

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013年8月1日(01.08.2013)



(10) 国際公開番号
WO 2013/111878 A1

- (51) 国際特許分類:
G02B 5/30 (2006.01) G02B 1/08 (2006.01)
G02B 1/04 (2006.01) G02C 7/12 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/051655
- (22) 国際出願日: 2013年1月25日(25.01.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-015492 2012年1月27日(27.01.2012) JP
特願 2012-064912 2012年3月22日(22.03.2012) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): HOYA 株式会社 (HOYA CORPORATION) [JP/JP]; 〒1618525 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (71) 出願人(米国についてのみ): 大西 智文 (OHNISHI, Tomofumi) [JP/JP]; 〒1618525 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内 Tokyo (JP). 山田 康子 (YAMADA, Yasuko) [JP/JP]; 〒1618525 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 HOYA株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人特許事務所サイクス (SIKS & CO.); 〒1040031 東京都中央区京橋一丁目8番7号 京橋日殖ビル8階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告(条約第21条(3))



WO 2013/111878 A1

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING POLARIZING LENS

(54) 発明の名称: 偏光レンズの製造方法

(57) Abstract: One embodiment of the present invention relates to a method for producing a polarizing lens, which comprises: a process wherein a polarizing layer, which contains a dichroic dye, is formed on a lens base; and a process wherein an epoxy silane treatment for impregnating the polarizing layer with an epoxy group-containing silane coupling agent is carried out so that the film thickness increase rate of the polarizing layer by the epoxy silane treatment is 8% or more.

(57) 要約: 本発明の一態様は、レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を形成すること、および、上記偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を、該エポキシシラン処理による偏光層の膜厚増加率が8%以上となるように行うこと、を含む偏光レンズの製造方法に関する。

明 細 書

発明の名称：偏光レンズの製造方法

関連出願の相互参照

[0001] 本出願は、2012年1月27日出願の日本特願2012-015492号および2012年3月22日出願の日本特願2012-064912号の優先権を主張し、それらの全記載は、ここに特に開示として援用される。

技術分野

[0002] 本発明は、偏光レンズの製造方法に関するものであり、詳しくは、ヘイズ（曇り）が抑制された、眼鏡レンズとして好適な偏光レンズの製造方法に関するものである。

背景技術

[0003] 偏光レンズは、日常生活やスポーツ中に人の眼が感じるまぶしさを低減するための眼鏡レンズとして広く用いられているものであり、一般に二色性色素の偏光性を利用することにより防眩性が発揮される。これら偏光レンズは、通常、二色性色素を含む偏光層を基材上または基材上に設けた配列層上に形成することにより作製される。そのような偏光レンズの製造方法が、例えば文献1（特表2008-527401号公報）、文献2（特開2009-237361号公報）に開示されている。文献1または英語ファミリーメンバーUS2006/146234A1、米国特許第7625626、US2010/028532A1、および米国特許第7922847、ならびに文献2または英語ファミリーメンバーUS2011/102892A1の全記載は、ここに特に開示として援用される。

発明の概要

[0004] 上記文献1には、配列層上に偏光膜を設けた後にシランカップリング剤を用いて保護層を形成すること、具体的には、3-アミノプロピルトリエトキシシラン（アミノ基含有シランカップリング剤）、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（エポキシ基含有シランカップリング剤）を偏光膜上

に順次塗布、加熱硬化させることにより保護層を形成することが実施例に示されている。この保護層に含まれるシランカップリング剤は、偏光膜中に浸透し二色性色素の配向状態を固定化する役割を果たしていると考えられる。しかし、本発明者らの検討の結果、上記保護層を形成した偏光レンズにおいては、ヘイズが発生する可能性があることが明らかとなった。

[0005] 本発明の一態様は、ヘイズが抑制された高品質な偏光レンズを提供する。

[0006] 本発明者らは鋭意検討を重ねた結果、以下の知見を得るに至った。

文献2には、無機物質からなる配列層を有する偏光素子では、配列層と基材との熱膨張差に起因して配列層にクラックが発生し、これがヘイズの原因となる場合があると記載されているが、本発明者らがヘイズの発生した偏光レンズを観察したところ、偏光層にクラックが発生していることがヘイズの原因となっている可能性があることが明らかとなった。

そこで本発明者らは偏光層のクラック発生を抑制する手段を見出すべく更に鋭意検討を重ねた結果、文献1に記載されているエポキシ基含有シランカップリング剤による処理（エポキシシラン処理）を、従来行われていた処理に比べて大幅に強化し当該処理により偏光層膜厚が8%以上増加するように行うことによって、偏光層におけるヘイズ発生の抑制が可能となることを新たに見出した。なお本発明者らの検討によれば、エポキシシラン処理と同様に偏光層に施す処理として知られているアミノ基含有シランカップリング剤による処理（シランカップリング剤処理）を強化しても偏光層におけるヘイズ発生は抑制されなかった。このようにエポキシシラン処理を強化することにより偏光層におけるヘイズ発生が特異的に抑制されることは、本発明者らによって新たに見出された事実である。

この点について更に説明すると、二色性色素を含む偏光層は偏光レンズの中では比較的熱膨張しにくい層であるのに対し、その下層において多くの部分を占めるレンズ基材は比較的熱膨張しやすい。そのため偏光レンズの製造工程で行われる加熱処理（例えば熱硬化型ハードコート層の加熱硬化処理等）において、偏光層は下層側から大きな引っ張り応力を受けることになり、

偏光層がこの引っ張り応力に耐えきれなくなることが偏光層におけるクラック発生 の要因になると考えられる。これに対し本発明者らの検討の結果、偏光層の膜厚増加率が8%以上になるようにエポキシ基含有シランカップリング剤を偏光層に含浸させることで偏光層におけるヘイズ発生 の抑制が可能になることが新たに見出されたのである。

本発明は、以上の知見に基づき完成された。

[0007] 本発明の一態様は、

レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を形成すること、および、

上記偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を、該エポキシシラン処理による偏光層の膜厚増加率が8%以上となるように行うこと、

を含む偏光レンズの製造方法

に関する。

[0008] 一態様では、前記製造方法は、前記エポキシシラン処理前に、前記偏光層にアミノ基含有シランカップリング剤を含浸させるアミノシラン処理を行うことを更に含む。

[0009] 一態様では、前記膜厚増加率は8%以上10%以下である。

[0010] 一態様では、前記製造方法は、前記エポキシシラン処理後、加熱を伴う機能性膜形成工程を行うことを更に含む。

[0011] 一態様では、前記製造方法は、レンズ基材上に配列層を形成した後に、該配列層表面に前記偏光層を形成する。

[0012] 本発明によれば、ヘイズ発生が抑制された高品質な偏光レンズを提供することができる。

[0013] 態様の詳細な説明

本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法は、レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を形成すること、および、上記偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を行うことを含むものであり、上記エポキシシラン処理を当該処理による偏光層の膜厚増加率が8

%以上となるように行う。これにより先に説明したように偏光層におけるクラックおよびこれによるヘイズ発生を抑制することができ、その結果、高品質な偏光レンズを提供することが可能となる。こうして得られた偏光レンズは、高い透明性を有することが求められる眼鏡レンズとして好適である。

