覆浸塗浴所需之量(甚至當儲存於凍櫃中，該混合浴典型上僅可保存1~2個月)，及不宜將混合浴閒置於室溫。

以對該2成分(該完全水解之環氧化物矽烷(成分'A')與酮亞胺胺基矽烷(成分'B')之混合物進行"濃稠化"步驟為佳，而不是只立即使用該混合物，藉在使用前將該兩種先行製備之液體成分包括該完全水解之胺基矽烷(於轉化為酮亞胺矽烷之後)與該完全水解之環氧化物矽烷在一起反應。此"濃稠化"步驟是共聚合至所需之聚合度(分子數目)，及於室溫進行(小時數)，或可以熱加速(以分鐘計)，倘若濃稠化相同的配方至相同的程度於恆定固質%藉粘度上升監測)，兩種方式可以獲致相等的結果。

可以加入較少量之其他薄膜-生成成分至該配方以增進諸如可著色性與薄膜強韌性或濕粘著性質。尚有該浸塗鏡片塗層薄膜之總體機械性質主要是該兩種矽烷之此共聚物之機械性質。

當與某些共-反應性樹脂改質劑配方時，獲得極深色的可著色性有合理但稍為降低的薄膜硬度。自一個化學組群，在其中該化學組群之每一成員每分子有至少兩個有機官能反應性基團者，選擇該多官能共-反應性薄膜-生成有機樹脂改質劑。此兩個(或多於兩個)有機-官能反應性基團是環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲有機-官能性，是以在該脫揮發之薄膜之'C-階段'熱固化期間此多官能共-反應性薄膜-生成有機樹脂改質劑能共反應，以使交連密度降低減至最小同時在該

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (10)

固化之薄膜中獲致改進的可著色性及/或改進的耐水粘著及/或耐熱衝擊/脆性。

詳細說明

本發明之液體硬塗覆溶液之基本組成是：

a. 不揮發性薄膜-生成成分共聚合在一起，部分在該液體浸塗覆料狀態及部分在熱-固化交連反應期間，包括：

i) 一種完全水解之環氧化物官能矽烷；

ii) 一種完全水解之胺基-官能矽烷藉與至少化學計算過量酮反應轉化為酮亞胺矽烷；及

b. 揮發性溶劑混合物主要包含酮及也一種較該酮具較慢蒸發率之醇作為尾料溶劑 (tail solvent)。

在較可取的具體體系中，至少一種多官能有機樹脂改質劑是選自一個組群其每個分子有至少兩個或多個有機-官能基團，該有機官能基團是環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲。可以於該完全水解之環氧化物矽烷 (成分'A') 與酮亞胺-胺基矽烷 (成分'B') 混合後加入該選用之樹脂改質劑，或選擇性加入至該適當的成分中。例如，已加入該選用之二-或三-官能環氧化物樹脂改質劑至成分A中，對儲存穩定性或固化之薄膜性能沒有不利影響。

可以藉任何習用方法，包括浸、流、旋、與噴施用本發明之塗覆組合物，雖然為光學熱塑膠眼鏡鏡片之兩側之以最低成本高產量自動塗覆，時常選用浸塗法。

1. 矽烷成分之完全水解

理論上言之，任何三烷氧矽烷當以化學計算量之水於適於

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

收

訂

五、發明說明 (11)

水解之pH條件下(對非極性矽烷類諸如環氧化物而言，教科書之水解條件是中度酸pH 3~5；對胺基-官能矽烷而言，在鹼性側自行催化地立即發生水解)完全水解時，可期望生成凝膠。倘若矽烷是二烷氧而非三烷氧時，可以期望100%水解與縮合至矽烷氧鍵以生成直鏈聚合物甚類似矽酮油或矽酮橡膠樹膠聚合物，視分子數目或聚合之程度而定。然而，就三烷氧矽烷而言，有成長為三維網路，是即凝膠化，之潛力存在，如是正是單甲基三烷氧矽烷於完全水解之適當pH條件下縮合至快速凝膠化之典型情況。

出乎意料，本發明之三烷氧-官能胺基矽烷與環氧矽烷之完全水解，未造成快速凝膠化。特定言之，經以過量之水水解這些較可取的矽烷(縮甘油氧丙基三甲氧矽烷與胺基丙基三乙氧矽烷)，証實已經發生水解反應-藉觀察反應混合物放熱-經發現於室溫儲存仍有甚良好的長程穩定性。例如，用104%化學計算比之水(每莫耳之三烷氧矽烷3.12莫耳)產生頗低粘度之反應混合物(不加任何溶劑或其他稀釋劑)，完全水解之胺基矽烷("淨")與完全水解之環氧矽烷("淨")兩者，於室溫條件儲存超過6個月後，顯示沒有可察覺的粘度上升。隨後，已成功地使用甚且更高的過量水，獲致相似的結果(110%化學計算量之水在未稀釋之矽烷中生成清澈、低粘度液體具良好室溫儲存穩定性)。本申請者曾反覆重作這些試驗得相同的結果。

如何解釋這些實驗事實需要修訂傳統理論。本申請者Galic於其先前受雇於Dow Corning Corporation(首要的矽化

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (12)

合物製造廠商，其製作胺基官能與環氧化物-官能矽烷)時，時常從事這些矽烷之頗稀溶液(典型上，1%或低於1%濃度在水中)之工作，用作促進黏合之偶合底劑或作為玻璃纖維加強塑膠之偶合劑。在該期間，本申請者Galic與Dr. Edwin D. Plueddemann(他是數種此類矽烷偶合劑之發明者)通信，Dr. Plueddemann假定在矽與胺基團間有充分長的烷基鏈(諸如丙基)時，該有機-官能基團可能會"尾越"與該分子之矽端生成某種化學配位，因此使此類三烷氧矽烷之稀水溶液長程頗穩定不發生凝膠化或沉澱。自該分子之有機-官能與矽-官能端之一種非共價環化作用之模式作外插解釋，或許其結果是官能當量之額外的立體妨礙。若然，甚至儘管可能全部烷氧基團在訂定之pH條件下完全水解，矽烷醇縮合反應以最終生成一種單質聚合物凝膠之有效性可能被此機構充分地立體妨礙以防止凝膠化及，替代之者，生成一種較低分子量、較直鏈單質聚合物，如實驗所觀察到者。

對此出乎意料之結果之另一可能解釋，可以是並非全部商業級矽烷偶合劑當依照本發明完全水解時可能是同樣穩定，特定言之，例如，商業上可取得之胺基丙基三乙氧矽烷之某些"工業級"，可能含太高量之未反應氨作為媒質。此類工業級可能有僅96%之純度規範，其餘者主要媒質是未反應氨。本申請者Galic在一先前的實驗中，以如此的一種胺，甚至部分水解(40~80%，Treadway類型)可能造成凝膠化，咸信此大量之氨雜質產生之放熱熱，遠比純化之胺基矽烷之僅是水解正常產生之放出熱量為高。該氨雜質與水之極高溶解熱

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

衣

訂

五、發明說明 (13)

，助長水解該烷氧之正常放熱反應，及結果可能會是失控的反應。為此理由，本申請者大力建議使用商業上可取得之蒸餾-級(規範99%純度或更高)，作為防止反應失控之方法，工業級胺基丙基三乙氧矽烷與更純的蒸餾級比較，相對價格後者只是高出約20%，當完全水解這些矽烷時，此微小的價格差異對提供可重現之結果是非常值得者。當有所懷疑時，嗅該胺基矽烷，強烈的氣味，或甚至只不過是強烈的"魚味"，可能意指有太多未反應、低分子量有機胺或氨存在。例如，Huls America是這些矽烷之首要製造廠商，Huls之蒸餾級99+%純度之產品名稱是AMEO-P; 96%純度之不能接受的工業級定名為AMEO-T。(Huls僅提供蒸餾級(縮甘油氧丙基三甲氧矽烷，以GLYMO為名，是以沒有與較不純品級混淆之問題。)

實驗意外發現這些完全水解之矽烷預聚合物之於室溫之良好儲存穩定性之事實，本申請者無法以絕對理論確定性作解釋。也無法知悉從事這些部分水解矽烷之先前技藝專利者之任何人曾試行完全水解這些矽烷，或倘若曾試行這類工作也無從知悉其所得之結果。然而，由於這些先前技藝專利者著重尋求部分水解之正確程度，咸信他們極可能從未嘗試完全水解，由於除過早凝膠化外，沒有理論基礎以相信會得任何結果。

