

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5372370号  
(P5372370)

(45) 発行日 平成25年12月18日(2013.12.18)

(24) 登録日 平成25年9月27日(2013.9.27)

(51) Int.Cl. F I  
**CO8L 101/00 (2006.01)** CO8L 101/00  
**CO8K 3/00 (2006.01)** CO8K 3/00  
**CO8K 5/00 (2006.01)** CO8K 5/00  
**CO8L 75/04 (2006.01)** CO8L 75/04  
**CO9D 7/12 (2006.01)** CO9D 7/12

請求項の数 68 (全 65 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-521454 (P2007-521454)  
(86) (22) 出願日 平成17年4月21日(2005.4.21)  
(65) 公表番号 特表2008-506031 (P2008-506031A)  
(43) 公表日 平成20年2月28日(2008.2.28)  
(86) 国際出願番号 PCT/US2005/013803  
(87) 国際公開番号 W02006/019435  
(87) 国際公開日 平成18年2月23日(2006.2.23)  
審査請求日 平成19年1月12日(2007.1.12)  
審判番号 不服2011-5552 (P2011-5552/J1)  
審判請求日 平成23年3月11日(2011.3.11)  
(31) 優先権主張番号 10/892, 919  
(32) 優先日 平成16年7月16日(2004.7.16)  
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 504175051  
トランジションズ オプティカル, イン  
コーポレイテッド  
アメリカ合衆国 フロリダ 33782,  
ピネラス パーク, ベルチャー ロー  
ド 9251  
(74) 代理人 100078282  
弁理士 山本 秀策  
(74) 代理人 100062409  
弁理士 安村 高明  
(74) 代理人 100113413  
弁理士 森下 夏樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光感受性微粒子を作製するための方法、その水性組成物およびそれを用いて調製した物品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有効量の少なくとも 1 種の光感受性材料、ならびに少なくとも 1 種の実質的に親水性のモノマーおよび少なくとも 1 種の実質的に疎水性のモノマーを含む重合可能成分が重合された微粒子を含む水性組成物であって、

該親水性モノマーおよび該疎水性モノマーが、組み合わされて、該微粒子を少なくとも部分的に形成するように適合されており、

ここで、該親水性モノマーが表面に配向しており、該疎水性モノマーが内部に配向しており、

ここで、該光感受性材料が、有機フォトクロミック材料であり、該光感受性材料が、該少なくとも 1 種の実質的に疎水性のモノマーと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、

水性組成物。

【請求項 2】

有効量の少なくとも 1 種の光感受性材料、ならびに少なくとも 1 種の親水性官能基を含む少なくとも 1 種の重合可能成分および少なくとも 1 種の疎水性の官能基を含む少なくとも 1 種の重合可能成分が重合された少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を含む水性組成物であって、

該少なくとも 1 種の光感受性材料および該少なくとも 1 種の親水性官能基を含む少なくとも 1 種の重合可能成分および該少なくとも 1 種の疎水性の官能基を含む少なくとも 1 種の

10

20

重合可能成分が、該少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を形成するように適合されており、

ここで、該親水性官能基が表面に配向しており、該疎水性官能基が内部に配向しており、ここで、該光感受性材料が、有機フォトリソグレイ材料であり、該光感受性材料が、該少なくとも1種の疎水性の官能基を含む少なくとも1種の重合可能成分と化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、

水性組成物。

【請求項3】

請求項2に記載の水性組成物であって、

前記親水性官能基が、少なくとも1種の実質的に親水性のモノマーによって提供され、前記疎水性官能基が、少なくとも1種の実質的に疎水性のモノマーによって提供される、水性組成物。

10

【請求項4】

請求項3に記載の水性組成物であって、

前記実質的に疎水性のモノマーのホモポリマーが、前記実質的に親水性のモノマーのホモポリマーのガラス転移温度より高いかまたは等しいガラス転移温度を有する、

水性組成物。

【請求項5】

請求項3に記載の水性組成物であって、

前記実質的に疎水性のモノマーのホモポリマーが、前記実質的に親水性のモノマーのホモポリマーのガラス転移温度より低いガラス転移温度を有する、

水性組成物。

20

【請求項6】

請求項2に記載の水性組成物であって、

前記重合可能成分が、架橋を形成しうる成分含む、水性組成物。

【請求項7】

一体表面ドメインおよび内部ドメインを含む少なくとも部分的に重合した成分を含み、該表面ドメインが、少なくとも1つの親水性の領域を含み、該内部ドメインが、少なくとも1つの疎水性の領域を含み、そして該内部ドメインの少なくとも1つが、有機フォトリソグレイ材料である光感受性材料を有する、少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子の、水性分散物であって、

30

該光感受性材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、

水性分散物。

【請求項8】

光感受性ポリマー物品であって、

該光感受性ポリマー物品が、少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を含み、該少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子が、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含む少なくとも部分的に重合された成分を含み、

40

ここで、該表面ドメインが、少なくとも1つの親水性の領域を含み、該内部ドメインが、少なくとも1つの疎水性の領域を含み、

そして該内部ドメインが、有機フォトリソグレイ材料である光感受性材料を有し、該光感受性材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、光感受性ポリマー物品。

【請求項9】

請求項8に記載の光感受性ポリマー物品であって、

前記物品が光学要素である、

光感受性ポリマー物品。

【請求項10】

50

請求項 9 に記載の光感受性ポリマー物品であって、  
前記光学要素が、光学メモリ要素、ディスプレイ要素、眼科用要素、ウィンドウ要素、または鏡要素から選択される、  
光感受性ポリマー物品。

【請求項 1 1】

請求項 1 0 に記載の光感受性ポリマー物品であって、  
前記眼科用要素が、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される、  
光感受性ポリマー物品。

【請求項 1 2】

光感受性物品であって、以下：

a) 基材；および

b) 該基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に直接または他の部材を介して接続された少なくとも部分的に硬化されたコーティング組成物であって、

該コーティング組成物が、有効量の少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を含み、該少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子が、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含む少なくとも部分的に重合された成分を含み、

ここで、該表面ドメインが、少なくとも 1 つの親水性の領域を含み、該内部ドメインが、少なくとも 1 つの疎水性の領域を含み、

そして該内部ドメインが、有機フォトリソミック材料である光感受性材料を有し、該光感受性材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、  
少なくとも部分的に硬化されたコーティング組成物、  
を含む、光感受性物品。

【請求項 1 3】

請求項 1 2 に記載の光感受性物品であって、

前記基材がポリマー有機材料であり、

そして該ポリマー有機材料が、ポリ(C<sub>1</sub> - C<sub>12</sub> アルキルメタクリレート)、ポリ(オキシアルキレンジメタクリレート)、ポリ(アルコキシ化フェノールメタクリレート)、酢酸セルロース、三酢酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ポリ(酢酸ビニル)、ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(塩化ビニル)、ポリ(塩化ビニリデン)、熱可塑性ポリカーボネート、ポリエステル、ポリウレタン、ポリチオウレタン、ポリスルフィチオウレタン (polysulfithiourethane)、ポリ(ウレア-ウレタン)、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリスチレン、ポリ(メチルスチレン)、コポリ(スチレン-メチルメタクリレート)、コポリ(スチレン-アクリロニトリル)、ポリビニルブチラル、またはビス(アリルカーボネート)モノマー、多官能性アクリレートモノマー、多官能性メタクリレートモノマー、ジエチレングリコールジメタクリレートモノマー、ジイソプロペニルベンゼンモノマー、エトキシ化ビスフェノール A ジメタクリレートモノマー、エチレングリコールビスメタクリレートモノマー、ポリ(エチレングリコール)ビスメタクリレートモノマー、エトキシ化フェノールビスメタクリレートモノマー、アルコキシ化多価アルコールポリアクリレートモノマー、スチレンモノマー、ウレタンアクリレートモノマー、グリシジルアクリレートモノマー、グリシジルメタクリレートモノマー、ジアリリデンペンタエリトリートモノマー、もしくはそれらの混合物から調製されたポリマーから選択される、  
光感受性物品。

【請求項 1 4】

請求項 1 2 に記載の光感受性物品であって、

前記コーティング組成物が、さらに染料である添加剤を含む、

光感受性物品。

【請求項 1 5】

請求項 1 4 に記載の光感受性物品であって、

前記光感受性物品が、さらに、前記コーティング組成物の少なくとも１つの表面の少なくとも一部に直接接続された第１の少なくとも部分的に硬化されたポリマーシートを含む、光感受性物品。

【請求項１６】

請求項１５に記載の光感受性物品であって、

前記光感受性物品が、さらに、第２の少なくとも部分的に硬化されたポリマーシートを含み、前記基材、該第２のポリマーシート、該コーティング組成物、前記第１のポリマーシートの順に順次接続されている、光感受性物品。

【請求項１７】

請求項１６に記載の光感受性物品であって、

前記第１のポリマーシートおよび前記第２のポリマーシートの少なくとも１つが、光感受性である、光感受性物品。

【請求項１８】

請求項１２に記載の光感受性物品であって、

前記光感受性物品が、光学メモリ要素、眼科用要素、ディスプレイ要素、ウィンドウ要素、または鏡要素から選択される光学要素である、光感受性物品。

【請求項１９】

請求項１８に記載の光感受性物品であって、

前記眼科用要素が、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される、光感受性物品。

【請求項２０】

光学要素であって、以下：

a) 第１表面を有する第１基材；

b) 第２表面を有する第２基材であって、

該第２基材の第２表面が、該第１基材の該第１表面と向かい合う、第２基材；および

c) 該第１表面と該第２表面との間に位置する材料であって、

該材料が、有効量の少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を含み、該少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子が、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含む少なくとも部分的に重合された成分を含み、

ここで、該表面ドメインが、少なくとも１つの親水性の領域を含み、該内部ドメインが、少なくとも１つの疎水性の領域を含み、

そして該内部ドメインが、有機フォトクロミック材料である光感受性材料を有し、該光感受性材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、材料、を含む、

光学要素。

【請求項２１】

請求項２０に記載の光学要素であって、

前記光学要素が、光学メモリ要素、ディスプレイ要素、眼科用要素、ウィンドウ要素、または鏡要素から選択される、光学要素。

【請求項２２】

請求項２０に記載の光学要素であって、

前記光学要素が、有機発光デバイスであり、前記第１表面が、アノードであり、前記第２表面が、カソードであり、それらの間に位置する材料が、発光材料であり、該材料が、該アノードおよび該カソードと電氣的に接触している、光学要素。

【請求項２３】

光感受性微粒子を作製するための方法であって、以下：

a) 有効量の少なくとも1種の光感受性材料および少なくとも1種の重合可能成分の水  
性分散物を確立する工程であって、  
該少なくとも1種の重合可能成分が、少なくとも1種の親水性官能基を有する成分および  
少なくとも1種の疎水性官能基を有する成分を含み、該光感受性材料が、有機フォトリ  
ソグ材料である、工程；および

b) a) の分散物を、少なくとも部分的に微粒子を形成するのに十分な条件に供する工  
程、を包含し、

該光感受性材料が、該少なくとも1種の疎水性官能基を有する成分と化学結合を有して  
おり、

該微粒子から抽出不能である、方法。

【請求項24】

請求項23に記載の方法であって、

該方法が、さらに以下：

c) 前記b) の少なくとも1つの重合可能成分を少なくとも部分的に重合する工程、  
を包含する、方法。

【請求項25】

請求項24に記載の方法であって、

前記親水性官能基が、少なくとも1つの実質的に親水性のモノマーによって提供され、前  
記疎水性官能基が、少なくとも1つの実質的に疎水性のモノマーによって提供される、  
方法。

【請求項26】

光感受性微粒子を作製するための方法であって、以下：

a) 少なくとも1種の実質的に親水性のプレポリマー成分の水性分散物を確立する工程  
；

b) 少なくとも1種の実質的に疎水性のプレポリマー成分の水性分散物を確立する工程  
であって、有効量の少なくとも1種の光感受性材料を含み、該光感受性材料が、有機フォ  
トリソグ材料である、工程；ならびに

c) a) およびb) の混合物を、少なくとも部分的に微粒子を形成するのに十分な条件  
に供する工程であって、該微粒子が、有効量の少なくとも1つの光感受性材料を含む、工  
程、  
を包含し、

該光感受性材料が、該少なくとも1種の実質的に疎水性のプレポリマー成分と化学結合  
を有しており、該微粒子から抽出不能である、方法。

【請求項27】

請求項26に記載の方法であって、さらに、以下：

d) c) の混合物を少なくとも部分的に重合させる工程、  
を包含する、方法。

【請求項28】

有効量の少なくとも1種の有機フォトリソグ材料、ならびに少なくとも1種の実質的  
に親水性のモノマーおよび少なくとも1種の実質的に疎水性のモノマーを含む少なくと  
も1種の重合可能成分が重合された微粒子を含む水性組成物であって、

該少なくとも1種の有機フォトリソグ材料および少なくとも1種の重合可能成分が、  
少なくとも部分的に架橋されたフォトリソグポリマー微粒子を形成するように適合さ  
れており、該有機フォトリソグ材料が、該少なくとも1種の実質的に疎水性のモノマ  
ーと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、  
水性組成物。

【請求項29】

請求項28に記載の水性組成物であって、

前記有機フォトリソグ材料が、ピラン、オキサジン、フルギド、フルギミド、ジアリ

10

20

30

40

50

ールエテンまたはこれらの混合物から選択される、  
水性組成物。

【請求項 3 0】

請求項 2 8 に記載の水性組成物であって、

前記実質的に疎水性のモノマーのホモポリマーが、前記実質的に親水性のモノマーの重合によって形成されるホモポリマーのガラス転移温度未満のガラス転移温度を有する、  
水性組成物。

【請求項 3 1】

請求項 2 8 に記載の水性組成物であって、

前記実質的に親水性のモノマーが、2 3 より高いガラス転移温度を有するポリマーを形成するために適合されたウレタン材料を含み、

前記実質的に疎水性のモノマーが、2 3 未満のガラス転移温度を有するポリマーを形成するために適合されたウレタン材料を含む、

水性組成物。

【請求項 3 2】

少なくとも部分的に硬化されたポリマー有機材料および有効量の少なくとも部分的に架橋された有機フォトリソミックポリマー微粒子を含む有機フォトリソミック物品であって、該微粒子が、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含む少なくとも 1 種の重合可能成分の重合生成物であり、ここで、該表面ドメインが、少なくとも 1 つの親水性の領域を含み、

該内部ドメインが、少なくとも 1 つの疎水性の領域を含み、そして該内部ドメインが有機フォトリソミック材料を含み、該ポリマー有機材料が、ポリ(C<sub>1</sub> ~ C<sub>12</sub> アルキルメタクリレート)、ポリ(オキシアルキレンジメタクリレート)、ポリ(アルコキシ化フェノールメタクリレート)、酢酸セルロース、三酢酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ポリ(ビニルアセテート)、ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(塩化ビニル)、ポリ(塩化ビニリデン)、熱可塑性ポリカーボネート、ポリエステル、ポリウレタン、ポリチオウレタン、ポリスルフィチオウレタン、ポリ(ウレア-ウレタン)、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリスチレン、ポリ(メチルスチレン)、コポリ(スチレン-メチルメタクリレート)、コポリ(スチレン-アクリロニトリル)、ポリビニルブチラル、あるいは、ビス(アリルカルボネート)モノマー、多官能性アクリレートモノマー、多官能性メタクリレートモノマー、ジエチレングリコールジメタクリレートモノマー、ジイソプロペニルベンゼンモノマー、エトキシ化ビスフェノール A ジメタクリレートモノマー、エチレングリコールビスメタクリレートモノマー、ポリ(エチレングリコール)ビスメタクリレートモノマー、エトキシ化フェノールビスメタクリレートモノマー、アルコキシ化多価アルコールポリアクリレートモノマー、スチレンモノマー、ウレタンアクリレートモノマー、グリシジルアクリレートモノマー、グリシジルメタクリレートモノマー、ジアリリデンペンタエリスリトールモノマーまたはこのようなモノマーの混合物から調製されるポリマーから選択され、

該有機フォトリソミック材料が、該少なくとも 1 つの疎水性の領域と化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、有機フォトリソミック物品。

【請求項 3 3】

請求項 3 2 に記載の有機フォトリソミック物品であって、

前記物品が、光学要素である、

有機フォトリソミック物品。

【請求項 3 4】

請求項 3 3 に記載の有機フォトリソミック物品であって、

前記光学要素が、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される眼科用要素である、

有機フォトリソミック物品。

【請求項 3 5】

10

20

30

40

50

有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、以下：

a) 基材；および

b) 該基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続された、少なくとも部分的に硬化された有機フォトリソミックコーティングであって、該有機フォトリソミックコーティングが、フィルム形成ポリマーおよび有効量の少なくとも部分的に架橋された有機フォトリソミックポリマー微粒子を含み、

該微粒子が、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含み、該表面ドメインが、少なくとも1つの親水性の領域を含み、該内部ドメインが、少なくとも1つの疎水性の領域を含み、そして該内部ドメインが有機フォトリソミック材料を含み、該有機フォトリソミック材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、少なくとも部分的に硬化された有機フォトリソミックコーティング、を含む、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

10

【請求項36】

請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、前記フィルム形成ポリマーが、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料、またはこのようなポリマー材料の混合物から選択される、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

【請求項37】

請求項36に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、前記フィルム形成ポリマーが、ポリウレタン、ポリ(ウレア-ウレタン)、アミノプラスチック樹脂、ポリシロキサン、ポリ無水物、ポリアクリルアミド、エポキシ樹脂、またはポリ(メタ)アクリレートから選択される熱硬化性ポリマー材料である、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

20

【請求項38】

請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、前記基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続されたプライマーコーティングをさらに含む、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

【請求項39】

請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、前記基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続された、少なくとも部分的に摩擦抵抗性のコーティングをさらに含む、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

30

【請求項40】

請求項39に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、有機フォトリソミックコーティングと摩擦抵抗性コーティングとの間に挿入された移行部コーティングをさらに含む、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

【請求項41】

請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティングされた物品であって、前記基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続された、少なくとも部分的に反射防止性のコーティングをさらに含む、有機フォトリソミックコーティングされた物品。

40

【請求項42】

前記基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続された偏光ポリマーコーティングまたはシートをさらに備える、請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティング物品。

【請求項43】

前記基材がポリマー有機材料であり、そして該ポリマー有機材料が、ポリ(C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>アルキルメタクリレート)、ポリ(オ

50

キシアルキレンジメタクリレート)、ポリ(アルコキシ化フェノールメタクリレート)、酢酸セルロース、三酢酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ポリ(酢酸ビニル)、ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(塩化ビニル)、ポリ(塩化ビニリデン)、熱可塑性ポリカーボネート、ポリエステル、ポリウレタン、ポリチオウレタン、ポリスルフィチオウレタン(poly sulfithiourethan)、ポリ(ウレア-ウレタン)、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリスチレン、ポリ(メチルスチレン)、コポリ(スチレン-メチルメタクリレート)、コポリ(スチレン-アクリロニトリル)、ポリビニルブチラール、またはビス(アリルカーボネート)モノマー、多官能性アクリレートモノマー、多官能性メタクリレートモノマー、ジエチレングリコールジメタクリレートモノマー、ジイソプロペニルベンゼンモノマー、エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレートモノマー、エチレングリコールビスメタクリレートモノマー、ポリ(エチレングリコール)ビスメタクリレートモノマー、エトキシ化フェノールビスメタクリレートモノマー、アルコキシ化多価アルコールポリアクリレートモノマー、スチレンモノマー、ウレタンアクリレートモノマー、グリシジルアクリレートモノマー、グリシジルメタクリレートモノマー、ジアリリデンペンタエリトリールモノマー、もしくはそれらの混合物から調製されたポリマーから選択される、請求項35に記載の有機フォトリソミックコーティング物品。

10

【請求項44】

前記基材が光学要素である、

請求項43に記載の有機フォトリソミックコーティング物品。

20

【請求項45】

前記光学要素は、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される眼科的要素である、

請求項44に記載の有機フォトリソミックコーティング物品。

【請求項46】

有機フォトリソミック複合品であって、

a) 基材；ならびに

b) 該基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に接続された少なくとも部分的に硬化された有機フォトリソミックポリマーシートであって、

該有機フォトリソミックポリマーシートは、有効量の少なくとも部分的に架橋された有機フォトリソミックポリマー微粒子を含み、

30

該微粒子は、一体表面(integral surface)ドメインおよび内部ドメインを含み、ここで、該表面ドメインは、少なくとも1つの親水性の領域を含み、該内部ドメインは、少なくとも1つの疎水性の領域を含み、

そして該内部ドメインは、少なくとも1つの有機フォトリソミック材料を含み、該有機フォトリソミック材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、有機フォトリソミックポリマーシート、

を含む、有機フォトリソミック複合品。

【請求項47】

前記有機フォトリソミックポリマーシートは、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料またはそれらの混合物を含む、請求項46に記載の有機フォトリソミック複合品。

40

【請求項48】

前記有機フォトリソミックポリマーシートは、熱可塑性ポリウレタンを含む、請求項47に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項49】

前記有機フォトリソミックポリマーシートの表面上に接続された少なくとも部分的に摩耗抵抗性の保護ポリマーシートをさらに含む、請求項46に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項50】

前記保護ポリマーシートは、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料またはそれら

50



の混合物を含む、請求項 4 9 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 1】

前記保護ポリマーシートは、熱可塑性ポリカーボネートを含む、請求項 5 0 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 2】

前記有機フォトリソミック複合品は光学要素である、請求項 4 6 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 3】

前記光学要素は、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される眼科的要素である、請求項 5 2 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 4】

有機フォトリソミック複合品であって、

a) 基材；

b) 該基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に接続された有機フォトリソミック接着剤の少なくとも部分的に硬化された有機フォトリソミック接着性コーティングであって、

該有機フォトリソミック接着剤は接着材料および有効量の少なくとも部分的に架橋した有機フォトリソミックポリマー微粒子を含み、

該微粒子は、一体表面ドメインおよび内部ドメインを含み、

ここで該表面ドメインは、少なくとも 1 つの親水性の領域を含み、該内部ドメインは、少なくとも 1 つの疎水性の領域を含み、そして該内部ドメインは、少なくとも 1 つの有機フォトリソミック材料を含み、該有機フォトリソミック材料が、該内部ドメインと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、有機フォトリソミック接着性コーティング；ならびに

c) 該有機フォトリソミック接着性コーティングに接続された第一の少なくとも部分的に硬化されたポリマーシート、

を含む、有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 5】

前記有機フォトリソミック物品は、第二の少なくとも部分的に硬化したポリマーシートをさらに含み、該第二のポリマーシートは、前記基材に隣接し、前記有機フォトリソミック接着性コーティングによって前記第一のポリマーシートに接続されている、請求項 5 4 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 6】

前記第一のポリマーシートおよび第二のポリマーシートの少なくとも一方がフォトリソミックである、請求項 5 5 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 7】

前記物品が光学要素である、請求項 5 4 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 8】

前記物品が、眼科的要素である、請求項 5 5 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 5 9】

前記物品は、アクセスカードおよび許可証；譲渡可能な文書および譲渡不可能な文書；政府の公文書；消費材；クレジットカード；商品タグ、ラベルおよびパッケージから選択されるセキュリティ要素である、請求項 5 6 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 6 0】

前記眼科的要素は、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズまたはバイザーから選択される、請求項 5 8 に記載の有機フォトリソミック複合品。

【請求項 6 1】

少なくとも部分的に架橋した有機フォトリソミックポリマー微粒子を作製するための方法

10

20

30

40

50

であって、該方法は、以下：

a) 有効量の少なくとも1つの有機フォトリソグレイ材料および少なくとも1つの重合可能な成分の水性分散物を確立する工程であって、  
該少なくとも1つの重合可能な成分が、少なくとも1つの実質的に親水性のモノマーおよび少なくとも1つの実質的に疎水性のモノマーを含む、工程；

b) a) の分散物を、該重合可能な成分および該有機フォトリソグレイ材料が、少なくとも部分的に架橋した有機フォトリソグレイポリマー微粒子を少なくとも部分的に形成するのに十分な条件に供する工程；ならびに

c) 該重合可能な成分を、少なくとも部分的に重合する工程、  
を包含し、

該有機フォトリソグレイ材料が、該少なくとも1つの実質的に疎水性のモノマーと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、方法。