以下、本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法について、更に詳細に説明する。

[0014] レンズ基材

前記レンズ基材は、眼鏡レンズのレンズ基材に通常使用される材料、例えば、ポリウレタン系材料（例えばポリウレタン、ポリウレタンウレア、ポリチオウレタン）、ポリカーボネート、ジエチレングリコールビスアリルカーボネート等のプラスチック、無機ガラス、等からなるものであることができる。これらのレンズ基材の中でも、ポリウレタン系レンズ基材は高屈折率眼鏡レンズ作製のために、ジエチレングリコールビスアリルカーボネート系レンズ基材は汎用眼鏡レンズ作製のために、それぞれ有用なものであるが、これらは各種レンズ基材の中でも熱膨張しやすいため、これらレンズ基材を有する偏光レンズは、偏光層においてクラック発生が顕著に発生しやすい。これに対し本発明によれば、先に説明したようにエポキシシラン処理を強化することにより、偏光層におけるクラックおよびこれに起因するヘイズの発生を抑制することができる。レンズ基材の厚さおよび直径は、特に限定されるものではないが、通常、厚さは1～30mm程度、直径は50～100mm程度である。本発明により製造される偏光レンズが視力矯正用の眼鏡レンズの場合、レンズ基材としては、屈折率 n_e が1.5～1.8程度のものを使用することが通常である。レンズ基材としては、通常無色のものが使用されるが、透明性を損なわない範囲で着色したものを使用することもできる。また、その上に偏光層が形成される基材の表面形状は特に限定されず、平面、凸面、凹面等の任意の形状であることができる。

[0015] 配列層

偏光層に含まれる二色性色素の偏光性は、主に二色性色素が一軸配向する

ことにより発現される。二色性色素を一軸配向させるためには、二色性色素を含む塗布液を溝を有する表面上に塗布する方法が一般的に採用されており、本発明でも使用することができる。二色性色素を一軸配向させるための溝は、基材表面に形成してもよいが、レンズ基材上に設けた配列層の表面に形成することが、二色性色素の偏光性を良好に発現させるうえで有利である。

[0016] 上記配列層は、通常、レンズ基材上に直接または他の層を介して間接的に設けられる。レンズ基材と配列層との間に形成され得る層の一例としては、ハードコート層を挙げることができる。ハードコート層としては、特に限定されるものではないが有機ケイ素化合物に微粒子状金属酸化物を添加した被膜が好適である。そのようなハードコート層の詳細については、例えば、特開2007-77327号公報段落[0071]～[0074]および特開2009-237361号公報段落[0027]を参照できる。上記公報の全記載は、ここに特に開示として援用される。また、ハードコート層形成のために有機ケイ素化合物に代えてアクリル化合物を使用することもでき、アクリレートモノマーやオリゴマー等の公知の紫外線硬化樹脂やEB硬化樹脂を、ハードコート形成用のコーティング組成物として用いることもできる。ハードコート層の厚さは、例えば0.5～10 μm 程度である。なお、レンズ基材としてはハードコート付きで市販されているものもあり、本発明ではそのようなレンズ基材上に配列層を形成することもできる。

[0017] 上記配列層の厚さは、通常0.02～5 μm 程度であり、好ましくは0.05～0.5 μm 程度である。配列層は、蒸着、スパッタ等の公知の成膜法によって成膜材料を堆積させることにより形成してもよく、ディップ法、スピコート法等の公知の塗布法によって形成してもよい。上記成膜材料として好適なものとしては、金属、半金属、またはこれらの酸化物、複合体もしくは化合物を挙げることができる。より好ましくは、Si、Al、Zr、Ti、Ge、Sn、In、Zn、Sb、Ta、Nb、V、Y、Crから選ばれる材料またはその酸化物、さらにはこれら材料の複合体もしくは化合物を用いることができる。これらの中でも配列層としての機能付与の容易性の観点

からはSiO、SiO₂等のケイ素酸化物が好ましく、中でも後述するシランカップリング剤との反応性の点からはSiO₂が好ましい。

[0018] 一方、上記塗布法によって形成される配列層としては、無機酸化物ゾルを含むゾルーゲル膜を挙げることができる。上記ゾルーゲル膜の形成に好適な塗布液としては、アルコキシシラン、ヘキサアルコキシジシロキサンを無機酸化物ゾルとともに含む塗布液を挙げることができる。配列膜としての機能付与の容易性の観点から、上記アルコキシシランは、好ましくは特開2009-237361号公報に記載の一般式(1)で表されるアルコキシシランであり、上記ヘキサアルコキシジシロキサンは、好ましくは特開2009-237361号公報に記載の一般式(2)で表されるヘキサアルコキシジシロキサンである。上記塗布液は、アルコキシシラン、ヘキサアルコキシジシロキサンのいずれか一方を含んでもよく、また両方を含んでもよい。更に必要に応じて特開2009-237361号公報に記載の一般式(3)で表される官能基含有アルコキシシランを含むこともできる。上記塗布液および成膜方法(塗布方法)の詳細については、特開2009-237361号公報段落[0011]~[0023]、[0029]~[0031]および同公報記載の実施例を参照できる。

[0019] 次いで、上記配列層上に塗布される塗布液中の二色性色素を一軸配向させるために、通常、形成した配列層上に溝を形成する。溝が形成された配列層表面に二色性色素を含む塗布液を塗布すると、二色性色素の性質により、該色素が溝に沿って、または溝と直交する方向に配向する。これにより、二色性色素を一軸配向させ、その偏光性を良好に発現させることができる。上記溝の形成は、例えば、液晶分子の配向処理のために行われるラビング工程によって行うことができる。ラビング工程は、被研磨面を布などで一定方向に擦る工程であり、その詳細は、例えば米国特許2400877号明細書や米国特許4865668号明細書等を参照できる。または、特開2009-237361号公報段落[0033]~[0034]に記載の研磨処理により、配列層上に溝を形成することも可能である。上記公報の全記載は、ここに

特に開示として援用される。形成される溝の深さやピッチは、二色性色素を一軸配向させることができるように設定すればよい。

[0020] 偏光層（二色性色素層）形成工程

次に、レンズ基材上に直接または配列層等を介して設けられる偏光層（二色性色素層）について説明する。

[0021] 「二色性」とは、媒質が光に対して選択吸収の異方性を有するために、透過光の色が伝播方向によって異なる性質を意味し、二色性色素は、偏光光に対して色素分子のある特定の方向で光吸収が強くなり、これと直行する方向では光吸収が小さくなる性質を有する。また、二色性色素の中には、水を溶媒とした時、ある濃度・温度範囲で液晶状態を発現するものが知られている。このような液晶状態のことをリオトロピック液晶という。この二色性色素の液晶状態を利用して特定の一方に色素分子を配列させることができれば、より強い二色性を発現することが可能となる。上記溝を形成した表面上に二色性色素を含有する塗布液を塗布することにより二色性色素を一軸配向させることができ、これにより良好な偏光性を有する偏光膜を形成することができる。