2. 濃稠化反應與監測分子成長

用於本說明書中，"濃稠化"指在液態中混合後此兩種矽烷成分間之共聚合，至所需之預聚合物分子尺寸。出乎意料地

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (14)

，本發明之申請者已發現本發明之較佳具體體系使用至少一些實質的濃稠化反應。此與 Treadway 之教導 (US 4,378,250; 第 10 欄，3~18 行，及特定言之，..."在水解範圍之更佳量內(例如約 60~80%)不需要或只需要很少的老化時間")成對比。由於本發明是完全水解(高於 100%)，此 Treadway 參照資料會使人相信一種立即製備之混合物應得良好的硬塗覆結果，但發現情況並不如是。參照本說明書例 6，7，8a~8d 及 9a~9d。可以僅藉室溫老化達成本發明之兩成分液體硬塗覆混合物之濃稠化(至少數小時，及以過夜-約 16 小時或更久較佳)。可以藉在熱板上於 50°C 加熱 3~5 分鐘快速達成相等的預聚合，繼以以冷凍之酮溶劑驟冷，如本說明書例 3，4，5，13，14，15 及 16 所述。

由於濃稠化指在施加至鏡片基材之前於液體浸塗混合物內部之分子量增長，需要對此參數作些追蹤，於任何已知之固質百分率濃度，監測此濃稠化之最便捷方法，是藉於恆定溫度測計此恆定-固質溶液之粘度。粘度增加與此溶液中之薄膜-生成成分之分子量增加成正比。在本發明之浸塗浴中，以使用頗低粘度混合物為佳，是以濃稠化可以是剛製備之混合物之自似水 1.5 厘史，及可以增加至 10 厘史粘度，當依照本申請者 1995 年 9 月 25 日送呈之共待決專利申請("適合用供完全自動浸塗硬塗層之射出-壓縮模製與脫模成對熱塑膠眼鏡鏡片之方法與裝置"(Method & Apparatus for Injection-Compression Molding & Ejecting Paired Thermoplastic Spectacle Lenses Suited For Fully Automated Dip

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (15)

Hardcoating")，併附於此供參照)施用時將是只濃稠化至2.0~5.0厘史之範圍為最佳。

在如此的低範圍中，布洛克菲爾特(Brookfield)-型，迴轉紡錘黏度計可能是較不方便及需要非常大的紡錘。一種替代的測計方法使用玻璃"U毛細管"(Cannon Fenske No. 150-size Routine Viscometer, Cole Parmer of Niles, IL製造)。秒錶讀數(以秒計逝去時間)與布洛克菲爾特型粘度測定法藉一種簡單數學公式對比。

測定浸塗浴之平均分子尺寸或濃稠化或老化程度，粘度是關鍵參數，連同固質百分率。由於蒸發逐漸增加浸塗浴中之固質百分率濃度，及由於必須周期性添加補充的溶劑，固質百分率也需要加以監測。此以熱重量分析法(使用一個鋁質可棄置之小秤量碟，將10克液態試樣在125°C烘箱溫度於30分鐘中乾燥至非揮發性殘留物)為之最為便捷，及減去容器重量計算重量損失，以得非揮發性固質百分率。

3. 酮亞胺鍵生成與溶解(乾燥條件)

生成酮亞胺之目的是暫時封蓋第一胺基官能矽烷之活性氫。當大量過量濃度之酮存在時，及當溫度是最低時(室溫或低於室溫，如在凍浸塗浴之情況或，為長程儲存，在凍櫃中)有利於酮亞胺鍵之生成。

反之，當移除過量酮濃度(藉蒸發，在濕塗層薄膜浸塗施加至聚碳酸酯鏡片基材之脫揮發分期間)，及也藉加熱至高於周遭溫度(常使用逐步增加烘箱溫度)，有利於酮亞胺鍵溶解。例如，如吾人將在本說明書中描述，雖然可以設想使用

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (16)

室溫乾燥，本申請者之實驗工作示知此類"RT-乾"浸塗塗層之耐水粘合性質與薄膜機械性質兩者均遜於浸塗薄膜之烘箱-加速"塑化"乾燥。在浸塗施加該濕薄膜之後，可以立即在一座對流-固化烘箱中使用第一提升之溫度(典型上40~90℃)。在此蒸發之第一階段期間，全部過量酮揮發性溶劑大體上非常迅速移除，加速酮亞胺溶解率及因此釋出矽烷之潛在加封蓋之胺基官能性，是以使第二成分B與第一成分A之環氧化物官能性反應。

在此相同的熱-加速乾燥期間，在矽烷成分上之矽官能性可能發生其他反應，但就所知在如此的低塗層表面溫度(90℃以下)此Si-O-Si縮合反應頗緩慢。使用本說明書中所揭示之較佳塗層配方，由於轉化該剛施加之浸塗濕薄膜至"感觸乾燥"、不粘的膠凝(但尚未完全交連)狀態之時間，可以是少於5分鐘，本申請者相信在此"B階段"膠凝-薄膜-生成步驟期間之主要化學反應是在該第一胺基-官能烷基矽烷+該環氧化物-官能矽烷之應變三原子環氧乙烷環。當高濃度之此類反應劑於室溫(或甚至於溫和的提升溫度諸如該可取的50~80℃烘箱乾燥條件)存在時，就所知此胺-環氧化物反應速率是甚快速。總之，如此的化學是兩-份環氧塗料與粘合劑之室溫固化之基礎。與此成對比，當此類特殊有機-金屬錫或錫酸酯催化劑(諸如氯化亞錫或錫酸四異丙氧酯)不存在時，就所知此兩種完全水解之三烷氧矽烷(有殘留Si-OR與主要是Si-OH基團)間之Si-O-Si縮合反應於溫和的提升溫度或於周遭溫度是非常緩慢。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (17)

先前技藝參照資料未言及酮亞胺-環氧化物共聚合之此機理方面。先前技藝也未教導藉於高於周遭之提升溫度乾燥至B階段固化可以獲得改進之硬塗層薄膜性質。本申請者發現使用相同的起始點化學配方與浸塗參數實驗結果有重大差異存在，就先前技藝未教導如此的現象觀之此是令人訝異者。在隨後之C-階段固化以得最高之交連期間，不僅胺基與環氧化物官能性間產生分子間的鍵，且該兩種分子，(理論上每一個有三個如此的鍵合點位(在本發明中以三烷氧矽烷為較可取))，之矽端間造成儘可能多的鍵至為重要。雖然不願受理論之約制，本申請者相信熱-加速乾燥(比室溫空氣乾燥)以生成B-階段塗層薄膜之令人訝異的利益，導致在所得之高分子量、三維矽烷共聚物中較佳的分子排列，其或許使立體妨礙減至最低。在一種簡化之模式中，倘若每一個矽烷分子是被視為在其有機-官能(胺基-至-環氧化物)端間已生成一個化學共價鍵，及其矽-官能端與一個鄰接矽烷分子間至少一個化學共價Si-O-Si矽氧烷鍵，然後只要有這兩種鍵可以預料一種大體上直鏈的共聚物其會有低硬度與性質是橡膠性。因此，為具有所需等級之薄膜硬度，所得之共聚物有更高的交連密度是屬必要。因此，在該三烷氧矽酮-官能性端上之兩個餘留的潛在矽氧烷鍵-生成點位之至少一個有重要性。因此本申請者相信一種較佳的分子排列在膠凝薄膜狀態中使立體妨礙減至最小(藉加速加熱達成而不由室溫空氣乾燥之較慢不粘時間達成)造成較佳的固化薄膜性質。此外，使用熱-加速乾燥該塗層-粘合-至基材聚碳酸酯鏡片極優。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (18)

