



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 320 773**

51 Int. Cl.:

**C08L 33/00** (2006.01)

**C08K 5/1545** (2006.01)

**G02C 7/10** (2006.01)

**G02B 5/23** (2006.01)

**C09D 5/29** (2006.01)

**C09K 9/02** (2006.01)

**C08F 290/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04771763 .2**

96 Fecha de presentación : **11.08.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1655342**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.05.2006**

54

Título: **Composición endurecible.**

30

Prioridad: **12.08.2003 JP 2003-207389**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**28.05.2009**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**28.05.2009**

73

Titular/es: **Tokuyama Corporation**  
**1-1 Mikage-cho**  
**Shunan-shi, Yamaguchi 745-0053, JP**

72

Inventor/es: **Nagoh, Hironobu;**  
**Momoda, Junji y**  
**Mori, Katsuhiko**

74

Agente: **Manresa Val, Manuel**

ES 2 320 773 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Composición endurecible.

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una composición endurecible que es útil en la realización de un producto óptico que presente fotocromismo tal como una lente fotocromica para gafas.

**10 Descripción de las técnicas anteriores**

Las gafas fotocromicas funcionan como gafas de sol en el exterior donde sus lentes se oscurecen rápidamente cuando se exponen a la luz, comprendiendo la radiación ultravioleta, tal como la luz solar y como gafas normales transparentes en los interiores donde sus lentes recuperan la transparencia al encontrarse sin exposición. Cada vez existe una mayor demanda de gafas fotocromicas.

Son muy utilizadas las lentes de las gafas fotocromicas realizadas de plástico debido a que son poco pesadas y seguras. En general, se proporciona fotocromismo a las lentes de plástico preparando un compuesto orgánico fotocromico. Como medio de preparación del compuesto fotocromico, se conoce un procedimiento en el que se impregna la superficie de una lente sin fotocromismo con un compuesto fotocromico (al que de ahora en adelante se hará referencia como "procedimiento de impregnación") y un procedimiento en el que se disuelve el compuesto fotocromico en un monómero y se polimeriza la mezcla resultante para obtener directamente una lente fotocromica (al que de ahora en adelante se hará referencia como "procedimiento en masa").

Además de dichos procedimientos, se conoce asimismo un procedimiento en el que se aplica un revestimiento de un compuesto fotocromico (al que de ahora en adelante se hará referencia asimismo como "revestimiento fotocromico") se aplica a la superficie de una lente de plástico para formar una capa de revestimiento con fotocromismo (capa fotocromica de revestimiento) (al que de ahora en adelante se hará referencia como "procedimiento de revestimiento"). Sin embargo, no resulta fácil de alcanzar el fotocromismo requerido para las lentes de gafas fotocromicas con una única capa fina de revestimiento fotocromico. La mayoría de las lentes fotocromicas que se han construido hasta el momento se han realizado mediante el procedimiento de impregnación o en masa.

Sin embargo, se ha desarrollado recientemente un revestimiento fotocromico que satisface el requisito anterior y puede proporcionar el excelente aspecto característico del procedimiento de revestimiento, es decir, teóricamente fotocromismo para cualquier tipo de sustrato de la lente. Por consiguiente, han crecido rápidamente las expectativas del procedimiento de revestimiento. Por ejemplo, un sustrato blando que permite que un compuesto fotocromico se difunda fácilmente se ha de utilizar como sustrato de las lentes en el procedimiento de impregnación y una composición monomérica especial se ha de utilizar para desarrollar un fotocromismo excelente en el procedimiento en masa mientras que no existen tales restricciones sobre el sustrato en el procedimiento de revestimiento.

Aunque el revestimiento fotocromico que se puede utilizar adecuadamente en el procedimiento de revestimiento, se conoce una composición que comprende un "compuesto fotocromico" tal como un compuesto de cromeno, un "compuesto amina" y "monómeros polimerizables que comprenden un monómero que se puede polimerizar por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo que forma un grupo silanol mediante hidrólisis y/o un monómero que se puede polimerizar por radicales que presenta un grupo isocianato" (véase el documento WO 03/011967).

El revestimiento fotocromico anterior proporciona una capa de revestimiento fotocromico que presenta una elevada adherencia al sustrato y unas propiedades fotocromicas excelentes. Sin embargo, para obtener una adherencia suficientemente elevada al sustrato del revestimiento, el sustrato se ha de someter a un tratamiento previo problemático, tal como un tratamiento con plasma. Especialmente cuando se utiliza un sustrato apenas tratado, la temperatura de endurecimiento o las condiciones del tratamiento previo han de ser muy rigurosas.