[0022] 本発明において使用される二色性色素としては、特に限定されるものではなく、偏光部材に通常使用される各種二色性色素を挙げることができる。具体例としては、アゾ系、アントラキノン系、メロシアニン系、スチリル系、アゾメチン系、キノロン系、キノフタロン系、ペリレン系、インジゴ系、テトラジン系、スチルベン系、ベンジジン系色素等が挙げられる。また、米国特許2400877号明細書、特表2002-527786号公報に記載されているもの等でもよい。上記公報の全記載は、ここに特に開示として援用される。

[0023] 二色性色素含有塗布液は、溶液または懸濁液であることができる。二色性色素の多くは水溶性であるため、上記塗布液は通常、水を溶媒とする水溶液である。塗布液中の二色性色素の含有量は、例えば1～50質量%程度であるが、所望の偏光性が得られればよく上記範囲に限定されるものではない。

- [0024] 塗布液は、二色性色素に加えて、他の成分を含むこともできる。他の成分としては、二色性色素以外の色素を挙げることができ、このような色素を配合することで所望の色相を有する偏光部材を製造することができる。さらに塗布性等を向上させる観点から、必要に応じてレオロジー改質剤、接着性促進剤、可塑剤、レベリング剤等の添加剤を配合してもよい。
- [0025] 塗布液の塗布方法としては、特に限定はなく、前述のディップ法、スピニングコート法等の公知の方法が挙げられる。偏光膜の厚さは、特に限定されるものではないが、通常0.05～5 μm程度である。なお、後述するシランカップリング剤は通常、偏光膜に浸透し実質的に偏光膜に含まれることになる。
- [0026] 上記二色性色素として水溶性色素を用いる場合には、膜安定性を高めるために塗布液を塗布乾燥した後に非水溶化処理を施すことが好ましい。非水溶化処理は、例えば色素分子の末端水酸基をイオン交換することや色素と金属イオンとの間でキレート状態を作り出すことにより行うことができる。そのためには、形成した偏光膜を金属塩水溶液に浸漬する方法を用いることが好ましい。使用できる金属塩としては、特に限定されるものではないが、例えば $AlCl_3$ 、 $BaCl_2$ 、 $CdCl_2$ 、 $ZnCl_2$ 、 $FeCl_2$ および $SnCl_3$ 等を挙げることができる。非水溶化処理後、偏光膜の表面をさらに乾燥させてもよい。
- [0027] エポキシシラン処理
- 本発明では、上記の偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を施す。当該処理により偏光層の膜厚が8%以上増加するようにエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させることによって、ヘイズ発生の抑制された偏光層を形成することができる。なお本発明における偏光層の膜厚増加率とは、レンズ幾何中心における膜厚増加率をいうものとする。
- [0028] エポキシ基含有シランカップリング剤を偏光層に含浸させる方法としては、エポキシ基含有シランカップリング剤を含む溶液（エポキシシラン溶液）

を偏光層表面にスピンコート法やスプレー法等によって塗布する方法、エポキシシラン溶液に偏光層を形成したレンズを浸漬する方法等を挙げることができる。エポキシシラン溶液に使用する溶媒としては、エポキシ基含有シランカップリング剤の溶解性等の観点から水系溶媒（本発明において「系」とは「含有する」と同義で用いるものとする。）が好ましく、具体例としては、水または水とアルコール（メタノール、エタノール等）との混合溶媒を挙げることができる。

[0029] エポキシシラン処理による偏光層の膜厚増加率は、使用するエポキシシラン溶液におけるエポキシ基含有シランカップリング剤濃度によって制御することができ、8%以上の膜厚増加率を達成するためには、上記濃度は5質量%以上であることが好ましく、10質量%以上、例えば10~15質量%であることがより好ましい。また、エポキシシラン溶液の塗布量、溶液への浸漬時間等の塗布または含浸条件によっても、エポキシシラン処理による上記膜厚増加率を制御することができる。エポキシシラン処理を強化するほど偏光層におけるクラック発生を抑制できるため好ましいが、強化するほどエポキシシラン処理の長期化による生産性の低下およびエポキシシラン処理に要するカップリング剤量の増加によるコスト増が生じるため、生産性、コスト面を考慮するとエポキシシラン処理による上記膜厚増加率は15%以下とすることが好ましく、10%以下とすることがより好ましい。

[0030] シランカップリング剤とは、一般に $R-Si(OR')_3$ で表される構造を有し（複数存在する R' は同一であっても異なってもよい）、エポキシ基含有シランカップリング剤とは、上記 R で表される官能基にエポキシ基を含むものである。エポキシ基は、通常、2価の連結基を介して Si に結合している。2価の連結基としては、後述の具体例化合物に含まれる連結基を挙げることができる。一方、上記 R' で表される官能基は、通常アルキル基である。アルキル基の炭素数は、例えば1~10であり、好ましくは1~3である。上記エポキシ基含有シランカップリング剤の具体例としては、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（ γ -GPS）、 γ -グリシドキシ

プロピルメチルジエトキシシラン等のグリシドキシ基含有トリアルコキシシラン、 β -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、 β -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリエトキシシラン、 β -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリプロポキシシラン、 β -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリブトキシシラン、 γ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）プロピルトリメトキシシラン、 γ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）プロピルトリエトキシシラン、 δ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）ブチルトリメトキシシラン、 δ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）ブチルトリエトキシシラン等のエポキシアルキルアルコキシシランを挙げることができる。エポキシシラン溶液には、エポキシ基含有シランカップリング剤とともに、公知の添加剤が含まれていてもよい。

[0031] 上記エポキシシラン処理においては、エポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させた後、必要に応じてカップリング剤の反応を促進するための加熱処理を実施することもできる。加熱処理は、エポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させた後のレンズを所定期間加熱炉内に配置することにより行うことができる。加熱時の炉内雰囲気温度および加熱時間は、使用するエポキシ基含有シランカップリング剤の種類に応じて決定することができるが、通常、40～200℃、30分～3時間程度である。

[0032] 本発明の偏光レンズの製造方法は、上記の偏光層形成工程およびエポキシシラン処理を必須工程として含むものであるが、任意工程として、偏光レンズの製造において通常行われ得る工程を含むこともできる。そのような工程の具体例について、以下に説明する。

[0033] アミノシラン処理

偏光層における二色性色素の配列状態をより良好に維持するためには、エポキシシラン処理前の偏光層にアミノ基含有シランカップリング剤を含浸させるアミノシラン処理を実施することが好ましい。アミノ基含有シランカップリング剤とは、前述の $R-Si(OR')_3$ で表される構造中の R で表され

る官能基にアミノ基を含むものである。アミノ基含有シランカップリング剤に関する上記構造式の詳細は、Rにアミノ基を含む点以外は先にエポキシ基含有シランカップリング剤について述べた通りである。アミノ基含有シランカップリング剤の具体例としては、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジエトキシシラン等のアミノ基含有アルコキシシランを挙げることができる。アミノ基含有シランカップリング剤を偏光層へ含浸させる方法は、エポキシシラン処理で行われる方法と同様であって、アミノ基含有シランカップリング剤溶液（アミノシラン溶液）に使用可能な溶媒についても先にエポキシシラン処理について述べたものと同様である。アミノシラン溶液中のアミノ基含有シランカップリング剤の濃度は、二色性色素の固定化効果と溶解性の観点から、1~20質量%程度が好適である。また、アミノ基含有シランカップリング剤を含浸させた偏光層には、必要に応じてカップリング剤の反応を促進するための加熱処理を実施することもできる。加熱処理の詳細は、先にエポキシシラン処理について述べた通りである。また、本発明ではアミノ基含有シランカップリング剤またはエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させた後に、最表面に過剰に付着したシランカップリング剤を除去するために、偏光層表面を純水、脱イオン水等ですすぎ洗いしてもよい。