4. 完全固化('C階段')之條件

一旦酮亞胺鍵藉溶解轉化為自由第一胺基官能性，共聚合進行頗迅速。以採用更為提升的表面溫度以得最快速的交連速率。對溶劑乾燥與塗層薄膜膠凝化 $50\sim 80^{\circ}\text{C}$ 作業良好，在最短時間使該完全固化之薄膜之交連密度達到最高以採用 $110\sim 130^{\circ}\text{C}$ 為佳。較少採用比 135°C 更高之烘箱溫度，由於聚碳酸酯基材有約 296°F (146°C)之玻璃轉化溫度，及倘若基材溫度超過該溫度，鏡片會失去其形狀穩定性及成為光扭曲或偏差，及因此無法出售。(替代的加熱源諸如長波紅外線照射加熱，或鈍性氟碳蒸氣-凝結相-變化加熱(諸如3M公司之Fluoroinert^(tm))能降低加熱時數至只是分鐘數；後者已示在 $5\sim 10$ 分鐘之時間完全固化本申請者之塗層。

此轉化(自膠凝之、不粘"B階段"至"C階段"塗層有其最終機械硬度之大部分)可以於 125°C 對流烘箱溫度於低於1小時達成，但為獲得最佳耐水粘著與韌性需要較長時間(總計 $2\sim 6$ 小時，以4小時於 125°C 為佳)。

5. 矽烷比

就理論言之，達成最高交連密度是環氧化物-矽烷與酮亞胺-矽烷成分之濃度以等莫耳比(1:1)。此類比可以是0:5:1至4:1，但本申請者發現如此寬廣的範圍不切實際，由於範圍在約0.8:1至2:1以外時薄膜之機械性質不佳，及更宜是在1:1至1.5:1之範圍內。當本發明所述之樹脂改質劑不存在，及僅以該兩矽烷成為A與B作為薄膜生成料時，本申請者發現硬塗層薄膜含胺基-矽烷莫耳數比環氧化物矽烷莫耳

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (19)

數較多者之耐刮損有較差的表面摩擦係數，如藉當用鋼絨以輕指壓摩擦此類塗覆鏡片所感覺到之摩擦曳力所觀察到者。如是試驗之一個例是以0.9:1之環氧化物:胺莫耳比。反之，一個較佳具體體系使用約1.2:1之莫耳比獲得極高的交連密度與薄膜硬度，但是同時對表面賦予光滑的感覺。本申請者也發現，在沒有本說明書所述之樹脂改質劑之情況下，本發明之硬塗覆鏡片其具環氧化物矽烷對胺基矽烷之莫耳比實質上低於1:1，塗層薄膜是較易脆裂及有較差的濕粘著保持性。

6. 樹脂改質劑

至現時為止所描述者，交連反應只是發生於該兩-成分混合物之兩種矽烷分子之間。然而，本發明之較佳具體體系也包括有機-反應性多官能有機樹脂改質劑，其能參與此相同交連反應。自多官能化學品之組群，其是在熱之存在下能與第一胺或與環氧化物有機-官能成分反應者，選用此類樹脂改質劑。此類樹脂改質劑分子，每個分子必須有至少兩個此類有機-官能基團，以保持交連密度於最高，其是硬塗層之良好薄膜硬度之一項需求。任何其他非-有機-官能或非-有機-官能樹脂改質劑或添加劑其可能會加入至本發明之配方者，必須保持於極低(低於5份每百份樹脂或5 phr)濃度。典型上，具二或三個如此的官能基團(其與第一胺或環氧化物反應者)之較可取的樹脂改質劑，將以濃度在5phr以上或高達40phr使用。在本說明書中揭示之配方舉例此類改質劑之特殊化學例及其濃度。

五、發明說明 (20)

選擇樹脂改質劑視固化之薄膜所需之欲予增進之性質而定，供用作抗反射面塗之基礎塗層時，經發現當單獨使用本發明之基本2-矽烷共聚物時是勉強合格，但當與本申請者選用之樹脂改質劑併合時，可以觀察到薄膜強韌度與撓性大為改進(在鋼絨刮損抵抗方面沒有實質損失)及對聚碳酸酯基材之濕粘著粘合改進甚多。為增進這些性質以使用二-官能或三-官能環氧化物樹脂改質劑為佳。此類環氧化物-官能樹脂改質劑之濃度對成分A，重量比可以是自10:1至2:1之範圍。對列於例3與13中之該二-與三-官能環氧化物樹脂改質劑，更可取的範圍是8:1至4:1重量比。這些樹脂改質劑是選自二-與三-官能脂肪醇與二醇之二-與三-縮甘油基醚衍生物，包括衍生於乙二醇、新戊二醇、與丙二醇之縮甘油基取代物。與間-苯二酚、與三羥甲基乙烷或丙烷、或蓖麻油、或脂肪多元醇生成之其他二-縮甘油基醚。具特殊重要性者是一系列之商業上可取得之Heloxy改質劑(自Shell Chemical Co., Houston, Texas); Modifier 67 (1,4-丁二醇之二縮甘油基醚)，Heloxy Modifier 107 (環己烷二醇之二縮甘油基醚)與Heloxy Modifier 48 (三羥甲基丙烷三縮甘油基醚)。單官能環氧化物樹脂改質劑與本發明之塗層化學上相容，但不採用因其雖提供撓性但大為降低交連密度，造成在塗層薄膜之強韌度與鋼絨刮損抵抗間之平衡方面得不償失。(基於相同的理由，二烷氧-官能矽烷偶合劑諸如商業上自Huls America取得之CG6710比三烷氧-官能CG6720"GLYMO"較不可取，由於其對交連密度之有害影響。CG6710是一種二乙氧單甲

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (21)

基取代之縮甘油氧丙基矽烷，與CG6720是一種三甲氧取代之縮甘油氧丙基矽烷成對比。對胺基-官能矽烷CA0742(二乙氧甲基取代之胺丙基矽烷比CA0750"AMEO"可以作相似的類推，後者較可取，是得自Huls之三乙氧取代之胺丙基矽烷。)

這些二-與三-環氧化物-官能改質劑當以較高濃度(4:1或更高)使用時，也在染料浴中造成著色性之可察覺量，但如此的配方本身並不能與商業上可取得之具較大可著色性之硬塗層鏡片充分競爭，是以使用本發明作為取得一種可著色硬塗層之目的是較不可取之途徑。

本申請者至可著色性之較佳途徑是使用二-與三-官能樹脂改質劑之不同化學族，選用羥基-官能、三聚氰胺-官能、與脲-官能之化學族。尤其可取者是三聚氰胺-甲醛縮合樹脂族及，最可取者，其前體六甲氧甲基三聚氰胺(HMMM)，用於熱固塗層與塑膠之一種常用反應交連劑。Cymel 303樹脂是一種商業上可取得的HMMM(新澤西州Wayne之美國氰胺公司製造)。HMMM與本申請者之2-矽烷共聚物薄膜生成料極為相容，使用HMMM其在固化期間-共反應，及其是高度溶解於本發明之酮與醇溶劑混合物中。雖然精於本技藝者認知獲致硬塗層最高可著色性與獲致硬塗層薄膜最高硬度間之固有得失，當HMMM與本發明之2-矽烷共聚物併合時，顯現使交連密度之損失減至最低。

增進可著色性之樹脂改質劑之一個類似族是脲-甲醛樹脂，包括甲基化與丁基化型式。此類樹脂也是與羧基、羥基與

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (22)

醯胺基團有反應性以在塗層與塑膠之熱固性固化中提供交連。
"Beetle 80"樹脂是一種高度丁基化之脲甲醛樹脂，其與本發明之薄膜生成料有良好的相容性及溶於本發明之溶劑中。
Beette 80是新澤西州Wayne美國氰胺公司之產品。

樹脂改質劑之另一不同的化學族是多元醇與多羥基化有機分子。在這些化合物中，以三-官能者較可取，因其降低交連密度較二-官能者為小。TONE 0301是一種三-羥基-官能多元醇具平均分子量300與560之羥基數(康涅狄克州Danbury之聯合碳化物公司製造)。TONE多元醇是以己內酯為基礎之多官能多元醇，其具較低黏度與水-白色，及因此比其他聚酯與聚醚多元醇較可取。

多羥基化化學品之另一族是二-與四-羥基-官能二苯甲酮衍生物。此族之化學化合物是常用作UV(紫外線)吸收劑，它們甚適用於供此目的，但如其他供此目的者它們有固有的黃-褐色澤，其對硬塗覆鏡片賦予不受歡迎的外觀。尚有，這些芳族化學品，由於其二苯甲酮芳環，與本發明之薄膜生成料較不相容及與該酮與醇溶劑較不容混。被試驗但經發現較不可取之例包括Uvinul D50 (2, 2', 4, 4'-四羥基二苯甲酮)與Uvinul 400 (2, 4-二羥基二苯甲酮)，兩者均係紐約州Rensselaer之BASF Chemicals Division製造。

