



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 344 627**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/24** (2006.01)

**G02B 5/23** (2006.01)

**C08F 2/44** (2006.01)

**G02B 1/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01916758 .4**

96 Fecha de presentación : **02.04.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1276774**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.01.2003**

54 Título: **Artículo fotocromático y método de preparación.**

30 Prioridad: **31.03.2000 AU PQ6623**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**02.09.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**02.09.2010**

73 Titular/es: **Carl Zeiss Vision Australia Holdings Ltd.**  
**Sherriffs Road**  
**Lonsdale, South Australia 5160, AU**

72 Inventor/es: **Toh, Huan, Kiak;**  
**Lewis, David, Andrew;**  
**Bubner, Raymond, K.;**  
**Cieslinski, Bohdan, Grzegorz y**  
**Chen, Fang**

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

**ES 2 344 627 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Artículo fotocromático y método de preparación.

5 La presente invención se refiere a artículos fotocromáticos, incluyendo los artículos ópticos tales como las gafas de sol, anteojos y lentes planas, transparentes para ventanas, vehículos y embarcaciones, película y recubrimientos de plástico. La presente invención se refiere, en particular, a artículos fotocromáticos y a la preparación de los mismos a partir de composiciones orgánicas polimerizables.

10 Los artículos fotocromáticos contienen un tinte fotocromático que experimenta un cambio de color reversible cuando se expone a la luz de una determinada longitud de onda, en particular en las gamas de UV y visible del espectro electromagnético. Las clases de tintes fotocromáticos conocidos incluyen naftopiranos y fúlgidos, cromenos de espirooxazina y otros.

15 Los artículos fotocromáticos pueden ser preparados por incrustación de artículos poliméricos con una sustancia fotocromática tal como se describe en los documentos US 4286957 y US 5130353, o fundiendo las lentes con un material fotocromático incorporado según se describe en el documento US 4851471.

20 Un problema de los artículos fotocromáticos que ha obstaculizado su amplia aceptación es la fatiga. La exposición repetida a la luz provoca que los artículos fotocromáticos muestren propiedades fotocromáticas reducidas. También, los usuarios que utilizan artículos fotocromáticos, en particular gafas de sol, prefieren que el revelado de color (activación) sea rápido cuando el artículo se expone a la luz solar directa, y que el proceso inverso (desvanecimiento) sea también relativamente rápido al irse de la luz solar.

25 Se ha encontrado ahora que las propiedades de activación y de desvanecimiento se mejoran si el tinte fotocromático es incorpora en el artículo óptico en una fase intermedia del proceso de curado.

30 El documento WO-A-96/18921 divulga un proceso para preparar un artículo polimérico de enlace cruzado, cuyo proceso incluye: proporcionar una composición de moldeo polimérica de enlace cruzado para su curado parcial, de tal modo que el polímero alcance o supere su punto de solidificación, y poner en contacto el polímero solidificado parcialmente curado con la composición fotocromática.

35 El documento JP 1-087607 divulga un proceso para la obtención de un artículo moldeado para una lente, comprendiendo el proceso la polimerización preliminar de un monómero acrílico con un isocompuesto; añadir un compuesto fotocromático específico, un estabilizador ligero y un antioxidante a la solución polimerizada preliminar, y llevar a cabo la polimerización por moldeo con un iniciador que tenga una baja temperatura de descomposición.

40 En contraposición, se proporciona un proceso para la fabricación de un artículo polimérico fotocromático que comprende: proporcionar una composición fluida polimerizable; someter la composición fluida polimerizable a una primera fase de curado para proporcionar un artículo sólido de dureza intermedia, en el que el artículo sólido de dureza intermedia tiene una conversión de doble enlace de entre el 70% y el 85% con referencia a enlaces dobles en la composición fluida polimerizable; poner en contacto el artículo sólido de dureza intermedia con una sustancia fotocromática, y someter el artículo sólido de dureza intermedia a una etapa de curado adicional para incrementar al dureza y proporcionar un artículo polimérico incrustado con la sustancia fotocromática.

45 El proceso de la invención incluye curar parcialmente una composición fluida polimerizable para formar un artículo sólido. El proceso puede incluir, y generalmente incluirá, el moldeo de la composición fluida polimerizable con la utilización de un molde adecuado. El artículo fotocromático es típicamente un artículo conformado tal como una lámina, película o lente. Alternativamente, aunque en menor medida, el proceso puede incluir preferentemente aplicar la composición polimerizable como recubrimiento, o conformarla con otros medios tal como con métodos de extrusión u otros adecuados.

50 El grado de curado que tiene lugar con anterioridad a la puesta en contacto del artículo sólido con una sustancia fotocromática, dependerá del compuesto, del tipo de artículo y de la aplicación prevista. La primera etapa de curado proporcionará en general un artículo conformado sólido que tiene preferentemente integridad suficiente para permitirle mantener su forma durante el tratamiento con la sustancia fotocromática. Cuando el artículo se funde utilizando un molde, se prefiere que la etapa de curado rápido proporcione dureza suficiente como para permitir que éste sea retirado del molde sin que se deforme. La dureza del producto intermedio estará controlada típicamente por la manipulación mecánica requerida para preparar el artículo para su contacto con la sustancia fotocromática y para la segunda etapa de curado. La dureza final dependerá de la utilización prevista para el producto. En caso de materiales para lentes, el artículo fotocromático se curará típicamente de modo que permita que la lente sea elaborada, por ejemplo mediante cortado y pulido para su uso en anteojos o en otras aplicaciones ópticas.

55 La primera y la segunda etapas de curado pueden ser llevadas a cabo mediante curado térmico, curado por radiación, o una combinación de ambos. El método de realización de la primera etapa de curado sobre la etapa de curado adicional, puede ser elegido de modo que asegure que la primera etapa de curado no active el curado completo.

## ES 2 344 627 T3

En una realización particularmente preferida, la segunda etapa de curado comprende el curado térmico de la composición polimérica. En esta realización, la composición polimerizable incluirá típicamente un iniciador de polimerización térmica, y la composición se calienta hasta una temperatura que proporcione el curado en presencia del iniciador de polimerización térmica. La etapa de curado adicional se realizará también a una temperatura que proporcione la incrustación de la sustancia fotocromática.