[0034] 機能性膜の形成

前述のエポキシシラン処理が施された偏光層上には、偏光レンズに所望の性能を付与するための機能性膜を一層または二層以上形成することができる。そのような機能性膜の一例としては、偏光レンズの耐久性を向上するためのハードコート層を挙げることができる。レンズの耐久性向上と光学特性を

両立する観点からは、その厚さは0.5～10 μ mの範囲であることが好ましい。ハードコート層としては、加熱により硬化する熱硬化型ハードコート層と光照射により硬化する光硬化型ハードコート層があり、本発明ではいずれのタイプのハードコート層を形成することも可能である。先に説明した理由から、本発明によれば熱硬化型ハードコート層の形成のための加熱処理を経てもヘイズの原因となるクラックを発生することのない高品質な偏光層を得ることができるため、熱硬化型ハードコート層を有する偏光レンズの製造方法として、本発明は好適である。熱硬化型ハードコート層としては、前述の有機ケイ素化合物に微粒子状金属酸化物を添加した被膜を形成することができ、加熱硬化処理は、例えば有機ケイ素化合物および微粒子状金属酸化物を含む塗布液を塗布したレンズを50～150 $^{\circ}$ Cの雰囲気温度の環境下に30分～2時間程度配置することで行うことができる。

[0035] その他の機能性膜としては、反射防止膜、撥水膜、紫外線吸収膜、赤外線吸収膜、フォトクロミック膜、帯電防止膜等の機能性膜を挙げることができる。前述と同様の理由から、熱硬化型ハードコート層に限らず、加熱を伴う成膜によって形成される機能性膜を有する偏光レンズの製造方法として、本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法は好適である。

[0036] 次に、参考態様について、説明する。

[0037] 前述の文献1、2には、配列層上に偏光膜を設けた後にシランカップリング剤を用いて保護層を形成すること、具体的には、アミノ基含有シランカップリング剤（アミノシラン）、エポキシ基含有シランカップリング剤（エポキシシラン）を偏光膜上に順次塗布、加熱処理することにより保護層を形成することが示されている。上記のシランカップリング剤は、偏光層における二色性色素の配列状態を固定するとともに配列層と偏光層の密着性および偏光層の塗膜強度を高める作用を果たしていると考えられる。この点について更に説明すると、配列層により一軸配向した二色性色素の間にシランカップリング剤が入り込むとシランカップリング剤は加水分解により生成したシラノール基によって配列層と結合する。この結果、二色性色素の間にシランカ

カップリング剤が固定化された状態となり二色性色素同士が会合しにくくなるため、二色性色素の配向状態を維持することができ、しかも配列層と偏光層との密着性を高めることができると考えられる。二色性色素の配列不良が生じると、偏光層にクラックが発生することでレンズに曇りが生じる場合があり、また偏光性能も低下するため、二色性色素の配列状態を維持できることは高品質な偏光レンズを得るうえで重要である。また偏光層の下層との密着性および塗膜強度が良好であることは、偏光レンズの耐久性向上に寄与するものである。

ここで配列層と結合させるためのカップリング剤としてアミノシランを用いると、加熱処理後、アミノシランはアミノ基を上に向けた状態で配列層上に固定化された状態になると推察される。この上にエポキシシランを塗布し加熱処理を施すと、エポキシシランが架橋剤の役割を果たし、塗膜強度を高めることができると考えられる。これは、エポキシ基はアミノ基と高い反応性を有するため、アミノ基とエポキシ基が結合を形成するとともに、エポキシシランにおいて加水分解により生成したシラノール基が縮合しシロキサン結合を形成するからであると考えられる。

しかしながら、加熱処理を実施する場合には、加熱処理のための時間と、更には加熱処理の後にレンズを室温まで冷却する時間も要するため、アミノシランの塗布後、エポキシシランの塗布後にそれぞれ加熱処理を実施することは生産性を低下させる要因となる。他方、従来の方法では、これら加熱処理を除いてはアミノシラン、エポキシシランによる上記作用を得ることが困難となり高品質な偏光レンズを得ることは難しい。

[0038] 以上の点に関連して本発明者らは鋭意検討を重ねた結果、驚くべきことに、上記シランカップリング剤の塗布後に、加熱処理に代えてレンズを水中に浸漬したうえで、偏光層上に加熱処理を伴う成膜工程により被膜を形成することで、偏光層における二色性色素の良好な配列状態の実現と密着性および塗膜強度の向上が可能となることを新たに見出し、参考態様を完成させた。

[0039] 参考態様は、

レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を有する積層体を作製すること、上記偏光層にアミノ基含有シランカップリング剤を含浸させるアミノシラン処理を行うこと、および、

上記アミノシラン処理後の偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を行うこと、を含み、

アミノシラン処理後およびエポキシシラン処理後にそれぞれ前記カップリング剤の反応を促進するための加熱処理を行わず、前記積層体を水に浸漬する水中浸漬工程を行い、

エポキシシラン処理後の水中浸漬工程を経た偏光層上に加熱処理を伴う成膜工程により被膜を形成することを特徴とする偏光レンズの製造方法に関する。

[0040] 参考態様の一態様では、前記成膜工程を、エポキシシラン処理後の水中浸漬工程を経た偏光層上に熱硬化性組成物を塗布した後に加熱処理を行い硬化被膜を形成することにより行う。

[0041] 参考態様の一態様では、前記水中浸漬工程を、前記積層体を水中に5～30分間浸漬することによって行う。

[0042] 参考態様によれば、アミノシラン塗布後およびエポキシシラン塗布後の加熱処理を不要とすることで生産性の向上を達成できるとともに、二色性色素の配列不良による曇りがなく、しかも耐久性に優れた高品質な偏光レンズを提供することができる。

[0043] 次に、参考態様について、更に詳細に説明する。

[0044] 参考態様にかかる偏光レンズの製造方法は、レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を有する積層体を作製すること、上記偏光層にアミノ基含有シランカップリング剤を含浸させるアミノシラン処理を行うこと、および、上記アミノシラン処理後の偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を行うことを含む。そして参考態様では、アミノシラン処理後およびエポキシシラン処理後にそれぞれ前記カップリング剤の

反応を促進するための加熱処理を行わず、前記積層体を水に浸漬する水中浸漬工程を行い、エポキシシラン処理後の水中浸漬工程を経た偏光層上に加熱処理を伴う成膜工程により被膜を形成する。これにより先に説明したように、高品質な偏光レンズを良好な生産性で提供することが可能となる。こうして得られた偏光レンズは、高い透明性と優れた耐久性を有することが求められる眼鏡レンズとして好適である。