【請求項62】

前記b) の条件は、 $5,000\text{ psi} \sim 15,000\text{ psi}$  ( $3.5 \times 10^4\text{ kPa} \sim 1 \times 10^5\text{ kPa}$ ) の圧力である、請求項61に記載の方法。

【請求項63】

少なくとも部分的に架橋した有機フォトリソグレイポリマー微粒子を作製するための方法であって、該方法は、

a) 水性組成物中に少なくとも1つの実質的に親水性のエチレン不飽和モノマーを含む実質的に親水性のプレポリマーを提供する工程；

b) 水性組成物中に少なくとも1つの実質的に疎水性のエチレン不飽和モノマーを含む実質的に疎水性のプレポリマーを提供する工程であって、該実質的に疎水性のプレポリマーは、有効量の少なくとも1つの有機フォトリソグレイ材料をさらに含む、工程；

c) a) と b) との混合物を、少なくとも部分的に有機フォトリソグレイ微粒子を形成するのに十分な条件に供する工程；および

d) 重合可能な成分を少なくとも部分的に重合する工程、  
を包含し、

該有機フォトリソグレイ材料が、該実質的に疎水性のプレポリマーと化学結合を有しており、該微粒子から抽出不能である、方法。

【請求項64】

c) において、前記a) と b) との混合物に共重合可能な材料を加える工程をさらに包含する、請求項63に記載の方法。

【請求項65】

水性組成物であって、

該組成物は、少なくとも1つの実質的に親水性のプレポリマー、少なくとも1つの実質的に疎水性のプレポリマー、および有効量の少なくとも1つの有機フォトリソグレイ材料を含む重合可能な成分が重合された、少なくとも部分的に架橋した有機フォトリソグレイポリマー微粒子を含み、

該有機フォトリソグレイ材料は、該少なくとも1つの実質的に疎水性のプレポリマーと化学結合を有しており、該重合可能な成分は、少なくとも部分的に架橋したフォトリソグレイポリマー微粒子を形成するのに適合しており、

ここで、該親水性のプレポリマーが表面に配向しており、該疎水性のプレポリマーが内部に配向しており、

該有機フォトリソグレイ材料が、該少なくとも1つの実質的に疎水性のプレポリマーと化学結合を有しており、そして該有機フォトリソグレイ材料が該微粒子から抽出不能である、

水性組成物。

【請求項66】

前記有機フォトリソグレイ材料は、前記重合可能な成分の固体の総重量の50重量%までの量で存在する、請求項65に記載の水性組成物。

## 【請求項 6 7】

請求項 6 5 に記載の水性組成物であって、

前記有機フォトクロミック材料は、以下：

(a) 3, 3 - ジ(4 - メトキシフェニル) - 6, 11, 13 - トリメチル - 13 - (2 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ)エトキシ) - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；

(b) 3 - フェニル - 3 - (4 - モルホリノフェニル) - 6, 7 - ジメトキシ - 13 - ブチル - 13 - (2 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ)エトキシ) - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；

(c) 3, 3 - ジ(4 - メトキシフェニル) - 6 - メトキシ - 7 - モルホリノ - 13 - エチル - 13 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ) - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；

(d) 3 - (4 - (2 - ヒドロキシエトキシ)フェニル) - 3 - (4 - モルホリノフェニル) - 13, 13 - ジメチル - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；

(e) 3 - (4 - メトキシフェニル) - 3 - (4 - フルオロフェニル) - 6, 7 - ジメトキシ - 13 - エチル - 13 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ) - ) - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；

(f) 3, 3 - ジ(4 - メトキシフェニル) - 6, 11, 13 - トリメチル - 13 - ヒドロキシ - 3 H, 13 H - インデノ[2, 1 - f]ナフト[1, 2 - b]ピラン；または

(g) それらの混合物、  
から選択される、水性組成物。

## 【請求項 6 8】

前記実質的に親水性のプレポリマーは、23 より高いガラス転移温度を有するホモポリマーを形成するのに適合しているウレタン(メタ)アクリレートプレポリマーを含み、前記実質的に疎水性のプレポリマーは、23 未満のガラス転移温度を有するホモポリマーを形成するのに適合しているウレタン(メタ)アクリレートプレポリマーを含む、請求項 6 5 に記載の水性組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

(発明の背景)

本発明は、光感受性微粒子を形成するための水性組成物、光感受性ポリマー微粒子、およびこのような微粒子を作製するための方法に関する。本発明はまた、光感受性ポリマー微粒子の水性分散物、およびこの光感受性ポリマー微粒子を含む物品に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

光感受性材料は、電磁放射線(赤外線、可視光線および紫外線、ならびに誘導放射またはレーザーによる光増幅が挙げられる)に対する応答を示す。この応答は、1つの型の発光であり、ここで、可視光線は露光後の光感受性材料(例えば、蛍光材料またはリン光材料)によって放射される；材料(例えば、非線形の光学材料)を通過する電磁放射線の波長の変化が存在する；または色の可逆変化が存在する(例えば、フォトクロミック材料)。

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0003】

光感受性材料によって示される現象を利用する製品(例えば、光記憶素子およびディスプレイ素子のような光学素子)が存在する。光感受性特性を示すコア/シェル微粒子を組み込んだ材料は公知であるが、微粒子内の光感受性材料の特性が制御され得る製品をもたらすことが望ましい。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0004】

(発明の詳細な説明)

本明細書および添付の特許請求の範囲において使用される場合、単数形「1つの(a)」、「1つの(an)」および「その(the)」は、その参照を1つに明確かつ無条件に限定しない限り、複数の参照を含む。

## 【0005】

本明細書の目的のため、他に示されない限り、本明細書および特許請求の範囲において使用される成分の量、反応条件、および他のパラメータを表す全ての数字は、全ての場合において用語「約」により修飾されていると理解されるべきである。従って、反対に示されない限り、以下の明細書および添付の特許請求の範囲において記載される数値パラメータは近似値であり、この近似値は、本発明により得られるように求められる所望の特性に依存して変動し得る。最低限でも、そして特許請求の範囲に対する等価物の原則の適用を制限する企図としてでもなく、各々の数値パラメータは、報告される有意な桁数を考慮し、そして通常の見捨入技術の適用によって、少なくとも解釈されるべきである。

## 【0006】

本明細書中の全ての数値範囲は、記載される数値範囲内の全ての数値および全ての数値範囲を含む。本発明の広範な範囲を記載する数値範囲および数値パラメータは近似値であるにもかかわらず、特定の実施例において記載される数値は、可能な限り正確に報告される。しかしながら、いずれの数値も、本質的に、それぞれの試験測定において見出される標準偏差から必然的に生じる特定の誤差を含んでいる。

## 【0007】

本発明は、種々の非限定的な実施形態を含む。このような実施形態の1つは、有効量の少なくとも1種の光感受性材料および少なくとも1種の重合可能成分を含む水性組成物であり、この重合可能成分は、少なくとも1種の実質的に親水性のモノマーと少なくとも1種の実質的に疎水性のモノマーとを含み、この親水性モノマーとこの疎水性モノマーとは、組み合わせられて上記光感受性材料が会合するこれら重合可能な成分の微粒子を少なくとも部分的に形成するように適合される。用語「モノマー」は、単独のモノマー単位、および2~3個のモノマー単位を含むオリゴマーを含む。別の非限定的な実施形態は、少なくとも1種の光感受性材料の有効量および少なくとも1種の重合可能な成分を含む水性組成物を提供し、この重合可能な成分は、少なくとも1つの親水性官能基および少なくとも1つの疎水性官能基を含み、上記光感受性材料およびその重合可能な成分は、少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子を形成するように適合される。さらなる非限定的な実施形態は、光感受性材料がフォトリソミック材料である水性組成物を提供する。なおさらなる非限定的な実施形態は、重合可能な成分が、少なくとも1種の実質的に親水性のプレポリマー、少なくとも1種の実質的に疎水性のプレポリマー、および少なくとも1つの重合可能な基を含む少なくとも1種の有機フォトリソミック材料の有効量を含み、この重合可能な成分は、少なくとも部分的に架橋されたフォトリソミックのポリマー微粒子を形成するように適合される。

## 【0008】

さらなる非限定的な実施形態に従い、その重合可能な成分は、実質的に親水性のモノマーおよび実質的に疎水性のモノマーのうちの少なくとも1つと共重合可能(copolymerizable)である材料をなおさらに含み得、この材料は以後「共重合可能な材料」と称される。さらに、重合可能な成分は、架橋性材料と反応するように適合され、ホスト材料と適合可能であるように適合され、そして以後記載される光感受性ポリマー微粒子と組み合わせられる特性を有するように適合される官能性を有し得る。

## 【0009】

句「結合して光感受性材料が会合される重合可能な成分の微粒子を少なくとも部分的に形成するように適合されること」は、少なくとも部分的に形成された微粒子へと自己構築するのに適している重合可能な構成をいう。微粒子の自己構築は、重合可能な成分を含む

10

20

30

40

50

、実質的に親水性のモノマーの親水性官能基と実質的に疎水性のモノマーの疎水性官能基とに関連した親水性と疎水性との差異による。光感受性材料は、親水性光感受性材料、疎水性光感受性材料、または得られた微粒子または重合可能な成分と化学的または物理的に会合するのを可能にする別の特性を有する光感受性材料の選択によって、微粒子と組み合わせられ得る。

#### 【0010】

微粒子形成後、それら微粒子は代表的には重合される。句「少なくとも部分的に架橋されたポリマー微粒子を少なくとも部分的に重合し形成すること」とは、モノマーのうちのいくらかから全てが反応し結合して鎖状のポリマー性材料を形成し、そしてこれらの鎖状のポリマー性材料のうちのいくらかから全てにある反応基が反応し架橋して、それらの鎖のうちのいくらかから全てが内部結合されたポリマー性ネットワークを形成する、重合可能な構成をいう。前述の反応基は、当業者に公知の重合反応を受け得る化学反応基である。このような重合可能な基の非限定的な例としては、メタクリロイルオキシ、アクリロイルオキシ、ビニル、アリル、カルボキシル、アミノ、メルカプト、エポキシ、ヒドロキシ、およびイソシアネートが挙げられる。

10

#### 【0011】

1つの非限定的な実施形態に従い、本発明の水性組成物は、広範に変動し得る量の水を含む。1つの非限定的な実施形態において、この水の量は、30重量%～100重量%未満の量の範囲であり得、本明細書中に記載されるすべての数値範囲について先に特定したように、この範囲内の全ての数値および全ての数値範囲を含む。別の非限定的な実施形態において、この水性組成物は、広範に変動し得る量（例えば、1重量%未満の正の量から70重量%までの範囲）で有機溶媒を含み得る。水および有機溶媒の重量%は、水と有機溶媒（存在する場合）との総重量で除算して100で積算した、水または有機溶媒のいずれかの重量に基づく。

20

#### 【0012】

水性組成物に含まれ得る有機溶媒の型は、広範に変動し得る。1つの非限定的な実施形態において、水性組成物は極性溶媒（例えば、アルコール）および非極性溶媒（例えば、炭化水素溶液）を含み得る。水性組成物中に含まれ得る有機溶媒の非限定的な例としては、以下が挙げられる：プロピレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル、n-ブタノール、イソプロパノール、ベンジルアルコール、ミネラルスピリット、N-メチルピロリジノン、トルエン、TEXANOL（登録商標）溶媒（これは2,2,4-トリメチル-1,1,3-ペンタジオールモノイソブチレートであると報告されており、そしてEastman Chemical Co.より利用可能である）、およびこれら溶媒の混合物。さらなる非限定的な実施形態において、有機溶媒の使用は、架橋されたポリマー微粒子を形成するのを助け得る。必要とされる場合、有機溶媒のいくらかまたは全ては、当業者に公知の方法（例えば、40 未満の温度での共沸蒸留または減圧蒸留）によってその水性組成物から除去され得る。

30

#### 【0013】

別の非限定的な実施形態において、補助（アジュバント）材料（例えば、重合可能な成分を処理するのを助けるかまたは生じる微粒子に対して所望される特徴を付与する、慣用的な成分）もまた水性組成物に組み込まれ得る。このような成分の非限定的な例としては、レオロジー制御剤、界面活性剤、開始剤、触媒、硬化阻害剤、還元剤、酸、塩基、保存剤、架橋性材料、フリーラジカルのドナー、フリーラジカルのスカベンジャー、安定化剤（例えば、紫外線安定剤および熱安定剤）、および接着促進剤（例えば、有機官能性のシラン、シロキサン、チタネートおよびジルコネート）が挙げられ、これら補助材料は当業者に公知である。

40

#### 【0014】

先に述べたように、水性組成物は、少なくとも1種の重合可能な成分を含み、この重合可能な成分は少なくとも1種の実質的に親水性のモノマーおよび少なくとも1種の実質的

50

に疎水性のモノマーを含む。本明細書中で使用される場合、用語「実質的に親水性のモノマー」および用語「実質的に疎水性のモノマー」とは、一方を他方と比較して相対的に親水性のモノマーまたは相対的に疎水性のモノマーをいう。重合可能な成分のうちの実質的に親水性のモノマーは、実質的に疎水性のモノマーよりも親水性である。従って、重合可能な成分のうちの実質的に疎水性のモノマーは、実質的に親水性のモノマーよりも疎水性である。材料の親水性／疎水性の特徴を決定する１つの方法は、周知である親水性－親油性バランス（HLB）数である。HLB数は一般に１～２０の範囲であり、１は油溶性材料でありそして２０は水溶性材料である。この系を使用して、実質的に疎水性として本明細書中で指される材料は１０未満のHLBを示し、一方実質的に親水性として指される材料は１０より大きいHLBを示す。

10

**【００１５】**

実質的に親水性のモノマー 対 実質的に疎水性のモノマーの比率は、広範に変動し得る。１つの非限定的な実施形態において、重合可能な成分中の実質的に親水性のモノマーと実質的に疎水性のモノマーとの重量％は、重合可能な成分の総固形物重量１００％に基づき、各々２重量％～９８重量％の範囲であり得る。実質的に親水性のモノマー 対 実質的に疎水性のモノマーの比率の非限定的な例は、２０：８０および５０：５０である。

**【００１６】**

別の非限定的な実施形態において、実質的に親水性のモノマーは、通常の混合手段を使用した水中への溶解に適合性であり、この溶解に親和性を有し、そして／またはこの溶解が少なくとも部分的に可能である。本発明の重合可能なモノマー成分中に使用される実質的に親水性のモノマーは、当業者に公知の親水性モノマーをいずれも含み得る。このような親水性のモノマーの非限定的な例としては、以下のような親水性官能基を含むモノマーが挙げられる：酸官能基；ヒドロキシル官能基；ニトリル官能基；アミノ官能基；アミド官能基；カルバメート官能基；イオン性官能基（例えば、四級アンモニウム基またはスルホニウム基）；またはこのような官能基の混合。

20

**【００１７】**

なおさらなる非限定的な実施形態において、重合可能な成分を調製するために使用されるモノマーの疎水性および親水性の程度は、当業者に公知であるように、変動し得る。重合可能な成分の実質的に疎水性のモノマーは、実質的に親水性のモノマーへと転換され得る。１つの非限定的な実施形態において、重合可能な成分の疎水性モノマー上のイソシアネート基は、このイソシアネート基を有機官能性シラン（例えば、アミノプロピルトリエトキシシラン）と反応させることによってシロキサン基により官能化され得る。水中での分散の際、加水分解可能な基（例えば、アルコキシシラン）は、少なくとも部分的に加水分解されて親水性シラノール基を形成する。アルコールまたはそれ自身との反応が可能である場合、これらの親水性基は疎水性基に戻り得る。同様の官能化プロセスは、重合し架橋した光感受性ポリマー微粒子上で利用可能なイソシアネート基により実施され得る。

30

**【００１８】**

このような疎水性から親水性への転換に適切な有機官能性シランの非限定的な例としては、以下が挙げられる：（３－アクリルオキシプロピル）ジメチルメトキシシラン、アクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、アリトリエトキシシラン、４－アミノブチルトリエトキシシラン、カルボキシメチルトリエトキシシラン、エポキシブチルトリメトキシシラン、グリシドオキシプロピルトリメトキシシラン、イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、３－メルカプトプロピルトリメトキシシラン、メルカプトメトキシメチルジエトキシシラン、メタクリルオキシプロピルメチルジメトキシシラン、（メタクリルオキシメチル）ジメチルエトキシシラン、メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、スチリルエトキシトリメトキシシラン、ウレイドプロピルトリエトキシシラン、ウレイドプロピルトリメトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、またはこれらの混合物。

40

**【００１９】**

有機官能性シランに加え、実質的に親水性にされ得る他の実質的に疎水性の材料として

50

は、当業者に公知であるように、例えば、アルコキシ化メラミン、フェノール - ホルムアルデヒド、ウレア - ホルムアルデヒドが挙げられ、これらは水中での酸触媒作用の際に実質的に親水性の基を形成する。

#### 【 0 0 2 0 】

親水性酸官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、以下が挙げられる：アクリル酸、メタクリル酸、 $\alpha$ -カルボキシエチルアクリレート、アクリルオキシプロピオン酸、2 - アクリルアミドメチルプロパンスルホン酸、アクリル酸 (3 - スルホプロピル) エステル、クロトン酸、ジメチロールプロピオン酸、フマル酸、フマル酸のモノ ( $C_{11} \sim C_{17}$ ) アルキルエステル、マレイン酸、マレイン酸のモノ ( $C_{11} \sim C_{17}$ ) アルキルエステル、イタコン酸、イタコン酸のモノ ( $C_{11} \sim C_{17}$ ) アルキルエステル、およびこれらの混合物。

10

#### 【 0 0 2 1 】

親水性ヒドロキシル官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、以下が挙げられる：2 - ヒドロキシエチルメタクリレート、2 - ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシプロピルメタクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート、ヒドロキシブチルメタクリレート、ヒドロキシブチルアクリレート、ヒドロキシメチルエチルアクリレート、ヒドロキシメチルプロピルアクリレート、ジカプロラクトンアクリレート、ジエタノールアミン、ジメタノールアミン、またはこれらの混合物。ニトリル官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、メタクリロニトリルおよびアクリロニトリルが挙げられる。

#### 【 0 0 2 2 】

20

親水性アミノ官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、以下が挙げられる：アリルアミン、ジメチルアリルアミン (dimethylallylamine)、2 - (ジメチルアミノ) エチルメタクリレート、2 - (t - ブチルアミノ) エチルメタクリレート、4 - アミノスチレン、ジメチルアミノエトキシビニルエーテル、および N - (3 - ジメチルアミノプロピル) メタクリルアミド。

#### 【 0 0 2 3 】

親水性イオン性官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、アリルトリメチルアンモニウムクロライド、2 - トリメチルアンモニウムエチルアクリル酸クロライド、およびビニルベンジルジメチルスルホニウムクロライドが挙げられる。

#### 【 0 0 2 4 】

30

親水性アミド官能基を含むモノマーの例としては、メタクリルアミドおよびアクリルアミドが挙げられる。

#### 【 0 0 2 5 】

親水性カルバメート官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、以下が挙げられる：アリルカルバメート、ビニルカルバメート、ヒドロキシエチルカルバメートとメタクリル酸無水物との反応生成物、およびイソフォロンジイソシアネートを有するヒドロキシエチルカルバメートとヒドロキシエチルアクリレートとの反応生成物。

#### 【 0 0 2 6 】

親水性ビニル官能基を含むモノマーの非限定的な例としては、酢酸ビニル、ビニルピロリドン、およびビニルプロピオネートが挙げられる。

40

#### 【 0 0 2 7 】

1つの非限定的な実施形態において、疎水性モノマーは、親水性官能基を実質的に含まず、そして通常の混合手段を使用した水中への溶解に実質的に不適合であり、この溶解に対してほとんど親和性を有さず、そして/またはこの溶解の最小のみを可能にするモノマーを含む。別の非限定的な実施形態において、本発明の重合可能な成分において使用される疎水性モノマーとしては、当業者に公知な疎水性モノマーをいずれも挙げられ得る。疎水性官能基の非限定的な例としては、4個以上の炭素原子を有する炭化水素が挙げられる。このような官能基のさらなる例は、以降の疎水性モノマーの記載において挙げられる。

#### 【 0 0 2 8 】

疎水性モノマーの非限定的な例としては、フリーラジカル重合可能なモノマーが挙げら

50

れ、このモノマーとしては、以下が挙げられるがこれらに限定されない：ビニル芳香属性モノマー（例えば、スチレン、*p*-メチルスチレン、*t*-ブチルスチレンおよびビニルトルエン）；ビニルハライドおよびビニリデンハライド（例えば、塩化ビニルおよび塩化ビニリデン）；ビニルエステル；ビニルエーテル、ビニルブチラート、アクリル酸およびメタクリル酸のアルキルエステル（アルキル基に4個～17個の炭素原子を有するものであり、ブチルメタクリレート、ブチルアクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、シクロヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、ブチルヘキシルメタクリレート、ブチルヘキシルアクリレート、イソオクチルメタクリレート、イソオクチルアクリレート、イソデシルメタクリレート、イソデシルアクリレート、イソボロニルメタクリレート、イソボロニルアクリレート、ラウリルメタクリレートおよびラウリルアクリレートが挙げられる）；ならびにこれらの混合物。

10

**【0029】**

他の適切な疎水性モノマーとしては、実質的に加水分解不能な置換基（例えば、3個以上の炭素原子を含むアルコキシル基）を有する有機官能性シランが挙げられる。

**【0030】**

非限定的な実施形態において、重合可能な成分は少なくとも1種の共重合可能な材料を含み、この材料は、少なくとも1種の実質的に親水性のモノマーとも少なくとも1種の実質的に疎水性のモノマーとも異なる。別の非限定的な実施形態において、この共重合可能な材料は、実質的に親水性のモノマーと反応されて実質的に親水性のプレポリマーを形成し、そして/または実質的に疎水性のモノマーと反応されて実質的に疎水性のプレポリマーを形成する。

20

**【0031】**

別の非限定的な実施形態において、共重合可能な材料は、実質的に親水性のモノマーおよび実質的に疎水性のモノマーのうちの少なくとも1つと共重合可能である材料のいずれでもあり得る。1つの非限定的な実施形態において、共重合可能な材料は、構造骨格形成材料である。共重合可能な材料の非限定的な例は、以下から選択され得る：エチレン性（*ethylenically*）不飽和の基を含む材料；当業者に公知のイソシアネート含有材料、例えば、イソシアネートと、相当反応性の他の材料（例えば、ポリオール）との反応生成物（この反応生成物は少なくとも1つのイソシアネート基を有する）；当業者に公知のヒドロキシル基含有モノマー；当業者に公知のエポキシ基含有モノマー；当業者に公知のカルボキシ基含有モノマー；当業者に公知のカルボネート基含有モノマー、例えば、少なくとも1つのカルボネート基を含むポリオールとビニルモノマーとの反応生成物、ならびに少なくとも1つのカルボネート基を含むポリオールと、1つの反応性イソシアネート基および少なくとも1つの重合可能な二重結合（米国特許出願公開第2003/0136948号（これは本明細書中で参考として援用される）の段落[0041]～[0065]に記載されるもの）を含むイソシアネートとの反応生成物；またはこのような共重合可能な材料の混合物。

30

**【0032】**

1つの非限定的な実施形態において、共重合可能な材料としては、シリル基含有材料、例えば、少なくとも1つの重合可能な基を有する有機官能性シラン（例えば、先に記載した有機官能性シラン）が挙げられる。