**Sumario de la invención**

Constituye por lo tanto un objetivo de la presente invención proporcionar una composición endurecible que pueda formar una capa de revestimiento fotocromico que presente unas propiedades fotocromicas excelentes tales como una elevada densidad de desarrollo del color y una rápida velocidad de cambio del color, no presente disolución del compuesto fotocromico, presente una elevada adhesión al sustrato mediante un tratamiento previo simple y presente una excelente aplicabilidad de revestimiento duro.

Constituye otro objetivo de la presente invención proporcionar un revestimiento que comprenda la composición endurecible anterior.

Constituye otro objetivo adicional de la presente invención proporcionar un producto óptico fotocromico que presente una capa endurecida de la composición endurecible anterior.

Constituye otro objetivo adicional de la presente invención proporcionar un producto endurecible fotocromico que sea el producto endurecible de la composición endurecible anterior.

Otros objetivos y ventajas de la presente invención se pondrán de manifiesto a partir de la siguiente descripción.

Se ha propuesto la presente invención para alcanzar los objetivos anteriores y conseguirlo basándose en el descubrimiento de que los objetivos anteriores se pueden alcanzar mediante una composición endurecible preparada mezclando una cantidad específica de un compuesto de silicio que presente el grupo silanol o un grupo que forme un grupo silanol mediante hidrólisis y un grupo que no se pueda polimerizar por radicales (al que de ahora en adelante se hará referencia como “compuesto de sililo”) y monómeros que se puedan polimerizar por radicales comprendiendo un monómero que se pueda polimerizar por radicales que presente por lo menos un grupo epoxi en la molécula (al que de ahora en adelante se hará referencia simplemente como “monómero epoxi”) con un compuesto fotocromático.

Es decir, en primer lugar, se alcanzan los objetivos y ventajas anteriores de la presente invención mediante una composición endurecible que comprende (1) entre 0,1 y 20 partes en peso de un compuesto de silicio que presente un grupo silanol o un grupo que pueda formar un grupo silanol mediante hidrólisis y un grupo que no se pueda polimerizar por radicales, (2) 100 partes en peso de un monómero que se pueda polimerizar por radicales y (3) entre 0,01 y 20 partes en peso de un compuesto fotocromático, comprendiendo el monómero que se puede polimerizar por radicales entre el 0,01 y el 30% en peso de un monómero que se pueda polimerizar por radicales que presente un grupo epoxi en la molécula basándose en el total de todos los monómeros que se puedan polimerizar por radicales.

En segundo lugar, se alcanzan los objetivos y ventajas anteriores de la presente invención mediante un revestimiento que comprende la composición endurecible anterior.

En tercer lugar, se alcanzan los objetivos y ventajas anteriores de la presente invención mediante un producto óptico que presenta fotocromismo que comprende una capa endurecida de la composición endurecible de la presente invención realizada en por lo menos una cara de un sustrato óptico.

En cuarto lugar, se alcanzan los objetivos y ventajas anteriores de la presente invención mediante un producto endurecible fotocromático obtenido al endurecer la composición endurecible anterior.

El revestimiento fotocromático descrito en el documento WO 03/011967 comprende “un monómero que se puede polimerizar por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo que forma un grupo silanol mediante hidrólisis y/o un monómero que se puede polimerizar por radicales que presenta un grupo isocianato” como componente adhesivo que se incorpora en el interior de un producto endurecido cuando se endurece debido a que presenta un grupo polimerizable. A diferencia de esto, debido a que la composición endurecible de la presente invención comprende un compuesto de silicio que no presenta un grupo que se pueda polimerizar por radicales como componente adhesivo, su proporción de utilización efectiva resulta elevada y el compuesto de silicio anterior se inmoviliza mediante el grupo epoxi comprendido en el componente monomérico polimerizable. Por consiguiente, cuando se utiliza la composición endurecible de la presente invención, se puede obtener una fuerza elevada de adherencia (fuerza de fijación) a un sustrato simplemente sometiendo el sustrato a un tratamiento previo simple tal como lavándolo con una disolución acuosa básica.