[0045] アミノシラン処理

参考態様では、レンズ基材上に偏光層を有する積層体を作製した後、該積層体の偏光層に、アミノ基含有シランカップリング剤（アミノシラン）を含浸させる。アミノシランを偏光層に含浸させる方法としては、先に本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法について、説明した通りである。

[0046] 参考態様において使用可能なアミノシランおよびアミノシラン溶液に関する詳細については、先に本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法について説明した通りである。

[0047] 従来の偏光レンズ製造工程では、偏光層にアミノシランを含浸させた後にカップリング剤の反応を促進するための加熱処理が行われる。これに対し参考態様では、当該加熱処理を行わない。これにより上記加熱処理および加熱処理後の積層体の冷却に要する時間を省くことができるので、工程短縮が可能となる。なお参考態様において、上記カップリング剤の反応を促進するための加熱処理とは、室温を超える温度に温度制御した環境下（例えば加熱炉内）に上記積層体を配置する処理をいうものとする。

[0048] 上記加熱処理に代えて参考態様では、アミノシラン処理後の積層体を水に浸漬する水中浸漬工程を行う。積層体を浸漬する水は水道水であってもよく、純水、超純水、イオン交換水、蒸留水等であってもよい。水への浸漬時間は、5～30分間程度とすることが、生産性を維持しつつ加熱処理なしに高品質な偏光レンズを得る観点から好ましい。なお積層体を浸漬する水の水温を調整（冷却または加熱）してもよいが、これは必須ではなく室温下において水に積層体を浸漬することで、所期の効果を十分得ることができる。

[0049] エポキシシラン処理

その後、水から取り出した積層体は、任意に表面の水分を拭き取った後に、エポキシシラン処理に付される。エポキシ基含有シランカップリング剤およびエポキシ基含有シランカップリング剤溶液（エポキシシラン溶液）、ならびにこれを偏光層へ含浸させる方法の詳細については、先に本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法について、説明した通りである。

[0050] 従来の偏光レンズ製造工程では、偏光層にエポキシシランを含浸させた後にカップリング剤の反応を促進するための加熱処理が行われるが、参考態様では当該加熱処理を行わない。これにより、アミノシラン処理に関して先に記載したように、上記加熱処理および加熱処理後の積層体の冷却に要する時間を省くことができるので、工程短縮が可能となる。上記加熱処理に代えて参考態様では、エポキシシラン処理後の積層体を水に浸漬する水中浸漬工程を行う。この工程は、先にアミノシラン処理後の水中浸漬工程について説明した通りである。

[0051] 被膜形成

参考態様にかかる偏光レンズの製造方法は、上記のエポキシシラン処理後の水中浸漬工程を実施した後、任意に表面の水分を拭き取った後に、加熱処理を伴う成膜工程により被膜を形成する。ここで行われる加熱処理によってエポキシシランおよびアミノシランの硬化反応が進行することが、参考態様により高品質な偏光レンズが得ることができる理由と考えられる。ただし後述の参考例で示すように、加熱処理を伴う成膜工程を行ったとしても、前述の水中浸漬工程なしでは、二色性色素の配列状態の固定化、偏光層の塗膜強度および下層との密着性向上を実現することはできないことが、本発明者の検討の結果、明らかとなった。水に浸漬されることで偏光層においてシランカップリング剤の存在状態に何らかの変化が生じることが、その理由と推察される。

[0052] 偏光層上に形成される硬化被膜としては、レンズ耐久性向上の観点からはハードコート層が好ましく、参考態様では前記被膜として、一般にハードコ

ート層として使用される各種硬化被膜を適用可能である。そのような硬化被膜は、熱硬化性組成物を塗布した後に加熱処理することで形成することができる。レンズの耐久性向上と光学特性を両立する観点からは、その厚さは0.5～10 μmの範囲であることが好ましい。

[0053] 前記硬化被膜を形成するための熱硬化性組成物としては、有機ケイ素化合物および金属酸化物粒子を含むものが好ましい。そのような熱硬化性組成物を用いることで、レンズの耐久性向上に寄与するハードコート層を形成することができる。ハードコート層を形成可能な組成物の一例としては、特開昭63-10640号公報、その全記載は、ここに特に開示として援用される、に記載されているものを挙げるができる。

[0054] また、上記有機ケイ素化合物の好ましい態様としては、下記一般式(1)で表される有機ケイ素化合物またはその加水分解物を挙げることもできる。



[0055] 一般式(1)中、R¹は、グリシドキシ基、エポキシ基、ビニル基、メタアクリルオキシ基、アクリルオキシ基、メルカプト基、アミノ基、フェニル基等を有する有機基を表し、R²は炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアシル基または炭素数6～10のアリール基を表し、R³は炭素数1～6のアルキル基または炭素数6～10のアリール基を表し、aおよびbはそれぞれ0または1を示す。

[0056] R²で表される炭素数1～4のアルキル基は、直鎖または分岐のアルキル基であって、具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等が挙げられる。

R²で表される炭素数1～4のアシル基としては、例えば、アセチル基、プロピオニル基、オレイル基、ベンゾイル基等が挙げられる。

R²で表される炭素数6～10のアリール基としては、例えば、フェニル基、キシリル基、トリル基等が挙げられる。

R³で表される炭素数1～6のアルキル基は、直鎖または分岐のアルキル基であって、具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、

ペンチル基、ヘキシル基等が挙げられる。

R^3 で表される炭素数6～10のアリール基としては、例えば、フェニル基、キシリル基、トリル基等が挙げられる。

上記一般式(1)で表される化合物の具体例としては、特開2007-077327号公報、その全記載は、ここに特に開示として援用される、の段落[0073]に記載されているものを挙げるができる。一般式(1)で表される有機ケイ素化合物は硬化性基を有するため、塗布後に硬化処理を施すことにより、硬化膜としてハードコート層を形成することができる。

[0057] 前記ハードコート層に含まれる金属酸化物粒子は、ハードコート層の屈折率の調整および硬度向上に寄与し得る。具体例としては、酸化タングステン(WO_3)、酸化亜鉛(ZnO)、酸化ケイ素(SiO_2)、酸化アルミニウム(Al_2O_3)、酸化チタニウム(TiO_2)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、酸化スズ(SnO_2)、酸化ベリリウム(BeO)、酸化アンチモン(Sb_2O_5)等の粒子が挙げられ、単独または2種以上の金属酸化物粒子を併用することができる。金属酸化物粒子の粒径は、耐擦傷性と光学特性とを両立する観点から、5～30nmの範囲であることが好ましい。同様の理由から、ハードコート層における金属酸化物粒子の含有量は、屈折率および硬度を考慮して適宜設定可能であるが、通常、ハードコート組成物の固形分あたり5～80質量%程度である。また、上記金属酸化物粒子は、ハードコート層中での分散性の点から、コロイド粒子であることが好ましい。

[0058] 上記ハードコート層は、上記成分および必要に応じて有機溶媒、界面活性剤(レベリング剤)等の任意成分を混合して調製したハードコート組成物を前記積層体表面に塗布し、加熱処理(熱硬化)を施すことにより形成することができる。コーティング組成物の塗布手段としては、ディッピング法、スピンコーティング法、スプレー法等の通常行われる方法を適用することができるが、面精度の面からディッピング法、スピンコーティング法が好ましい。硬化のための加熱処理は、例えば熱硬化性組成物を塗布したレンズを50～150℃の雰囲気温度の環境下に30分～2時間程度配置することで行う