被試驗但經發現較不可取的另一種多羥基-官能樹脂改質劑，是三聚物之一族其兼具酸與羥基官能性者，商業上以Actol取得，是新澤西州Morristown之Allied Signal製造者。雖然ACTol 60~ACTol 80之該三聚物產品範圍涵蓋不同的

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (23)

羥基數，它們全部都是在醇與酮溶劑中溶解度不佳，是以於所需之高於5phr濃度，經發現它們與本發明之塗層不相容。

7. 溶劑

用於本發明之塗層之溶劑主要是酮類，連同至少一種蒸發速率較選用之酮遲緩之醇，因此履行"尾溶劑"(是最後蒸發者)之功能。在該酮族中，最可取者是甲基乙基酮(MEK)，雖然可以使用其他者，包括丙酮，甲基異丁基酮，與二丙酮醇。

醇類之範圍可以自簡單的脂肪醇(包括甲醇、乙醇、異丙醇、正-丁醇、或異丁醇)，以及乙二醇醚族。經發現一種特別可取的尾料溶劑是二丙酮醇(DAA)，其併合酮之羰基與醇之羥基。作為一種尾料溶劑，其對本申請者之薄膜生成樹脂有極高溶解度與有較可取的蒸發速率，作為該"最後離去者"。其也似乎增進對聚碳酸酯鏡片基材之粘著及在乾燥期間使起霧問題減至最小。二丙酮醇在總塗層配方之"即可使用"狀態以3~10%之量存在為佳。經發現二丙酮醇就其氫鍵合之適當平衡、極性與可溶混性而言，較一般脂肪醇諸如丁醇、1-甲氧-2-丙醇、或溶纖(烷氧乙醇)醇或其酯、或通常可取得之酮類為佳。

8. 其他配方須知與儲存

不需要輔助性催化劑。該液體塗層以熱脫揮發分將該酮亞胺去罩蓋及加熱步驟協助去罩蓋之胺基-官能與環氧化物-官能基團共聚合在一起。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (24)

使用均化或潤濕劑改進塗層之流動與平滑性。如此的一種界面活性劑以 Fluorad FC-430(明尼蘇打州聖保羅之3M公司製作之一種非-離子氟化烷基酯)，以0.01~0.1 PHR(百份樹脂份數)之典型濃度使用，另外也可以使用一種矽酮-二醇共聚物諸如馬利蘭州Midland之Dow Corning Corp.製作之DC 190。

本發明之塗層組合物之儲存與浸塗浴穩定性，一旦該兩成分A與B混合後，如自先前技藝引述所期望者，充其量是有限只有低溫(是即凍櫃儲存)與低濃度(是即藉稀釋降低固體%)，宜是以酮溶劑稀釋是以改進酮亞胺穩定性，能大為阻擋此混合物之逐漸步向膠凝化，其於周遭溫度在沒有循環或過濾之情況下能在短至1~3天內發生。或在凍櫃儲存中<2個月。無論如何，於正常使用與當不使用時凍櫃儲存之下，本發明之浸塗組合物會是有用的，由於高量自動鏡片浸塗覆會比其自動共聚合之反應使其趨向膠凝化以較快的速率耗用該塗層料。藉以較新鮮製備之溶液只濃稠至足供使用連續補充該浸塗浴，可以無限地二十四小時進行自動浸塗作業，不必棄置該浸塗浴。

9. 塗層薄膜性能試驗

a. 鋼絨擦摩是Rx鏡片工業用於耐刮損試驗之一致選擇。在一台機械化之試驗裝置試驗本發明之塗層，在其中鏡片是以凸面朝上裝設於一個水平夾。在該鏡片之上是一支軸有一個杯形夾在其一端以夾住一塊鋼絨墊，其靠於該鏡片之表面上。在該軸之另一端是一個平台用於荷載砝碼，是以該鋼絨

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (25)

墊可以以已知之荷載壓該鏡片表面。藉一個由馬達驅動之偏心凸輪以低速提供該軸之往復"搖動運動"，賦予擦摩動作。該凸輪之每360-度迴轉在該軸之下產退-與-進往復擦摩衝程。藉一個周期計器或甚至人工計算這些衝程，鋼絨擦摩之可重現程度加至鏡片表面上。為在本說明書中供比較之目的，本申請者使用5次如此的退-與-進衝程。

b. 硬塗覆鏡片之可著色性是另一種塗層性能參數。一種商業上可取得之鏡片-染色溶液(BPI黑，自佛羅里達邁亞米之BPI取得)之成為用於塗層著色試驗之實際上工業標準。此即可使用之液體染料以預包裝之3-呔濃液送貨，其注裝鏡片商所使用之標準不銹染色罐。此類染料罐典型上是一個電加熱維持恆溫之油浴中維持於205°F(96°C)(此類鏡片乾燥裝置也可以自佛羅里達邁亞米之BPI International取得)。對塗覆之鏡片試樣使用10分鐘標準浸漬時間。然後於同時間全部移出及在溫水中沖洗及然後乾燥與測計透光百分率。由於這些染料浴是逐漸耗竭與失去其活性，每項作一試驗系列時需要以已知之參照點校核鏡片。因此，每批之試驗鏡片也包括一個未塗覆之CR-39鏡片，是以量比較只是在該批之鏡片於該特殊時間染色之內是絕對有效。然而，藉一個試驗系列之未塗覆CR-39對照鏡片%TLT與一不同試驗系列之對照鏡片作比較，可以決定一個補償因數，以提供於不同時間以不同染料浴活性程度塗覆之兩個試驗系列間之交叉比較。

除給予顏色至塗覆之鏡片試樣上之意各功能之外，熱染料

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (26)

浴也提供熱震擊硬塗層與鏡片基材間之粘合之濕粘著之試驗。於該染色試驗後，在這些試驗鏡片中物理外觀惡化或粘著損失是敗壞之指示。

c. "濕試驗" 硬塗覆塑膠鏡眼片已廣泛使用約20年，及在這段歷史期間，由於在濕條件中之塗層脆性或無法粘著粘合至基材上，而導致很多使用中之失敗。鏡片在眼鏡店中著色遭遇加熱之染色浴，此能造成此類失敗。甚至即使此類鏡片完全不受染色，在日常使用中仍有此類型之失敗之危險。例如，在冬天氣候時，當眼鏡鏡片自戶外進入時，是自冰點以下之溫度至室溫，與相對地潮濕的室內空氣接觸，由於水分凝結至頗冷的鏡片表面上造成立即的起霧。倘若該塗層是脆性的，此熱循環與熱震擊能同時造成碎裂，以及剝離與脫層倘若塗層與基材間粘合薄弱。為模擬這些情況，在沸水中作20-分鐘浸漬。將室溫鏡片直接投入至熱沸水中，其提供一些熱震擊。然後，於20分鐘已過及將鏡片乾燥與冷卻至室溫，檢視碎裂或裂紋(過分碎性之現象)及然後在crosshatch粘著試驗依照ASTM-D-3359試驗方法作試驗。

此沸水試驗較染色浴是更嚴酷的試驗，及其是作業較迅速及比周期性溫度試驗(其需要以天計)能較快獲得回饋資料。典型的周期性溫度試驗將塗覆之鏡片試樣置於一個封閉的容器中，當關閉該容器時其已經有足量的液態水以維持飽和水蒸氣，但是鏡片置於其上之平台避免與貯於其下之水任何液體接觸。一個試驗周期開始當將該試驗容器置入至一個實驗室烘箱中於60°C (140°F)為時8小時，然後移出及冷卻至室

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (27)

溫為時16小時。於每一周期終了時，開啓該容器，檢視全部鏡片，肉眼注意任何敗壞，及作粘著試驗。繼以第二個周期於60°C 8小時，及於室溫16小時，及繼續進行。為使使用時敗壞危險減至最小(尤其是AR-塗覆之鏡片)，需要通過三個周期沒有裂紋或脫層。