40

**【0033】**

エチレン性不飽和の基を含むモノマーのような共重合可能な材料の非限定的な例としては、以下から選択される官能基を有するビニルモノマーおよびエチレン性不飽和モノマーが挙げられる：ヒドロキシル、カルボキシル、アミノ、メルカプト、（メタ）アクリロイルオキシ（例えば、アクリロイルオキシまたはメタクリロイルオキシ）、イソシアネートまたはこれらの混合（これらは当業者に公知である）。1つの非限定的な実施形態において、共重合可能な材料は、2つ以上の重合可能な同じ基、または2つ以上の重合可能な異なる基を有し得る。別の非限定的な実施形態において、共重合可能な材料は、（メタ）アクリル酸モノマーから選択され、このモノマーはヒドロキシル、アミノ、メルカプトまた

50



はこれらの混合から選択される少なくとも1つの官能基を有する。

【0034】

1つの非限定的な実施形態において、重合可能な成分の形成において使用される実質的に親水性のモノマーおよび/または実質的に疎水性のモノマーは、当業者に公知であるように、重合の際にそれぞれのポリマーのガラス転移温度によって提供される特性のために選択される。例えば、室温（例えば23）より高いガラス転移温度を有するポリマーを形成するモノマーは、剛性または硬性のポリマーを形成する傾向があり、一方室温より低いガラス転移温度を有するポリマーを形成するモノマーは、軟性または可撓性である傾向がある。ポリマー微粒子を形成するために使用されるモノマーの特性は、光感受性材料の性能に影響を与え得る。例えば、活性化状態および不活性化状態を示す立体構造変化に依存する有機性フォトクロミック材料の場合、1つの非限定的な実施形態において、軟性および可撓性環境がより可動性を可能にし、そして性能の向上を可能にし得るか、または剛性および硬性環境がより低い可動性を可能にし、そして性能の低下を引き起こし得る。重合可能な成分と、光感受性材料の性能に影響を与え得る特性を有する材料とを配合することは、その光感受性ポリマー微粒子に、得られる光感受性材料の性能を制御し得る環境を持たせることを可能にする。

10

【0035】

重合の際に、実質的に親水性のモノマーおよび実質的に疎水性のモノマーは、それぞれポリマーを形成し、それぞれのガラス転移温度は、大きく変動し得る。非限定的な一実施形態において、実質的に疎水性のモノマーの重合の際に形成されるポリマーのガラス転移温度は、実質的に親水性のモノマーの重合の際に形成されるポリマーのガラス転移温度以上である。代替的な非限定的な実施形態において、実質的に疎水性のモノマーの重合の際に形成されたポリマーのガラス転移温度は、実質的に親水性のモノマーの重合の際に形成されたポリマーのガラス転移温度より低い。

20

【0036】

さらなる非限定的な実施形態において、実質的に疎水性のモノマーは、重合の際に23未満、例えば、22.9 ~ 100 または22 ~ 90 のガラス転移温度を有するポリマーを形成するように適合される。なおさらなる非限定的な実施形態において、実質的に親水性のモノマーは、重合の際に23以上、例えば、23 ~ 130 または24 ~ 100 のガラス転移温度を有するポリマーを形成するように適合される。

30

【0037】

なおさらなる非限定的な実施形態において、実質的に親水性のモノマーおよび/または実質的に疎水性のモノマーは、実質的に柔軟性のない部分および/または実質的に可撓性の部分を形成するように適合されたウレタン材料であってもよい。適切な型の部分を形成するために、構成成分、例えばイソシアネートおよびポリオールを選択することにより、柔軟性のない部分または可撓性の部分を形成するためにウレタン材料を調製するという概念は、当業者に公知である。例えば、米国特許第6,187,444号の第3段49行目~第4段46行目にある硬質部分および軟質部分の考察を参照のこと、この開示は、本明細書中に参考として援用される。ウレタン材料の柔軟性のない部分は、使用する際に破壊することなく曲げるのが容易ではない剛性を、生じた材料に付与する材料である。ウレタン材料の可撓性の部分は、しなやかかつ曲げることが可能であるか、または直線から変形させることができるか、または破壊することなく形成することが可能な材料を生じる材料である。非限定的な実施形態において、実質的に疎水性のモノマーは、ウレタン材料（例えば、ウレタン（メタ）アクリレートプレポリマーであり、これは、可撓性部分を形成するように適合され、実質的に親水性のモノマーは、ウレタン材料（例えば、ウレタン（メタ）アクリレートプレポリマーであり、柔軟性のない部分を形成するように適合される。代替的な非限定的な実施形態において、実質的に疎水性のモノマーは、柔軟性のない部分を形成するように適合されるウレタン材料であり、実質的に親水性のモノマーは、可撓性部分を形成するように適合されたウレタン材料である。

40

【0038】

50

本発明のウレタン材料は、イソシアネートとポリオール、アミンおよび/またはチオールとを用いて調製され得、これらは大きく変動し得る。適切な材料および方法は、ウレタン調製の分野の当業者に公知である。

【0039】

ウレタン形成成分(例えば、ヒドロキシル基、メルカプト基および/またはアミノ基を有する有機成分およびイソシアネート)は、合わされて本発明のウレタン材料を生成し、その構成要素の相対量は、代表的に反応性のヒドロキシル基、メルカプト基および/またはアミノ基の利用可能な数に対する反応性のイソシアネート基の利用可能な数の比として表され、例えば、 $\text{NCO} : \text{X}$ の当量比として表され、 $\text{X}$ は、 $\text{OH}$ 、 $\text{SH}$ 、 $\text{NH}$ および/または $\text{NH}_2$ である。例えば、 $-\text{NCO}$ 当量の重量のイソシアネート成分が、 $-\text{X}$ 当量の重量のヒドロキシル基含有成分、メルカプト基含有成分および/またはアミノ基含有成分と反応する場合、 $1.0 : 1.0$ の $\text{NCO} : \text{X}$ の比が得られる。ウレタン材料は、大きく変動し得る $\text{NCO} : \text{X}$ の当量比を有する。例えば、非限定的な一実施形態において、 $\text{NCO} : \text{X}$ の当量比は、 $0.3 : 1.0$ と $3.0 : 1.0$ との間の範囲であり得、その間の範囲は全て含まれる。その比が $1.0 : 1.0$ より大きい場合、過剰のイソシアネート基は、当業者に公知であるように、ブロックされ得、そして/またはさらに例えば、尿素または有機官能性シランと反応して親水性基を形成し得る。

【0040】

イソシアネート成分の非限定的な例としては、遊離の、例えば、適切なブロッキング剤でブロックされたか、または部分的にブロックされたイソシアネート含有構成要素を有する修飾または非修飾のイソシアネートが挙げられ、当業者に公知であるように、以下：トルエン-2,4-ジイソシアネート；トルエン2,6-ジイソシアネート；ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート；ジフェニルメタン-2,4'-ジイソシアネート；パラフェニレンジイソシアネート；ピフェニルジイソシアネート；3,3'-ジメチル-4,4'-ジフェニレンジイソシアネート；テトラメチレン-1,4-ジイソシアネート；ヘキサメチレン-1,6-ジイソシアネート；2,2,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアネート；リジンメチルエステルジイソシアネート；ビス(イソシアネートエチル)フマレート；イソホロンジイソシアネート；エチレンジイソシアネート；ドデカン-1,12-ジイソシアネート；シクロブタン-1,3-ジイソシアネート；2-ヘプチル-3,4-ビス(9-イソシアネートノニル)-1-ペンチル-シクロヘキサン；シクロヘキサン-1,3-ジイソシアネート；シクロヘキサン-1,4-ジイソシアネート；ジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアネートまたはメチレンビス(4-シクロヘキシルイソシアネート)；メチルシクロヘキシルジイソシアネート；ヘキサヒドロトルエン-2,4-ジイソシアネート；ヘキサヒドロトルエン-2,6-ジイソシアネート；ヘキサヒドロフェニレン-1,3-ジイソシアネート；ヘキサヒドロフェニレン-1,4-ジイソシアネート；m-テトラメチルキシレンジイソシアネート；p-テトラメチルキシレンジイソシアネート；パーヒドロジフェニルメタン-2,4'-ジイソシアネート；パーヒドロジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネートまたはこれらの混合物から選択される。

【0041】

さらなる非限定的な実施形態において、ウレタン材料が触媒の存在下で形成される場合、この触媒は、以下：ルイス塩基、ルイス酸および挿入触媒から選択され得、これらは、Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry、第5版、1992、A21巻、p. 673~674に記載され、この開示は、本明細書中に参考として援用される。

【0042】

ウレタン形成成分として本発明に使用され得る有機ポリオールの非限定的な例としては、(a)ポリカーボネートポリオール；(b)低分子量ポリオール(例えば、500未満の重量平均分子量を有するポリオール(例えば、 $\text{C}_2 - \text{C}_{10}$ 脂肪族ジオールなどの脂肪族ジオール、脂肪族トリオール、多価アルコールおよびアルコキシル化低分子量ポリオー

10

20

30

40

50

ル) ) ; ( c ) ポリエステルポリオール ; ( d ) ポリエーテルポリオール ; ( e ) アミド含有ポリオール ; ( f ) ポリアクリル酸ポリオール ; ( g ) エポキシポリオール ; ( h ) 多価ポリビニルアルコール ; ( i ) ウレタンポリオール ; または ( j ) これらの混合物が挙げられる。上述のポリカーボネートポリオールは、米国特許第 5 , 1 4 3 , 9 9 7 号第 3 段 4 3 行目 ~ 第 6 段 2 5 行目、および米国特許第 5 , 5 2 7 , 8 2 9 号第 2 段 1 0 行目 ~ 第 3 段 4 8 行目に開示されるように、当該分野で公知の方法によって形成され得る。他のポリオールは、また米国特許第 6 , 1 8 7 , 4 4 4 号第 7 段 2 5 行目 ~ 第 1 2 段 1 5 行目に記載されるように、当該分野で公知の方法によって調製され得る。このような開示は、本明細書中に参考として援用される。

#### 【 0 0 4 3 】

10

非限定的な一実施形態において、本発明のウレタン材料を調製するために使用される有機ポリオール（例えば、ジオール、トリオールなど）は、プレポリマーまたはイソシアネートを有する付加化合物を形成するために使用され得る。別の非限定的な実施形態において、実質的に親水性のプレポリマーまたは実質的に疎水性のプレポリマーは、それぞれ親水性モノマー（例えば、ジメチロールプロピオン酸）または疎水性モノマー（例えば、C<sub>8</sub> 脂肪族ジオール）を、プレポリマーのイソシアネート反応基と反応させることによって調製され得る。このようなプレポリマーは、実質的に親水性または実質的に疎水性のウレタン（メタ）アクリレートプレポリマー（例えば、ウレタンアクリレートプレポリマー、ウレタンメタクリレートプレポリマーまたはこれらの混合物）であり得る。

#### 【 0 0 4 4 】

20

これまでに述べたように、本発明の水性組成物は、少なくとも一種の光感受性材料の有効量を含む。「有効量の光感受性材料」という用語は、重合可能な成分中の光感受性材料の量であって、適切な波長の電磁放射線を照射したときに、機器または目視による観察によって検出可能な応答（例えば、光感受性材料によって放出される放射線の波長または量の変化、光感受性材料を通過する放射線の波長の変化または光感受性材料の観察される色の変化）を生じる光感受性ポリマー微粒子を生じる量を意味する。「光感受性材料」という用語は、光感受性有機材料、光感受性無機材料またはこれらの混合物を包含するが、着色剤（例えば、顔料および定着した色彩（*t i n t*）の色素および従来の二色性色素（二色性の特性が本明細書中以下で考察するようなフォトクロミック材料と関連しない限り））は、包含しない。非限定的な一実施形態において、光感受性材料は、蛍光色素、リン光性色素、非線形光学材料、フォトクロミック材料またはこれらの混合物から選択される。

30

#### 【 0 0 4 5 】

別の非限定的な実施形態において、光感受性材料はさらに上記の重合可能な基を一種以上含む。重合可能な基を光感受性材料に結合させるための種々の方法は、当業者に公知である。例えば、米国特許第 6 , 1 1 3 , 8 1 4 号第 8 段 4 2 行目 ~ 第 2 2 段 7 行目を参照のこと。この開示は、本明細書中に参考として援用される。使用され得るさらなる方法は、非光感受性材料に官能基を結合させるための方法であり、例えば、米国特許第 5 , 9 1 9 , 8 4 6 号第 2 段 3 5 行目 ~ 第 4 段 4 2 行目に記載される方法である。非限定的な一実施形態において、光感受性材料は、上記重合可能な成分の鎖様の重合性材料に少なくとも部分的に結合され得る。

40

#### 【 0 0 4 6 】

当業者に公知であるように、蛍光色素およびリン光性色素は、原子または分子が高い電子状態から低い電子状態まで経るときに、可視光を放射する。蛍光色素からの放射に対する暴露後の発光の放射がリン光色素からの放射より早く生じることが二つの色素の間の違いである。

#### 【 0 0 4 7 】

当業者に公知である蛍光色素は、本発明の光感受性材料として使用され得る。H a u g l a n d , R . P . ( 1 9 9 6 ) M o l e c u l a r P r o b e s H a n d b o o k f o r F l u o r e s c e n t P r o b e s a n d R e s e a r c h C h

50

emicals、第6版を参照のこと。蛍光色素の非限定的な例としては、アントラセン、テトラセン、ペンタセン、ローダミン、ベンゾフェノン、クマリン、フルオレセイン、ペリレンおよびこれらの混合物が挙げられる。

#### 【0048】

当業者に公知のリン光性色素は、本発明における光感受性材料として使用され得る。リン光性色素の非限定的な例としては、以下：金属リガンド錯体（例えば、トリス（2-フェニピリジン）イリジウム  $[\text{Ir}(\text{ppy})_3]$ ；2, 3, 7, 8, 12, 13, 17, 18-オクタエチル-21H, 23H-ポルフィリン白金(II)  $[\text{PtOEP}]$ ）および有機色素（例えば、エオシン（2', 4', 5', 7'-テトラプロモフルオレセイン）、2, 2'-ビピリジンおよびエリスロシン（2', 4', 5', 7'-テトラヨードフルオレセイン））が挙げられる。

10

#### 【0049】

非線形光学材料(NLO)は、明確な結晶構造を有し得、これは、電磁放射線に関して光学的に異方性であるが、また非結晶質（例えば、ガリウム砒素）ならびに種々の発色団（例えば、disperse red 1 [2873-52-8] 4-(N-エチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノ-4'-ニトロアゾベンゼンを組み込んだポリマーであってもよい。本明細書中で使用される場合、用語「異方性」とは、少なくとも一つの異なる向きで測定する場合に値が異なる少なくとも一つの特性を有することを意味する。従って、「光学的に異方性の材料」は、少なくとも一つの異なる向きで測定する場合に値が異なる少なくとも一つの光学特性を有する材料である。NLO材料の異方性の性質に基づく、当業者に公知であるように、材料の順序付けまたは整列は、これらの材料の非線形挙動を十分に利用するために使用される。いくつかのNLO材料は、これらを通過する光を、向き、温度、波長などに依存して変化させる。NLO材料のこの特性の非限定的な例は、低波長の赤色光がリン酸二水素アンモニウムの結晶に入り、高エネルギーを蓄積した光子を放出し、より高い波長の青色光として出ることである。D. Arivualli、「Fundamentals of nonlinear optical materials」、PRAMANA-journal of physics、第57巻、第5号および6号、2001年11月、12月、p871-873を参照のこと、この開示は、本明細書中に参考として援用される。

20

#### 【0050】

当業者に公知のNLO材料は、本発明の光感受性材料として使用され得る。Nalwa, H. S. および Miyata, S. 編、Nonlinear Optics of Organic Molecules and Polymers、CRC、1997を参照のこと。上記の材料に加えて、NLO材料の非限定的な例としては、以下：4-ジメチルアミン-4-ニトロスチルベン；4-[4-(フェニルアゾ)-1-ナフチルアゾ]フェノール；N-エチル-N-(2-ヒドロキシエチル)-4-(4-ニトロフェニルアゾ)アニリン；および(S)-( )-1-(4-ニトロフェニル)-2-ピロリジンメタノールが挙げられる。

30

#### 【0051】

フォトクロミック材料は、少なくとも2種の状態を有し、第一の状態は、第一の吸収スペクトルを有し、第二の状態は、第一の吸収スペクトルとは異なる第二の吸収スペクトルを有し、少なくとも二種の異なる波長の少なくとも化学線に応答して、二つの状態を切り替え得る。例えば、第一の吸収スペクトルにおけるフォトクロミック材料の異性体A（例えば、「透明」状態）は、第一の波長の光に暴露され、第二の吸収スペクトルにおける異性体B（例えば、「着色」状態）に異性化し、これは、第二の異なる波長の光に暴露される場合、または第一の波長の光に暴露される場合、異性体Aに戻る異性化を中断する。代表的に、透明状態のフォトクロミック材料は、「非活性化」と考えられ、着色状態のフォトクロミック材料は、「活性化」と考えられる。フォトクロミック材料の種類には、熱可逆的なフォトクロミック材料および非熱可逆的なフォトクロミック材料が存在する。熱可逆的なフォトクロミック材料は、少なくとも化学線に応答して第一の状態と第二の

40

50

状態との間を切り替え、熱エネルギー（例えば、任意の形態の熱）または活性化放射の除去にตอบสนองして第一の状態に戻り得る。非熱可逆的（すなわち光可逆的）フォトクロミック材料は、化学線にตอบสนองして状態を切り替えるように適合されるが、熱エネルギーにตอบสนองして状態を切り替えるようには適合しない。本明細書中で使用される場合、「化学線」は、電磁放射線を意味し、例えば、フォトクロミック材料にตอบสนองを引き起こし得る紫外線および可視光線であるが、これらに限定されない。

#### 【0052】

さらなる非限定的な実施形態において、熱可逆的なフォトクロミック材料および非熱可逆的なフォトクロミック材料の両方は、適切な条件下で、フォトクロミック特性および二色性特性（例えば、少なくとも部分的に直線的な偏光）の両方を示すように適合され得、そしてこれはフォトクロミック - 二色性材料と称される。本明細書中で使用される場合、「少なくとも部分的に直線的な偏光」は、光波の電場ベクトルのある程度から全ての振動を1方向または1平面に限定することを意味する。以下により詳細に考察されるように、光学的に異方性の材料を含む光感受性物品（例えば、非線形性の光学的材料および/またはフォトクロミック - 二色性材料）は、少なくとも部分的に整列され得る。

#### 【0053】

フォトクロミック材料の非限定的な例としては、本発明において光感受性材料として使用され得る種々の広範なフォトクロミック材料が挙げられる。1つの非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料は、無機フォトクロミック材料、有機フォトクロミック材料、またはそれらの混合物から選択される。

#### 【0054】

1つの非限定的な実施形態において、無機フォトクロミック材料は、銀ハライド結晶、カドミウムハライド結晶および/または銅ハライド結晶を含む。他の非限定的な無機フォトクロミック材料は、無機ガラス（例えば、ソーダ - 石英ガラス）へのユーロピウム（II）および/またはセリウム（III）の添加によって調製され得る。1つの非限定的な実施形態において、無機フォトクロミック材料は、融解ガラスに添加されて、本発明の水溶性組成物に組み込まれる粒子へと形成され、このような粒子を含む微粒子を形成する。これらのガラス粒子は、公知の種々の多くの方法により形成され得る。無機フォトクロミック材料は、さらに、Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology、第4版、第6巻、322～325頁に記載される。

#### 【0055】

別の非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料は、300ナノメートル～1000ナノメートルの範囲に少なくとも1つの活性化吸収極大を含む、少なくとも1つの有機フォトクロミック材料であり、当業者に公知のとおりである。さらなる非限定的な実施形態において、有機フォトクロミック材料は、以下（a）および（b）の混合物を含む：（a）400ナノメートル～550ナノメートル未満の可視 極大を有する少なくとも1つの有機フォトクロミック材料、および（b）550ナノメートル～700ナノメートルの可視 極大を有する少なくとも1つの有機フォトクロミック材料。

#### 【0056】

さらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料は、以下のクラス of 材料を含み得る：ピラン、オキサジン、フルギド、フルギミド（fulgimide）、ジアリールエテン、またはそれらの混合物。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態に従い、フォトクロミック材料（単数または複数）は、熱可逆的なフォトクロミック材料および/または非熱可逆的なフォトクロミック材料であり得る。1つの非限定的な実施形態に従い、フォトクロミック材料（単数または複数）は、熱可逆的なピラン、熱可逆的なオキサジン、熱可逆的なフルギド、熱可逆的なフルギミド、またはそれらの混合物から選択される。別の非限定的な実施形態に従い、フォトクロミック材料（単数または複数）は、非熱可逆的なフルギド、非熱可逆的なフルギミド、非熱可逆的なジアリールエテン、またはそれらの混合物である。さらなる非限定な実施形態に従い、フォトクロミック材料は、フォトクロミック - 二色性材料である。

## 【 0 0 5 7 】

本明細書中で使用されるフォトクロミックピランの非限定的な例としては、ベンゾピランおよびナフトピランが挙げられ、例えば、ナフト[ 1 , 2 - b ]ピラン、ナフト[ 2 , 1 - b ]ピラン、ならびにインデノ縮合ナフトピラン（例えば、米国特許第 5 , 6 4 5 , 7 6 7 号の第 2 段 1 6 行～第 1 2 段 5 7 行に開示されるもの）および複素環縮合ナフトピラン（例えば、米国特許第 5 , 7 2 3 , 0 7 2 号の第 2 段 2 7 行～第 1 5 段 5 5 行、米国特許第 5 , 6 9 8 , 1 4 1 号の第 2 段 1 1 行～第 1 9 段 4 5 行、米国特許第 6 , 1 5 3 , 1 2 6 号の第 2 段 2 6 行～第 8 段 6 0 行、および米国特許第 6 , 0 2 2 , 4 9 7 号の第 2 段 2 1 行～第 1 1 段 4 6 行に開示されるもの（これらの開示は、本明細書中で参考として援用される））、およびスピロ - 9 - フルオレノ[ 1 , 2 - b ]ピラン、フェナントロピラン、キノリノピラン；フルオロアンテノピランおよびスピロピラン（例えば、スピロ（ベンゾインドリン）ナフトピラン、スピロ（インドリン）ベンゾピラン、スピロ（インドリン）ナフトピラン、スピロ（インドリン）キノリノピランおよびスピロ（インドリン）ピランが挙げられる。ナフトピランおよび相補的な有機フォトクロミック物質は、米国特許第 5 , 6 5 8 , 5 0 1 号（この開示は、本明細書中で参考として援用される）の第 1 段 6 4 行～第 1 3 段 1 7 行に開示される。スピロ（インドリン）ピランはまた、Techniques in Chemistry、第 III 巻「Photochromism」第 3 章、Glenn H. Brown 編、John Wiley and Sons, Inc., New York, 1971（これもまた、本明細書中で参考として援用される）のテキストに開示される。

10

20

## 【 0 0 5 8 】

本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組合わせて使用され得るフォトクロミックオキサジンの非限定的な例としては、ベンゾオキサジン、ナフトオキサジン、およびスピロオキサジンが挙げられ、例えば、スピロ（インドリン）ナフトオキサジン、スピロ（インドリン）ナフトオキサジン、スピロ（ベンゾインドリン）ピリドベンゾオキサジン、スピロ（ベンゾインドリン）ナフトオキサジン、スピロ（インドリン）ベンゾオキサジン、スピロ（インドリン）フルオロアンテノオキサジン、およびスピロ（インドリン）キノキサジンが挙げられる。

## 【 0 0 5 9 】

本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組合わせて使用され得る熱可逆的なフォトクロミックフルギドまたはフォトクロミックフルギミドの非限定的な例としては、米国特許第 4 , 6 8 5 , 7 8 3 号（これは、本明細書中で参考として援用される）の第 1 段 5 7 行～第 5 段 2 7 行に開示されるフルギドおよびフルギミド、ならびに前述のフォトクロミック材料 / 化合物の任意の混合物が挙げられる。