ことができる。

[0059] 加熱を伴う成膜工程により形成される被膜の他の具体例としては、水系樹脂組成物を加熱により乾燥させて形成される水系樹脂層を挙げることができる。当該水系樹脂層は、密着性向上のためのプライマー層として機能し得るものであり、その詳細については、特開2011-170339号公報、その全記載は、ここに特に開示として援用される、の段落[0036]～[0044]を参照できる。プライマー層形成のための加熱処理は、例えば40～100℃の雰囲気温度の環境下に5分～24時間、水系樹脂組成物を塗布したレンズを配置することにより行うことができる。形成されるプライマー層の厚さは、0.1～0.5 μm程度とすることが好ましい。

[0060] 参考態様では、以上説明した各種の層に加えて、公知の機能性膜を任意の位置に形成することができる。上記機能性膜としては、反射防止膜、撥水膜、紫外線吸収膜、赤外線吸収膜、フォトクロミック膜、帯電防止膜等の機能性膜を挙げることができる。

[0061] その他の参考態様に関する詳細については、本発明の一態様にかかる偏光レンズについて説明した通りである。

[0062] 以上説明した本発明の一態様と参考態様とは、任意に組み合わせることが可能である。また、本発明の一態様と参考態様とについて、一方の態様についての説明は、特記しない限り他方の態様にも適用可能なものとする。

実施例

[0063] 以下に、実施例により本発明を更に説明する。但し、本発明は実施例に示す態様に限定されるものではない。

[0064] 1. 本発明の一態様にかかる偏光レンズの製造方法に関する実施例・比較例

[0065] [比較例1]

偏光レンズの作製

(1) 配列層の形成

レンズ基材として、ポリウレタンウレアレンズ（HOYA株式会社製商品名フェニックス、屈折率1.53、ハードコート付き、直径70mm、ベース

カーブ4、中心肉厚1.5 mm)を用いて、レンズ凹面に真空蒸着法により、厚さ0.2 μm の SiO_2 膜を形成した。

形成された SiO_2 膜に、研磨剤含有ウレタンフォーム（研磨剤：フジミンコーポレーテッド社製商品名POLIPLA203A、平均粒径0.8 μm の Al_2O_3 粒子、ウレタンフォーム：上記レンズ凹面の曲率とほぼ同形状）を用いて、一軸研磨加工処理を回転数350 rpm、研磨圧50 g/cm²の条件で30秒間施した。研磨処理を施したレンズは純水により洗浄、乾燥させた。

[0066] (2) 偏光層の形成

レンズを乾燥後、研磨処理面上に、水溶性の二色性色素（スターリング オプティクス インク (Sterling Optics Inc) 社製商品名Varilight solution 2S) の約5質量%水溶液2~3 gを用いてスピコートを実施し、偏光膜を形成した。スピコートは、色素水溶液を回転数300 rpmで供給し、8秒間保持、次に回転数400 rpmで45秒間保持、さらに1000 rpmで12秒間保持することで行った。

次いで、塩化鉄濃度が0.15 M、水酸化カルシウム濃度が0.2 MであるpH 3.5の水溶液を調製し、この水溶液に上記で得られたレンズをおよそ30秒間浸漬し、その後引き上げ、純水にて十分に洗浄を施した。この工程により、水溶性であった色素は難溶性に変換される（非水溶化処理）。

[0067] (3) アミノシラン処理

上記(2)の後、レンズを γ -アミノプロピルトリエトキシシラン20質量%水溶液（アミノシラン溶液）に15分間浸漬し、その後純水で3回洗浄し、加熱炉内（炉内温度80℃）で60分間加熱処理した後、炉内から取り出し室温まで冷却した。

[0068] (4) エポキシシラン処理

上記冷却後、レンズを室温下で γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン10質量%水溶液（エポキシシラン溶液）に10分浸漬し、その後純水で3回洗浄し、加熱炉内（炉内温度80℃）で60分間加熱処理した後、炉

内から取り出し室温まで冷却した。

[0069] (5) プライマー層の形成

上記エポキシシラン処理後の偏光層表面に、以下の方法でスピコート法により水系ポリウレタン樹脂組成物を塗布した。

水系ポリウレタン樹脂組成物として、株式会社 A D E K A 製商品名アデカボンタイター H U X - 2 3 2 (ポリエステルポリオールを基本骨格にもちカルボキシル基を含有する末端イソシアネートプレポリマーを水に分散させた結果得られた水分散液、固形分 3 0 質量%、樹脂成分の粒径 0. 1 μ m 未満、2 5 $^{\circ}$ C での粘度 2 0 m P a \cdot s、2 5 $^{\circ}$ C での p H 8. 5) をプロピレングリコールモノメチルエーテルにて 6 倍に希釈したものを使用した。スピコート (8 0 0 r p m \times 4 0 s e c.) により、上記組成物を偏光層上に塗布した後、レンズを加熱炉 (炉内温度 6 0 $^{\circ}$ C) で 3 0 分間加熱処理することにより乾燥させて厚さ 0. 1 ~ 0. 5 μ m のプライマー層 (水系樹脂層) を形成した。

[0070] (6) ハードコート層の形成

マグネティックスターラーを備えたガラス製の容器に γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン 1 7 質量部、メタノール 3 0 質量部、および、水分散コロイダルシリカ (固形分 4 0 質量%、平均粒子径 1 5 n m) 2 8 質量部を加え十分に混合し、5 $^{\circ}$ C で 2 4 時間攪拌を行った。次に、プロピレングリコールモノメチルエーテル 1 5 質量部、シリコーン系界面活性剤 0. 0 5 質量部、および、硬化剤としてアルミニウムアセチルアセトネートを 1. 5 質量部加え、十分に攪拌した後、濾過を行ってハードコーティング液 (ハードコート組成物) を調製した。このコーティング液の p H は、およそ 5. 5 であった。上記 (5) の処理を施したレンズのプライマー層表面に、調製したハードコーティング組成物をディッピング法 (引き上げ速度 2 0 c m / 分) でコーティングし、加熱炉 (炉内温度 1 0 0 $^{\circ}$ C) で 6 0 分加熱処理することで、厚さ 3 μ m のハードコート層を形成した。

[0071] 以上の工程により、レンズ基材上にハードコート層、配列層、偏光層、プ

ライマー層、熱硬化型ハードコート層、をこの順に有する偏光レンズを得た。

[0072] [比較例 2]

エポキシシラン処理におけるエポキシシラン溶液への浸漬時間を表 1 に示すように変更した点以外は比較例 1 と同様の操作を行い偏光レンズを得た。

[0073] [比較例 3]

エポキシシラン処理を行わなかった点以外は比較例 1 と同様の操作を行い偏光レンズを得た。

[0074] [実施例 1～3]