實例說明

茲在以下之例中製備本發明之特殊配方：

例1：成分A之製備方法

(完全水解之環氧化物矽烷)

依照以下之表，製備三個不同的批，每批有不同的化學計算過量之水。

<u>%H₂O</u>	<u>GLYMO(克)</u>	<u>H₂O(克)</u>	<u>0.1N HCl(克)</u>
100%	681.7克	152.3克	5.0克
104%	625.0克	143.5克	5.0克
110%	777.0克	190.2克	5.0克

此三批分別有水對縮甘油氧丙基三甲氧矽烷 (GLYMO)3.03:1，3.12:1與3.30:1之莫耳比。在每一案例中，將秤量之矽烷置入反應容器中，繼以加入秤量之經酸化水 (acidified water)。曾使用不同的添加方法，自徐徐加入配合以緩慢攪拌，以至較快速添加配合以較劇烈攪拌，及尚有傾倒入全量之水不加攪拌，然後劇烈搖振該封閉之容器1分鐘，這些添加方法沒有一種造成膠凝化之結果，在所得之成分A中也沒有任何可察覺的差異。在每一案例中，水解反應是放熱的，如測計之溫度典型上在30秒或低於30秒自周遭溫度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (28)

上升至30°C以上。通常達高峰放熱(40~45°C)需時3~6分鐘，及在此之後該不清的反應混合物變成清澈。在約20分鐘內，該混合物冷卻完全清澈，及在其用於作為塗層之前任由其於室溫熟成與平衡為期24小時。藉在烘箱中蒸發提高固質%，典型成分A=62%不揮發性固質。保留之試樣於6個月後未示生成凝膠之趨向或可察知之粘度上升。

例2:成分B之製備方法

(完全水解之胺基矽烷)

依照以下之表，製備三個不同的批，每批有不同的化學計算過量之水：

<u>%H₂O</u>	<u>AMEO(克)</u>	<u>H₂O(克)</u>
101%	512克	126.1克
104%	599克	152.0克
110%	649克	174.3克

這三個批分別有水對胺丙基三甲氧矽烷3.03:1，3.12:1，與3.30:1之莫耳比。AMEO之水解作用。是在鹼性pH側自-催化，及是比環氧化物矽烷更強的放熱反應。雖然兩反應均在低於30秒鐘自周遭溫度快速上升至30°C以上，AMEO/水混合物需要較長時間以達高峰放熱(典型上約12分鐘)，及該高峰放熱溫度是更高(約65°C)。於達此高峰後，該不清的混合物變成清澈，及如例1，在其用作塗層配方之前任由其冷卻至室溫與熟成另24小時。藉重量損失43%不揮發性固質是典型的，由於水解作用之副產物是具較大小分子量(自AMEO之乙醇比自GLYMO之甲醇)。保留之試樣於

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (29)

在室溫熟成6個月後不產生凝膠及粘度未示可察知之上升。

例3:基礎塗層用於AR真空面塗層之最佳方式

(對脆敗壞或濕粘著損失之最佳抵抗)

在此製備方法中，使用熱-加速濃稠化，但咸信室溫熟成16~36小時是相等。首先，為生成酮亞胺，將400克之成分B送入至一個裝設可移動熱源與磁攪拌器之反應容器中，及在劇烈攪拌與加熱之下加入400克之甲乙酮(MEK)。當反應達33°C(需時約6分鐘)時，迅速加入500克之預秤量成分A，及恢復加熱與劇烈攪拌直至混合物達50°C(需時約2~2.5分鐘)，於此時立即移除熱源，但保持劇烈攪拌及將一定時器設定5:00分鐘。當5分鐘終了時，非常迅速加入冷凍之預秤量MEK 850克以驟冷該濃稠化反應，及在添加之10秒鐘內反應混合物降至30°C以下。(熱濃稠化必須加以控制；在一次試驗中加熱該混合物至68°C替代該50°C目標，然後於5:00分鐘時間終了後，生成不可逆的凝膠。)

在另一容器中製備一種溶劑混合物，其內容是125克二環氧化物-官能樹脂改質劑(Heloxyl 107或相等物)，分散於220克乙醇與70克之二丙酮醇連同1.8克FC430界面活性劑中。然後加入此容器之內容物至已驟冷與妥為混合之反應混合物中，及其是已可立即用作浸塗塗層。此配方有1.18:1之環氧化物對胺基矽烷之計算莫耳比及成分A對Heloxyl改質劑之4:1重量比，以Cannon Fenske粘度計測計典型粘度是約1:00~1:10分鐘或約2.1厘史，及不揮發性固質是約21%。

"例3"浸塗之聚碳酸酯鏡片，於60°C烘箱乾燥(不粘手時

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (30)

間<10分鐘)，是清澈與平滑，及具良好外觀。於C階段完全固化後，在以低摩擦曳力鋼絨試驗中可以見到極良好的薄膜硬度。染色10分鐘得55%總透光率("%TLT")。於10、20、30與40分鐘"立即投入"(為最高熱震擊)浸漬於沸水中後，發現與crosshatch有完善的100%帶粘著。兩種類型之商業上可取得之硬塗覆聚碳酸酯Rx眼鏡鏡片作為"對照"鏡片，在10或20分鐘沸煮均示輕髮絲碎裂或"裂紋"，延長沸煮通常會更差。

將"例3"之浸塗聚碳酸酯鏡片受5個全周期之周期濕度試驗，及以沒有裂紋及以與crosshatch完善的100%帶粘著合格通過。兩種類型之商業上可取得之硬塗覆聚碳酸酯Rx眼鏡鏡片作為"對照"鏡片，在3個周期或少於3個周期均示輕髮絲碎裂或"裂紋"，增加周期數通常會更差。

例4:不使用該Heloxy二環氧化物樹脂改質劑

一種可取程度較低之配方，使用例3相同的配方，所不同者是不使用該Heloxy二環氧化物樹脂改質劑。以200克成分B與200克MEK製備一個半量批，在加入250克之預秤量成分A之前加熱至33℃，然後加熱至50℃，於移除熱源後繼續維持攪拌5分鐘，以取自凍櫃之MEK 426克驟冷。該另行混合之溶劑是乙醇110克，二丙酮醇35克，及FC430 0.9克。所得之混合物經測定含固質20%。

"例4"浸塗之聚碳酸酯鏡片，於60℃烘箱乾燥(不粘手時間<10分鐘)後是清澈與平滑，及具良好外觀。於C階段完全固化後，在鋼絨試驗中見到良好薄膜硬度，但比例3有較大

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (31)

的摩擦曳力。

例5:使用較低%Heloxy二環氧化物樹脂改質劑

在另一半量批中，製作例3之一種第二變體，所不同者是只加入31.3克之Heloxy改質劑，是以得成分A對Heloxy之重量比是8:1，替代例3之4:1。

"例5"浸塗之聚碳酸酯鏡片，於60°C烘箱乾燥(不粘手時間<10分鐘)後，是清澈與平滑，及具良好外觀。於C階段完全固化後，在鋼絨試驗中見到良好-至-極良好硬度，但比"例4"有較小的摩擦曳力。

比較例6:Treadway型式#1

依照Treadway之例4以0.1批規模製備成分A。依照例3以0.1批規模製備Treadway成分B。依照Treadway，欄10，1~2行..."環氧化物對胺基矽烷之較佳比是0.1~1.8:1"，及未他未透露其他線索，然而，理論最高交連密度會是以等莫耳比，是以選擇使用乾重量比基準25克之成分B=37.3克之成分A。Treadway例3不僅水解該胺基矽烷，但也藉加入MEK生成酮亞胺，結果得"不揮發性%"是35%。Treadway例4也同樣地藉添加MEK降低至"35%不揮發性"。依照Treadway，第10欄，12~16行，對所得之反應混合物未使用熟成時間。此"立即混合物"有1:23分鐘之Cannon Fenske粘度及藉實際烘箱重量損失32%固質。

使用此新鮮製備之Treadway浸塗浴，任由一部分之聚碳酸酯鏡片於室溫空氣乾燥，而其他者立即置於60°C烘箱中直至不粘手。空氣乾燥之Treadway浸塗聚碳酸酯鏡片有普遍的

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

訂

五、發明說明 (32)