La cantidad de polimerización que se produzca antes de incorporar el material fotocromático puede ser medida mediante el porcentaje de conversión de doble enlace. El cambio en porcentaje de conversión de la composición fluida polimerizable entre el artículo de dureza intermedia y el artículo fotocromático (es decir, el cambio experimentado mediante la etapa de curado adicional), está típicamente comprendido en la gama del 5 al 30%, y preferiblemente del 10 al 20%. El material fotocromático se incorpora en un polímero que tenga una conversión de doble enlace de entre el 70 y el 85% (con preferencia entre el 77 y el 83%), y con preferencia, el curado adicional proporciona una conversión de doble enlace de al menos el 88%, con preferencia al menos el 90%, más preferiblemente el 92%, y más preferiblemente del 92 al 94%.

Existe un cierto número de métodos de curado conocidos que pueden ser utilizados para efectuar la primera etapa de curado y la etapa de curado adicional. La técnica apropiada puede depender de los componentes de la composición polimerizable y de las propiedades requeridas. Se puede utilizar la polimerización por radiación, por ejemplo mediante haz de electrones, o por radiación ultravioleta. Cuando el curado se produce por radiación ultravioleta, la composición puede incluir uno o más compuestos para iniciar la polimerización en presencia de luz UV, o sensibilizar de otro modo la composición para producir la iniciación con luz UV. Con preferencia, la primera etapa de curado incluye curado por radiación, y la etapa de curado adicional se realiza mediante polimerización iniciada térmicamente.

En consecuencia, en una realización particularmente preferida de la invención, la composición fluida polimerizable es una composición de fotopolímero que comprende además un iniciador de polimerización térmica, y la primera etapa de curado incluye someter la composición fluida polimerizable a curado por radiación, y la etapa de curado adicional comprende calentar el artículo de dureza intermedia hasta una temperatura suficiente para proporcionar polimerización térmica en presencia de dicho iniciador de polimerización térmica.

La etapa de polimerización adicional se realiza preferentemente a una temperatura comprendida en la gama de 100 a 180°C, y más preferiblemente en la gama de 120 a 150°C. La etapa de curado adicional puede incluir calentar el artículo de dureza intermedia a una temperatura de 80 a 120°C para hacer reaccionar de forma más completa cualesquiera radicales fotogenerados, y a continuación incrementar la temperatura hasta alrededor de 135°C para proporcionar polimerización térmica.

Ejemplos de iniciadores de UV que pueden ser utilizados en la realización preferida, incluyen la benzofenona, éteres de benzoína, dimetoxi- $\alpha$ -fenilacetofenona, dietoxiacetofenona,  $\alpha$ -hidroxi- $\alpha,\alpha$ -dialquilacetofenonas, óxidos de acilfosfina, sales de carboxilatos y sulfonatos orgánicos, fotoiniciadores cíclicos tales como éteres de benzoína cíclica y benzil cetonas, cetonas de Michael, cetocumarinas, y combinaciones de los mismos. Los fotosensibilizadores de fotoiniciadores preferidos se eligen a partir de óxidos de acilfosfina, éteres de benzoína y mezclas de los mismos. Un ejemplo específico de fotoiniciadores preferidos, son el óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina (disponible bajo la marca LUCIRIN TPO), y metilfenilglioxilato (Vincure 55), óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)-fenil-fosfina (Irgacure 819); óxido de 1-bis(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4-trimetilfenil fosfina, y mezclas de los mismos.

La cantidad de fotoiniciador utilizada en el sistema de curado de la composición polimerizable, es normalmente menor que la utilizada para curar completamente la composición de la lente en sí misma. Típicamente, la cantidad puede ser la mitad, o incluso menos. Ésta puede ser menor del 0,5%. La presencia de iniciador térmico para la etapa de curado adicional puede compensar una cantidad de fotoiniciador menor que la necesaria para proporcionar la dureza final deseada.

En una realización alternativa, la primera etapa de curado se lleva a cabo mediante curado térmico a una primera temperatura, y la etapa de curado adicional se lleva a cabo a una segunda temperatura que es más alta que la primera temperatura.

En esta realización, la composición fluida polimerizable incluirá típicamente al menos dos iniciadores de polimerización térmica, incluyendo un iniciador de temperatura relativamente baja y un iniciador de temperatura relativamente alta, y la primera etapa de curado incluirá calentar la composición a una temperatura suficiente para activar el iniciador de baja temperatura, e insuficiente para proporcionar una iniciación significativa del iniciador de alta temperatura, y la etapa de curado adicional incluye calentar el artículo a una temperatura más alta que la de la primera etapa de curado para activar el iniciador de temperatura relativamente alta.

Si se utilizan iniciadores térmicos para proporcionar una iniciación de polimerización en cada etapa del proceso de curado, éstos pueden ser elegidos junto con la temperatura apropiada para cada etapa, de modo que permitan que un artículo sólido de la dureza intermedia requerida, sea aislado y puesto en contacto con la sustancia fotocromática. Por ejemplo, un primer iniciador térmico que tenga una vida media relativamente corta a una temperatura comprendida en la gama de 90 a 120°C, puede ser utilizado junto con un segundo iniciador térmico que tenga una vida media relativamente larga en la gama de 90 a 120°C. El segundo iniciador térmico puede tener, por ejemplo, una vida media de 1 hora a una temperatura mayor de 120°C.

## ES 2 344 627 T3

Ejemplos de iniciadores de polimerización térmica que pueden ser utilizados en la primera etapa de curado, pueden ser elegidos en el grupo consistente en iniciadores de radical azo tales como AIBN (azodiisobutirnitrito), iniciadores de radical dialquil peróxido tales como 1,1-di-(butilperoxi-3,3,5-trimetil ciclohexano, iniciador de radical alquil peréster tal como TBPEH (t-butil per-2-etilhexanoato), iniciador de radical diacil peróxido tal como benzoil peróxido, 5 iniciador de radical peroxi dicarbonato tal como etil hexil percarbonato, iniciador de peróxido de cetona tal como peróxido de metil etil cetona, bis(t-butil peróxido) diisopropilbenzeno, t-butilperbenzoato, t-butil peroxi neodecanoato, y combinaciones de dos o más de estos.

En una realización más preferida, la composición polimerizable contiene un fotoiniciador y un iniciador de poli- 10 merización térmica. En esta realización, el método incluye el curado parcial de la composición hasta una dureza intermedia predeterminada mediante fotopolimerización en presencia de un iniciador de polimerización térmica; puesta en contacto de un material fotocromático con la superficie de la composición parcialmente curada; y la inducción polimerización de térmica durante la incrustación por activación del iniciador de polimerización térmica de la segunda 15 etapa, para producir el artículo fotocromático endurecido.