エポキシシラン処理におけるエポキシシラン溶液への浸漬時間を表 1 に示すように変更した点以外は比較例 1 と同様の操作を行い偏光レンズを得た。

[0075] 評価方法

1. エポキシシラン処理による偏光層膜厚増加率

実施例、比較例で作製した各偏光レンズにおける偏光層の幾何中心における膜厚を、光干渉法による非接触式膜厚測定器（株式会社システムロード製非接触式膜厚計測器FF8）により測定し、比較例 3（エポキシシラン処理なし）の膜厚を基準として、エポキシシラン処理による膜厚増加率を算出した。算出された値を表 1 に示す。なお比較例 3 で作製した偏光レンズにおける偏光層の幾何中心膜厚は 0.94 μm であった。

[0076] 2. 曇りの有無の評価

株式会社村上色彩技術研究所製ヘイズメーターMH-150にて、作製した偏光レンズのヘイズ値を測定し、曇り（ヘイズ）の有無を以下の基準にしたがい評価した。ヘイズ値が 0.4% 以下であれば、眼鏡レンズとして使用可能な透明性を有すると判断することができる。結果を、表 1 に示す。

（評価基準）

○：曇りなし（ヘイズ値 ≤ 0.4%）

×：曇りあり（ヘイズ値 > 0.4%）

[0077]

[表1]

	エポキシシラン処理時間	偏光層膜厚 増加率	曇りの 有無	ヘイズ値 (%)
比較例 1	10分	3%	×	0.82
比較例 2	20分	5%	×	0.45
比較例 3	— (エポキシシラン処理なし)	—	×	1.33
実施例 1	30分	8%	○	0.34
実施例 2	60分	9%	○	0.25
実施例 3	90分	10%	○	0.25

[0078] 表1に示すように比較例1～3の偏光レンズでは曇りが確認された。そこで比較例1～3の偏光レンズの断面状態を走査型電子顕微鏡（SEM）により観察したところ（印加電圧10kV、倍率5000倍）、偏光層にクラックが発生していた。また、上記実施例、比較例とは別にアミノシラン処理におけるアミノシラン溶液への浸漬時間を変えることで偏光層のクラック発生が抑制されるか否かを確認する参考実験を実施したが、アミノシラン処理の違いによって偏光層のクラック発生傾向には違いが見られなかった。

また、レンズ基材をジエチレングリコールビスアリルカーボネートレンズ（HOYA株式会社製商品名ハイルックス、屈折率1.50、ハードコート付き、直径70mm、ベースカーブ4、中心肉厚1.5mm）に変えた点以外は上記実施例1～3、比較例1～3と同様の操作および評価を行ったところ、エポキシシラン処理による偏光層の膜厚変化率8%以上の実施例において、曇りがなく高品質な偏光レンズを得ることができた。以上の結果から、偏光層の膜厚増加率が8%以上となるようにエポキシシラン処理を施すことによって、偏光層におけるクラックおよびこれに起因する曇りの発生を抑制し、高品質な偏光レンズが得られることが確認された。

[0079] 2. 参考態様にかかる偏光レンズの製造方法に関する参考例、比較参考例

[0080] [参考例1～3]

偏光レンズの作製

(1) 配列層の形成

レンズ基材として、ポリウレタンウレアレンズ（HOYA株式会社製商品名フェニックス、屈折率 $n_e = 1.53$ 、ハードコート付き、直径70mm、ベースカーブ4、中心肉厚1.5mm）を用いて、レンズ凹面に真空蒸着法により、厚さ0.2 μm の SiO_2 膜を形成した。

形成された SiO_2 膜に、研磨剤含有ウレタンフォーム（研磨剤：フジミンコーポレーテッド社製商品名POLIPLA203A、平均粒径0.8 μm の Al_2O_3 粒子、ウレタンフォーム：上記レンズ凹面の曲率とほぼ同形状）を用いて、一軸研磨加工処理を回転数350rpm、研磨圧50g/cm²の条件で30秒間施した。研磨処理を施したレンズは純水により洗浄、乾燥させた。

[0081] (2) 偏光層の形成

レンズを乾燥後、研磨処理面上に、水溶性の二色性色素（スターリング オプティクス インク (Sterling Optics Inc) 社製商品名Varilight solution 2S) の約5質量%水溶液2~3gを用いてスピコートを実施し、偏光膜を形成した。スピコートは、色素水溶液を回転数300rpmで供給し、8秒間保持、次に回転数400rpmで45秒間保持、さらに1000rpmで12秒間保持することで行った。

次いで、塩化鉄濃度が0.15M、水酸化カルシウム濃度が0.2MであるpH3.5の水溶液を調製し、この水溶液に上記で得られたレンズをおよそ30秒間浸漬し、その後引き上げ、純水にて十分に洗浄を施した。この工程により、水溶性であった色素は難溶性に変換される（非水溶化処理）。

[0082] (3) アミノシラン処理および水中浸漬工程

上記(2)の後、レンズを γ -アミノプロピルトリエトキシシラン20質量%水溶液（アミノシラン溶液）に15分間浸漬し、その後純水で3回洗浄した後、表1に示す時間、純水中に浸漬した。

[0083] (4) エポキシシラン処理および水中浸漬工程

水中から取り出したレンズを表面の水分を拭き取った後に室温下で γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン10質量%水溶液（エポキシシラン

溶液)に10分浸漬し、その後純水で3回洗浄した後、表1に示す時間、純水中に浸漬した。

[0084] (5) プライマー層の形成

上記(4)の水中浸漬工程後の偏光層表面に、以下の方法でスピコート法により水系ポリウレタン樹脂組成物を塗布した。

水系ポリウレタン樹脂組成物として、株式会社ADEKA製商品名アデカボンタイターHUX-232(ポリエステルポリオールを基本骨格にもちカルボキシル基を含有する末端イソシアネートプレポリマーを水に分散させた結果得られた水分散液、固形分30質量%、樹脂成分の粒径0.1 μ m未満、25 $^{\circ}$ Cでの粘度20mPa \cdot s、25 $^{\circ}$ CでのpH8.5)をプロピレングリコールモノメチルエーテルにて6倍に希釈したものを使用した。スピコート(800rpm \times 40sec.)により、上記組成物を偏光層上に塗布した後、レンズを加熱炉(炉内温度60 $^{\circ}$ C)で30分間加熱処理することにより乾燥させて厚さ0.1~0.5 μ mのプライマー層(水系樹脂層)を形成した。

[0085] (6) ハードコート層の形成

マグネティックスターラーを備えたガラス製の容器に γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン17質量部、メタノール30質量部、および、水分散コロイダルシリカ(固形分40質量%、平均粒子径15nm)28質量部を加え十分に混合し、5 $^{\circ}$ Cで24時間攪拌を行った。次に、プロピレングリコールモノメチルエーテル15質量部、シリコーン系界面活性剤0.05質量部、および、硬化剤としてアルミニウムアセチルアセトネートを1.5質量部加え、十分に攪拌した後、濾過を行ってハードコーティング液(熱硬化性組成物)を調製した。このコーティング液のpHは、およそ5.5であった。上記(5)の処理を施したレンズのプライマー層表面に、調製したハードコーティング液をディッピング法(引き上げ速度20cm/分)でコーティングし、加熱炉(炉内温度100 $^{\circ}$ C)で60分加熱処理することで、厚さ3 μ mのハードコート層を形成した。