淡白霧，及鏡片之最低1/3(溶劑最後蒸發之處)是光偏差，成爲"下凹彎弧"波形線；此最低部分也有些"結霜玻璃"狀。全部之烘箱乾燥之Treadway浸塗聚碳酸酯鏡片是較清澈，但在整個鏡片上有一層"橙皮"粗組織，及鏡片之最低1/3是甚至更爲光偏差有"下凹彎弧"波形線，及該塗層"龜裂"(薄膜本身撕破)。

比較例7:Treadway型式#2之製備方法

選擇Treadway例14作爲第二種變體，由於其載列在使用之前"任由該塗層組合物熟成爲時約1小時"，及由於其1.74:1環氧化物:胺基矽烷比應提供大化學計算過量，供較高薄膜撓性。依照例14製備此反應混合物。空氣乾燥與烘箱乾燥浸塗之聚碳酸酯鏡片，但乾燥之鏡片有如比較例6之瑕疵。

Treadway比較例6及7之鏡片，倘若是烘箱乾箱，全部在乾燥與烘箱固化期間龜裂或產生裂紋。室溫乾燥之Treadway比較例6及7，型式#1與2，是非常嚴重發霧以至不能銷售，及任何鋼絨擦摩示知該塗層硬化極差；它們幾乎沒有內聚力。雖然試備染色，Treadway比較例鏡片塗層自聚碳酸酯鏡片完全剝離。

試備作自Treadway可試驗之鏡片，將例14浴熟成及再作試驗，加入DAA 0.5%與10%。該烘箱-乾燥之鏡片仍是橙-皮狀及有深"下凹彎弧線"。

例8a~8d:"即用混合物"(不濃稠化)之製備方法

製備例4之類似配方(1.18:1莫耳比之環氧化物:胺基矽烷

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (33)

，不加任何樹脂改質劑)，沒有任何熱-濃稠化或酮亞胺之熱-加速生成)。於室溫混合相同重量之成分B與MEK及任由其熱成24小時。然後在攪拌下加入成分A，及在攪拌下於室溫隨即加入餘留的MEK(不加入混合之乙醇+DDA溶劑)，及將所得之浸塗浴即行使用。

在此僅-MEK之"即用混合物"浸塗聚碳酸酯鏡片，及任由一部分之鏡片於室溫空氣乾燥(標稱為"例8a")，而其他者立即置於60°C烘箱中作熱-加速乾燥(標稱為"例8b")。

製備例4之類似配方(1.18:1莫耳比之環氧化物:胺基矽烷，不加任何樹脂改質劑)，沒有任何熱-濃稠化或酮亞胺之熱-加速生成)。於室溫混合相同重量之成分B與MEK及任由其熱成24小時。然後在攪拌下加入成分A，及在攪拌下於室溫隨即加入餘留的MEK及全部之混合乙醇+DDA溶劑，及將所得之浸塗浴即行使用。

在此有混合溶劑之"即用混合物"浸塗聚碳酸酯鏡片，及任由一部分之鏡片於室溫空氣乾燥(標稱為"例8c")而其他者立即置於60°C烘箱中作熱-加速乾燥(標稱為"例8d")。

空氣乾燥之"例8a"浸塗之聚碳酸酯鏡片比空氣乾燥之"例8c"浸塗者有較濃的白霧，但全部是不良物，及全部C階段烘箱固化成為缺少內聚強度之非常軟的薄膜。烘箱乾燥之"例8b"與"例8d"浸塗之聚碳酸酯鏡片較清澈，但仍是帶霧，及在"例8b"中鏡片之最低1/3仍是光偏差有"下凹彎弧"波狀線。"例8d"(有混合溶劑+烘箱乾燥)消除這些"下凹彎弧"波狀線，但於烘箱乾燥後甚且其塗層"龜裂"(薄膜本身撕破)，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

衣

訂

五、發明說明 (34)

有如"例8c"。

例9a-9b:"即用混合物"之室溫濃稠化

進行上述"例8c與8d"即用混合物之相同製備程序，所不同者是替代立即使用該完全混合、配製之塗層料，任由該混合物與混合之乙醇及DAA溶劑於室溫熟成。於逝去之時間隔($T=0$ 是該"即用混合物")浸塗鏡片。於每一時間間隔任由浸塗之聚碳酸酯鏡片之一部分空氣乾燥，及其他者如以前烘箱乾燥。

空氣乾燥之"例9a"浸塗之聚碳酸酯鏡片有有礙的霧，及全部固化為缺少內聚強度之非常軟的薄膜。

於 $T=1$ 至2小時，烘箱乾燥之"例9b"浸塗聚碳酸酯鏡片是清澈及沒有"下凹彎弧"波狀線，及於烘箱乾燥後不"龜裂"。"例9b"浸塗之鏡片熟成過夜室溫濃稠化之型式以烘箱乾燥者亦然。於C階段完全固化後，在鋼絨試驗中可見到良好的薄膜硬度；及10分鐘染色得69-72%總透光率("%TLT")，不發生剝離。

例10:藉丙酮生成之酮亞胺

使用類似"例9b"之配方以48小時室溫熟成作為濃稠化步驟，所不同者是以相同重量之丙酮取代相同重量之MEK，加入秤量重量之成份B中。配方之其餘者保持相同。

空氣乾燥之"例10a"浸塗聚碳酸酯鏡片仍固化成缺少內聚強度之軟薄膜。

烘箱乾燥之"例10b"浸塗聚碳酸酯鏡片是清澈與沒有"下凹彎弧"波狀線，及於烘箱乾燥後不龜裂。於C階段完全固

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (35)

化後，在鋼絨試驗中可見到尚可至良好薄膜硬度，及10分鐘染色得64%總透光率("%TLT")，但<80%帶粘著沒有crosshatch。

例11:藉MIBK生成之酮亞胺

使用類似"例9b"之配方以48小時室溫熟成作為濃稠化步驟，所不同者是以相同重量之甲基異丁基酮(MIBK)取代相同重量之MEK，加入秤量重量之成份B中。配方之其餘者保持相同。該浸塗浴有極淺的桃紅色，但在塗覆之鏡片上不會見到。

空氣乾燥之"例11b"浸塗聚碳酸酯鏡片有輕霧且固化成缺少內聚強度之軟薄膜，有較大的摩擦曳力。

烘箱乾燥之"例11b"浸塗聚碳酸酯鏡片是清澈與沒有"下凹彎弧"波狀線，及於烘箱乾燥後不龜裂。於C階段完全固化後，可鋼絨試驗中見到尚可的薄膜硬度，比例11a之空氣乾燥者有較小的摩擦曳力。10分鐘染色得48%總透光率("%TLT")，但50%帶粘著沒有crosshatch。

例12:藉DAA生成酮亞胺

使用類似"9b"之配方以48小時室溫熟成作為濃稠化步驟，所不同者是以相同重量之二丙酮醇(DAA)取代相同重量之MEK，加入秤量重量之成份B中。配方之其餘者保持相同。該浸塗浴有極淺的稻草黃色，但在塗覆之鏡片上不會見到。

空氣乾燥之"例12a"浸塗聚碳酸酯鏡片有輕霧且固化至缺少內聚強度之軟薄膜，有較大的摩擦曳力。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (36)

烘箱乾燥之"例12b"浸塗聚碳酸酯鏡片是清澈與沒有"下凹彎弧"波狀線，及於烘箱乾燥後不龜裂。於C階段完全固化後，在鋼絨試驗中見到尚可至不良的薄膜硬度。

例13:替代的Heloxy改質劑之製備方法

使用類似例3之配方以加熱濃稠化，所不同者是以二-環氧化物-官能Heloxy 68替代相同重量之Heloxy 107，及矽烷比是自1.18:1改變為1.25:1環氧化物/胺基矽烷。這些"例13a"浸塗聚碳酸酯鏡片經烘箱乾燥與C階段固化，成為清澈平滑薄膜有良好外觀，在鋼絨試驗中見到良好至極良好薄膜硬度，比不加入何Heloxy之"對照"例13有較小的摩擦曳力。10分鐘染色得49%總透光率("%TLT")(比對在同試驗系列中未塗覆之CR-39"對照"染至23%透光率)，及20分鐘水沸試驗與crosshatch得100%帶粘著(比對不加任何Heloxy之"對照"例13有<80%)。