El iniciador de polimerización térmica permanece, con preferencia, esencialmente sin reacción durante la etapa de fotopolimerización.

La fotopolimerización puede ser llevada a cabo de manera conocida, haciendo pasar la composición a través de 20 una línea de fotoexposición o de un número de líneas de fotoexposición. La cantidad de curado puede ser controlada a efectos de proporcionar la dureza deseada mediante el control de la cantidad de fotoiniciador junto con la dosis de radiación.

El artículo de dureza intermedia puede ser sometido a una etapa intermedia de tratamiento térmico con anterioridad 25 a la puesta en contacto con el tinte fotocromático. El tratamiento térmico puede tener lugar al final de la primera etapa de curado o al comienzo de la etapa de curado adicional. Cuando se utiliza un fotoiniciador, el tratamiento térmico intermedio resulta particularmente útil para hacer reaccionar cualesquiera radicales restantes fotogenerados. La etapa de tratamiento intermedio hará uso de una temperatura menor que la requerida en la etapa de curado adicional, y cuando se utiliza un iniciador térmico en la etapa de curado adicional, la etapa de tratamiento térmico intermedia se realizará 30 en general a una temperatura menor que la requerida para activar el iniciador. Con preferencia, la etapa de tratamiento térmico intermedia se realiza a una temperatura comprendida en la gama de 80 a 120°C, y más preferiblemente de 90 a 100°C.

El material fotocromático se incorpora poniéndolo en contacto con la superficie del sustrato, y sometiéndolo a 35 calor para provocar una transferencia térmica hacia el sustrato. El calentamiento del sustrato puede provocar, y con preferencia provocará, la activación de los iniciadores del proceso de polimerización térmica y la incrustación de la sustancia fotocromática. Un ejemplo de un método adecuado para la incorporación del material fotocromático, se encuentra descrito en el documento US 4 286 957, cuyo contenido se incorpora aquí por referencia.

Una temperatura de incrustación útil es de alrededor de 135°C, la cual está con preferencia por encima de la tem- 40 peratura de transición vítrea del material de lente, fomentando con ello el proceso de difusión del tinte fotocromático en el material de la lente. Un tiempo típico para este proceso de incrustación es de alrededor de 3 horas hasta alrededor de 6 horas. Por lo tanto, resulta deseable que el iniciador térmico NO reaccione sustancialmente a alrededor de 100°C, sino que reaccione de manera sustancialmente completa, sobre un período de 3 a 6 horas, a alrededor de 135°C. Es 45 habitual, dentro de la industria, caracterizar iniciadores térmicos mediante una temperatura para una vida media de 10 horas, una temperatura de vida media de 1 hora, y una temperatura de vida media de 1 minuto, y la reacción completa se considera después de vidas medias de alrededor de 4 - 8 horas (incluso aunque el iniciador esté aún presente después de este período). De ahí que sea deseable seleccionar un iniciador térmico con una vida media de aproximadamente 1 hora a 135°C. Con preferencia, el iniciador térmico tiene una vida media de 10 horas a más de 100°C, o dicho de otro 50 modo, tiene una vida media a 100°C de más de 10 horas.

Según puede apreciarse a partir de la tabla que sigue, la vida media para iniciadores térmicos típicos de alta 55 temperatura, se cambia en un orden de magnitud con un cambio de temperatura de 20 - 30°C. Por ello, para un iniciador con una vida media de 1 hora a alrededor de 136°C, como el Interlox DCUP, la vida media a aproximadamente 95°C puede ser de 100 horas, y por ello resulta razonable que este iniciador no participe durante la primera etapa térmica.

La tabla que sigue muestra ejemplos de una gama de iniciadores térmicos de alta temperatura.

60

65

## ES 2 344 627 T3

| Marca            | Temperatura °C         |        |          |
|------------------|------------------------|--------|----------|
|                  | Vida media de 10 horas | 1 hora | 1 minuto |
| Interlox TBPB    | 104                    | 124    | 165      |
| Interlox DCUP    | 116                    | 136    | 175      |
| Interlox DHBP    | 120                    | 142    | 190      |
| Interlox DTBP    | 125                    | 146    | 190      |
| Interlox CUHP-80 | 158                    | 188    | 255      |

Los iniciadores térmicos más preferidos para la etapa de curado adicional son: t-butil perbenzoato (Interlox TBPB); dicumil peróxido (Interlox DCUP); 2,5-dimetil hexano 2,5-di-t-butil peróxido (Interlox DHBP); di-butil peróxido (Interlox DTBP), e hidroperóxido de cumeno (Interlox CUHP-80).

Según cambien las condiciones del proceso térmico (para productos específicos), la selección del iniciador térmico cambiará también.

Se ha encontrado que los resultados del proceso de incrustación han mejorado significativamente si la composición fluida polimerizable incluye un modificador de red. Sin desear limitarnos por ninguna teoría, creemos que el modificador de red proporciona una morfología de red más favorable que ayuda a mantener la respuesta fotocromática rápida de la sustancia fotocromática en el producto final curado.

El modificador de red puede ser seleccionado en el grupo consistente en aminas terciarias; agentes de transferencia de cadena; monómeros alílicos; compuestos monoinsaturados, y mezclas de los mismos.

El modificador de red está generalmente presente en una cantidad no mayor del 10% en peso de la composición total, y más preferentemente se elige a partir de aminas terciarias, agentes de transferencia de cadena, monómeros alílicos, y compuestos monoinsaturados.

Las aminas preferidas para su uso como modificadores de curado, se seleccionan a partir del grupo consistente en N-(alquil inferior) dietanolaminas, tri(alquil inferior) aminas, aminas terciarias insaturadas, productos de adición de Michael de aminas y monómeros que comprenden uno o más grupos acrilato y/o metacrilato, estabilizadores ligeros de amina interrumpida. Los agentes de transferencia de cadena pueden ser elegidos a partir de mercaptanos, alílicos, derivados de estireno, terpinoleno, y mezclas de los mismos. Un agente de transferencia de cadena particularmente preferido es el difenil-4-metil-1-penteno disponible bajo la marca Nofmer de Nipion Oil and Fats. Los acrilatos y/o metacrilatos monofuncionales preferidos para su uso como modificadores de curado, incluyen una cadena flexible de al menos cuatro átomos de carbono enlazados a un grupo acrilato o metacrilato.