30

## 【 0 0 6 0 】

フォトクロミック材料が少なくとも 2 つのフォトクロミック化合物を含む 1 つの具体的な非限定的な実施形態に従い、これらのフォトクロミック化合物は、個々のフォトクロミック化合物上の連結基置換基を介して互いと連結され得る。例えば、フォトクロミック材料は、重合可能なフォトクロミック化合物、または母材と適合可能であるように適合されるフォトクロミック化合物（「適合化されたフォトクロミック材料」）であり得る。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組合わせて使用され得る重合可能なフォトクロミック材料の非限定的な例は、米国特許第 6 , 1 1 3 , 8 1 4 号（この開示は本明細書中で参考として援用される）の第 2 段 2 3 行～第 2 3 段 2 9 行に開示される。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組合わせて使用され得る適合化フォトクロミック材料の非限定的な例は、米国特許第 6 , 5 5 5 , 0 2 8 号（この開示は本明細書中で参考として援用される）の第 2 段 4 0 行～第 2 5 段 2 6 行に開示される。1 つの非限定的な実施形態において、実質的に親水性である重合可能なフォトクロミック材料は、重合可能な成分中の実質的に親水性のモノマーとして使用され得る。別の非限定的な実施形態において、実質的に疎水性である重合可能なフォトクロミック材料は、重合可能な成分中の実質的に疎水性のモノマーとして使用され得る。

40

50

## 【 0 0 6 1 】

他の適切なフォトクロミック基および相補的なフォトクロミック基は、米国特許第 6 , 0 8 0 , 3 3 8 号の第 2 欄 2 1 行目 ~ 第 1 4 欄 4 3 行目、同第 6 , 1 3 6 , 9 6 8 号の第 2 欄 4 3 行目 ~ 第 2 0 欄 6 7 行目、同第 6 , 2 9 6 , 7 8 5 号の第 2 欄 4 7 行目 ~ 第 3 1 欄 5 行目、同第 6 , 3 4 8 , 6 0 4 号の第 3 欄 2 6 行目 ~ 第 1 7 欄 1 5 行目、同第 6 , 3 5 3 , 1 0 2 号の第 1 欄 6 2 行目 ~ 第 1 1 欄 6 4 行目および同第 6 , 6 3 0 , 5 9 7 号の第 2 欄 1 6 行目 ~ 第 1 6 欄 2 3 行目に記載される。上記の特許の上記開示は、参考として本明細書に援用される。

## 【 0 0 6 2 】

なおさらに適切なフォトクロミック材料としては、フォトクロミック - 二色性材料 ( 例  
えば、2004 年 5 月 1 7 日に出願された米国特許出願連続番号 P - 1 0 8 , 9 3 6 ( こ  
の開示は、参考として本明細書に援用される ) の [ 0 0 2 0 ] 段落 ~ [ 0 1 3 4 ] 段落に  
記載される材料 ) が挙げられる。このような材料は、本明細書の以降に記載されるよう  
に、少なくとも部分的に整列される微粒子に偏光特性を提供するために使用され得る。この  
ようなフォトクロミック - 二色性化合物の非限定的な例としては、以下が挙げられる :

( 1 ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - ( 4 - ( 3 - ピペリジン - 4 - イル - プロピル ) ピペリ  
ジノ ) フェニル ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - インデノ [ 2 ' , 3 ' : 3 , 4 ] - ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( 2 ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - ( 4 - ( 3 - ( 1 - ( 2 - ヒドロキシエチル ) ピペリジ  
ン - 4 - イル ) プロピル ) ピペリジノ ) フェニル ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - インデノ [ 2 ' , 3 ' : 3 , 4 ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( 3 ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - ( 4 - ( 4 - ブチル - フェニルカルバモイル ) - ピペリ  
ジン - 1 - イル ) フェニル ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - 6 - メトキシ - 7 - ( 4 - フェニ  
ル - ピペラジン - 1 - イル ) インデノ [ 2 ' , 3 ' : 3 , 4 ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラ  
ン ;

( 4 ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - ( [ 1 , 4 ' ] ビピペリジニル - 1 ' - イル ) フェニル  
 ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - 6 - メトキシ - 7 - ( [ 1 , 4 ' ] ビピペリジニル - 1 ' -  
イル ) インデノ [ 2 ' , 3 ' : 3 , 4 ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( 5 ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - ( 4 - フェニル - ピペラジン - 1 - イル ) フェニル ) -  
1 3 , 1 3 - ジメチル - 6 - メトキシ - 7 - ( 4 - ( 4 - ヘキシルベンゾイルオキシ ) -  
ピペリジン - 1 - イル ) インデノ [ 2 ' , 3 ' : 3 , 4 ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

または

( 6 ) このようなピランの混合物。

## 【 0 0 6 3 】

上記のフォトクロミック材料に加えて、熱不可逆性ジアリアルエテンフォトクロミック  
材料の非限定的な例は、米国特許出願第 2 0 0 3 / 0 1 7 4 5 6 0 号の [ 0 0 2 5 ] 段落  
~ 段落 [ 0 0 8 6 ] に記載され、そして熱不可逆性フルギドまたはフンギミドは米国特許  
第 5 , 6 3 1 , 3 8 2 号の第 2 欄 3 5 行目 ~ 第 1 2 欄 8 行目に記載される ( これらの開示  
は、参考として本明細書に援用される ) 。

## 【 0 0 6 4 】

さらなる非限定的な実施形態において、光感受性材料は、以下から選択されるピランを  
含むフォトクロミック材料である :

( a ) 3 , 3 - ジ ( 4 - メトキシフェニル ) - 6 , 1 1 , 1 3 - トリメチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) エトキシ ) - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( b ) 3 - フェニル - 3 - ( 4 - モルホリノフェニル ) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 3 -  
ブチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) エトキシ ) - 3 H ,  
1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( c ) 3 , 3 - ジ ( 4 - メトキシフェニル ) - 6 - メトキシ - 7 - モルホリノ - 1 3 -  
エチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) - 3 H , 1 3 H - インデノ

10

20

30

40

50

[ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( d ) 3 - ( 4 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) フェニル ) - 3 - ( 4 - モルホリノフェニル ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( e ) 3 - ( 4 - メトキシフェニル ) - 3 - ( 4 - フルオロフェニル ) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 3 - エチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ;

( f ) 3 , 3 - ジ ( 4 - メトキシフェニル ) - 6 , 1 1 , 1 3 - トリメチル - 1 3 - ヒドロキシ - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ; または

( g ) このようなピランの混合物。

10

#### 【 0 0 6 5 】

少なくとも一つの重合可能な基を含むフォトクロミック材料および重合可能な基を含まないフォトクロミック材料を作製する方法は、当業者に周知である。例えば、限定せずに、3 , 3 - ジ ( 4 - メトキシフェニル ) - 6 , 1 1 , 1 3 - トリメチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) エトキシ ) エトキシ - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 A ) は、米国特許第 6 , 1 1 3 , 8 1 4 号の実施例 8 ( この実施例は、参考として本明細書に援用される ) のプロセス ( このプロセスの工程 7 において、ジエチレングリコールの代わりにトリエチレングリコールを使用することを除いて ) にしたがって調製され得る。

#### 【 0 0 6 6 】

20

さらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料 ( 例えば、3 - フェニル - 3 - ( 4 - モルホリノフェニル ) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 3 - ブチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) エトキシ ) エトキシ - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 B ) ) は、フォトクロミック材料 A についての上記のプロセスと同じプロセス ( 米国特許第 6 , 2 9 6 , 7 8 5 号の実施例 1 6 ( この実施例は、参考として本明細書に援用される ) の生成物が米国特許第 6 , 1 1 3 , 8 1 4 号の実施例 8 のプロセスの工程 7 で使用されることを除いて ) を使用して調製され得る。

#### 【 0 0 6 7 】

なおさらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料 ( 例えば、3 , 3 - ジ ( 4 - メトキシフェニル ) - 6 - メトキシ - 7 - モルホリノ - 1 3 - エチル - 1 3 - ( 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ) - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 C ) ) は、2 - モルホリノ - 3 - メトキシ - 5 , 7 - ジヒドロキシ - 7 - エチル - 7 H - ベンゾ [ C ] フルオレン ( これは、適切に置換した出発材料を使用して、米国特許第 6 , 2 9 6 , 7 8 5 号の実施例 9 ( この実施例は、参考として本明細書に援用される ) の工程 2 にしたがって調製され得る ) と 1 , 1 - ビス ( 4 - メトキシフェニル ) - 2 - プロピン - 1 - オール ( これは、当業者に公知の手順を使用して、米国特許第 5 , 4 5 8 , 8 1 4 号の実施例 1 ( この実施例は、参考として本明細書に援用される ) の工程 1 の方法にしたがって調製され得る ) とを反応させることによって調製され得る。

30

40

#### 【 0 0 6 8 】

別の非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料 ( 例えば、( d ) 3 - ( 4 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) - フェニル - 3 - ( 4 - モルホリノフェニル ) - 1 3 , 1 3 - ジメチル - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 D ) ) は、当業者に公知の手順を使用して、7 , 7 - ジメチル - 5 - ヒドロキシ - 7 H - ベンゾ [ C ] フルオレンと 1 - ( 4 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) - フェニル - 1 - ( 4 - モルホリノフェニル ) - 2 - プロピン - 1 - オールとを反応させることによって調製され得る。

#### 【 0 0 6 9 】

同様に、さらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料 ( 例えば、3 -

50



(4 - フルオロフェニル) - 3 - (4 - メトキシフェニル) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 3 - エチル - 1 3 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ) - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 E ) ) は、フォトクロミック材料 A に対して使用されるプロセス ( 3 - (4 - フルオロフェニル) - 3 - (4 - メトキシフェニル) - 6 , 7 - ジメトキシ - 1 3 - エチル - 1 3 - ヒドロキシ - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピランおよびジエチレングリコールをこのプロセスで使用するのを除いて ) にしたがって調製され得る。

【 0 0 7 0 】

別の非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料 (例えば、(f) 3 , 3 - ジ (4 - メトキシフェニル) - 6 , 1 1 , 1 3 - トリメチル - 1 3 - ヒドロキシ - 3 H , 1 3 H - インデノ [ 2 , 1 - f ] ナフト [ 1 , 2 - b ] ピラン ( フォトクロミック材料 F ) ) は、米国特許第 5 , 6 4 5 , 7 6 7 号の実施例 5 ( この実施例は、参考として本明細書に援用される ) の方法にしたがって調製され得る。

【 0 0 7 1 】

本明細書に記載される光感受性材料は、種々の材料から選択され得る。非限定的な例としては、単一の光感受性化合物、光感受性化合物の混合物、少なくとも 1 つの光感受性化合物を含む材料 (例えば、ポリマー性樹脂または有機モノマーの溶液)、少なくとも 1 つの光感受性化合物が化学結合されたモノマーもしくはポリマーのような材料、光感受性ポリマー (例えば、ともに結合したフォトクロミック化合物を含むフォトクロミックポリマー) またはこれらの混合物が挙げられる。

【 0 0 7 2 】

一つの実施形態において、光感受性材料が少なくとも 1 つの重合可能な基を含む有機フォトクロミック材料であり、そして共重合可能な材料が存在する場合、重合可能な成分は、重合可能な成分の固体総重量が 1 0 0 パーセントであることに基づき、2 重量パーセント ~ 2 5 重量パーセントの実質的に親水性のプレポリマー、2 重量パーセント ~ 2 5 重量パーセントの実質的に疎水性のプレポリマー、1 重量パーセント ~ 4 5 重量パーセントのフォトクロミック材料および 5 重量パーセント ~ 9 5 重量パーセントの 1 つ以上の共重合可能なモノマーを含む。別の非限定的な実施形態において、重合可能な成分は、1 0 重量パーセント ~ 2 5 重量パーセントの実質的に親水性のプレポリマー、1 0 重量パーセント ~ 2 5 重量パーセントの実質的に疎水性のプレポリマー、5 重量パーセント ~ 1 5 重量パーセントのフォトクロミック材料および 3 5 重量パーセント ~ 7 5 重量パーセントの 1 つ以上の共重合可能なモノマーを含む。重合可能な成分の個々の成分は、各々、上記の範囲を含めたそれぞれの範囲の任意の組み合わせ間の全ての数量に及び得る。一つの実施形態において、フォトクロミック有機物は、重合可能な成分の固体総重量のうちの 5 0 重量パーセントまでの量で存在する。

【 0 0 7 3 】

本発明のさらなる非限定的な実施形態は、完全な表面ドメインと内部ドメインとを備える少なくとも部分的に重合した成分を含む少なくとも部分的に架橋された光感受性ポリマー微粒子であり、この表面ドメインは少なくとも 1 つの実質的に親水性の領域を含み、この内部ドメインは少なくとも 1 つの実質的に疎水性の領域を含み、そしてこの表面ドメインおよび / またはこの内部ドメインの少なくとも一方は光感受性である。さらなる非限定的な実施形態において、光感受性である表面ドメインおよび / または内部ドメインは、蛍光材料、リン光性材料、非線形光学材料、フォトクロミック材料またはこれらの混合物から選択される少なくとも 1 つの光感受性材料の有効量を含む。さらなる非限定的な実施形態において、内部ドメインは、光感受性であるように適合される。なおさらなる非限定的な実施形態において、光感受性材料は実質的に抽出不能であり、なお別の非限定的な実施形態において、光感受性材料はフォトクロミック材料である。

【 0 0 7 4 】

少なくとも部分的に架橋されたポリマー微粒子は、水性環境における、重合可能な成分の自己集合および部分的な重合により形成される。微粒子の自己集合の間、実質的に親水

10

20

30

40

50

性の領域は外部に配向して表面ドメインを形成し、そして実質的に疎水性の領域は内部に配向して内部ドメインを形成する。本明細書において使用される場合、用語「表面ドメイン」は、微粒子の外部の連続的な領域を意味し、そして「内部ドメイン」は、微粒子の内部の連続的な領域を包含し、これらのドメインの全ては欠けるところが無い。

#### 【0075】

なおさらなる非限定的な実施形態において、少なくとも1つの光感受性材料は、実質的に抽出不能であるように適合される。別の非限定的な実施形態において、抽出不能な光感受性材料は、フォトクロミック材料である。さらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料は、有機フォトクロミック材料であり、なおさらなる非限定的な実施形態において、有機フォトクロミック材料は、少なくとも1つの重合可能な基により置換される。実質的に抽出不能とは、実質的に抽出不能な光感受性材料の微粒子が、実質的に抽出可能である同一の光感受性材料の微粒子に比べて、より少ない光感受性材料を放出することを意味する。なぜなら、抽出を防止する手段（例えば、光感受性材料に、本明細書の以降に記載される重合可能な成分と反応し得る少なくとも1つの重合可能な基を提供する工程）が取られなかったからである。

#### 【0076】

光感受性ポリマー微粒子からの光感受性材料（例として、有機フォトクロミック材料を使用する）の相対的な抽出性は、実質的に抽出不能なフォトクロミック材料（例えば、本明細書の先に記載されるフォトクロミックA（これは、重合可能な成分と反応し得る少なくとも1つの重合可能な基を有する））のフォトクロミックポリマー微粒子の有効量をこの実施例で使用されるフィルム形成型のコーティング組成物の一方の部分に含め、そして実質的に抽出可能なフォトクロミック材料（例えば、本明細書の先に記載されるフォトクロミックF（重合可能な成分と反応し得る重合可能な基を有さない））のフォトクロミックポリマー微粒子の有効量をこのコーティング組成物のもう一方の部分に含めることにより試験され得る。この説明における用語「有効量」は、活性化時に裸眼で識別できるフォトクロミック効果を生成するのに十分な量のフォトクロミックポリマー微粒子が使用されることを意味する。各々の型のフォトクロミックポリマー微粒子を含むコーティング組成物は、少なくとも部分的なコーティングとしてレンズに適用され、そして本明細書の実施例に記載されるように少なくとも部分的に硬化させる。少なくとも部分的に硬化し、コーティングされたレンズおよび同一の材料からなるコーティングされていないレンズを、それらの適切な波長（例えば、390ナノメートル（nm））での吸光度について各々測定し、フォトクロミック材料の最初の量およびレンズ材料の吸光度を測定する。コーティングされていないレンズの吸光度は、各々のコーティングされたレンズの吸光度から差し引かれ、このようなレンズ材料中に代表的に存在する紫外線安定剤を考慮に入れる。コーティングされたレンズおよびコーティングされていないレンズは、個々の容器の等量の溶媒に浸される。この溶媒（例えば、テトラヒドロフラン（THF））中で、光感受性材料は少なくとも部分的に可溶性であり、溶媒は23°C（例えば、室温）に維持される。30分間隔で、各々のレンズを取り出し、乾燥させて、390nmにおけるそれらの吸光度について試験する。そして、コーティングされていないレンズの吸光度を少なくとも部分的にコーティングされたレンズのそれぞれの吸光度から差し引く。これを、コーティングされたレンズについての吸光度の読みが顕著に変化しなくなるまで続け、このことは、抽出可能な量のフォトクロミック材料が抽出されたことを意味する。

#### 【0077】

本発明の光感受性ポリマー微粒子に関して、一つの非限定的な実施形態において、光感受性ポリマー微粒子により放出される抽出可能な光感受性材料の量と比較した、光感受性ポリマー微粒子から放出される実質的に抽出不能な光感受性材料の量は、わずかに少ないから有意に少ないまで変動し得る。別の言い方をすれば、実質的に抽出不能な光感受性材料を含む微粒子は、抽出可能なフォトクロミック材料を含む微粒子より10%～100%少ない光感受性材料を放出し得る。

#### 【0078】

別の非限定的な実施形態において、光感受性材料のサイズの結果として、少なくとも部分的に架橋されたポリマー微粒子に生じるポリマーネットワーク内に捕捉されることによる捕捉により、光感受性材料は実質的に抽出不能にされ得る。例えば、一つの非限定的な実施形態において、粒子状の光感受性材料（例えば、無機フォトクロミック材料を含む粒子状のガラス）あるいはサイズにより捕捉されることが予測される数の平均分子量および/または立体配置を有するフォトクロミックオリゴマーまたはフォトクロミックポリマーである。別の非限定的な実施形態において、光感受性材料は、例えば、表面ドメインおよび/または内部ドメインと反応性の少なくとも1つの官能基による共有結合によって、ポリマーネットワークへ少なくとも部分的に結合している。さらなる非限定的な実施形態において、光感受性材料は、要因（物理的なサイズ、水素結合および共有結合が挙げられる）の組み合わせにより保持される。

10

#### 【0079】

一つの非限定的な実施形態において、実質的に抽出不能な有機光感受性材料（例えば、有機フォトクロミック材料）が、それが添加された物理的な相（physical phase）に残ることが観察された。例えば、内部ドメインの実質的に疎水性の領域と会合する実質的に抽出不能な有機フォトクロミック材料は、表面ドメインの実質的に親水性の領域に移動し、結晶化する傾向を示さない。

#### 【0080】

本発明の光感受性ポリマー微粒子のサイズは、広範に変動し得る。例えば、代替の非限定的な実施形態において、本発明の微粒子のサイズは、10ナノメートル（nm）～10,000nm、または20nm～5000nm、または30nm～1500nm、または40nm～1000nm、または50nm～500nm、または60nm～200nmの平均粒子サイズ（例えば、レーザー回折粒子サイズ装置（これは、各々の粒子が球状の形状を有すると仮定して粒子のサイズを測定し、粒子を完全に囲む最小の球体の直径をいう「粒子サイズ」を得る）により決定される体積平均粒子サイズ）の範囲に及び得る。光感受性ポリマー微粒子の平均粒子サイズは、示される値を含む、あらゆる上記の値の間で変動する範囲（例えば、60nm～120nm）を有する。

20

#### 【0081】

光感受性ポリマー微粒子の平均粒子サイズが50nm未満である場合、このサイズは、紫外線またはX線レーザー散乱法、原子間力顕微鏡、中性子散乱あるいは当業者に公知の他の方法により決定され得る。平均粒子サイズが50ナノメートルより大きくかつ1000nmまでである場合、平均粒子サイズは、公知の可視レーザー散乱技術にしたがって測定され得るか、またはこれは、透過型電子顕微鏡（「TEM」）像の電子顕微鏡写真を視覚的に調べ、この像により粒子の直径を測定し、そしてTEM像の倍率に基づいて平均粒子サイズを計算することにより決定され得る。平均粒子サイズが1000nmより大きい場合、このサイズは、当業者に公知の光学顕微鏡法を使用して測定され得る。

30

#### 【0082】

さらなる非限定的な実施形態において、上記の光感受性ポリマー微粒子は、架橋材料と反応するよう適合された官能基を備える。このような官能基はまた、光感受性ポリマー微粒子がホストの材料（例えば、ポリマー有機材料）の成分と反応し、光感受性ポリマー微粒子をホストとより適合性にするのを可能にする。用語「より適合性」により、光感受性ポリマー微粒子とホスト材料との組み合わせが、適合性の欠如の代表的な指標である曇りまたはかすみを示す可能性がより少ないことを意味する。一つの非限定的な実施形態において、反応するよう適合された官能基の少なくとも一部は、親水性である（例えば、ヒドロキシル官能基およびカルボキシル官能基）。官能基の非限定的な例としては、ヒドロキシル基、カルボキシル基、エポキシ基、カルバメート基、アミノ基、メルカプト基、アミド基および/または尿素基が挙げられる。

40

#### 【0083】

架橋材料に関して、一つの非限定的な実施形態において、架橋材料は、反応性不飽和である2つ以上の部位を含む材料、2つ以上の上記の官能基を含む材料、反応性不飽和であ

50

る1つ以上の部位と1つ以上の上記の官能基とを含む材料、またはこのような架橋材料の混合物から選択される。ヒドロキシル官能基、カルボキシル官能基、アミド官能基およびカルバメート官能基を含む材料のための架橋材料の非限定的な例としては、アミノプラスト樹脂、フェノプラスト樹脂またはこれらの混合物が挙げられる。アミノプラスト樹脂の非限定的な例は、商標CYMEL（例えば、CYMEL（登録商標）327、328、345、350、370および385）の下でCYTEC Industries, Inc. から市販され、そして商標RESIMENEの下でMonsanto Chemical Co. から市販される。

【0084】

別の非限定的な実施形態において、ポリイソシアネートおよびブロックされたポリイソシアネートならびにポリアジリジンは、ヒドロキシル基ならびに一級アミノ基および/または二級アミノ基を含む材料のための架橋材料として使用され得る。本発明の光感受性微粒子のための架橋剤として使用するのに適切なポリイソシアネートおよびブロックされたイソシアネートの非限定的な例は、米国特許第4,546,045号の第5欄16行目～38行目および米国特許第5,468,802号の第3欄48行目～60行目（これらの開示は、参考として本明細書に援用される）に記載されるものである。

【0085】

ヒドロキシル基ならびに一級アミノ基および/または二級アミノ基のための架橋材料の非限定的な例としては、当該分野で周知の無水物が挙げられる。架橋材料として使用するために適切な無水物の非限定的な例は、米国特許第4,798,746号の第10欄16行目～50行目および米国特許第4,732,790号の第3欄41行目～57行目（これらの開示は、参考として本明細書に援用される）に記載されるものである。

【0086】

カルボキシル官能基のための架橋材料の非限定的な例としては、ポリエポキシドおよびカルボジイミド（例えば、日本のNissshinbo Industries, Inc. により製造され、商標CARBODILITEの下で販売される材料）が挙げられる。

【0087】

エポキシ官能基を含む材料のための架橋材料の非限定的な例は、当該分野で周知のポリ酸である。架橋材料として使用するのに適切なポリ酸の非限定的な例は、米国特許第4,681,811号の第6欄45行目～第9欄54行目（この開示は、参考として本明細書に援用される）に記載されるものである。

【0088】

炭酸塩および妨害されていないエステルのための架橋材料の非限定的な例としては、当該分野で周知のポリアミンが挙げられる。本発明の光感受性ポリマー微粒子のための架橋材料として使用するのに適切なポリアミンの例は、米国特許第4,046,729号の第6欄61行目～第7欄26行目（この開示は、参考として本明細書に援用される）に記載されるものである。

【0089】

ヒドロキシル官能基を含む材料のための架橋材料の非限定的な例としては、シロキサン、シランおよび/または各々の加水分解産物が挙げられ、これらは、ハードコート(hard coat)生成コーティング溶液（例えば、PPG Industries, Inc. により販売されるHi-Gard（登録商標）コーティング溶液）の代表的な成分である。さらなる非限定的な例としては、当該分野で周知のシリル置換材料（例えば、トリス[3（トリメトキシシリル）プロピル]イソシアヌレート）が挙げられる。