#### **Descripción detallada de la forma de realización preferida**

En la presente invención, para obtener una adherencia elevada entre una composición endurecible tras el endurecimiento y el sustrato de una lente de gafas, (1) se utiliza un compuesto de silicio (compuesto de sililo) que presenta un grupo silanol o un grupo funcional para formar un grupo silanol mediante hidrólisis y sin grupo que se pueda polimerizar por radicales. Se mejora la adherencia entre el producto endurecido fotocromático obtenido mediante el endurecimiento de la composición endurecible de la presente invención y el sustrato y se mejora en gran medida la adherencia a un revestimiento duro endurecido mediante un procedimiento de condensación cuando se utiliza dicho compuesto de sililo.

Se puede utilizar cualquier compuesto de sililo conocido como compuesto de sililo si presenta un grupo silanol ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) o un grupo para realizar un grupo silanol mediante hidrólisis y sin grupo que se pueda polimerizar por radicales.

Los ejemplos ilustrativos del grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis comprenden los grupos alcoxisililo ( $\equiv\text{Si-O-R}$ ; R es un grupo alcoxi), ariloxisililo ( $\equiv\text{Si-O-Ar}$ ; Ar es un grupo arilo que puede estar sustituido), grupos halosisililo ( $\equiv\text{Si-X}$ ; X es un átomo halógeno) y un grupo sililoxisililo (enlace disiloxano;  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ).

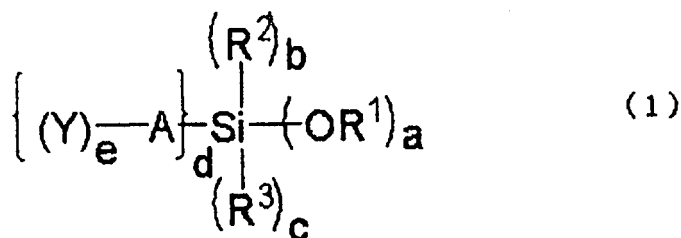
Desde los puntos de vista de la facilidad de formación de un grupo silanol, facilidad de síntesis, facilidad de conservación y poca influencia en las propiedades físicas de un producto endurecido de un grupo del que se ha eliminado de un átomo de silicio mediante una reacción, de entre los grupos para formar un grupo silanol mediante hidrólisis, se prefieren los grupos alcoxisililo y el grupo sililoxisililo, comprendiendo los grupos alcoxisililo un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4, y el grupo metoxisililo y etoxisililo son los más preferidos.

El compuesto de sililo de la presente invención no contiene un grupo (met)acrilóilo y derivados de un grupo (met)acrilóilo tal como un grupo (met)acrilóiloiloxi, un grupo (met)acrilóiloilamino y un grupo (met)acrilóiloiltio, y grupos polimerizables por radicales tales como el grupo vinilo, el grupo alilo y el grupo estirilo.

## ES 2 320 773 T3

Los ejemplos del compuesto de silicio que se pueden utilizar adecuadamente en la presente invención son compuestos representados por las siguientes fórmulas (1) a (5).

5

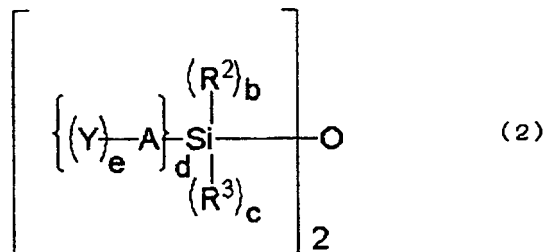


10

15 en la que  $R^1$  es un grupo alquilo o un grupo arilo,  $R^2$  y  $R^3$  son cada uno de ellos independientemente un grupo alquilo, un grupo arilo un grupo acilo o un átomo halógeno, A es un residuo orgánico de bivalente a tetravalente, Y es un átomo halógeno tal como un átomo de flúor, un átomo de cloro o un átomo de bromo, un grupo hidroxilo, un grupo amino, un grupo mercapto, un grupo ciano, un grupo epoxi, un grupo isocianato, un grupo ureido o un grupo glicidilo, "a" es un número entero comprendido entre 1 y 3, "b" es un número entero comprendido entre 0 y 2, "c" es un número entero comprendido entre 0 y 2, "d" es un número entero comprendido entre 1 y 3, y "e" es un número entero comprendido entre 1 y 3, con la condición de que  $a+b+c+d=4$ .