Ejemplos específicos de aminas comercialmente disponibles incluyen Q1301, de Wako; Tinuvin 765/292, Tinuvin 770 (HALS) de Ciba-Geigy, Amicure DBU, Amicure DBMA, Uvecryl 115, de Radcure y DABCO. Típicamente los niveles van desde 0,01% a 0,5%, y preferiblemente desde 0,02% a 0,1%, en peso. El grupo alquil inferior preferido en estos compuestos es alquil C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>.

La composición de fotopolímero utilizada en la preparación del artículo parcialmente curado puede ser elegida a partir de una gama de composiciones.

El monómero polimerizable puede ser elegido de cualquier tipo adecuado, por ejemplo metacrilatos, acrilatos, vinilos, vinil éteres, alílico, olefinas aromáticas, éteres, politioles, epoxis y similares, y mezclas de los mismos.

Se prefiere un monómero de diacrilato o de dimetacrilato. El monómero de diacrilato o de metacrilato puede ser un diacrilato o un dimetacrilato de polioxilalquilerno glicol, por ejemplo un dimetacrilato de polietileno glicol con un peso molecular medio de aproximadamente 600.

La composición de fotopolímero puede incluir un co-monómero polimerizable. El o los co-monómeros polimerizables pueden ser seleccionados de modo que mejoren las propiedades y/o la procesabilidad de la composición de moldeo polimérica de enlace cruzado. El co-monómero puede ser seleccionado a partir de una o más olefinas aromáticas, monómeros de bisfenol polimerizables susceptibles de formar un homopolímero que tenga un alto índice de refracción de más de 1,55, monómeros de uretano que tengan de 2 a 6 grupos terminales acrílicos o metacrílicos, y monómeros de tiodiacrilato o dimetacrilato. Los co-monómeros más preferidos son dialil tereftalato, dialil isoftalato, y polietileno glicol monometilacrilato.

## ES 2 344 627 T3

La composición de fotopolímero puede incluir, y con preferencia incluirá, una olefina aromática. Las olefinas aromáticas pueden ser seleccionadas a partir de estireno, divinil benzeno y 3,9-divinil-2,4,8,10-tetraoxaspiro [5,5] undecano (DTU). Las olefinas aromáticas pueden estar presentes en cantidades de aproximadamente un 5 a 50% en peso.

5 La composición fluida polimerizable incluirá, con preferencia, uno o más monómeros seleccionados en el grupo de:

a) polioxialquileno glicol diacrilato o dimetilacrilato;

10 b) monómero de bisfenol bis-etilénicamente insaturado;

c) monómeros de acrilato o metacrilato de uretano, que tengan de 2 a seis grupos terminales insaturados seleccionados a partir de acrilato y metacrilato;

15 d) monómeros de enlace cruzado que contengan al menos tres grupos insaturados seleccionados entre alyl, acrilato y metacrilato; y

e) monómeros de un poliol alquil carbonato, que contengan en general de dos a 5 grupos alil carbonato.

20 Las composiciones más preferidas, comprenden:

a) diacrilato o dimetacrilato de polioxialquileno, con preferencia en una cantidad del 20 al 80% (más preferiblemente del 30 al 75%), en peso;

25 b) monómero de bisfenol bis-etilénicamente insaturado, con preferencia en una cantidad del 20 al 75% (más preferiblemente del 40 al 60%), en peso;

30 c) opcionalmente, un monómero de uretano acrilato que tenga de 2 a 6 grupos terminales insaturados, con preferencia en una cantidad del 0 al 35%; y

d) opcionalmente, un agente de formación de enlace cruzado, tal como poliol sustituido con al menos tres grupos de acrilato en una cantidad de hasta el 40% en peso.

35 Las composiciones polimerizables más preferidas son las composiciones divulgadas en las patentes de EE.UU. 4912185 y 5373033 (Toh y otros), las cuales se incorporan aquí por referencia.

40 El compuesto de diacrilato o dimetacrilato de polioxi alquileno glicol, de acuerdo con la presente invención, puede incluir unidades repetitivas de óxido de etileno u óxido de propileno en su esqueleto. Se prefiere un dimetacrilato de polietileno glicol. Un material adecuado es el vendido bajo la marca NK ESTER 9G por Shin Nakamura. Alternativamente, se puede utilizar un NK Ester 6G, 4G o 14G.

45 El componente de diacrilato o dimetacrilato de polioxi alquileno glicol puede estar presente en cantidades de entre aproximadamente el 20% en peso y el 80% en peso, en base al peso total de la composición de moldeo.

50 El componente de monómero de bisfenol de alto índice de la composición de moldeo susceptible de enlace cruzado, puede ser seleccionado a partir de: ésteres de dimetacrilato y diacrilato de bisfenol A; ésteres de dimetacrilato y diacrilato de 4,4'-bishidroxietoxibisfenol A, y similares. El monómero de bisfenol de alto índice puede estar presente en cantidades de entre aproximadamente el 20 y el 75% en peso, con preferencia del 30 al 70% en peso, en base al peso total de la composición de moldeo.

55 La composición de moldeo polimérica susceptible de enlace cruzado, puede incluir un monómero de uretano que tenga de 2 a 6 grupos terminales acrílicos y/o metacrílicos. Materiales adecuados que caen dentro de esta definición incluyen los materiales suministrados bajo las marcas U-4H, U-4HA y U-6HA por Shin Nakamura.

El monómero de uretano puede estar presente en cantidades de entre aproximadamente el 0% y aproximadamente el 35% en peso, con preferencia el 5% en peso, en base al peso total de la composición de moldeo.

60 En un aspecto preferido de la presente invención, la composición de moldeo polimérica susceptible de enlace cruzado puede incluir además al menos un agente de formación de enlace cruzado insaturado poli-funcional.

65 El agente de formación de enlace cruzado insaturado poli-funcional de acuerdo con la presente invención, puede ser un vinilo tri- o tetra-funcional, un monómero acrílico o metacrílico. El agente de formación de enlace cruzado puede ser un monómero de cadena corta, por ejemplo trimetilol propano trimetacrilato, triacrilato o tetracrilato de pentaeritritol, o similar. Otros agentes poli-funcionales de formación de enlace cruzado que pueden ser utilizados, incluyen NK Ester TMPT, NK Ester A-TMPT, NK Ester A-TMMM-3, NK Ester A-TMMT, tetracrilato de ditrimetilol propano, triacrilato de trimetilol propano, tetrametacrilato de pentaeritritol, dipentaeritritol monohidroxipenta acrilato, pentaeritritol triacrilato, trimetilolpropano triacrilato etoxilado, trimetilol propano trimetacrilato etoxilado.