使用類似例3之另一配方以加熱濃稠化，所不同者是以三-環氧化物-官能Heloxy 48替代相同重量之Heloxy 107，及矽烷比是自1.18:1改變為1.25:1環氧化物/胺基矽烷。這些"例13b"浸塗聚碳酸酯鏡片經烘箱乾燥及C階段固化，成為清澈平滑薄膜有良好外觀。在鋼絨試驗中見到良好至極良好薄膜硬度，比不加入任何Heloxy之"對照"例13有較小的摩擦曳力。10分鐘染色得54%總透光率("%TLT")(比對在同系列試驗中未塗覆之CR-39"對照"染至23%透光率)，及20分鐘水沸試驗與crosshatch得100%帶粘著(比對不加任何Heloxy之"對照"例13有<80%)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (37)

例 14: 用於可深度著色硬塗層之最佳方式

使用例 3 之浸塗浴，由於其有極良好耐水性與良好薄膜強韌性以及鋼絨抵抗，作為起始配方。於約 2 小時間作階段性逐步加入 CYMEL 303 (HMMM)。於每一次添加至浸塗浴後，將其徹底混合，將聚碳酸酯鏡片浸至其中及立即於 60°C 烘箱乾燥為時 10 分鐘，於 120°C 進行 C-階段固化 5 小時，獲致以次之試驗結果：

鏡片 識別	HMMM phr	%TLT, BPI 黑染料	鋼絨 擦摩試驗	水沸 粘著	試驗 裂紋
例3	0.0	64	0	100%	無
例3	2.5	59	1	100%	無
例3	5.0	48	2	100%	無
例3	7.5	43	3	100%	無
例3	10.0	31	4~5	100%	無
例3	12.0	25	5~6	100%	無
例3	15.0	13	7~8	100%	有
CR-39	-	39	8~9	無資料	無資料

例 15: 用供可著色性之 Beetle 80 改質劑

藉 48 小時室溫濃稠化製備一個類似例 4 之浸塗浴，但該 2-矽烷共聚物薄膜生成料之環氧化物矽烷對胺基矽烷莫耳比改為 1.88:1 (較接近 Treadway 例 14)。逐步加入 1 phr Beetle 80 丁基化脲甲醛樹脂改質劑至此浴中。於每次添加後徹底混合該浴，及浸塗聚碳酸酯鏡片及立即於 60°C 烘箱乾燥為時 10 分鐘，繼以 4 小時 120°C 之 C-階段固化。其結果如下所示：

五、發明說明 (38)

Beetle 80	鋼絨	%TLT	10分鐘染料浴205°F	
phr	擦摩試驗	BPI黑	粘著	裂紋
0	1	68	100%	無
1	4	27	100%	無
2	5	19	100%	無
3	8	13	80%	無
CR-39	8	18	無資料	無資料

例 16: TONE 301 用供可著色性

藉 48 小時室溫濃稠化製備一個類似例 4 之浸塗浴，但該 2-矽烷共聚物薄膜生成料之環氧化物矽烷對胺基矽烷莫耳比改為 1.88:1 (較接近 Treadway 例 14)。逐步加入約 1.5 phr 之 TONE 301 三羥基-官能多元醇至此浴中。於每次添加後徹底混合該浴，及浸塗聚碳酸酯鏡片及立即於 60°C 烘箱乾燥為時 10 分鐘，繼以 4 小時、120°C C-階段固化。其結果如下所示：

TONE 0301	鋼絨	%TLT	10分鐘染料浴205°F	
phr	擦摩試驗	BPI黑	粘著	裂紋
1.5	3~4	49	100%	無
3.5	4	47	100%	無
5.5	5~6	39	90%	無
9.5	7~8	31	80~90%	無
11.0	8	25	20%	無
CR-39	8~9	22	無資料	無資料

比較例 17 - Sallavanti

依照 Sallavanti 例 1，以減小的批量，製備一個浸塗浴。將 17.8 克之乙二胺置於反應容器中，及加入 192.7 克之二丙酮醇與混合。於放置於室溫 1 小時後，加入 100 克之預水解環

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (39)

氧化物矽烷(以水95%化學計算)至該混合物中(環氧化物矽烷對乙二胺之莫耳比2:1)。於1小時後，藉加入41克之另外的DAA(取自凍櫃)驟冷該反應，及徹底混合然後儲存於凍櫃中4小時。然後加入41.1毫升之正-丁醇、55毫升之異丙醇與2滴之FC430界面活性劑至此凍櫃固化之混合物中。注裝此浴至所推荐之30°F，及測計5:10與22%固質重量損失之Cannon Fenske粘度。浸塗聚碳酸酯鏡片及一部分是室溫乾燥；其他者立即置於70°C烘箱中。全部鏡片是無法接受地與不可逆地發霧，但室溫乾燥之試樣最嚴重。甚至烘箱乾燥試樣於在烘箱10分鐘後仍粘手。C-階段120°C最終固化未能使這些鏡片較為清澈。

儘管這些塗覆鏡片是極發霧使其光學上毫無用途，仍試行對這些鏡片作比較性能試驗。Sallavanti室溫乾燥鏡片幾乎完全沒有內聚強度，及在鋼絨擦摩下幾乎完全沒有乾粘著。當浸於BPI染料浴中10分鐘時，該塗層失去粘著及脫落。該烘箱乾燥之試樣較佳但也是不合格。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱: 完全水解之酮亞胺矽烷/環氧化物矽烷共聚物液態硬塗料組合物以及浸塗聚碳酸酯眼鏡鏡片之方法)

本發明係關於以完全水解之酮亞胺矽烷/環氧化物矽烷共聚物液態硬塗料組合物及其浸塗聚碳酸酯眼鏡鏡片之方法。浸塗之聚碳酸酯 Rx 眼鏡鏡片不僅要求固化之塗層薄膜硬度與耐刮損，但也與隨後之著色及/或 AR 塗層方法相容性。化學上言之，完全水解之胺基矽烷與環氧化物矽烷共聚物生成這些新穎熱固化硬塗層之基礎化學骨幹，雖然也考慮多官能有機樹脂改質劑其也可以在交連期間"共固化"至該骨幹者是以加添特別為所期企之性質至該固化之硬塗層薄膜。該液態塗料共聚物是以三種化學反應製作:(1)分別以化學計算過量之水完全水解該兩種矽烷成分 A 與 B (供以後在一起反應);(2)酮亞胺之生成，藉以化學計算過莫耳量之一種酮揮發性溶劑與該完全水解之胺基-官能矽烷成分

英文發明摘要(發明之名稱: FULLY-HYDROLIZED KETIMINE SILANE/EPOXIDE SILANE COPOLYMER LIQUID HARDCOATING COMPOSITIONS & PROCESSES FOR DIPCOATING POLYCARBONATE SPECTACLE LENSES)

Dipcoated polycarbonate Rx spectacle lenses require not merely cured coating film hardness and scratch resistance, but compatibility with subsequent tinting and/or AR coating processes. Chemically, fully-hydrolized copolymers of amino silane and epoxide silane form the basic chemical backbone of these novel heat-curing hardcoats, although polyfunctional organic resin modifiers which may also "co-cure" into the backbone during crosslinking are also contemplated so as to add especially desired properties to the cured hardcoating film. The liquid coating copolymer is made in three chemical reactions: (1) fully hydrolizing the two silane Components A & B separately (for later reaction together) with a stoichiometric excess of water; (2) ketimine formation, by reacting the fully hydrolized amino-functional silane Component B with stoichiometrically excess

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

B反應，以潛性地封蓋該胺基官能性；(3)"濃稠化"該液態硬塗料至共聚合之所需程度，藉該完全水解之酮亞胺矽烷成分B與該完全水解之環氧化物-官能矽烷成分A在一起反應。宜以至少一種多官能共-反應性薄膜-生成有機樹脂改質劑，及以另外的酮揮發性溶劑但也至少一些醇其比該選用之酮揮發性溶劑有較緩慢之蒸發速率者，稀釋此基礎反應混合物。當與某些共反應性樹脂改質劑配方時，獲致極強可著色性，其具有合理但稍微較低之薄膜硬度。該多官能共-反應性薄膜生成有機樹脂改質劑是選自一個化學組群，其中該化學組群之任一者每分子有至少兩個有機-官能反應性基團。此兩(或更多)基團是環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲族。當使用熱強制乾燥/溶劑脫揮發法替代室溫空氣乾燥時得性質更佳之固化薄膜。

英文發明摘要(發明之名稱:)

molar amounts of a ketone volatile solvent, to latently cap the amine functionality; (3) "bodying" the liquid hardcoating to a desired degree of copolymerization, by reacting together the fully hydrolized ketimine silane Component B with the fully hydrolized epoxide-functional silane Component A. Dilution of this basic reaction mixture is preferably with at least one polyfunctional co-reactive film-forming organic resin modifier, and with additional ketone volatile solvent but also at least some alcohol having a slower rate of evaporation than the chosen ketone volatile solvent. When formulated with certain co-reactive resin modifiers, very dark tintability is obtained with reasonable but somewhat reduced film hardness. The polyfunctional co-reactive film-forming organic resin modifier is selected from a chemical grouping wherein each member of the chemical grouping has at least two organo-functional reactive groups per molecule. These two (or more) groups are of epoxide or melamine or hydroxyl or urea families. Better properties of the cured film result when heat forced drying /solvent devolatilization is used instead of ambient air drying.