【0090】

所望し、かつ適切な場合、上記の架橋材料の混合物が使用され得る。

【0091】

一連のさらなる非限定的な実施形態において、架橋材料との反応性およびさらなる物理的な特性（例えば、本明細書の以降に記載されるもの）は、本発明の光感受性ポリマー微粒子に関連し得る。微粒子は、重合可能な成分の形成の間および/または少なくとも部分

10

20

30

40

50

的に架橋された光感受性ポリマー微粒子の形成後に、このような特性を付与する材料を取り込むことにより、これらの特性を有するように適合し得る。

#### 【0092】

一つの非限定的な実施形態において、光感受性ポリマー微粒子は、微粒子の調製の間および/または微粒子の調製後に、磁性材料および/または磁力反応性の金属酸化物を導入することにより磁性または磁力反応性であるように適合される。このような物質の非限定的な例としては、当業者に公知であるように、超常磁性金属酸化物、常磁性金属酸化物、強磁性金属酸化物（例えば、フェライト）またはこれらの混合物が挙げられる。磁性粒子は、Dynal Biotechから市販されているか、または例えば、米国特許第4,358,388号の第1欄42行目～第7欄39行目および同第5,356,713号の第1欄47行目～第5欄12行目（これらの開示は、参考として本明細書に援用される）に開示される方法などの当該分野で認識される方法を使用して調製され得る。

10

#### 【0093】

別の非限定的な実施形態において、光感受性ポリマー微粒子は、光感受性ポリマー微粒子へ導電性材料を取り込むことによって導電性であり得る。一つの非限定的な実施形態において、導電性充填剤（例えば、炭素充填剤、カーボンブラックまたは金属ファイバー）は、微粒子の調製の間および/または微粒子の調製後に取り込まれ得る。添加される導電性材料の量は、浸透閾値（例えば、微粒子が電流を伝導する充填剤の濃度）に合致するか、またはそれを超える条件で広範に変動し得る。別の非限定的な実施形態において、導電性ポリマーは、重合可能な成分中にこのようなポリマーのモノマーを含めることによって、微粒子に取り込まれ得る。導電性ポリマーの非限定的な例としては、ポリアニリンベースのポリマー、ポリピロールベースのポリマー、ポリチオフェンベースのポリマー、ポリエチレンオキシドベースのポリマーまたはこれらのコポリマーが挙げられる。導電性材料の調製および使用は、当業者に周知の技術を使用して達成され得る。Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology、第4版、Volume 9、「Electrically Conductive Polymers」61頁～88頁（この開示は、参考として本明細書に援用される）を参照のこと。

20

#### 【0094】

さらなる非限定的な実施形態において、重合可能な成分および/または微粒子へ非光感受性色素および/または顔料を導入することにより、呈色が光感受性ポリマー微粒子内に取り込まれ得、微粒子を有色にし得る。非光感受性色素および顔料の非限定的な例としては、当業者に公知の広範な種類の有機材料または無機材料が挙げられる。非光感受性色素の非限定的な例としては、固定化チント（例えば、可溶性のチントおよび分散性のチント）が挙げられる。顔料の非限定的な例としては、有機金属酸化物および粉末および有機顔料（例えば、動物顔料、植物顔料または合成顔料）が挙げられる。上記の非光感受性有機色素および顔料は、本明細書の以下で例として二色性材料を使用して検討されるように、重合可能であり得る。

30

#### 【0095】

有機顔料の非限定的な例としては、キナクリドン、フタロシアニン、イソインドリン、アントラピリミジン、アンタントロン、フラバントロン、ペリノン（perinone）、ピラントロン（pyranthrone）、これらの置換誘導体、およびこれらの混合物が挙げられる。無機顔料の非限定的な例としては、二酸化チタン、酸化鉄、酸化クロム、クロム酸鉛、カーボンブラックまたはこれらの混合物が挙げられる。

40

#### 【0096】

なおさらなる非限定的な実施形態において、本発明の光感受性ポリマー微粒子は、先に記載されるフォトクロミック-二色性材料および/または従来の二色性材料を取り込み、これらを少なくとも部分的に整列させることにより、少なくとも部分的に偏光性にされ得る。二色性材料は、透過電磁波の2つの直交平面の偏光成分のうちの一方を、他方に比べてより強力に吸収し得る。したがって、二色性材料は、透過電磁波を少なくとも部分的に

50

線形に偏光し得る。しかしながら、二色性材料は透過電磁波の2つの直交する平面の偏光成分の一方を優先的に吸収し得るが、二色性化合物の分子が適切に配置または整列されない場合、透過電磁波の正味の線形偏光は達成されない。すなわち、二色性材料の分子を無作為に配置することにより、個々の分子による選択的な吸収は互いに打ち消しあい、その結果、正味または全体的な偏光効果は達成されない。それゆえ、従来の線形偏光要素を形成するために、二色性材料の分子を他方の材料中に適切に配置または配列させる（例えば、少なくとも部分的に整列させる）ことが一般的に必要とされる。例えば、当業者に公知であるように、ポリマーシートを延伸して、二色性材料と整列させることにより、サンガラス用の線形偏光フィルターまたはレンズを製造する。

【0097】

10

適切な従来の二色性材料の非限定的な例としては、アゾメチン、インジゴイド、チオインジゴイド、メロシアニン、インダン、キノフタロニック (quinophthalonic) 色素、ペリレン、フタロペリン、トリフェノジオキサジン、インドロキノキサリン、イミダゾ-トリアジン、テトラジン、アゾ色素および(ポリ)アゾ色素、ベンゾキノ、ナフトキノ、アントロキノ (anthroquinone) および(ポリ)アントロキノ、アントロピリミジノン (anthropyrimidinone)、ヨウ素およびヨウ素酸塩が挙げられる。別の非限定的な実施形態において、二色性材料は重合可能な二色性材料であり得る。すなわち、この非限定的な実施形態にしたがって、二色性材料は、少なくとも1つの重合可能な基を含み得る。例えば、本明細書において限定しないが、少なくとも1つの二色性材料は、少なくとも1つの重合可能な基を末端とする、少なくとも1つのアルコキシ置換基、ポリアルコキシ置換基、アルキル置換基またはポリアルキル置換基を有し得る。

20

【0098】

本発明の別の実施形態にしたがって、光感受性微粒子を製造するための非限定的な方法が提供され、この方法は、以下の工程を包含する：a) 少なくとも1つの光感受性材料および少なくとも1つの重合可能な成分（これは、少なくとも1つの親水性官能基と少なくとも1つの疎水性官能基とを含む）の有効量の水性分散物を確立する工程；およびb) 微粒子を少なくとも部分的に形成するのに十分な条件（この条件は、本明細書の以下に記載される）に、a) の分散物を供する工程。別の非限定的な実施形態において、この方法は、c)、b) の少なくとも1つの重合可能な成分を少なくとも部分的に重合させる工程をさらに包含する。さらなる非限定的な方法において、光感受性材料は、フォトクロミック材料である。

30

【0099】

上記の方法の別の非限定的な実施形態において、親水性官能基は、少なくとも1つの実質的に親水性のモノマーにより提供され、そして疎水性官能基は、少なくとも1つの実質的に疎水性のモノマーにより提供される。さらなる非限定的な実施形態において、重合可能な成分は、この実質的に親水性のポリマーともこの実質的に疎水性のポリマーとも異なる、少なくとも1つの共重合可能な材料をさらに含む。

【0100】

光感受性微粒子を製造するための代替の非限定的な方法が提供され、この方法は、以下の工程を包含する：a) 少なくとも1つの光感受性材料の有効量を必要に応じて含む、少なくとも1つの実質的に親水性のプレポリマー成分の水性分散物を確立する工程；b) 少なくとも1つの光感受性材料の有効量を必要に応じて含む、少なくとも1つの実質的に疎水性のプレポリマー成分の水性分散物を確立する工程；およびc) 微粒子を少なくとも部分的に形成するのに十分な条件（この条件は、本明細書の以下に記載され、この微粒子は、少なくとも1つの光感受性材料の有効量を含む）に、a) とb) との混合物を供する工程。一つの非限定的な実施形態において、この方法は、c) において、a) とb) との混合物に共重合可能な材料を添加する工程をさらに包含する。別の非限定的な実施形態において、この方法は、d)、c) の重合可能な成分を少なくとも部分的に重合させる工程をさらに包含する。本明細書で使用される場合、用語「プレポリマー」は部分的に重合した

40

50

材料を意味する。

【0101】

上記の代替方法のさらなる非限定的な実施形態において、実質的に親水性のプレポリマーは水性組成物中に実質的に親水性のエチレン性不飽和モノマーを含み、実質的に疎水性のプレポリマーは水性組成物中に実質的に疎水性のエチレン性不飽和モノマーを含み、そして光感受性材料はフォトクロミック材料である。なおさらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック材料は、実質的に疎水性のプレポリマー中に存在し、そしてこのフォトクロミック材料は有機フォトクロミック材料である。なおさらなる非限定的な実施形態において、有機フォトクロミック材料は、少なくとも1つの重合可能な基を含む。

【0102】

別の非限定的な実施形態において、句「微粒子を少なくとも部分的に形成するのに十分な条件に材料を供する」は、材料を高剪断応力条件に供し、材料を微粒子へ粒子化することを包含する。高剪断応力は、当業者に公知である、任意の高剪断応力技術により達成され得る。

【0103】

本明細書で使用される場合、用語「高剪断応力条件」は、高剪断応力技術（例えば、以下に詳細に検討される、液体-液体衝突技術）だけでなく、機械的手段による高速剪断も包含することも意味する。所望される場合、微粒子を形成するための水性組成物の粒子化を達成するのに十分なストレスが適用される限り、水性組成物へストレスを適用するあらゆる様式が利用され得ることが理解されるべきである。

【0104】

水性組成物は、MICROFLUIDIZER（登録商標）乳化機（Massachusetts, NewtonのMicrofluidics Corporationから入手可能である）を使用することにより、適切な剪断ストレス条件に供され得る。MICROFLUIDIZER（登録商標）高圧衝突乳化機は、米国特許第4,533,254号（これは、参考として本明細書に援用される）に詳細に記載される。この装置は、高圧（最大約 $1.4 \times 10^5$  kPa (20,000 psi)）ポンプおよび乳化が生じる相互作用チャンバーから構成される。一つの非限定的な実施形態において、混合物のプレエマルジョン（pre-emulsion）が調製され、その後、これを高剪断応力に供する。ポンプは、混合物をチャンバーに押し込め、このチャンバーで、混合物は、非常に高速で少なくとも2つのスリットを通過する少なくとも2つの流れに分割されて衝突し、小さな粒子の形成をもたらす（例えば、混合物が「粒子化される」）。

【0105】

1つの非限定的な実施形態において、各水性組成物は、約 $3.5 \times 10^4$  kPaと約 $1 \times 10^5$  kPa (5,000 psiと15,000 psi)との間の圧力で、複数回にわたって、または少なくとも部分的に形成された微粒子が製造されるまで、乳化器に通される。別の非限定的な実施形態において、この乳化器内の水性組成物の各々の、複数回の通過は、より小さい平均粒子サイズおよびより狭い範囲の粒子サイズ分布を有する微粒子を生じ得る。上述のMICROFLUIDIZER（登録商標）乳化器を使用する場合、応力が、液体と液体との衝突によって付与される。上述のように、少なくとも部分的に形成された微粒子が複数回の通過によってさらにサイズを減少され得るために十分な応力が付与される限り、乳化前の混合物に応力を付与する他のモデルが、利用され得る。例えば、高いせん断応力条件を付与する別の非限定的な方法は、超音波エネルギー、ホモジナイザー、ローター/ステーターミキサーおよび/またはジェット分散器の使用である。

【0106】

さらなる非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に形成された光感受性ポリマー微粒子の重合可能な成分の重合は、この組成物に開始量の放射線を照射すること、および/またはこの組成物に、フリーラジカル重合、熱重合、光重合もしくはこれらの組み合わせのような方法によって重合を起こさせ得る開始量の材料（例えば、開始剤）を添加することによって、達成され得る。本発明の光感受性ポリマー微粒子を調製するために使用

10

20

30

40

50

される材料を重合させるための方法は、当業者に周知であり、これらの周知の技術のうちのいずれも使用され得る。

【0107】

例えば、重合可能な成分は、熱重合によって（例えば、22 ~ 150 の範囲の温度で）、光重合によって、またはこれらの2つの方法の組み合わせによって、少なくとも部分的に重合され得る。温度の範囲は、少なくとも部分的に形成された微粒子中の重合可能な成分の熱重合について記載されているが、本明細書中に開示される以外の温度が使用され得ることが、当業者によって認識される。

【0108】

照射によって重合を開始させるための非限定的な方法としては、重合可能な成分の重合反応を開始させるための、紫外放射線、可視放射線、赤外放射線、マイクロ波放射線、線放射線、または電子線放射線の使用が挙げられる。これに続いて、あらゆる未反応の重合可能材料を硬化させるための熱的工程が行われ得る。

【0109】

重合可能な成分の重合は、水性組成物中に、フリーラジカルを発生させ得る開始量の材料（例えば、有機ペルオキシ化合物またはアゾビス（オルガノニトリル）化合物（例えば、開始剤））を含めることによって、なされ得る。熱重合開始剤として使用され得る、適切な有機ペルオキシ化合物の非限定的な例としては、以下が挙げられる：t-ブチルヒドロペルオキシド、ペルオキシ炭酸エステル（例えば、炭酸第三級ブチルペルオキシイソプロピル）；ペルオキシ炭酸エステル（例えば、ペルオキシ炭酸ジ（2-エチルヘキシル））；ペルオキシ炭酸ジ（第二級ブチル）およびペルオキシ炭酸ジイソプロピル）；ジアシルペルオキシド（例えば、2,4-ジクロロベンゾイルペルオキシド、イソブチリルペルオキシド、デカノイルペルオキシド、ラウロイルペルオキシド、プロピオニルペルオキシド、アセチルペルオキシド、ベンゾイルペルオキシド、p-クロロベンゾイルペルオキシド）；ペルオキシエステル（例えば、t-ブチルペルオキシピバレート、t-ブチルペルオキシオクチレート、およびt-ブチルペルオキシイソブチレート）；メチルエチルケトンペルオキシド、ならびにアセチルシクロヘキサンスルホンイルペルオキシド。1つの非限定的な実施形態において、熱開始剤は、得られるポリマー微粒子を脱色せず、そして当業者に公知であるようなさらなる熱を必要としない酸化還元開始剤系において沈殿し得る、熱開始剤である。例えば、G. S. Misraによる「Redox Polymerization」、Prog. Polym. Sci. 第8巻、pp. 61-131, 1982を参照のこと（その開示は、本明細書中に参考として援用される）。

【0110】

熱重合開始剤として使用され得る、適切なアゾビス（オルガノニトリル）化合物の非限定的な例としては、2,2'-アゾビス（2,4-ジメチルペンタンニトリル）、1,1'-アゾビスシクロヘキサニルカルボニトリル、アゾビスイソブチロニトリルまたはこれらの混合物が挙げられる。

【0111】

重合可能な成分を開始させ、そして重合させるために使用される熱重合開始剤の量は、変動し得、そして使用される特定の開始剤に依存する。重合反応を開始させ、そしてこの反応を維持するために必要とされる量のみが、必要とされる。アゾビス（オルガノニトリル）化合物に関して、1つの非限定的な実施形態において、重合可能な成分100部あたり0.001部と5.0部との間の開始剤（phm）が、使用され得る。代表的に、熱硬化サイクルは、重合可能な成分を開始剤の存在下で、室温から125 までの範囲の温度で、20分間~2時間にわたって加熱する工程を包含する。時間の範囲は、少なくとも部分的に形成された微粒子中の重合可能な成分の熱重合について記載されるが、開示される以外の時間間隔が使用され得ることが、当業者によって認識される。

【0112】

重合可能な成分の重合は、光開始剤の存在下で、紫外光および/または可視光を使用して、実施され得る。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態に従って使用され

10

20

30

40

50



得る、光開始剤の非限定的な例としては、切断型の光開始剤および引抜型の光開始剤が挙げられる。

【0113】

切断型の光開始剤の非限定的な例としては、アセトフェノン、 $\alpha$ -アミノアルキルフェノン、ベンゾインエーテル、ベンゾイルオキシム、アシルホスフィンオキシドおよびビスアシルホスフィンオキシド、またはこのような開始剤の混合物が挙げられる。このような光開始剤の市販の例は、DAROCURE（登録商標）4265であり、これは、Ciba Chemicals, Inc. から入手可能である。引抜型の光開始剤の非限定的な例としては、ベンゾフェノン、マイケルケトン、チオキサントン、アントラキノン、カンファーキノン、フルオロン、ケトクマリン、またはこのような開始剤の混合物が挙げら

10

【0114】

引抜型の光開始剤は、代表的に、引き抜きのために不安定な水素原子を提供するために添加される、アミンおよび他の水素供与材料のような材料の存在下で、より良好に機能する。代表的な水素供与体は、酸素または窒素に対して 1 位に、活性水素を有する（例えば、アルコール、エーテルおよび第三級アミン）か、または活性水素が、硫黄に直接結合している（例えば、チオール）。このような添加材料の非存在下では、光開始は、この系内のモノマー、オリゴマー、または他の成分からの水素の引き抜きを介して、依然として起こり得る。

【0115】

20

別の非限定的な実施形態において、カチオン性光開始剤がまた、上述の光開始剤と組み合わせて使用され得る。引抜型の光開始剤と共に使用されるカチオン性開始剤の非限定的な例は、ブチリルコリントリフェニルブチルポレート、またはこのような材料の組み合わせのような水素供与体である。カチオン性光開始剤のさらなる非限定的な例は、米国特許第 5,639,802 号の第 8 欄第 59 行～第 10 欄第 46 行（この開示は、本明細書中に参考として援用される）に記載される、オニウム塩である。

【0116】

少なくとも部分的に形成された微粒子の重合可能な成分を開始させ、そして重合させるために使用される、光重合開始剤の量は、変動し得、そして使用される特定の開始剤に依存する。重合反応を開始させ、そしてこの反応を維持するために必要とされる量のみが、必要とされる。光重合開始剤は、重合可能な成分の重量に基づいて、0.01 重量%～5 重量%の量で使用され得る。

30

【0117】

光重合のために使用される光源は、紫外光および/または可視光を発光するものから選択される。1つの非限定的な実施形態において、この光源は、水銀灯、 $\text{FeI}_3$  および/または  $\text{GaI}_3$  をドーブされた水銀灯、殺菌灯、キセノンランプ、タングステンランプ、金属ハロゲン化物ランプ、あるいはこのようなランプの組み合わせであり得る。代表的に、光開始剤または光開始剤の組み合わせの吸収スペクトルは、最高の硬化効率のために、電球（例えば、H電球、D電球、Q電球および/またはV電球）のスペクトル出力と一致する。露光時間は、光源の波長および強度、光開始剤、ならびに重合可能な成分に非常に依存し得る。少なくとも部分的に形成された微粒子はまた、電子線プロセス（これは、開始剤の存在を必要としない）を使用することによって、少なくとも部分的に重合され得る。

40

【0118】

光感受性微粒子中の重合可能な成分の、熱および/または光重合方法を使用する重合のための開始剤および方法のさらなる記載は、米国特許第 6,602,603 号、第 11 欄第 1 行～第 13 欄第 36 行（この開示は、本明細書中に参考として援用される）に開示される。

【0119】

1つの非限定的な実施形態において、本発明は、本発明の少なくとも部分的に架橋した

50

光感受性ポリマー微粒子の水性分散物に関する。さらなる非限定的な実施形態において、上述のプロセスから得られる、光感受性ポリマー微粒子は、実質的に安定な水性分散物として、または不安定な水性組成物として調製され得る。用語「実質的に安定な分散物」とは、光感受性ポリマー微粒子の大部分（例えば、50%より多く）が、静置した際に沈降せず、凝集せず、そして／または綿状に沈殿しないことを意味する。不安定な水性組成物とは、光感受性ポリマー微粒子の50%より多くが、静置した際に沈降する組成物である。いくつかの場合において、当業者に公知であるように、界面活性剤または分散剤が、この分散物を安定化するために存在し得る。本発明の目的で、望ましい場合、微粒子の安定な分散物を製造するために必要な界面活性剤の量は、しばしば、この分散物の安定性を促進する他の成分の使用によって最小にされ得ることが、理解されるべきである。例えば、1つの非限定的な実施形態において、アミンで中和されて水分散性ポリマーを形成し得る酸官能基を含むポリマーは、この微粒子を含有する水性組成物中の他の成分を分散させるために使用され得る。

10

#### 【0120】

本発明のさらなる実施形態において、光感受性ポリマー微粒子は、水性組成物から回収される。1つの非限定的な実施形態において、当業者に公知である液体-固体分離技術が、使用される。非限定的な例としては、濾過、遠心分離、綿状沈殿および蒸発技術が挙げられる。別の非限定的な実施形態において、ある質量の、少なくとも部分的に架橋した光感受性微粒子が回収される場合、この質量は、振動粉碎によって分散され得る。さらなる非限定的な実施形態において、回収された微粒子は、静電的および／または化学的に処理されて、塊の固体を取り扱う分野の当業者に公知の方法によって、再凝集を最小にし得る。

20

#### 【0121】

本発明の1つの非限定的な実施形態において、光感受性ポリマー物品が提供される。この物品は、本発明の光感受性ポリマー微粒子を、単独でかまたは本明細書中の以下に記載される少なくとも部分的に硬化したポリマー材料と組み合わせて、含む。別の非限定的な実施形態において、この光感受性物品は、光学素子である。さらなる非限定的な実施形態において、この光学素子は、光学メモリ素子、ディスプレイ要素、眼用要素、窓要素またはミラー要素から選択される。なおさらなる非限定的な実施形態において、この光感受性物品は、眼用要素である。なおさらなる非限定的な実施形態において、この光感受性物品は、本発明の少なくとも部分的に架橋したフォトクロミックポリマー微粒子を含む、フォトクロミック物品である。

30

#### 【0122】

別の非限定的な実施形態において、本発明のフォトクロミック物品は、少なくとも部分的に硬化したポリマー有機材料と、有効量の本発明の少なくとも部分的に架橋したフォトクロミックポリマー微粒子とを含有し、この微粒子の表面および／または内部領域のうちの少なくとも一方が、フォトクロミックである。1つの非限定的な実施形態において、このポリマー有機材料は、熱硬化性ポリマー有機材料、熱可塑性ポリマー有機材料、またはこのようなポリマー有機材料の混合物から選択され得る。別の非限定的な実施形態において、このポリマー有機材料は、ポリ(C<sub>1</sub>~C<sub>12</sub>アルキルメタクリレート)、ポリ(オキシアルキレンジメタクリレート)、ポリ(アルコキシ化フェノールメタクリレート)、酢酸セルロース、三酢酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ポリ(酢酸ビニル)、ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(塩化ビニル)、ポリ(塩化ビニリデン)、熱可塑性ポリカーボネート、ポリエステル、ポリウレタン、ポリチオウレタン、ポリスルフィチオウレタン(poly硫黄urethane)、ポリ(ウレア-ウレタン)、ポリ(エチレンテレフタレート)、ポリスチレン、ポリ(メチルスチレン)、コポリ(スチレン-メチルメタクリレート)、コポリ(スチレン-アクリロニトリル)、ポリビニルブチラール、または、ビス(アリルカーボネート)モノマー、多官能性アクリレートモノマー、多官能性メタクリレートモノマー、ジエチレングリコールジメタクリレートモノマー、ジイソプロピルベンゼンモノマー、エトキシ化ビスフェノ