## ES 2 344 627 T3

El agente de formación de enlace cruzado insaturado poli-funcional puede estar presente en cantidades de entre aproximadamente el 5 y el 45% en peso, con preferencia aproximadamente el 30 y el 40% en peso, en base al peso total de la composición de moldeo.

5 La composición de moldeo susceptible de formación de enlace cruzado puede incluir además un co-reactivo que incluya un politiol.

Otros ejemplos de composición fluida polimerizable adecuada para su uso en la invención, son las composiciones de alto índice/alto ABBE de la patente de EE.UU. 6166158.

10

La sustancia fotocromática puede ser elegida a partir de una amplia gama de clases químicas conocidas de antraquinonas, ftalocianinos, espiro-oxazino cromenos, piranos y fúlgidos. Se prefieren los naftopiranos y las oxazinas. Ejemplos específicos de sustancias fotocromáticas han sido divulgados en los documentos WO 95/10790, US 5763511, WO 98/16863 y US 6022497.

15

La sustancia fotocromática puede ser aplicada a la superficie del sustrato en forma de solución en un solvente o portador adecuado. El solvente o portador puede ser extraído a continuación, por ejemplo por evaporación, para proporcionar una capa de material fotocromático sobre la superficie en la que ha de ser incrustado el material fotocromático.

20

De acuerdo con lo anterior, la invención proporciona además un artículo transparente parcialmente curado para la preparación de un artículo fotocromático que comprende un artículo polimérico parcialmente curado que comprende un monómero insaturado y/o un iniciador de polimerización térmica.

25

Las cinéticas de activación y desvanecimiento y la relación con la dureza, han sido ilustradas, para un tipo de lente, en el dibujo anexo. La escala de Barcol es una escala de dureza relativa determinada mediante un método doméstico.

Con referencia a los dibujos:

30

la figura 1 es un gráfico de la vida media de desvanecimiento y de la vida media de activación;

la figura 2 es un gráfico de variación de vida media de activación con la dureza Barcol.

35

Con referencia a la figura 1, la cual muestra un gráfico de la vida media de desvanecimiento (el tiempo para que la densidad óptica se desvanezca hasta la mitad del valor oscurecido inicial) frente a la vida media de activación (el tiempo para que la densidad óptica aumente hasta la mitad del valor final de saturación), se aprecia que existe una clara relación entre la vida media de desvanecimiento y la vida media de activación.

40

Barcol es una medición de dureza y un indicativo del grado de polimerización y de formación de enlace cruzado en la formulación. Se puede apreciar, a partir de la figura 2, que según se incrementa Barcol, la vida media de activación se incrementa mediante una respuesta fuertemente no-lineal.

45

La sustancia fotocromática puede ser puesta en contacto con la composición de polímero de esta lente, la cual ha sido sometida a una primera etapa de curado para proporcionar una dureza Barcol al artículo de dureza intermedia que está comprendida en la gama de 55 a 75, y más preferiblemente de 55 a 68. A continuación de la incorporación del tinte fotocromático, la etapa de curado adicional puede proporcionar una dureza Barcol comprendida en la gama de 68 a 90, y más preferiblemente de 70 a 85.

50

Sin pretender limitarnos a ninguna teoría, se considera que la sorprendente mejora del ritmo de activación y del ritmo de desvanecimiento cuando se introducen materiales fotocromáticos en un sustrato de polímero parcialmente curado puede ser debida a un incremento de volumen libre localizado. Estos volúmenes libres localizados se conservan durante el curado adicional mientras el artículo se endurece.

55

Puesto que estas sustancias fotocromáticas se incorporan en polímeros, especialmente polímeros altamente dotados de enlaces cruzados, el ritmo de activación y de desvanecimiento resulta ser dependiente del "volumen libre" de la lente. En lentes de enlace cruzado convencionales, si la densidad de enlace cruzado para una lente se incrementa, existe menos volumen para permitir que el tinte cambie la configuración, y por ello, las cinéticas de activación y de desvanecimiento son más bajas que en un estado de volumen libre alto. En el proceso de la invención, hemos encontrado que la incrustación de un artículo de dureza media con la sustancia fotocromática permite que se mantenga el alto volumen libre de resina que contacta con las moléculas de material fotocromático mientras la lente se cura por completo. Típicamente, existe una relación entre las cinéticas de activación y de desvanecimiento, de tal modo que la cinética de desvanecimiento puede ser de 3-10 veces más larga (con preferencia, de 5 a 10 veces) que la cinética de activación.

65

La invención va a ser descrita ahora con referencia a los ejemplos que siguen. Debe entenderse que los ejemplos se proporcionan con fines ilustrativos de la invención, y que no son en modo alguno limitativos del alcance de la invención.

## ES 2 344 627 T3

### Ejemplos

Las composiciones mostradas en la tabla 1 que sigue fueron preparadas utilizando el componente mostrado, en las cantidades en peso que se especifican.

Los ejemplos 19, 20, 23 y 24 no son acordes con la invención reivindicada en la presente memoria, puesto que su conversión de doble enlace inicial cae fuera de la gama reivindicada del 70% al 85%. Sin embargo, estos ejemplos han sido mantenidos en la presente solicitud a efectos de integridad.

Las composiciones fueron moldeadas entre las secciones superior e inferior de un molde de lente, con una arandela de separación.

Las composiciones fueron foto-polimerizadas, y proporcionaron la dureza Barcol inicial que se muestra en la tabla 2. Los materiales fotocromáticos fueron puestos en contacto con la superficie del material foto-polimerizado, el cual fue calentado a una temperatura de alrededor de 130 a 135°C, para producir polimerización térmica en las composiciones de los ejemplos 2-5, y la incrustación del tinte fotocromático.