-2a-

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1. 一種液態硬塗層溶液組合物，其包含成分A、B、C與D四種成分，在用作液態浸塗料之前，藉濃稠化步驟混合成分A與B，使其共聚合在一起，由是生成不揮發性生成薄膜成分，該四成分A、B、C與D包含：
 - a. 一種完全水解之具環氧化物官能之矽烷，作為成分A；
 - b. 一種完全水解之具胺基官能之矽烷，藉與至少化學計量過量酮反應轉化為酮亞胺矽烷，作為成分B；
 - c. 主要由酮組成，但也含一種蒸發速率比該酮緩慢之醇以作為尾料溶劑之揮發性溶劑摻合物，作為成分C；及
 - d. 至少一種多官能有機樹脂改質劑，其係選自每分子有至少二或更多個有機官能基之基團，該有機官能基係環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲。
2. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該具環氧化物官能之矽烷在矽上實質上有三烷氧基，其係縮甘油氧丙基三甲氧矽烷。
3. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中具該環氧化物官能之矽烷在矽上實質上有三烷氧基，其係於pH值3-5下以化學計量過量之經酸化水完全水解。
4. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該具胺基官能之矽烷在矽上實質上有三烷氧基，其係蒸餾級、具實質上較低未反應氮雜質之胺丙基三乙氧矽烷。
5. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該完全水解之具胺基官能之矽烷係與具化學計量過量莫耳數之酮揮發性溶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

劑反應，其實質上只使用甲基乙基酮(MEK)。

6. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該完全水解之酮亞胺與該完全水解之具環氧化物官能之矽烷係以莫耳比介於1:2與1:1反應，而達到受濃稠化步驟中選用之時間及/或反應混合物之溫度控制之聚合程度。
7. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該另外的溶劑摻合物可稀釋該反應混合物，其係二丙酮醇以作為至少一種醇。
8. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑係至少具二環氧化物官能及具脂族骨幹，其係選自商業上可取得之反應性環氧樹脂改質劑。
9. 根據申請專利範圍第8項之組合物，其中該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑係至少具二環氧化物官能及具脂族骨幹，其係環己烷二甲醇之二縮甘油基醚。
10. 根據申請專利範圍第8項之組合物，其中該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑係至少具二環氧化物官能及具脂族骨幹，其係三羥甲基丙烷三縮甘油基醚。
11. 根據申請專利範圍第1項之組合物，其中該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑實質上係六甲氧甲基三聚氰胺。
12. 一種用於製備液態熱固化硬塗層溶液之方法，該溶液適合用於自動浸塗如聚碳酸酯眼科配方鏡片之熱塑射出成型眼鏡鏡片，其包括以下步驟：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

a. 分別製備兩成分A與B供以後共同反應，製備該兩成分實質上包括：

i) 於pH值3-5下，以化學計量過量之水完全水解在矽上實質上有三烷氧基之具環氧化物官能之矽烷；

ii) 以化學計量過量之水完全水解在矽上實質上有三烷氧基之具胺基官能之矽烷；

b. 於室溫下或藉由加溫至33°C而加速供熱下，以化學計量過量莫耳數之酮揮發性溶劑與該完全水解之具胺基官能之矽烷反應1小時以內，以生成完全水解之酮亞胺矽烷，其具潛在封蓋之胺官能性；

c. 在用於浸塗之前，於濃稠化步驟中，該完全水解之酮亞胺矽烷與該完全水解之具環氧化物官能之矽烷共同反應，其係於室溫下進行2-8小時，或藉由加溫至50°C而加速供熱下進行10分鐘以內；

d. 以主要由另外的酮揮發性溶劑組成、但也含至少一些蒸發速率比該酮揮發性溶劑緩慢之醇之另外的溶劑混合物稀釋該反應混合物。

13. 根據申請專利範圍第12項之方法，其中當浸塗鏡片時，迅速將濕浸之鏡片移送至一個裝設加熱設施之室中，以蒸發全部揮發性溶劑及膠凝在該鏡片上之經脫揮發硬塗層至"不粘"狀態。

14. 根據申請專利範圍第12項用於製備液態熱固化硬塗層溶液之方法，其中以另外的溶劑混合物稀釋該反應混合物之步驟，係包括至少一種多官能共反應性生成薄膜有機樹脂

六、申請專利範圍

改質劑，其係選自一個化學組群，其中該化學組群之任一者每分子具至少兩個有機官能反應性基團，而該至少兩個有機官能反應性基團係具環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲之有機官能性；

是以在適合用於自動浸塗至該熱塑射出成型之眼鏡鏡片上之該液態熱固化硬塗層溶液之經脫揮發薄膜之熱固化期間，該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑可共反應，以使所得之硬塗層薄膜之交聯密度降低減至最小，但由是獲得改進的可著色性及/或改進的耐水粘著及/或對熱衝擊/脆性之抗性。

15. 根據申請專利範圍第12項之方法，其中該多官能共-反應性有機樹脂改質劑，在與該完全水解之酮亞胺矽烷一起反應之前，是與該完全水解之環氧化物-官能矽烷混合。
16. 一種用於製備液態熱固化硬塗層溶液之方法，該溶液適合用於自動浸塗如聚碳酸酯眼科配方鏡片之熱塑射出成型眼鏡鏡片，其包括以下步驟：
 - a. 分別製備兩種成分供以後共同反應
 - i) 於pH值3-5下，以化學計量過量之經酸化水完全水解縮甘油氧丙基三甲氧矽烷；
 - ii) 以化學計量過量之水完全水解實質上不含未反應氨之蒸餾級胺丙基三乙氧矽烷；
 - b. 於室溫下或藉由加溫至33°C而加速供熱下，使該完全水解之胺丙基三乙氧矽烷與化學計量過量莫耳數之甲基乙基酮反應1小時以內，以生成具潛在封蓋之胺官能性之

六、申請專利範圍

完全水解之酮亞胺矽烷；

c. 於熱濃稠化步驟中，該完全水解之酮亞胺矽烷與該完全水解之縮甘油氧丙基三甲氧矽烷以介於1:2與1:0.5之莫耳比共同反應，其係於室溫下進行2-8小時，或藉由加溫至50°C而加速供熱下進行10分鐘以內，而達到受控制之聚合程度；

d. 以另外的溶劑摻合物驟冷該加熱濃稠化之反應混合物，該溶劑混合物含至少一種多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑，其中：

i) 該溶劑摻合物主要由另外的甲基乙基酮組成，但也含至少一些蒸發速率比該酮較緩慢之醇；及

ii) 該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑係選自一個化學組群，其中該化學組群之任一者每分子具至少兩個有機官能反應性基團，而該至少兩個有機-官能反應性基團係具環氧化物或三聚氰胺或羥基或脲之有機官能性，

是以在適合用於自動浸塗至該熱塑射出成型之眼鏡鏡片上之該液態熱固化硬塗層溶液之經脫揮發薄膜之熱固化期間，該多官能共反應性生成薄膜有機樹脂改質劑可共反應，以使所得之硬塗層薄膜之交聯密度降低減至最小，但由是獲得改進的可著色性及/或改進的耐水粘著及/或對熱衝擊/脆性之抗性。