40

50

ールAジメタクリレートモノマー、エチレングリコールビスメタクリレートモノマー、ポリ(エチレングリコール)ビスメタクリレートモノマー、エトキシ化フェノールビスメタクリレートモノマー、アルコキシ化多価アルコールポリアクリレートモノマー、スチレンモノマー、ウレタンアクリレートモノマー、グリシジルアクリレートモノマー、グリシジルメタクリレートモノマー、ジアリリデンペンタエリトリールモノマー、あるいはこのようなモノマーの混合物から調製されるポリマーから選択される。

#### 【0123】

本発明の1つの非限定的な実施形態において、光学素子としては、以下が挙げられる：光学メモリ素子（例えば、光学メモリおよび画像処理のためのデバイス）；眼用要素（例えば、矯正レンズ、非矯正レンズ、コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、保護レンズおよび庇）；窓要素（例えば、建造物、自動車、オートバイおよび航空機の透明部品、フィルタ、シャッター、および光学スイッチ）；ミラー要素；ならびにディスプレイ要素（例えば、スクリーン、モニタ、液晶セル、有機発光デバイスおよびセキュリティ要素）。

10

#### 【0124】

本明細書中で使用される場合、用語「光学」とは、光および/または映像に関係することまたは関連することを意味する。1つの非限定的な実施形態において、光学メモリ素子としては、画像処理デバイスおよび光学データ格納デバイスが挙げられる。このような光学メモリ素子において、このデバイスと光信号との相互作用は、画像の形態の変化が処理もしくは維持されるまで、または情報の形態の変化がさらに変化もしくは消去されるまで維持されるまでの時間にわたって、これらのデバイスの光学メモリの変化を引き起こす。本明細書中において使用される場合、用語「眼用」とは、眼および視力に関係することまたは関連することを意味する。眼用要素の非限定的な例としては、矯正レンズおよび非矯正レンズ（単一視レンズまたはマルチビジョンレンズ（これは、セグメント化されているかまたはセグメント化されていないマルチビジョンレンズ（例えば、二焦点レンズ、三焦点レンズおよび累進レンズであるが、これらに限定されない）であり得る）が挙げられる）、ならびに視力を（美的にかまたはその他で）矯正するか、保護するか、または増強するために使用される他の要素（コンタクトレンズ、眼内レンズ、拡大レンズ、および保護レンズまたは庇が挙げられるが、これらに限定されない）が挙げられる。

20

#### 【0125】

本明細書中において使用される場合、用語「窓」とは、それを通る放射線の透過を可能にするように適合された開口部分を意味する。窓の非限定的な例としては、建造物、自動車および航空機の、透明部品、フィルタ、シャッター、および光学スイッチが挙げられる。本明細書中において使用される場合、用語「ミラー要素」とは、入射光の大部分を鏡のように反射させる表面を意味する。本発明において、反射光は、このミラー要素に接続された光感受性ポリマー微粒子の型によって、改変され得る。

30

#### 【0126】

本明細書中において使用される場合、用語「ディスプレイ」とは、単語、数字、記号、図案または図の形態の情報の、可視または機械読み取り可能な表現を意味する。ディスプレイ要素およびディスプレイデバイスの非限定的な例としては、スクリーン、モニタ、液晶セル、有機発光デバイスおよびセキュリティ要素が挙げられる。本明細書中において使用される場合、用語「液晶セル」とは、順序付けられ得る異方性材料である液晶材料を含む構造体をいう。能動液晶セルとは、液晶材料が、外力（例えば、電場または磁場）の付与によって、順序付けられた状態と順序付けられていない状態との間で切り替えられ得るセル、または2つの順序付けられた状態の間で切り替えられ得るセルである。受動液晶セルとは、液晶材料が、1つの順序付けられた状態に維持されるセルである。能動液晶セル素子またはデバイスの1つの非限定的な例は、液晶ディスプレイである。

40

#### 【0127】

本明細書中において使用される場合、用語「順序付ける(order)」とは、例えば、別の構造体または材料と整列させることによって、あるいは他の何らかの力または影響

50

によって、適切な配置または位置にすることを意味する。従って、本明細書中において使用される場合、用語「順序付ける」とは、材料を順序付けるための接触方法（例えば、別の構造体または材料と整列させること）と、材料を順序付けるための非接触方法（例えば、外力または影響への曝露による）との両方を包含する。用語「順序付ける」はまた、接触方法と非接触方法との組み合わせを包含する。

#### 【 0 1 2 8 】

液晶材料および他の異方性材料（例えば、非線形光学材料、フォトクロミック - ダイクロミック材料およびダイクロミック染料）を、少なくとも部分的に順序付ける方法の非限定的な例としては、液晶材料を例として使用する本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態に従って、この液晶材料の少なくとも一部を、磁場、電場、線形に偏光した赤

10

#### 【 0 1 2 9 】

液晶材料を少なくとも部分的に順序付ける上述の方法に加えて、液晶材料は、本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態に従って、この液晶材料の少なくとも一部を、別の材料または構造体（例えば、配向設備）と整列させることによって、少なくとも部分的に順序付けられ得る。本明細書中において使用される場合、用語「配向設備」とは、その設備の少なくとも一部に直接および／または間接的に暴露される、1つ以上の保管の構造体の位置決めを容易にし得る機構である。配向設備に関するさらなる情報は、2004年5月17日に出願された、米国特許出願 P - 108,935 の第 [ 0 1 5 3 ] 段落 ~ 第 [ 0 2 8 8 ] 段落（その開示は、本明細書中に参考として援用される）に開示されている。

20

#### 【 0 1 3 0 】

本発明の1つの非限定的な実施形態において、a) 第一の表面を有する第一の基板；b) 第二の表面を有する第二の基板であって、この第二の基板の第二の表面は、第一の基板の第一の表面に対向する、第二の基板；およびc) この第一の表面とこの第二の表面との間に位置する材料であって、この材料は、有効量の、本発明の少なくとも部分的に架橋した光感受性ポリマー微粒子を含む、材料を備える光学素子が提供される。第一の表面と第二の表面との間に位置する材料は、1つの非限定的な実施形態において、両方の表面から物理的に離れているか、またはこれらの表面のうちの少なくとも一方に接触している。さらなる非限定的な実施形態において、c) の材料は、第一の基板の第一の表面および第二の基板の第二の表面と接触している。

30

#### 【 0 1 3 1 】

別の非限定的な実施形態において、光学素子は、光学メモリ素子、ディスプレイ要素、眼用要素、窓要素またはミラー要素から選択される。さらなる非限定的な実施形態において、このディスプレイ要素は、スクリーン、モニタ、液晶セル、有機発光デバイスまたはセキュリティ要素から選択される。なおさらなる非限定的な実施形態において、この光学素子は、有機発光デバイス「OLED」であり、ここで、第一の表面は、アノードであり、第二の表面は、カソードであり、そしてこれらの表面の間に位置する材料は、発光材料であり、この発光材料は、このアノードおよびこのカソードと電氣的に接触している。

40

#### 【 0 1 3 2 】

電流が、このOLEDに印加されると、1つの非限定的な実施形態において、有効量の本発明の光感受性ポリマー微粒子を含有する発光材料中に、このアノードは、ホールを注入し、そしてこのカソードは、電子を注入する。注入されたホールおよび電子の各々は、逆に荷電した電極の方へと移動する。電子およびホールが同じ分子上に局在する場合、「励起子」（これは、励起エネルギー状態を有する局在した電子 - ホール対である）が形成される。この励起が、当業者に公知であるような光電子放出機構を介して緩和する場合に、光が発光する。例えば、米国特許第6,687,266号、第2欄第47行 ~ 第18欄第59行（この開示は、本明細書中に参考として援用される）を参照のこと。さらなる非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に架橋した光感受性ポリマー微粒子は、蛍

50

光材料、リン光材料またはこれらの混合物から選択される、有効量の光感受性材料を含有する。

【0133】

セキュリティ要素の非限定的な例としては、有効量の、本発明の少なくとも部分的に架橋した光感受性ポリマー微粒子を有する物品が挙げられ、この微粒子は、この物品の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に、組み込まれており、そして/または結合されている。光感受性ポリマー微粒子の有効量とは、この物品の証明を可能にするような、微粒子の量である。有効量の光感受性微粒子は、証明マーク中に局在し得る。このようなセキュリティ要素の非限定的な例としては、アクセスカードおよび許可証（例えば、切符、バッジ、識別カードまたは会員カード、デビットカードなど）；譲渡可能な文書および譲渡不可能な文書（例えば、為替、小切手、証文、紙幣、預金の証明書、株式証明書など）；政府の公文書（例えば、通貨、免許証、身分証明書、給付金カード、ビザ、パスポート、公式の証明書、証書など）；消費材（例えば、ソフトウェア、コンパクトディスク（「CD」）、デジタルビデオディスク（「DVD」）、器具、消費者電気機器、スポーツ用品、車など）；クレジットカード；あるいは商品タグ、ラベルおよびパッケージが挙げられるが、これらに限定されない。

【0134】

本明細書中で限定しないが、別の非限定的な実施形態によれば、セキュリティ要素は、透明基材および反射性基材から選択される基材の少なくとも一部に、結合され得る。あるいは、反射性基材が必要とされる特定の非限定的な実施形態によれば、この基材が反射性ではないか、または意図された用途のために充分には反射性ではない場合、反射性材料が、この基材の少なくとも一部にまず適用され得、その後、証明マークがそこに適用される。例えば、少なくとも部分的に反射性であるアルミニウムコーティングが、この基材の少なくとも一部に塗布され得、その後、その上にセキュリティ要素が形成される。なおさらに、セキュリティ要素は、着色されていない基材、着色された基材、フォトクロミック基材、着色されたフォトクロミック基材、少なくとも部分的に線形偏光する基材、少なくとも部分的に円偏光する基材、および少なくとも部分的に楕円偏光する基材から選択される基材の、少なくとも一部に結合され得る。1つの非限定的な実施形態において、セキュリティ要素は、少なくとも部分的に線形偏向するセキュリティ要素である。

【0135】

さらに、上述の非限定的実施形態によるセキュリティ要素は、1つ以上の他のコーティングまたはシートをさらに備えて、米国特許第6,641,874号、第1欄第6行～第13欄第28行（これは、本明細書中に参考として援用される）に記載されるような、観察角度に依存する特徴を有する多層反射性セキュリティ要素を形成し得る。

【0136】

1つの非限定的な実施形態において、本発明の光感受性物品は、a) 基材；およびb) 少なくとも部分的に硬化したコーティング組成物を備える。このコーティング組成物は、この基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に結合されており、このコーティング組成物は、有効量の、少なくとも部分的に架橋した光感受性ポリマー微粒子を含有し、この微粒子の表面領域および/または内部領域のうちの少なくとも一方は、光感受性であるように適合される。1つの非限定的な実施形態において、この基材は、ガラス、石材、布、セラミック（例えば、ゾルゲル材料）、金属、木材、紙またはポリマー有機材料から選択される。さらなる非限定的な実施形態において、この基材は、ガラス、セラミックまたはポリマー材料であり、そして着色されていない基材、着色された基材、フォトクロミック基材、着色されたフォトクロミック基材、少なくとも部分的に線形偏光する基材、少なくとも部分的に円偏光する基材、少なくとも部分的に楕円偏光する基材、または少なくとも部分的に反射性の基材から選択される。

【0137】

本明細書中に開示される種々の非限定的実施形態と組み合わせて基材として使用され得る、ポリマー有機材料の非限定的な例としては、米国特許第6,733,887号、第9

10

20

30

40

50

欄第 5 5 行～第 1 7 欄第 7 行および米国特許第 5, 6 5 8, 5 0 1、第 1 5 欄第 2 8 行～第 1 6 欄第 1 7 行（これらの米国特許の開示は、本明細書中に参考として援用される）に開示されるモノマーおよびモノマー混合物から調製される、ポリマー材料（例えば、ホモポリマーおよびコポリマー）が挙げられる。

【 0 1 3 8 】

本明細書中で使用される場合、コーティングまたは基材に関して、用語「少なくとも部分的に線形偏向する」とは、放射線を線形偏光させる（例えば、一方向への光波の電場ベクトルの振動のいくらかから全てまでを制限する）ように適合されたコーティングまたは基材をいう。本明細書中で使用される場合、コーティングまたは基材に関して、用語「少なくとも部分的に円偏光する」とは、放射線のいくらかから全てまでを円偏光させるように適合されたコーティングまたは基材をいう。本明細書中で使用される場合、コーティングまたは基材に関して、用語「少なくとも部分的に楕円偏向する」とは、放射線のいくらかから全てまでを楕円偏光させるように適合されたコーティングまたは基材をいう。本明細書中で使用される場合、コーティングまたは基材に関して、用語「フォトクロミック」とは、少なくとも化学線放射に应答して変化する可視放射線についての吸収スペクトルを有する、コーティングまたは基材をいう。さらに、基材に関して本明細書中において使用される場合、用語「着色されたフォトクロミック」とは、着色剤およびフォトクロミック材料を含有し、かつ少なくとも化学線に应答して変化する可視放射線、紫外放射線および/または赤外放射線についての吸収スペクトルを有する基材を意味する。従って、例えば、1つの非限定的な実施形態において、着色されたフォトクロミック基材は、化学線放射線に曝露される場合に、着色剤の第一の色特徴、および着色剤とフォトクロミック材料との組み合わせの第二の色特徴を有し得る。

【 0 1 3 9 】

1つの非限定的な実施形態において、コーティング組成物は、液体形態または固体形態であり得、そして少なくとも部分的に硬化するコーティング組成物の少なくとも部分的なコーティングとして塗布され得る。少なくとも部分的なコーティングは、コーティングされる表面のいくらかから全てを覆い、そしてコーティング組成物の硬化可能な成分のいくらかから全てが硬化する（例えば、反応または重合する）。

【 0 1 4 0 】

さらなる非限定的な実施形態において、コーティング組成物は、接着剤、塗料、またはインクである。なおさらなる非限定的な実施形態において、このコーティング組成物は、接着剤である。熱可塑性接着剤または熱硬化性接着剤のような接着剤、および本明細書中に記載されるカップリング剤のプライマー組成物は、本発明において使用され得る。塗料（これは、基材の装飾、保護および/または同定のために使用される、染色された液体またはペーストである）ならびにインク（これは、基材への書き込みおよび印刷のために使用される、染色された液体またはペーストである）が、本発明において使用され得る。

【 0 1 4 1 】

なおさらなる非限定的な実施形態において、コーティング組成物として接着剤を有する光感受性物品は、コーティング組成物の少なくとも1つの表面に結合した、第一の少なくとも部分的に硬化したポリマーシートをさらに備える。本明細書中において使用される場合、用語「に結合した」とは、物体との直接的な接触、または1つ以上の他の構造体または材料（これらのうちの少なくとも1つが、物体に直接接触している）を介した、物体との間接的な接触を意味する。なおよりさらなる非限定的な実施形態において、光感受性物品は、第二の少なくとも部分的に硬化したポリマーシートをさらに備え、この第二のポリマーシートは、基材に隣接しており、そして接着コーティング組成物によって、第一のポリマーシートに結合している。別の非限定的な実施形態において、光感受性物品は、第一のポリマーシートおよび第二のポリマーシートのうちの少なくとも一方が光感受性である、物品である。

【 0 1 4 2 】

本発明のさらなる非限定的な実施形態において、光感受性物品は、基材、およびこの基

材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に結合した少なくとも部分的に硬化したコーティング組成物を備え、このコーティング組成物は、少なくとも部分的に順序付けられた異方性材料を含有し、そして少なくとも部分的に架橋した光感受性ポリマー微粒子は、この異方性材料と少なくとも部分的に整列している。

【0143】

本発明の光感受性ポリマー微粒子を含有するコーティング組成物を塗布する非限定的な方法としては、当業者に公知である方法（例えば、スピンコーティング、スプレーコーティング、スプレーおよびスピンコーティング、カーテンコーティング、フローコーティング、ディップコーティング、射出成型、鋳造、ロールコーティング、ワイヤコーティング、およびオーバーモールドイング）が挙げられる。非限定的な実施形態によれば、光感受性ポリマー微粒子を含有する少なくとも部分的なコーティングは、型に塗布され、そして基材は、このコーティングの上部に形成されるか、または予め形成された基材が、たとえばオーバーモールドイングによって、このコーティングの上部に配置され、そしてこのコーティングが、少なくとも部分的に硬化される。この実施形態において、コーティングは、光感受性ポリマー微粒子を含有する、液体コーティングまたは粉末コーティングとして塗布され得る。本明細書中で以下に記載される、ポリマーシートを備えるフォトクロミック物品もまた、オーバーモールドイングプロセスを使用して調製され得る。

10

【0144】

本発明の別の非限定的な実施形態は、フォトクロミックコーティングされた物品であり、この物品は：a) 基材；およびb) この基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に結合された、少なくとも部分的に硬化したフォトクロミックコーティングを備え、このフォトクロミックコーティングは、フィルム形成ポリマー、および有効量の、本発明の少なくとも部分的に架橋したフォトクロミックポリマー微粒子を含有する。本発明の種々の非限定的な実施形態において、フィルム形成ポリマーの正確な性質は、重要ではない、フォトクロミックポリマー微粒子と適合性である、任意のフィルム形成ポリマー材料が、使用され得る。

20

【0145】

1つの非限定的な実施形態において、フィルム形成ポリマーは、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料、またはこのようなポリマー材料の混合物から選択される。別の非限定的な実施形態において、フィルム形成ポリマーは、ポリウレタン、ポリ（尿素-ウレタン）、アミノプラスト樹脂、ポリシロキサン、ポリ無水物、ポリアクリルアミド、エポキシ樹脂またはポリ（メタ）アクリレート（例えば、ポリメタクリレート、ポリアクリレートもしくはこれらの混合物）から選択される、熱硬化性ポリマー材料である。

30

【0146】

フォトクロミック材料を含有するフィルム形成ポリマーのコーティング組成物の非限定的な例としては、フォトクロミックポリウレタンコーティング（例えば、米国特許第6,187,444号、第3欄第4行～第12欄第15行に記載されるもの）；フォトクロミックアミノプラスト樹脂コーティング（例えば、米国特許第6,432,544号、第2欄第52行～第14欄第5行および同第6,506,488号、第2欄第43行～第12欄第23行に記載されるもの）；フォトクロミックポリシロキサンコーティング（例えば、米国特許第4,556,605号、第2欄第15行～第7欄第27行に記載されるもの）；フォトクロミックポリ（メタ）アクリレートコーティング（例えば、米国特許第6,602,603号、第3欄第15行～第7行、同第50,6150,430号、第8欄第15行～第38行および同第6,025,026号、第8欄第66行～第10欄第32行に記載されるもの）；ポリ無水物フォトクロミックコーティング（例えば、米国特許第6,436,525号、第2欄第52行～第11欄第60行に記載されるもの）；フォトクロミックポリアクリルアミドコーティング（例えば、米国特許第6,060,001号、第2欄第6行～第5欄第40行に記載されるもの）；フォトクロミックエポキシ樹脂コーティング（例えば、米国特許第6,268,055号、第2欄第63行～第15欄第12行に記載されるもの）；ならびにフォトクロミックポリ（尿素-ウレタン）コーティ

40

50

ング（例えば、米国特許第 6, 531, 076 号、第 2 欄第 60 行～第 10 欄第 49 行に記載されるもの）が挙げられる。フィルム形成ポリマーに関する、上述の米国特許における開示は、本明細書中に参考として援用される。

【0147】

本発明のフォトリソミックコーティングされた物品の、一連のさらなる非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に硬化したフォトリソミックコーティングは、基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に結合される。このコーティングされた物品は、この基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に結合した、プライマーコーティングの少なくとも部分的なコーティングをさらに備える。このコーティングされた物品は、この基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に結合した、少なくとも部分的に接着する弾性コーティングをさらに備える。このコーティングされた物品は、この基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部に結合した、少なくとも部分的に抗反射性のコーティングをさらに備える。このコーティングされた物品は、フォトリソミックコーティングと耐摩耗コーティングとの間に介在する、移行コーティングの少なくとも部分的なコーティングをさらに備える。そしてこのコーティングされた物品は、この基材の少なくとも 1 つの表面の少なくとも一部の結合した、少なくとも部分的に偏光するポリマーフィルムまたはコーティングをさらに備える。

10

【0148】

別の一連の非限定的な実施形態において、上述のコーティングは、基材から以下の順序で、基材の同じ表面の少なくとも一部に結合され得る：プライマー；フォトリソミック；移行；耐摩耗；偏光フィルムもしくはコーティング；抗反射；および耐摩耗；またはプライマー；フォトリソミック；移行；耐摩耗；および抗反射；またはフォトリソミック；移行；および偏光；またはプライマー；フォトリソミック；および偏光；またはプライマー；フォトリソミック；および抗反射。上述のコーティングの多数の異なる組み合わせは、当業者に公知であるように、可能である。上述のコーティングの全ては、基材の 1 つ以上の表面（例えば、光学基材の両面）に塗布され得る。さらなる非限定的な実施形態において、フォトリソミックコーティングは、代表的に、1 つの表面に塗布される。基材は、本明細書中で基材として記載される任意の型の材料であり得る。1 つの非限定的な実施形態において、この基材は、光学素子である。別の非限定的な実施形態において、この光学素子は、眼用要素である。

20

30

【0149】

本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組み合わせて使用され得る、プライマーコーティングの非限定的な例としては、カップリング剤、カップリング剤の少なくとも部分的な加水分解物、およびこれらの混合物を含有するコーティングが挙げられる。本明細書中において使用される場合、「カップリング剤」とは、少なくとも 1 つの表面上の基と反応し得、結合し得、そして／または会合し得る、少なくとも 1 つの基を有する材料を意味する。1 つの非限定的な実施形態において、カップリング剤は、少なくとも 2 つの表面（これらの表面は、類似の表面であっても類似していない表面であってもよい）の界面における分子架橋として働き得る。カップリング剤は、別の非限定的な実施形態において、モノマー、プレポリマーおよび／またはポリマーであり得る。このような材料としては、有機金属（例えば、シラン、チタネート、ジルコネート、アルミニート、ジルコニウムアルミニート、これらの加水分解物およびこれらの混合物）が挙げられるが、これらに限定されない。本明細書中において使用される場合、語句「カップリング剤の少なくとも部分的な加水分解物」とは、カップリング剤の加水分解可能な基のうちの少なくともいくつかから全てが加水分解されていることを意味する。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態と組み合わせて使用するために適切な、プライマーコーティングの他の非限定的な例としては、米国特許第 6, 025, 026、第 3 欄第 3 行～第 11 欄第 40 行および米国特許第 6, 150, 430、第 2 欄第 39 行～第 7 欄第 58 行（これらの開示は、本明細書中に参考として援用される）に記載されるプライマーコーティングが挙げられる。

40

50



## 【0150】

本明細書中において使用される場合、用語「移行コーティング」とは、2つのコーティングの間の特性の傾斜を生じることを補助するコーティングを意味する。例えば、本明細書中での限定ではないが、移行コーティングは、比較的硬いコーティングと比較的やわらかいコーティングとの間の硬さの勾配を生じることを補助し得る。移行コーティングの非限定的な例としては、米国特許出願公開第2003/0165686号（このコーティングの開示は、本明細書中に参考として援用される）に記載されるような、放射線で硬化するアクリレートベースの薄膜が挙げられる。

## 【0151】

少なくとも部分的な耐磨耗コーティングの非限定的な例としては、オルガノシラン、オルガノシロキサンを含有する耐磨耗コーティング、無機材料（例えば、シリカ、チタニアおよび/またはジルコニア）に基づく耐磨耗コーティング、紫外線で硬化可能な型の有機耐磨耗コーティング、酸素障壁コーティング、UV遮断コーティング、およびこれらの組み合わせが挙げられる。

## 【0152】

語句「少なくとも部分的に耐磨耗性のコーティングまたはシート」とは、標準的な参照材料より大きい、磨耗に対する耐性を示す、コーティングまたは保護的なポリマー材料の少なくとも部分的なシートをいう。この標準的な参照材料は、例えば、PPG Industries, Incから入手可能な、CR-39（登録商標）モノマーから作製されるポリマーであり、この耐性は、ASTM F-735 Standard Test Method for Abrasion Resistance of Transparent Plastics and Coatings Using the Oscillating Sand Methodに匹敵する方法で試験される。