TABLA 1

| Ejemplo | NS110 | 9G | 14G | U-4HA | DATP | M90G | Vicure 55 | DHBP | Aditivo de amina |
|---------|-------|----|-----|-------|------|------|-----------|------|------------------|
| 1       | 50    | 45 | -   | 5     | -    | -    | 0,15      | -    | -                |
| 2       | 50    | 45 | -   | 5     | -    | -    | 0,1       | 0,1  | 0,06             |
| 3       | 50    | 10 | 30  | 10    | -    | -    | 0,03      | 0,1  | 0,1              |
| 4       | 50    | 45 | -   | -     | 5    | -    | 0,15      | 0,1  | -                |
| 5       | 50    | 40 | -   | -     | -    | 5    | 0,15      | 0,1  | 0,001            |

NS110: dimetacrilato etoxilado de bisfenol A (monómero suministrado por Akzo Chemie)

9G y 14G: polietileno glicol dimetacrilato de Shin Nakamura

U-4HA: monómero de uretano que tiene 2-6 grupos terminales acrílicos o metacrílicos, de Shin Nakamura

DATP: diaril tereftalato

M90G: polietileno glicol monometacrilato

Vicure 55: (fotoiniciador) metil fenil glioxilato

DHBP: 2,5 dimetil 2,5 di(terbutil peroxi) hexano

El ritmo de oscurecimiento y de desvanecimiento de las lentes se comparó con la exposición a la luz ultravioleta, y se demostró que las composiciones de la invención proporcionan una mejora significativa del ritmo de oscurecimiento cuando se exponen a la luz ultravioleta y del ritmo de desvanecimiento cuando se retiran de la luz ultravioleta.

TABLA 2

|                            | T <sub>1/2</sub><br>oscurecimiento<br>(segundos) | T <sub>1/2</sub><br>Desvanecimiento<br>(segundos) | Densidad Óptica<br>(O.D.) | Dureza Barcol<br>Inicial | Dureza Barcol<br>Final |
|----------------------------|--------------------------------------------------|---------------------------------------------------|---------------------------|--------------------------|------------------------|
| Ejemplo 1<br>(comparativo) | 40                                               | 115                                               | 0,56                      | 80                       | 80                     |
| Ejemplo 2                  | 27                                               | 93                                                | 0,78                      | 73                       | 79                     |
| Ejemplo 3                  | 19                                               | 61                                                | 0,78                      | 53                       | 70                     |
| Ejemplo 4                  | 29                                               | 90                                                | 0,79                      | 68                       | 70                     |
| Ejemplo 5                  | 24                                               | 75                                                | 0,79                      | 67                       | 70                     |

La Dureza Barcol puede ser determinada de acuerdo con ASTM D2583 95 y medida a 20°C.

T<sub>1/2</sub> y la densidad óptica fueron medidos a 23°C.

# ES 2 344 627 T3

## TABLA 3

| Ejemplo    | NS110 | 9G | 14G | U-4HA | DATP | DAIP | CR-39 | Vicure 55 | Lucirin TPO | Terpinoleno | DHBP |
|------------|-------|----|-----|-------|------|------|-------|-----------|-------------|-------------|------|
| Ejemplo 6  | 43    | 45 | 0   | 5     | 7    | 0    | 0     | 0,20      | 0           | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 7  | 45    | 45 | 0   | 5     | 5    | 0    | 0     | 0,15      | 0           | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 8  | 55    | 30 | 0   | 5     | 0    | 10   | 0     | 0,15      | 0           | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 9  | 48    | 27 | 20  | 0     | 5    | 0    | 0     | 0,15      | 0           | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 10 | 50    | 40 | 0   | 5     | 0    | 0    | 5     | 0,15      | 0           | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 11 | 48    | 27 | 20  | 0     | 5    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 12 | 48    | 27 | 20  | 0     | 5    | 0    | 0     | 0         | 0,025       | 0           | 0,1  |
| Ejemplo 13 | 53    | 47 | 0   | 0     | 0    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0,05        | 0,5  |
| Ejemplo 14 | 70    | 25 | 0   | 0     | 5    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0,06        | 0,25 |
| Ejemplo 15 | 70    | 25 | 0   | 0     | 5    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0,06        | 0,25 |
| Ejemplo 16 | 53    | 47 | 0   | 0     | 0    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0,0375      | 0,25 |
| Ejemplo 17 | 53    | 0  | 47  | 0     | 0    | 0    | 0     | 0         | 0,0525      | 0,025       | 0,25 |

DAIP – dialiliso ftalato

## TABLA 4

| Ejemplo    | T <sub>1/2</sub><br>Oscurecimiento<br>(segundos) | T <sub>1/2</sub><br>Desvanecimiento<br>(segundos) | Densidad Óptica | Dureza Barcol<br>Inicial | Dureza Barcol<br>Final |
|------------|--------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-----------------|--------------------------|------------------------|
| Ejemplo 6  | 35                                               | 95                                                | 0,81            | 64                       | 72                     |
| Ejemplo 7  | 33                                               | 95                                                | 0,79            | 67                       | 73                     |
| Ejemplo 8  | 31                                               | 105                                               | 0,88            | 60                       | 70                     |
| Ejemplo 9  | 26                                               | 70                                                | 0,80            | 63                       | 70                     |
| Ejemplo 10 | 32                                               | 95                                                | 0,80            | 66                       | 74                     |
| Ejemplo 11 | 27                                               | 70                                                | 0,80            | 62                       | 70                     |
| Ejemplo 12 | 23                                               | 53                                                | 0,79            | 56                       | 64                     |
| Ejemplo 13 | 22                                               | 53                                                | 0,70            | 33                       | 68                     |
| Ejemplo 14 | 28                                               | 78                                                | 0,71            | 56                       | 72                     |
| Ejemplo 15 | 25                                               | 65                                                | 0,72            | 33                       | 64                     |
| Ejemplo 16 | 23                                               | 54                                                | 0,72            | 37                       | 61                     |
| Ejemplo 17 | 18                                               | 47                                                | 0,69            | 43                       | 61                     |

# ES 2 344 627 T3

TABLA 5

| Ejemplo    | NS110 | 9G | 14G | DATP | Lucirin TPO | Terpinoleno | DHBP | Barcol Inicial | Conversión Inicial | Barcol Final | Conversión Final |
|------------|-------|----|-----|------|-------------|-------------|------|----------------|--------------------|--------------|------------------|
| Ejemplo 18 | 70    | 25 | 0   | 5    | 0,0525      | 0,04        | 0,25 | 63             | 71%                | 72           | 89%              |
| Ejemplo 19 | 70    | 25 | 0   | 5    | 0,0525      | 0,06        | 0,25 | 56             | 68%                | 69           | 89%              |
| Ejemplo 20 | 70    | 25 | 0   | 5    | 0,0525      | 0,08        | 0,25 | 33             | 67%                | 64           | 89%              |
| Ejemplo 21 | 53    | 47 | 0   | 0    | 0,0525      | 0,0125      | 0,25 | 69             | 83,6%              | 74           | 95,8%            |
| Ejemplo 22 | 53    | 47 | 0   | 0    | 0,0525      | 0,025       | 0,25 | 60             | 77,1%              | 66           | 94,4%            |
| Ejemplo 23 | 53    | 47 | 0   | 0    | 0,0525      | 0,0375      | 0,25 | 35             | 69,9%              | 61           | 93,7%            |
| Ejemplo 24 | 53    | 0  | 47  | 0    | 0,0525      | 0,0125      | 0,25 | 60             | 87,3%              | 65           | 96,8%            |
| Ejemplo 25 | 53    | 0  | 47  | 0    | 0,0525      | 0,025       | 0,25 | 43             | 80,3%              | 61           | 95,7%            |
| Ejemplo 26 | 53    | 0  | 47  | 0    | 0,0525      | 0,0375      | 0,25 | 23             | 76,8%              | 57           | 95,2%            |