[0086] 以上の工程により、レンズ基材上にハードコート層、配列層、偏光層、プライマー層、熱硬化型ハードコート層、をこの順に有する偏光レンズを得た。

[0087] [比較参考例 1]

アミノシラン処理後およびエポキシシラン処理後の水中浸漬工程を行わない点以外、上記実施例と同様の操作を行い偏光レンズを得た。

[0088] 評価方法

1. 曇りの有無の評価

前述の実施例および比較例に関する評価と同様の方法および評価基準により、ヘイズ値の測定および曇り（ヘイズ）の有無の評価を行った。結果を表 2 に示す。

[0089] 2. 耐久性の評価

ハードコート層に 1.5 mm 間隔で 100 目クロスカットし、このクロスカットしたところに粘着テープ（ニチバン株式会社製セロファンテープ）を強く貼り付けた後、粘着テープを急速に剥がした後の硬化膜の 100 目中の剥離マス目数を調べた。判断基準は以下の通りである。結果を表 2 に示す。

（評価基準）

○ 剥離マス目数 0～2 / 100

△ 剥離マス目数 3～5 / 100

× 剥離マス目数 6 以上 / 100

[0090] [表 2]

	アミノシラン処理後 水中浸漬時間	エポキシシラン処理後 水中浸漬時間	曇りの 有無	耐久性評価
参考例 1	10 分	10 分	○	○
参考例 2	20 分	20 分	○	○
参考例 3	30 分	30 分	○	○
比較参考例 1	0 分	0 分	×	×

[0091] 表 2 に示すように比較参考例 1 の偏光レンズでは曇りが確認された。そこで比較参考例 1 の偏光レンズの断面状態を走査型電子顕微鏡（SEM）によ

り観察したところ（印加電圧10kV、倍率5000倍）、偏光層にクラックが発生していた。偏光層においては二色性色素の配列状態が十分に規制されていないことがクラック発生の原因となるため、参考例と比較参考例との対比から、実施例で行った水中浸漬工程が二色性色素を良好に配列させることに寄与したことが確認できる。

また、耐久性評価後の比較参考例1の偏光レンズを目視で観察したところ、剥離は偏光層と配列層との界面付近で発生していることが確認された。この結果から、参考例で行った水中浸漬工程が、偏光層の塗膜強度および下層との密着性を高めたことも確認できる。

以上の結果から、参考態様によれば、高品質な偏光レンズが得られることが実証された。

[0092] 本発明は、眼鏡レンズの製造分野において有用である。

請求の範囲

- [請求項1] レンズ基材上に二色性色素を含む偏光層を形成すること、および、上記偏光層にエポキシ基含有シランカップリング剤を含浸させるエポキシシラン処理を、該エポキシシラン処理による偏光層の膜厚増加率が8%以上となるように行うこと、を含む偏光レンズの製造方法。
- [請求項2] 前記エポキシシラン処理前に、前記偏光層にアミノ基含有シランカップリング剤を含浸させるアミノシラン処理を行うことを更に含む請求項1に記載の偏光レンズの製造方法。
- [請求項3] 前記膜厚増加率は8%以上10%以下である請求項1または2に記載の偏光レンズの製造方法。
- [請求項4] 前記エポキシシラン処理後、加熱を伴う機能性膜形成工程を行うことを更に含む請求項1～3のいずれか1項に記載の偏光レンズの製造方法。
- [請求項5] レンズ基材上に配列層を形成した後に、該配列層表面に前記偏光層を形成する請求項1～4のいずれか1項に記載の偏光レンズの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/051655

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G02B5/30(2006.01) i, G02B1/04(2006.01) i, G02B1/08(2006.01) i, G02C7/12(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G02B5/30, G02B1/04, G02B1/08, G02C7/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2007-536589 A (Essilor International), 13 December 2007 (13.12.2007), paragraphs [0017], [0021] & US 2007/0285616 A1 & EP 1593990 A1 & EP 1749223 A & WO 2005/109049 A1 & DE 602004010491 D & KR 10-2007-0027544 A & CN 1950728 A & AT 380353 T	1-5
A	JP 2008-527401 A (Corning Inc.), 24 July 2008 (24.07.2008), paragraph [0100] & JP 2012-68654 A & US 2006/0146234 A1 & US 2010/0028532 A1 & EP 1674898 A1 & WO 2006/081006 A2 & DE 602004023743 D & KR 10-2007-0100752 A & CN 101084111 A & ES 2335408 T	1-5

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
12 February, 2013 (12.02.13)

Date of mailing of the international search report
19 February, 2013 (19.02.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/051655

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009-237361 A (Hoya Corp.), 15 October 2009 (15.10.2009), paragraph [0036] & US 2011/0102892 A1 & EP 2259101 A1 & WO 2009/119823 A1 & AU 2009229792 A	1-5
A	JP 2010-256895 A (Hoya Corp.), 11 November 2010 (11.11.2010), paragraph [0043] (Family: none)	1-5
A	JP 2011-150323 A (Hoya Corp.), 04 August 2011 (04.08.2011), entire text; all drawings & US 2011/0274826 A1 & DE 102010064089 A1	1-5
A	WO 2010/113995 A1 (Hoya Corp.), 07 October 2010 (07.10.2010), paragraph [0033] & EP 2416188 A1 & WO 2010/113995 A1 & CN 102378926 A	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G02B5/30(2006.01)i, G02B1/04(2006.01)i, G02B1/08(2006.01)i, G02C7/12(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G02B5/30, G02B1/04, G02B1/08, G02C7/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2013年
日本国実用新案登録公報	1996-2013年
日本国登録実用新案公報	1994-2013年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2007-536589 A (エシロール アンテルナショナル) 2007.12.13, 【0017】、【0021】 & US 2007/0285616 A1 & EP 1593990 A1 & EP 1749223 A & WO 2005/109049 A1 & DE 602004010491 D & KR 10-2007-0027544 A & CN 1950728 A & AT 380353 T	1-5
A	JP 2008-527401 A (コーニング インコーポレイテッド) 2008.07.24, 【0100】 & JP 2012-68654 A & US 2006/0146234 A1 & US 2010/0028532 A1 & EP 1674898 A1 & WO 2006/081006 A2 & DE 602004023743 D & KR 10-2007-0100752 A & CN 101084111 A & ES	1-5

C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 12.02.2013	国際調査報告の発送日 19.02.2013
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 中村 理弘 電話番号 03-3581-1101 内線 3271

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
	2335408 T	
A	JP 2009-237361 A (HOYA株式会社) 2009.10.15, 【0036】 & US 2011/0102892 A1 & EP 2259101 A1 & WO 2009/119823 A1 & AU 2009229792 A	1-5
A	JP 2010-256895 A (HOYA株式会社) 2010.11.11, 【0043】 (ファミリーなし)	1-5
A	JP 2011-150323 A (HOYA株式会社) 2011.08.04, 全文、全図 & US 2011/0274826 A1 & DE 102010064089 A1	1-5
A	WO 2010/113995 A1 (HOYA株式会社) 2010.10.07, 【0033】 & EP 2416188 A1 & WO 2010/113995 A1 & CN 102378926 A	1-5