## 【0153】

語句「少なくとも部分的に抗反射性のコーティング」とは、このコーティングが塗布される基材の抗反射特性を、この基材の表面によって反射されるぎらぎらする光の量を減少させることによって、そして透明な基材については、コーティングされていない基材と比較した場合の透過率の百分率を増加させることによって、少なくとも部分的に改善するコーティングをいう。抗反射コーティングの非限定的な例としては、金属酸化物、金属フッ化物、または他のこのような材料の単層または多層が挙げられ、これらの層は、本発明の物品に、真空蒸着、スパッタリング、または他の何らかの方法によって、堆積され得る。

## 【0154】

少なくとも部分的に線形偏光するコーティングの非限定的な例としては、従来のダイクロミック化合物（例えば、先に議論されたものであるが、これらに限定されない）を含有するコーティングが挙げられるが、これらに限定されない。

## 【0155】

1つの非限定的な実施形態において、本発明の物品は、フォトクロミック複合物品であり、この物品は、a) 基材；およびb) この基材の少なくとも1つの表面に結合された、少なくとも部分的に硬化したフォトクロミックポリマーシートを備え、このフォトクロミックポリマーシートは、有効量の、本発明の少なくとも部分的に架橋したフォトクロミックポリマー微粒子を含有する。基材および1つ以上のシートを備える本発明のフォトクロミック物品は、フォトクロミック複合物品と称される。

## 【0156】

別の非限定的な実施形態において、この基材は、本明細書中で先に記載されたものと同じであり、そしてフォトクロミック複合物品は、光学素子である。さらなる非限定的な実施形態において、この光学素子は、眼用要素である。少なくとも部分的に硬化したポリマーシートの非限定的な例としては、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料、またはこれらの混合物が挙げられる。1つの非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に硬化したポリマーシートは、熱可塑性ポリウレタンを含有する。

## 【0157】

さらなる非限定的な実施形態において、本明細書中に記載される、本発明のフォトクロミック複合物品は、少なくとも部分的に耐摩耗性の保護ポリマーシートをさらに備え得る。このポリマーシートは、少なくとも部分的に硬化したフォトクロミックポリマーシートの少なくとも1つの表面の、少なくとも一部に結合される。別の非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に耐摩耗性の保護ポリマーシートは、熱硬化性ポリマー材料、熱可塑性ポリマー材料、またはこれらの混合物を含有する。さらなる非限定的な実施形態において、少なくとも部分的に耐摩耗性の保護ポリマーシートは、熱可塑性ポリカーボネートを含有する。

【0158】

別の非限定的な実施形態において、本発明のフォトクロミック複合物品は、a) 基材；  
b) この基材の少なくとも1つの表面の少なくとも一部に結合したフォトクロミック接着剤の少なくとも部分的に硬化したコーティングであって、この接着剤は、接着剤および有効量の本発明の少なくとも部分的に架橋したフォトクロミックポリマー微粒子を含有する、コーティング；ならびにc) このフォトクロミック接着コーティングに結合した第一の少なくとも部分的に硬化したポリマーシートを備える。1つの非限定的な実施形態において、このフォトクロミック複合物品は、光学素子である。さらなる非限定的な実施形態において、このフォトクロミック複合物品は、眼用要素である。

【0159】

別の非限定的な実施形態において、フォトクロミック複合物品は、第二の少なくとも部分的に硬化したポリマーシートをさらに備え、この第二のポリマーシートは、基材に隣接しており、そしてフォトクロミック接着コーティングによって、第一のポリマーシートに結合している。さらなる非限定的な実施形態において、第一のポリマーシートおよび第二のポリマーシートのうちの少なくとも一方は、フォトクロミックである。さらなる非限定的な実施形態において、フォトクロミック複合物品は、セキュリティ要素である。

【0160】

さらに、本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態によれば、少なくとも部分的なコーティングおよび/または少なくとも部分的なシートは、少なくとも1種の添加剤を含有し得、この添加剤は、少なくとも部分的なコーティングおよび/またはシートの加工、特性、または性能のうちの1つ以上を容易にし得る。このような添加剤の非限定的な例としては、染料、整列促進剤、運動増強添加剤、光開始剤、熱開始剤、重合抑止剤、溶媒、光安定化剤（例えば、紫外線吸収剤および光安定化剤（例えば、ヒンダードアミン光安定化剤（HALS））であるが、これらに限定されない）、熱安定化剤、離型剤、レオロジー制御剤、レベリング剤（例えば、界面活性剤であるが、これに限定されない）、フリーラジカルスカベンジャー、架橋剤および接着促進剤（例えば、ヘキサンジオールジアクリレートおよびカップリング剤）が挙げられる。

【0161】

本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態による、少なくとも部分的なコーティングおよび/またはシートに存在し得る、染料および顔料の非限定的な例としては、この少なくとも部分的なコーティングおよび/またはシートに望ましい色または他の光学特性を付与し得る、有機染料および無機染料、ならびに有機顔料および無機顔料が挙げられる。

【0162】

本明細書中において使用される場合、用語「整列促進剤」とは、この添加剤が添加される材料の整列の速度および均一性のうちの少なくとも1つを促進し得る添加剤を意味する。本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態による、少なくとも部分的なコーティングおよび/またはシートに存在し得る、整列促進剤の非限定的な例としては、米国特許第6,338,808号、第1欄第48行～第9欄第40行、および米国特許出願公開第2002/0039627号、段落[0010]～[0119]（整列促進剤のこれらの開示は、本明細書中に参考として援用される）に記載されるものが挙げられる。

【0163】

本明細書中に開示される種々の非限定的な実施形態による、少なくとも部分的なコーティングおよび/またはシートに存在し得る、運動増強添加剤の非限定的な例としては、エポキシ含有化合物、有機ポリオール、および/または可塑剤が挙げられる。このような運動増強添加剤のより具体的な例は、米国特許第6,433,043号、第2欄第57行~第8欄第37行および米国特許第6,713,536号、第2欄第62行~第10欄第6行(これらの運動増強添加剤の開示は、本明細書中に参考として援用される)に開示されている。

#### 【0164】

本発明は、以下の実施例において、より具体的に記載される。これらの実施例は、例示のみとして意図される。なぜなら、これらの実施例の多数の改変およびバリエーションが、当業者に明らかであるからである。

10

#### 【0165】

実施例A~Jは、フォトクロミック微粒子の水性分散物を製造するために、実施例K~Sにおける他の成分と組み合わせられて反応させた材料を表す。実施例1~8、13~22および比較例9~12は、実施例K~Sのフォトクロミック微粒子の水性分散物を組み込む、様々なコーティング組成物を表す。実施例23は、実施例1~8、13~22および比較例9~12でコーティングされたレンズの調製および試験を記載する。これらのレンズを、フィッシャー微小硬度、光学密度および退色半減期について試験した。これらの試験の結果を、表12および表13に列挙する。

#### 【実施例】

20

#### 【0166】

(実施例A)

(親水性ウレタンプレポリマー)

以下の材料を、記載した順序で、電気温度プローブ、機械式スターラー、コンデンサーおよび加熱マントルを備える4つ口丸底フラスコに添加した。

#### 【0167】

## 【化 1】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
N-メチルピロリジノン (NMP)	138.9
ジメチロールプロピオン酸 (DMPA)	134.1
トリフェニルホスファイト	1.1
ジブチルチンジラウレート	1.1
ブチル化ヒドロキシトルエン	1.1

10

## チャージ B

材料	グラムでの重量
2-(ジカプロラクトン)エチルアクリレート	344.4

## チャージ C

材料	グラムでの重量
メチレン ビス (4-シクロヘキシルシアネート)	524.0

## チャージ D

材料	グラムでの重量
ジエタノールアミン	105.1
プロピレングリコールモノブチルエステル	138.9

20

チャージ A を、全ての固体が溶解するまで 100 の温度にてフラスコ中で攪拌した。チャージ B を添加して、その混合物を 80 に再加熱した。チャージ C を 15 分間にわたって添加して、得られた混合物を 3 時間 80 に維持した。チャージ D を添加して、その混合物を室温まで冷やした。最終生成物は、38.0 の酸価および 81.4 % の固体を有する非常に粘性のある透明の黄色溶液であった。酸価は、KOH を用いて電位差滴定によって測定した。固体の割合は、既知の量の材料をアルミニウム皿に添加し、材料を希釈して、その皿全体にわたって材料をより均一に分布させるためにさらなる水を添加することによって決定した。その皿を、1 時間 110 にオープンに入れた。次いで、その皿を再び秤量して、残存質量（皿を除く）を最初の質量（皿を除く）で除算して固体の割合を決定した。

30

## 【0168】

(実施例 B)

(フォトクロミック疎水性ウレタンプレポリマー)

以下の材料を、記載した順序で、電気温度プローブ、機械式スターラー、コンデンサーおよび加熱マントルを備える 4 口丸底フラスコに添加した。

40

## 【0169】

## 【化 2】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
N-メチルピロリジノン	72.1
フォトクロミック A <sup>(1)</sup>	67.3
2-(ジカプロラクトン)エチルアクリレート	103.4
ジブチルチンジラウレート	0.3
ブチル化ヒドロキシトルエン	0.3

10

## チャージ B

材料	グラムでの重量
2-ヘプチル-3,4-ビス(9-イソシアナートノニル)-1- ペンチルシクロヘキサン <sup>(2)</sup>	117.4

(1) フォトクロミック A は、3,3-ジ(4-メトキシフェニル)-6,11,13-トリメチル-1,3-(2-(2-(2-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)エトキシ)-3H,13H-インデノ[2,1-f]ナフト[1,2-b]ピランである。

20

(2) ジイソシアネートは、Cognis Corporation から入手可能である。

## 【0170】

チャージ A をフラスコ中で攪拌して、90 の温度に加熱した。チャージ B を 17 分間にわたって添加して、混合物を 90 分間、90 に維持し、次いで、室温まで冷やした。最終生成物は、1390 cps の Brookfield 粘性 (スピンドル #3、50 rpm、25 ) を有する濃い紫色の液体であった。

## 【0171】

(実施例 C)

(親水性ウレタンプレポリマー)

30

以下の材料を、記載した順序で、電気温度プローブ、機械式スターラー、コンデンサーおよび加熱マントルを備える 4 口丸底フラスコに添加した。

## 【0172】

## 【化 3】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
N-メチルピロリジノン	313.3
ジメチロールプロピオン酸 (DMPA)	241.5
ヒドロキシエチルメタクリレート (HEMA)	234.3
トリフェニルホスファイト	2.3
ジブチルチンジラウレート	2.3
ブチル化ヒドロキシトルエン	2.3

10

## チャージ B

材料	グラムでの重量
1000の数平均分子量を有する ポリ(ブチレンオキシド)	1200.0

## チャージ C

材料	グラムでの重量
イソホロンジイソシアネート	666.9

20

## チャージ D

材料	グラムでの重量
ブチルアクリレート	153.0

## チャージ E

材料	グラムでの重量
ブチルアクリレート	1100.0

30

チャージ A を、全ての固体が溶解するまで、100 の温度にてフラスコ中で攪拌した。チャージ B を添加して、混合物を 90 に再加熱した。チャージ C を 90 分間にわたって添加した。チャージ D を添加して、得られた混合物を 2 時間、90 に維持した。チャージ E を添加して、混合物を室温まで冷やした。最終生成物は、25.8 の酸価、58.5 % の割合の固体、および W + の Gardner - Holt 粘性 (ASTM D1545 - 89) を有する透明な溶液であった。

## 【0173】

(実施例 D ~ I)

40

(フォトクロミック疎水性ウレタンプレポリマー)

表 1 中の実施例 D ~ I の各々についてグラム量で示される材料を、記載した順序で、電気温度プローブ、機械式スターラー、コンデンサーおよび加熱マントルを備える 4 つ口丸底フラスコに添加した。

## 【0174】

チャージ A をフラスコ中で攪拌して、90 の温度に加熱した。チャージ B を最大 10 分間にわたって添加して、混合物を、実施例 D (実施例 D は 2 時間維持した) を除いて 1 時間、90 に維持した。大気圧に変わった後で、チャージ C を添加して、混合物を、実施例 D および実施例 E については 34 ~ 35 分間、実施例 F および実施例 I については 23 分間、実施例 G については 20 分間、ならびに実施例 H については 32 分間、90 で

50

維持し、次いで、室温まで冷やした。最終生成物は、表 2 に示される割合の固体を有する黒っぽい液体であった。

【 0 1 7 5 】

【 化 4 】

表 1－実施例 D～I

	D	E	F	G	H	I
材料	チャージ A					
N-メチルピロリジオン	12.1					
トルエン		18.65	20.06	18.26	18.33	18.73
フォトクロミック A <sup>(1)</sup>					3.03	3.03
フォトクロミック B <sup>(3)</sup>	18.0					
フォトクロミック C <sup>(4)</sup>		3.01				
フォトクロミック D <sup>(5)</sup>			0.02			
フォトクロミック E <sup>(6)</sup>				2.98		
2-(ジカプロラクトン)エチルアクリレート	24.1					
ジブチルチンジラウレート	0.08	0.01	0.02	0.02	0.01	0.01
ブチル化ヒドロキシトルエン	0.08			0.02	0.01	0.01
材料	チャージ B					
2-ヘプチル-3,4-ビス(9-イソシアナートノニル)-1-ペンチルシクロヘキサノール <sup>(2)</sup>	34.2	6.06	7.40	6.6	6.6	
ヘキサメチレンジイソシアナートのイソシアヌレート						2.27
材料	チャージ C					
2-(ジカプロラクトン)エチルアクリレート	7.1	6.66	8.13	7.25	7.26	4.01
ブチル化ヒドロキシトルエン		0.01				

表2- 実施例 D～I の固体のパーセント

	D	E	F	G	H	I
生じた生成物の固体のパーセント	32.7	58.6	50.4	57.2	53.4	37.7

(3) フォトクロミック B は、3-フェニル-3-(4-ホルホルノフェニル)-6,7-ジメトキシ-13-ブチル-13-(2-(2-(2-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)エトキシ)-3H,13H-インデノ[2,1-f]ナフト[1,2-b]ピランである。

(4) フォトクロミック C は、3,3-ジ(4-メトキシフェニル)-6-メトキシ-7-ホルホルノ-13-エチル-13-(2-(2-ヒドロキシエトキシ)エトキシ)-3H,13H-インデノ[2,1-f]ナフト[1,2-b]ピランである。

(5) フォトクロミック D は、3-(4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル)-3-(4-ホルホルノフェニル)-13,13-ジメチル-3H,13H-インデノ[2,1-f]ナフト[1,2-b]ピランである。

(6) フォトクロミック E は、3 - (4 - メトキシフェニル) - 3 - (4 - フルオロフェニル) - 6, 7 - ジメトキシ - 1,3 - エチル - 1,3 - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エトキシ) - 3 H, 1,3 H - インデノ [2, 1 - f] ナフト [1, 2 - b] ピランである。

【0176】

(実施例 J)

(疎水性ウレタンプレポリマー)

以下の材料を、記載した順序で、電気温度プローブ、オーバーヘッドスターラー、コンデンサーおよび加熱マントルを備える 4 つ口丸底フラスコに添加した。

【0177】

【化 5】

チャージ A

材料	グラムでの重量
N-メチルピロリジノン	649.3
ブチル化ヒドロキシトルエン	3.1
ジブチルチンジラウレート	3.1
2-(ジカプロラクトン)エチルアクリレート	1770.9

チャージ B

材料	グラムでの重量
2-ヘプチル -3,4-ビス(9-イソシアナートノニル) -1-ペンチル-シクロヘキサン <sup>(2)</sup>	1408.8

チャージ A を大気圧下にてフラスコ中で攪拌し、90 の温度に加熱した。チャージ B を 25 分間にわたって添加して、混合物を 50 分間、90 に維持した。最終生成物は、81.4 % の割合の固体および R + の Gardner - Holdt 粘性を有するわずかに黄色の液体であった。

【0178】

(実施例 K)

(実施例 A および実施例 B から形成されたフォトクロミック微粒子の水性分散物)

以下の材料を、以下に記載した順序で添加した。

【0179】



## 【化 6】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
水	282.0
ジメチルエタノールアミン	5.76
プロピレングリコールモノブチルエーテル	15.84
IGEPAL® CO-897 <sup>(7)</sup> 界面活性剤	3.57
実施例 A	90.0

10

## チャージ B

材料	グラムでの重量
2-(ジカプロラクトン) エチルアクリレート	9.6
実施例 B	49.7
ドデシルベンゼンスルホン酸 (イソプロパノール中に70%)	2.33
ジメチルエタノールアミン	0.65

20

## チャージ C

材料	グラムでの重量
水	2.0
硫酸鉄 (I I) アンモニウム	0.01
ト ブチルヒドロペルオキシド	0.16

## チャージ D

材料	グラムでの重量
水	6.0
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.2

30

## チャージ E

材料	グラムでの重量
ジメチルエタノールアミン	0.24
水	0.48

40

(7) Rhodiaから入手可能な非イオン性界面活性剤

ガラスビーカー中でチャージ A を攪拌することによってプレエマルジョンを調製した。チャージ B を順番に添加している間、プレエマルジョンの132.37 gを、8000 psiおよび28 にてMicrofluidizer (登録商標) M110Tに通して15分間再利用した。Microfluidizer (登録商標) M110Tは、MFIC Corporation, Newton, MAのMicrofluidics<sup>TM</sup>部門から入手可能である。得られたマイクロエマルジョンを、オーバーヘッドスターラー、コンデンサー、電気温度プローブおよび窒素注入口を備える4つ口丸底フラスコに移した。チャージ C を、混合物として急速に添加し、次いで、チャージ D を、30分間にわたって

50

混合物として添加した。チャージ D を添加すると、温度は 30 ～ 33 に上昇した。最後に、チャージ E を添加して、pH 8.22 を有する乳状の紫色の分散液が生成した。

【0180】

(実施例 L)

(実施例 C から形成された微粒子の水性分散物)

以下の材料を、以下に記載した順序で添加した。

【0181】

【化 7】

チャージ A

材料	グラムでの重量
実施例 C	133.3
IGEPAL® CO-897 <sup>(7)</sup> 界面活性剤	2.88
ジメチルエタノールアミン	5.6
ドデシルベンゼンスルホン酸 (イソプロパノール中に 70%)	5.76
ブチルアクリレート	37.3
プロピレングリコールモノブチルエーテル	20.0
水	232.0

10

20

チャージ B

材料	グラムでの重量
水	20.0

チャージ C

材料	グラムでの重量
水	6.0
硫酸鉄 (II) アンモニウム	0.02

30

【0182】

## 【化 8】

メタ重亜硫酸ナトリウム	0.5
-------------	-----

## チャージ D

材料	グラムでの重量
水	12.0
トブチルヒドロペルオキシド	0.4

10

## チャージ E

材料	グラムでの重量
ジメチルエタノールアミン	1.2
水	2.4

## チャージ F

材料	グラムでの重量
CYMEL® 327 <sup>(8)</sup> 樹脂	50.0

20

(8) Cytec, Inc. から入手可能なイソブタノール中の90重量%分散液として販売される部分的にメチル化されたメラミン/ホルムアルデヒド樹脂であることが報告されている。

## 【0183】

プレエマルジョンを、ステンレス鋼ビーカー中でチャージAを攪拌することによって調製した。このプレエマルジョンを一度、8000psiにてMicrofluidizer M110Tに通過させた。得られたマイクロエマルジョンを、オーバーヘッドスターラー、コンデンサー、電気温度プローブ、および窒素注入口を備える4つ口丸底フラスコに移した。チャージBを使用して、ビーカーおよびMicrofluidizer M110Tをリンスして、フラスコに添加した。チャージCを、混合物として急速に添加し、次いで、チャージDを、混合物として30分間にわたって添加した。チャージDを添加すると、温度は、30 ~ 54 に上昇した。チャージEを、混合物として添加した。チャージFを添加して、pH 8.11、39.7センチポアズのBrookfield粘性(スピンドル# 1、50rpm、25 )および36.9%の割合の固体を有する乳状の白色分散液が生成した。

30

## 【0184】

(実施例M)

(実施例Aおよび実施例Dから形成されたフォトクロミック微粒子の水性分散物)

以下の材料を、以下に記載した順序で添加した。

40

## 【0185】

## 【化 9】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
水	291.3
ジメチルエタノールアミン	5.2
プロピレングリコールモノブチルエーテル	14.3
IGEPAL® CO-897 <sup>(7)</sup> 界面活性剤	3.1
実施例 A	81.4

10

## チャージ B

材料	グラムでの重量
2-(ジカプロラクトン) エチルアクリレート	7.0
実施例 D	47.0
ドデシルベンゼンスルホン酸 (インプロパノール中に 7.0%)	2.07
ジメチルエタノールアミン	0.55

20

## チャージ C

材料	グラムでの重量
水	2.1
硫酸鉄 (I I) アンモニウム	0.01
t-ブチルヒドロペルオキシド	0.14

## チャージ D

材料	グラムでの重量
水	6.2
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.19

30

ガラスピーカー中でチャージ A を攪拌することによってプレエマルジョンを調製した。チャージ B を順番に添加している間、プレエマルジョンの 131.8 グラムを、8000 psi および 28 にて Microfluidizer M110T に通して 15 分間再利用した。得られたマイクロエマルジョンを、オーバーヘッドスターラー、コンデンサー、電気温度プローブおよび窒素注入口を備える 4 つ口丸底フラスコに移した。チャージ C を、混合物として急速に添加し、次いで、チャージ D を、30 分間にわたって混合物として添加した。チャージ D をすると、温度は 30 ~ 33 に上昇した。最終生成物は、pH 8.21 および 33.1% の割合の固体を有する乳状の灰色分散液であった。

40

## 【0186】

(実施例 N ~ R)

(実施例 A と実施例 E、実施例 F、実施例 G、実施例 H または実施例 I および実施例 J とから形成されたフォトクロミック微粒子の水性分散物)

表 3 は、実施例 N ~ R (以下に記載される順序で使用した) の調製において使用されるグラムでの材料の量を示す。プレエマルジョンを、ガラスピーカー中でチャージ A を攪拌することによって調製した。チャージ B を順番に添加している間、実施例 N について 53.7 g ; 実施例 O について 73.59 g ; 実施例 P について 60.31 g ; 実施例 Q につ

50

いて57.31gおよび実施例Rについて66.14gの得られたブレエマルジョンを、各々、8000psiおよび70 にてMicrofluidizer M110Tに通して15分間、再利用した。得られたマイクロエマルジョンを、マグネチックスターラー、コンデンサー、電気温度プローブおよび窒素注入口を備える4つ口丸底フラスコに移した。チャージCを使用してMicrofluidizerをリンスし、次いで、フラスコに添加した。マイクロエマルジョンの温度を23 に調整した。チャージDを、混合物として急速に添加し、次いで、チャージEを、30分間にわたって混合物として添加した。チャージEを添加すると、温度は24 ~ 26 に上昇した。得られた微小分散液を、表4に示した量が、各々の実施例について維持されるまで減圧下で希釈した。最終生成物は、表4にまた示されるpHおよび固体の割合を有する黒っぽい液体であった。

10

【0187】

【化10】

表 3— 実施例 N-R

材料	N	O	P	Q	R
材料	チャージ A				
実施例 J					17.40
2-(ジカプロラクトン) エチルアクリレート	2.2	3.8	2.8	2.6	2.9
実施例 A	19.6	23.5	20.9	20.3	20.3
ドデシルベンゼンスルホン酸 (イソプロパノール中に70%)	1.5	1.8	1.6	1.5	1.5
ジメチルエタノールアミン	1.3	1.6	1.4	1.4	1.4
水	82.8	116.5	94.0	88.8	88.8
材料	チャージ B				
実施例 E	24.75				
実施例 F		34.4			
実施例 G			26.65		
実施例 H				27.76	

20

30

【0188】

## 【化 1 1】

実施例 I					20.89
トルエン	2.09	1.25	2.22		
材料	チャージ C				
水	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
材料	チャージ D				
水	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
硫酸鉄 (II) アンモニウム 溶液 (水中 (1%))	0.1	0.13	0.11	0.11	0.11
t-ブチルヒドロペルオキシド (水中 70%)	0.05	0.06	0.06	0.05	0.05
材料	チャージ E				
水	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07