25 Ejemplos 27 a 33

Los ejemplos 27 a 33 demuestran el uso de un iniciador térmico de temperatura relativamente baja (TBPEH) para proporcionar un artículo de dureza intermedia, y un iniciador térmico de temperatura relativamente alta para proporcionar el curado adicional durante la incrustación de la sustancia fotocromática.

TABLA 6

*Formulaciones curadas térmicamente*

| Ejemplo    | NS110 | 9G | 14G | U-4HA | DATP | EBPADA | M90G | TBPEH | Nofmer | Terpinoleno | DHBP |
|------------|-------|----|-----|-------|------|--------|------|-------|--------|-------------|------|
| Ejemplo 27 | 65    | 0  | 15  | 0     | 0    | 0      | 0    | 1,0   | 0      | 0,5         | 0,2  |
| Ejemplo 28 | 50    | 0  | 45  | 0     | 0    | 0      | 5    | 1,0   | 0      | 0,5         | 0,2  |
| Ejemplo 29 | 65    | 45 | 0   | 0     | 0    | 0      | 0    | 1,0   | 0      | 1,0         | 0,2  |
| Ejemplo 30 | 35    | 0  | 40  | 0     | 0    | 25     | 0    | 1,0   | 0      | 0,5         | 0,2  |
| Ejemplo 31 | 48    | 27 | 20  | 0     | 5    | 0      | 0    | 1,0   | 0      | 0,5         | 0,2  |
| Ejemplo 32 | 50    | 10 | 30  | 10    | 0    | 0      | 0    | 1,0   | 0      | 0,5         | 0,2  |
| Ejemplo 33 | 65    | 0  | 35  | 0     | 0    | 0      | 0    | 1,0   | 5      | 0           | 0,2  |

EBPADA = Diacrilato de bis-Fenol A Etoxilado

# ES 2 344 627 T3

TABLA 6a  
*Datos del banco óptico*

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

| Ejemplo    | T <sub>1/2</sub><br>Oscurecimiento<br>(segundos) | T <sub>1/2</sub><br>Desvanecimiento<br>(segundos) | Densidad<br>Óptica | Dureza<br>Barcol<br>Inicial | Dureza<br>Barcol<br>Final |
|------------|--------------------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------|-----------------------------|---------------------------|
| Ejemplo 27 | 25                                               | 68                                                | 0,72               | 66                          | 75                        |
| Ejemplo 28 | 22                                               | 59                                                | 0,71               | 60                          | 72                        |
| Ejemplo 29 | 24                                               | 60                                                | 0,88               | 63                          | 76                        |
| Ejemplo 30 | 23                                               | 55                                                | 0,70               | 63                          | 74                        |
| Ejemplo 31 | 20                                               | 50                                                | 0,71               | 60                          | 72                        |
| Ejemplo 32 | 22                                               | 53                                                | 0,70               | 58                          | 76                        |
| Ejemplo 33 | 26                                               | 68                                                | 0,72               | 67                          | 76                        |

Se debe entender que la invención descrita en lo que antecede es susceptible de variaciones, modificaciones y/o adiciones distintas de las descritas específicamente, y que la invención incluye todas esas variaciones, modificaciones y/o adiciones que caigan dentro del alcance de las reivindicaciones anexas.

# ES 2 344 627 T3

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la fabricación de un artículo polimérico fotocromático, que comprende:

5 proporcionar una composición fluida polimerizable;

10 someter la composición fluida polimerizable a una primera etapa de curado para proporcionar un artículo sólido de dureza intermedia, en el que el artículo sólido de dureza intermedia tiene una conversión de doble enlace de entre el 70% y el 85% con referencia a los dobles enlaces de la composición fluida polimerizable;

poner en contacto el artículo sólido de dureza intermedia con una sustancia fotocromática; y

15 someter el artículo sólido de dureza intermedia a una etapa de curado adicional para incrementar la dureza y proporcionar un artículo polimérico incrustado con la sustancia fotocromática.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa de curado adicional proporciona una conversión de doble enlace de al menos el 88% con respecto a los dobles enlaces de la composición fluida polimérica.

20 3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimerizable incluye un iniciador de polimerización térmica para la etapa de curado adicional, y la primera etapa de curado incluye someter la composición fluida polimerizable a curado por radiación o térmico, y en el que la etapa de curado adicional comprende calentar el artículo de dureza intermedia hasta una temperatura suficiente para activar el iniciador de polimerización térmica y para proporcionar polimerización térmica.

25 4. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la etapa de polimerización adicional se lleva a cabo a una temperatura comprendida en la gama de 100 a 180°C.

30 5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición polimerizable contiene un fotoiniciador y un iniciador de polimerización térmica; la primera etapa de curado para producir el artículo sólido de dureza intermedia se lleva a cabo mediante fotopolimerización en presencia del iniciador de polimerización térmica; la sustancia fotocromática se pone en contacto con la superficie del artículo sólido de dureza intermedia para producir incrustación; y la polimerización térmica es inducida durante la incrustación por activación del iniciador de polimerización térmica de la segunda etapa, para producir el artículo fotocromático endurecido.

35 6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la etapa de polimerización adicional se lleva a cabo a una temperatura comprendida en la gama de 120 a 150°C.

40 7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimérica comprende un componente de monómero orgánico que comprende al menos dos grupos insaturados elegidos a partir de acrilato, metacrilato y grupos alil.

45 8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la composición fluida polimerizable incluye al menos un monómero de acrilato poli-funcional y/o de metacrilato poli-funcional.

9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimerizable incluye un modificador de red seleccionado en el grupo consistente en aminas terciarias; agentes de transferencia de cadena; monómeros alílicos; compuestos monoinsaturados, y mezclas de dos o más de éstos.