10

表 4 - 実施例 N ~ R の特徴

	N	O	P	Q	R
希釈後に残っているグラムでの各実施例の量	67.5	76.3	65.2	57.5	55.8
pH	6.5	6.48	6.75	6.52	6.63
固体のパーセント	34	35.7	35.9	39.9	41.6

20

( 実施例 S )

( 実施例 A および実施例 B から形成されたフォトクロミック微粒子の水性分散物 )

以下の材料を、以下に記載した順序で添加した。

30

## 【 0 1 8 9 】

## 【化 1 2】

## チャージ A

材料	グラムでの重量
水	562.4
ジメチルエタノールアミン	1.7
プロピレングリコールモノブチルエーテル	22.44
実施例 A	127.5
2-(ジカプロラクトン) エチルアクリレート	40.66

40

## チャージ B

材料	グラムでの重量
----	---------

## 【 0 1 9 0 】

## 【化 1 3】

実施例 B	210.8
ドデシルベンゼンスルホン酸 (イソプロパノール中に 70%)	9.71
ジメチルエタノールアミン	6.97

## チャージ C

材料	グラムでの重量
水	30.0

10

## チャージ D

材料	グラムでの重量
水	10.0
硫酸鉄 (II) アンモニウム	0.01
t-ブチルヒドロペルオキシド	0.68

20

## チャージ E

材料	グラムでの重量
水	30.0
メタ重亜硫酸ナトリウム	0.85

オーバーヘッドスターラー、コンデンサー、電気温度プローブおよび空気注入口を備える 4 つ口丸底フラスコ中でチャージ A を攪拌することによって、プレエマルジョンを調製した。プレエマルジョンを 60 に加熱して、チャージ B を順番に添加している間、冷やさずに 8000 psi にて Microfluidizer (登録商標) M110T に通して 15 分間再利用した。冷却水を Microfluidizer (登録商標) M110T に付与して、得られたマイクロエマルジョンの温度を 25 に下げた。このマイクロエマルジョンを、オーバーヘッドスターラー、コンデンサー、電気温度プローブおよび窒素注入口を備える 4 つ口丸底フラスコに移した。チャージ C を使用して、Microfluidizer (登録商標) をリンスし、次いで、フラスコに添加した。チャージ D を、混合物として急速に添加し、次いで、チャージ E を、30 分間にわたって混合物として添加した。チャージ E をすると、温度は 25 ~ 30 に上昇した。得られた乳状の紫色の分散液は、pH 6.58、48.3 センチポイズの Brookfield 粘性 (スピンドル #1、50 rpm、25 ) および 30.8 % の割合の固体を有した。

30

## 【0191】

40

(実施例 1 ~ 実施例 8)

(架橋剤としてメラミン樹脂を用いた実施例 K のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物)

(パート A)

十分な水を実施例 K の材料に添加して、測定値 23.2 % の割合の固体を得た。得られた溶液を、約 1 時間攪拌した。

## 【0192】

(パート B)

表 5 の実施例 1 ~ 8 の各々についてグラム量で示される材料を、以下に記載する順序で添加した。

50

## 【 0 1 9 3 】

攪拌プレート上のピーカー中でマグネチック攪拌棒を用いてチャージ A を攪拌している間、チャージ B を調整可能なビペットを用いてそれに添加した。得られた混合物を 2 ～ 5 分間攪拌した。チャージ C を、チャージ B と同じ様式で添加した。チャージ D を添加して得られた混合物を時折、上部から底部を確実に混合するように 2 ～ 10 回振盪して、20 ～ 45 分間攪拌した。攪拌を停止した後、得られた溶液を 30 ～ 60 分間静止状態のままにして、形成された気泡を取り除いた。

## 【 0 1 9 4 】

## 【 化 1 4 】

表 5 - 実施例 1 ～ 8

	1	2	3	4	5	6	7	8
材料	チャージ A							
パート A の生成物	10.0	10.1	10.0	10.1	10.0	10.1	10.0	10.1
材料	チャージ B							
A-187 <sup>(9)</sup>	0.31	0.31	0.30	0.33	0.31	0.3	0.31	0.33
材料	チャージ C							
第 1 の安定剤 <sup>(10)</sup>	1.0				1.0			
CYMEL® 327 <sup>(8)</sup> 樹脂		0.71	2.5	6.55				
CYMEL® 385 <sup>(11)</sup> 樹脂						0.72	2.73	7.24
材料	チャージ D							
CYMEL® 327 <sup>(8)</sup> 樹脂	0.71							
CYMEL® 385 <sup>(11)</sup> 樹脂					0.81			

( 9 ) - グリシドキシプロピルトリメトキシシランであることが報告されており、O s i Specialty Chemicals から入手可能である。

( 10 ) NMP 中の 5 重量 % の T I N U V I N - 1 4 4 であり、C A # 6 3 8 4 3 - 8 9 - 0 を有すると報告されており、C i b a Specialty Chemicals から入手可能である。第 1 の安定剤溶液を、T I N U V I N - 1 4 4 が溶解するまで攪拌することによって調製した。

( 11 ) C y t e c , I n c . から入手可能なメトキシメチルメチロールメラミン樹脂であることが報告されている。

## 【 0 1 9 5 】

( 比較例 9 ～ 1 2 および実施例 1 3 )

( 比較例 9 を除く全てにおいて架橋剤としてメラミン樹脂を用いた実施例 L または実施例 M のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物 )

以下の材料を、表 6 のグラムで示した量で用いたことを除いて、実施例 1 のパート B の手順に従った。

## 【 0 1 9 6 】



## 【化 15】

表 6 - 比較例 9 ~ 12 および実施例 13

	9	10	11	12	13
材料	チャージ A				
実施例 L	5.1	5.1	5.1	5.1	
実施例 M					15.0
材料	チャージ B				
A-187 <sup>(9)</sup>	0.32	0.33	0.31	0.3	0.44
材料	チャージ C				
フォトクロミック / 安定剤 <sup>(12)</sup>	5.1	5.0	5.0	5.0	
第 1 の安定剤 <sup>(10)</sup>					1.5
材料	チャージ D				
CYMEL® 327 <sup>(8)</sup> 樹脂		2.1	4.1	15.1	1.47

(12) フォトクロミック / 安定剤を、3,3-ジ(4-メトキシフェニル)-6,11,13-トリメチル-13-ヒドロキシ-3H,13H-インデノ[2,1-f]ナフト[1,2-b]ピランであるフォトクロミック F (1.75 g) および NMP (50.0 g) 中の第 1 の安定剤 (10) における材料として記載されている TINUVIN-144 (0.87 g) を添加することによって調製した。この材料を攪拌しながら溶解して、溶液を 45 未満に温めて、NMP 中に 3.3 重量 % のフォトクロミック F および 1.7 重量 % の TINUVIN-144 を有する溶液を得た。

## 【0197】

(実施例 14 ~ 実施例 16)

(架橋剤としてポリカルボジイミド ; ポリアジリデン ; またはイソシアネート官能性オルガノシランを用いた実施例 K のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物)

(パート A)

十分な水を実施例 K の材料に添加したことを除いて実施例 1 の手順に従って、31.4 % の固体である本発明の固体の測定値を得た。

## 【0198】

(パート B)

以下の材料を表 7 にグラムで示した量で使用したことを除いて、実施例 1 の手順に従った。

## 【0199】

10

20

30

## 【化 16】

表 7 - 実施例 14 ~ 16

	14	15	16
材料	チャージ A		
パート A の生成物	33.6	33.6	30.0
材料	チャージ B		
CARBODILITE V-02-L2 <sup>(13)</sup>	4.6		
CX-100 ポリアジリジン <sup>(15)</sup>		1.85	
トリス (トリメトキシシリルプロピル) イソシアヌレート			3.31
材料	チャージ C		
安定剤 / 接着促進剤 <sup>(14)</sup>	5.1	5.1	

10

(13) 水中の 40% 固体として提供された多機能性ポリカルボジイミドであり、日本の Nisshinbo Industries, Inc. によって製造されている。

(14) 安定剤 / 接着促進剤を、NMP 中の 3.5 重量%の TINUVIN - 144 および 19.9 重量%の A - 187 接着促進剤を溶解することによって調製した。

20

(15) Neoresins, Inc. から 100% 固体として提供されたポリアジリジン。

## 【0200】

(実施例 17)

(架橋剤としてメラミン樹脂を用い、ウレタンジオールを含む、実施例 N、実施例 O および実施例 P のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物)

以下の材料を表 8 にグラムで示した量において使用したことを除いて、実施例 1 のパート B の手順に従った。

## 【0201】

30

## 【化 17】

表 8 - 実施例 17

	17 パート1	17 パート2	17 パート3
材料	チャージ A		
実施例 N	15.03		
実施例 O		15.04	
実施例 P			15.06
材料	チャージ B		
安定剤／接着 促進剤 <sup>(14)</sup>	2.56	2.68	2.68
材料	チャージ C		
CYMEL® 328 <sup>(16)</sup> 樹脂	7.04	6.30	6.45
材料	チャージ D		
K-FlexUD-350w <sup>(17)</sup> ジオール	2.01	2.00	1.88

(16) Cytec, Inc. 製の水中で 85% 活性として入手可能な高イミノメラミン樹脂であることが報告されている。

(17) 水中で 88% 活性として提供され、King Industries, Inc. から入手可能なウレタンジオールであることが報告されている。

## 【0202】

(パート4)

以下の材料を、記載した順序でビーカーに添加して、約 10 分間混合し、実施例 17 を得た。

## 【0203】

## 【化 18】

材料	グラムでの重量
パート2の生成物	7.75
パート3の生成物	4.19
パート1の生成物	2.67

(実施例 18 ~ 19)

(架橋剤としてメラミン樹脂を使用し、ウレタンジオールを含む、実施例 Q または R のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物)

以下の材料を表 9 において示した量 (g) で使用した以外は、実施例 1 のパート B の手順に従った。

## 【0204】

## 【表 9】

表9-実施例18～19

	18	19
材料	チャージA	
実施例 Q	10.04	
実施例 R		10.02
材料	チャージC	
CYME <sup>®</sup> 328 <sup>(16)</sup> 樹脂	4.68	4.91
材料	チャージD	
K-FlexUD-350W <sup>(17)</sup> ジオール	1.32	1.54

10

( 実施例 2 0 ～ 2 2 )

( 市販のゾルゲルハードコート生成溶液を使用した、実施例 S のフォトクロミック微粒子の水性分散物のコーティング組成物 )

以下の材料を表 1 0 に示した量 ( g ) で使用した以外は、実施例 1 のパート B の手順に従った。

【 0 2 0 5 】

【表 1 0】

20

表10-実施例20～22

	20	21	22
材料	チャージA		
実施例 S	10.0	10.0	15.0
材料	チャージB		
HiGard <sup>®</sup> 1020 <sup>(18)</sup> コーティング溶液	8.57		
HiGard <sup>®</sup> 1080 <sup>(19)</sup> コーティング溶液		10.0	
HiGard <sup>®</sup> 1035 <sup>(20)</sup> コーティング溶液			15.0

30

( 1 8 、 1 9 および 2 0 ) H i G a r d ( 登録商標 ) 1 0 2 0 コーティング溶液、H i G a r d ( 登録商標 ) 1 0 8 0 コーティング溶液、および H i G a r d ( 登録商標 ) 1 0 3 5 コーティング溶液はそれぞれ、P P G I n d u s t r i e s , I n c . から市販されているゾルゲルハードコート生成溶液である。

【 0 2 0 6 】

( 実施例 2 3 )

レンズの調製は、パート A に記載する；そのレンズのコーティングは、パート B に記載する；コーティングされたレンズの F i s c h e r 微小硬さ試験 ( M i c r o h a r d n e s s T e s t i n g ) は、パート C に記載する；そしてそのコーティングされたレンズのフォトクロミック性能試験は、パート D に記載されている。

40

【 0 2 0 7 】

( パート A )

7 6 m m の直径を有する、P D Q ( 登録商標 ) コーティングされた G e n t e x ( 登録商標 ) ポリカーボネート平面 ( p l a n o ) レンズを、供給されたままで使用したか、あるいは食器洗い界面活性剤および水で洗浄し、脱イオン水でリンスし、そして乾燥させた。実施例 1 ～ 8 、 1 3 および比較例 9 ～ 1 2 のレンズを、供給されたままで使用し、そして流速 1 0 0 ミリリットル ( m L ) / 分の酸素で、1 0 0 ワットの電力で 1 分間、酸素プラズマで処理した。実施例 1 4 ～ 2 2 の清浄レンズを、イオン化空気のバーストで処理して、塵粒を全て除去し、各レンズをコロナ源の下約 1 インチ ( 2 . 5 4 c m ) に置き、約

50

200rpmで回転させ、約3～4秒処理することによって、3DT Multidyne 1システムにおけるコロナ処理に供した。

#### 【0208】

##### (パートB)

パートAにおいて調製されたレンズを、スピンコーティングプロセスを介して実施例1～8、13～22および比較例9～12の溶液でコーティングした。各実施例および比較例の溶液約1～2mLを、レンズ上に施し、表11に列挙した速度および時間でそのレンズを回転させた。実施例1～8、13～19および比較例9～12のコーティングされたレンズを、以下の硬化サイクルによって強制空気オープンにおいて硬化した：80℃で20分間、5分間にわたって120℃に上げ、120℃で1時間維持し、室温まで冷却する。実施例20～22のコーティングされたレンズを、60℃で20分間、強制空気オープンにおいて硬化し、次いで120℃で3時間硬化した。

#### 【0209】

##### 【表11-1】

表11—スピンコーティングのパラメーター

実施例番号	回転速度 (rpm)	回転時間 (秒)
1,2,5,6	1,100	5.0
3	1,100	3.7
4,7	1,100	3.0
8	1,100	2.3
9 (比較例)	850	3.5*
10 (比較例)	850	3.0*
11 (比較例)	850	3.3*

#### 【0210】

##### 【表11-2】

12 (比較例)	850	4.0*
13	1,100	4.5
14, 15, 16, 20, 21, 22	1,100	6.0
17	700	5.0*
18	1,600	2.0
19	1,600	3.0

\* は、材料のいくらかを回転の前に施し、そしていくらかをレンズの回転の間の1.0秒までに施したことを示す。

#### 【0211】

##### (パートC)

パートBにおいて調製したコーティングされたレンズを、Fischer Technology, Inc. から入手可能なFischerscope HCV, Model H-100を使用する微小硬さ試験に供した。微小硬さは、ニュートン/mm<sup>2</sup>で測定する。この測定は、そのレンズを約48%の相対湿度、21～23℃の温度に少なくとも12時間の条件においた後に行った。各レンズを、2～5回測定し、得られたデータを平均した。硬さの測定は、15秒間の100ニュートンの負荷の後の2ミクロンの貫通深さにおける硬さとして行った。結果を表11に列挙する。

## 【0212】

## (パートD)

パートBにおいて調製されたコーティングされたレンズを、VARIAN CARY 3 UV-可視分光光度計または匹敵する機器において、紫外線吸収についてスクリーニングした。390 nmにおいて匹敵するUV吸収を有するレンズを、光学ベンチにおいてフォトリソミック応答について試験した。光学ベンチにおける応答試験の前に、上記コーティングされたレンズを、上記フォトリソミック材料を予め活性化するために、光源から14 cmの距離において10分間、365 nmの紫外光にそのレンズを曝露することによって、調整した。サンプルにおけるUVA照射量を、Licor Model Li-1800分光放射計で測定し、1平方メートル当たり22.2ワットであることを見出した。次いで、サンプルにおけるフォトリソミック材料を退色または不活性化させるために、そのサンプルを10分間、ハロゲンランプ(500 W、120 V)下に、そのランプから約36 cmの距離に置いた。そのサンプルにおける照度を、Licor分光放射計で測定し、21.9 Kluxであることを見出した。次いで、このサンプルを、冷却して試験の前に基底状態まで消失させ続けるために、少なくとも1時間暗環境内に保った。

10

## 【0213】

フォトリソミック応答を測定するのに使用した光学ベンチを、Oriental Model #66011 300-ワットキセノンアークランプ、Oriental Model 71445 コンピューター制御されたシャッター、短い波長の照射を除去するためのSchott 3mm KG-2帯域通過フィルター、キセノンランプからの光を減弱するためのコーティングされた融合シリカ中性密度(neutral density)フィルター、光線を平行にするための融合シリカ集光レンズ、およびサンプルの温度を維持するための石英ウォーターセル(water cell)/サンプルホルダー(ここに試験されるサンプルが挿入される)に取り付ける。そのウォーターセルにおける温度を、揚水水循環システムで制御し、ここで水は、冷却ユニットのレザバ内に配置された銅製のコイルを通過する。試験サンプルを保持するために使用されるウォーターセルは、活性化またはモニタリング光線のスペクトルの変化を排除するために、前面および後面上に融合シリカシートを含有した。そのウォーターセルを通る濾過された水を、フォトリソミック応答試験のために72°F±2°に維持した。Oriental Photofeedbackユニット、モデル68850を使用して、サンプルの活性化の間、キセノンアークランプの強さを制御した。

20

30

## 【0214】

Ocean Optics LS-1タンゲステンハロゲン光源を、フォトリソミック応答測定のためのモニタリング光源として使用した。光ファイバーケーブル中に集中された光を平行にし、上記ウォーターセルにおいて、サンプルの中心を垂直に通した。そのサンプルを通した後、光を、2インチの積分球に再び集中し、光ファイバーケーブルによってOcean Optics S2000分光光度計に送った。Ocean Optics OOI Base 32ソフトウェアおよびPPG特許ソフトウェアを、応答を測定し、そして光学ベンチの操作を制御するために使用した。

## 【0215】

上記光学ベンチ上での上記フォトリソミックサンプルの応答試験のための照射量は、モデルSED033検出計、Bフィルターおよび拡散器を備える検出システムと共に、International Light Research RadiometerモデルIL-1700を使用して、そのサンプルにおいて確立した。1平方メートルのUVA当たりのワットを示す値を表示するために、その放射計の出力表示をLicor 1800-02 Optical Calibration Calibratorに対して補正(係数値設定(factor values set))した。応答試験のためのサンプル点における照射量を、1平方メートルのUVA当たり6.7ワットで、約18 Kluxの照度を有するように設定した。上記試験サンプルを、モニタリング光に対して垂直にしながら、垂線から31°で活性化光に曝露した。

40

50

## 【 0 2 1 6 】

サンプルが飽和密度に達するまで、そのサンプルを 15 または 30 分間、72 ° F に制御したウォーターセルにおいて活性化した。その時点で、活性化光線のためのシャッターを閉じた。そのサンプルを、最大約 30 分間、室内照明条件下で退色する間モニタリングを続けた。サンプルが光学ベンチ上で退色している間に、退色半減期 ( $T_{1/2}$ ) を各サンプルについて決定した。退色の第一の半減期は、活性化光源の除去 (例えば、シャッターを閉じることによる) の後に、レンズ上のコーティングにおけるフォトリソミック材料の活性化形態の飽和 OD が、72 ° F (22 ° C) での活性化の 15 ~ 30 分後に測定した最大 OD の 1/2 に退色する時間間隔 (秒) であった。退色の第二の半減期は、レンズ上のコーティングにおけるフォトリソミック材料の活性化形態の OD が、上記のように測定した最大 OD の 1/4 に退色する時間間隔 (秒) であった。退色の第三の半減期は、レンズ上のコーティングにおけるフォトリソミック材料の活性化形態の OD が、上記のように測定した最大 OD の 1/8 に退色する時間間隔 (秒) であった。各サンプルについて測定した種々の退色半減期は、表 13 に含まれる。

## 【 0 2 1 7 】

## 【表 1 2】

表12

実施例番号	Fischer 微小硬さ (N/mm <sup>2</sup> )
1	45
2	44
3	84
4	122
5	56
6	53
7	98
8	147
9 (比較例)	21
10 (比較例)	80
11 (比較例)	104
12 (比較例)	130
13	65
14	16
15	23
16	42
17	99
18	99
19	101
20	10
21	33
22	49

## 【 0 2 1 8 】

【表 13】

表13

実施例 番号	390nmにおけ る吸収	試験した波長にお ける光学密度	退色の第一 の半減期 (秒)	退色の第二 の半減期 (秒)	退色の第三の 半減期(秒)
1	1.14	0.84 @ 565	42	95	196
2	1.28	0.87 @ 565	43	96	204
3	1.52	0.92 @ 565	48	108	264
4	1.63	0.94 @ 565	62	173	827
5	1.12	0.83 @ 565	43	94	186
6	1.22	0.84 @ 565	42	92	185
7	1.32	0.85 @ 565	42	90	176
8	1.37	0.89 @ 565	52	144	---
9 (比較例)	0.92	0.62 @ 565	48	122	---
10 (比較例)	0.86	0.44 @ 565	146	1168	---
11 (比較例)	0.86	0.38 @ 565	215	>1800	---
12 (比較例)	0.84	0.78 @ 565	422	>1800	---
13	1.12	0.58 (明所視)	54	129	---
14	1.52	0.87 @ 570	44	96	---
15	1.62	0.90 @ 570	45	97	---
16	1.99	0.92 @ 570	44	95	---
17	1.20	0.59 (明所視)	50	109	198
18	1.39	0.85 @ 565	46	102	204
19	1.30	0.88 @ 565	70	167	436
20	1.48	0.87 @ 565	42	90	---
21	1.17	0.79 @ 565	42	92	---
22	1.24	0.79 @ 565	42	92	---

表 12 における結果は、本発明の実施例 1 ~ 8、13 ~ 22 および比較例 9 ~ 12 を使用して調製したコーティングの Fischer 微小硬さ値が 10 ~ 147 (N/mm<sup>2</sup>) に及ぶことを示す。

## 【0219】

表 13 において、実施例 1 ~ 8、13 ~ 22 および比較例 9 ~ 12 の結果は、コーティングのフォトクロミック性能値は、広範囲に変動させられ得ることを示した。

## 【0220】

本発明は、その特定の実施形態の具体的な詳細を参照して説明された。そのような詳細は、添付の特許請求の範囲に含まれるものを除いては、本発明の範囲についての限定とみなされることは意図されない。

10

20

30

40



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 0 9 D 11/00	(2006.01)	C 0 9 D 11/00
C 0 9 D 201/00	(2006.01)	C 0 9 D 201/00
C 0 9 J 11/08	(2006.01)	C 0 9 J 11/08
C 0 9 J 201/00	(2006.01)	C 0 9 J 201/00
G 0 2 B 5/23	(2006.01)	G 0 2 B 5/23
G 0 2 C 7/04	(2006.01)	G 0 2 C 7/04
G 0 2 C 7/10	(2006.01)	G 0 2 C 7/10

- (72)発明者 ファラー, デニス エル.  
アメリカ合衆国 ペンシルベニア 1 5 1 1 6 , グレンショー, マリ アン ドライブ 2 0 8
- (72)発明者 ブラックバーン, フォレスト アール.  
アメリカ合衆国 ペンシルベニア 1 5 1 4 6 , モンローヴィル, メアリーウッド ドライブ 4 4 4 1
- (72)発明者 スチュアート, ケビン ジェイ.  
アメリカ合衆国 ペンシルベニア 1 5 6 6 8 , マリーズヴィル, マリー チェース レーン 1 2 0 7
- (72)発明者 チョプラ, アヌ  
アメリカ合衆国 ペンシルベニア 1 5 2 3 9 , ピッツバーグ, キャリッジ ブールバード 2 0 7
- (72)発明者 コルトン, ジェームス ビー.  
アメリカ合衆国 ペンシルベニア 1 5 0 8 5 , トラフォード, ティンバー レーン 9 3

## 合議体

審判長 蔵野 雅昭

審判官 小野寺 務

審判官 大島 祥吾

- (56)参考文献 特開平 7 - 2 8 6 1 2 1 号公報

- (58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

C08G59/00-59/72

C08L101/11-101/14