50 10. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el modificador de red está presente en una cantidad no mayor del 10% en peso de la composición total, y se elige a partir de aminas terciarias, agentes de transferencia de cadena, compuestos alílicos y monoinsaturados.

55 11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el modificador de red se elige en el grupo consistente en aminas seleccionadas en el grupo consistente en: aminas seleccionadas a partir del grupo consistente en N(alquil inferior) dietanolaminas, tri(alquil inferior) aminas, aminas terciarias insaturadas, productos de adición de Michael de aminas y monómeros que comprenden uno o más grupos de acrilato y/o metacrilato, estabilizadores ligeros de amina endurecida, agentes de transferencia de cadena seleccionados a partir de mercaptanos, alílicos, derivados de estireno, terpinoleno y acrilatos y/o metacrilatos mono-funcionales que comprenden una cadena flexible de al menos cuatro átomos de carbono.

60 12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimerizable incluye al menos dos iniciadores que incluyen un primer iniciador para su activación en la primera etapa de curado, y un segundo iniciador para su activación en la segunda etapa de curado, en el que el segundo iniciador se mantiene sustancialmente inactivado durante la primera etapa de curado, y se activa para proporcionar curado adicional en presencia de la sustancia fotocromática.

## ES 2 344 627 T3

13. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimerizable incluye un fotoiniciador para la primera etapa de curado y un iniciador de polimerización térmica para la etapa de curado adicional, y en el que la primera etapa de curado incluye la fotopolimerización de la composición fluida polimerizable, y la segunda etapa de curado incluye calentar el artículo hasta una temperatura suficiente para activar el iniciador de polimerización térmica.

14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el fotoiniciador incluye un éter de benzoína o un óxido de acilfosfina.

15. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición fluida polimerizable incluye al menos dos iniciadores de polimerización térmica que incluyen un primer iniciador de polimerización térmica que se activa a una temperatura relativamente baja, y un segundo iniciador de polimerización térmica que se activa a una temperatura relativamente alta, y en el que la primera etapa de curado incluye calentar la composición fluida polimerizable a una temperatura suficiente para activar el primer iniciador de polimerización térmica, e insuficiente para proporcionar una activación significativa del segundo iniciador de polimerización térmica, y la etapa de curado adicional incluye calentar el artículo a una temperatura más alta que en la primera etapa de curado, y suficiente para activar el segundo iniciador de polimerización térmica.

16. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 15, en el que el primer iniciador térmico tiene una vida media relativamente corta a una temperatura comprendida en la gama de 90°C a 120°C, y en el que el segundo iniciador térmico tiene una vida media relativamente larga entre 90°C y 120°C, y una vida media de una hora a más de 120°C.

17. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 15, en el que el segundo iniciador de polimerización térmica se elige en el grupo consistente en t-butil benzoato, dicumil peróxido, 2,5-dimetil hexano 2,5-di-t-butil peróxido, dibutil peróxido, cumeno hidroperóxido, y mezclas de los mismos.

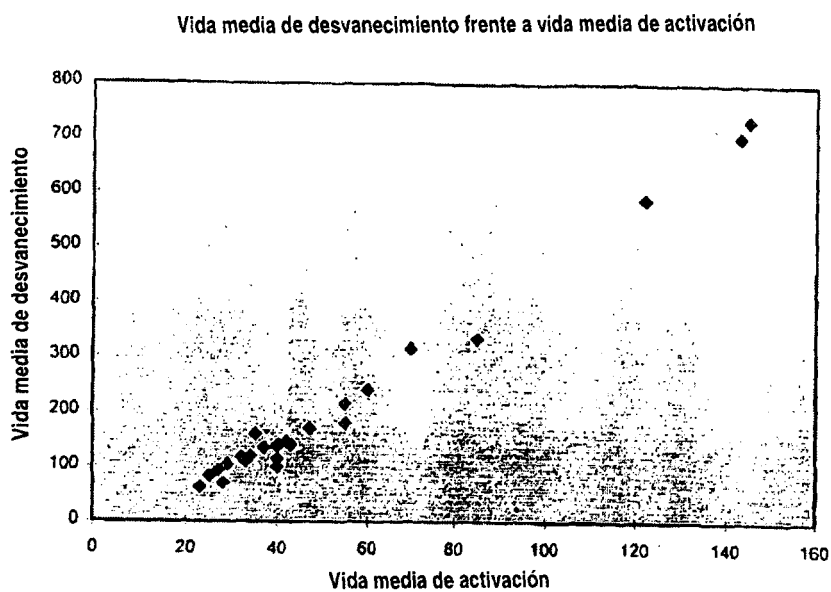


Figura 1. Vida media de desvanecimiento frente a vida media de activación, que muestra una respuesta casi lineal entre estos ritmos

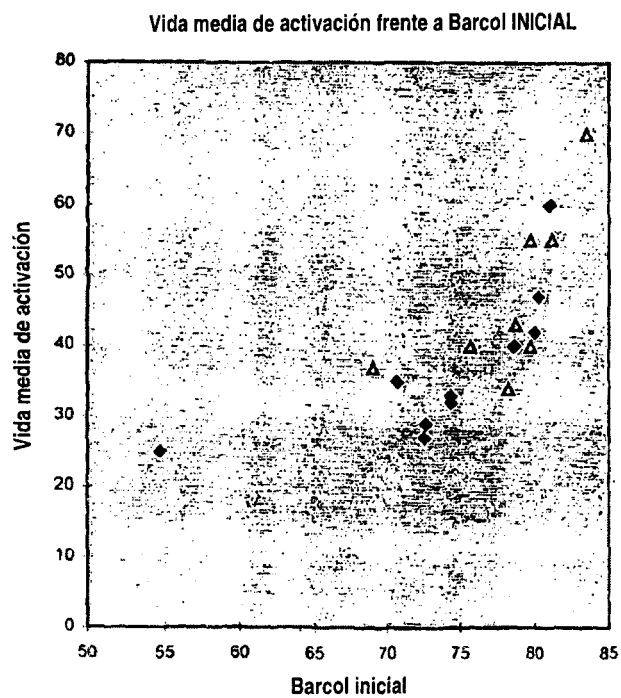


Figura 2. Gráfico de vida media de activación frente a Barcol inicial, que muestra una respuesta fuertemente no-lineal para el ritmo de activación a medida que aumenta la dureza de la lente