20

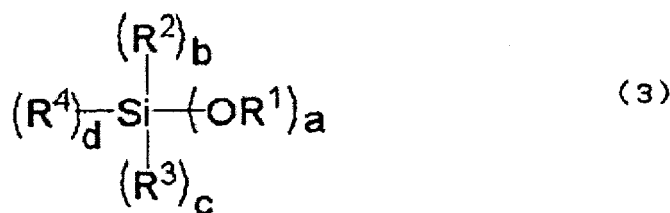
25



30

35 en la que  $R^2$ ,  $R^3$ , A, Y, "b", "c", "d" y "e" son tal como se han definido en la fórmula anterior (1), con la condición de que  $b+c+d=3$ .

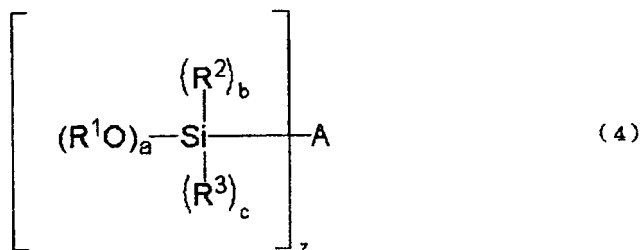
40



45

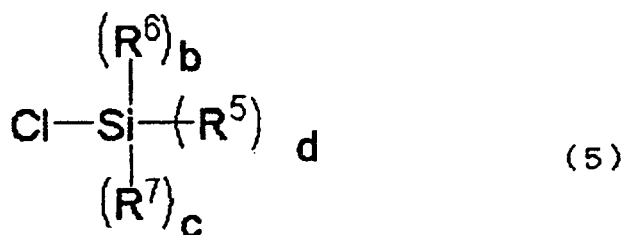
50 en la que  $R^4$  es un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo acilo o un átomo halógeno, y de  $R^1$  a  $R^3$ , "a", "b", "c" y "d" son tal como se han definido en la fórmula anterior (1).

55



60

65 en la que  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , A, "a", "b" y "c" son tal como se han definido en la fórmula anterior (1), con la condición de que  $a+b+c=3$ , y z es un número entero comprendido entre 2 y 4.



en la que  $R^5$  es un grupo alquilo o un grupo arilo,  $R^6$  y  $R^7$  son cada uno de ellos independientemente un grupo alquilo, un grupo arilo un grupo acilo o un átomo de cloro, “b” es un número entero comprendido entre 0 y 2, “c” es un número entero comprendido entre 0 y 2, y “d” es un número entero comprendido entre 1 y 3, con la condición de que  $b+c+d=3$ .

En las fórmulas anteriores (1), (3) y (4),  $R^1$  es un grupo alquilo o un grupo arilo. Es preferentemente un grupo alquilo que presente un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 en la cadena principal o un grupo arilo que presente un número de átomos de carbono comprendido entre 6 y 10 formando un anillo desde los puntos de vista de facilidad de formación de un grupo silanol mediante hidrólisis y de estabilidad en la conservación. El grupo alquilo o el grupo arilo pueden presentar un sustituyente que se selecciona de un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo metilo, un grupo etilo o un grupo propilo (exceptuando el caso en el que  $R^1$  es un grupo alquilo), un grupo haloalquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo clorometilo un grupo trifluometilo (exceptuando el caso en el que  $R^1$  es un grupo alquilo), un grupo alcoxi que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo metoxi, un grupo etoxi o un grupo butoxi, un grupo acilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 2 y 10 tal como un grupo acetilo, un grupo propionilo, un grupo oleílo o un grupo benzoílo, un grupo amino, un grupo amino sustituido que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo metilamino, un grupo etilamino, un grupo dimetilamino o un grupo dietilamino, un átomo halógeno tal como un átomo de flúor, un átomo de cloro o un átomo de bromo, un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo mercapto un grupo ciano y un grupo nitro.

Los ejemplos de grupo alquilo sustituido o sin sustituir que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 en la cadena principal comprenden el grupo metilo, el grupo etilo, el grupo propilo, el grupo butilo y el grupo clorometilo, y los ejemplos de grupo arilo sustituido o sin sustituir que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 6 y 10 formando un anillo comprenden el grupo fenilo, el grupo toluilo y el grupo xililo.

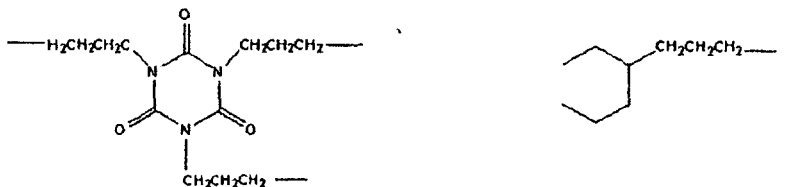
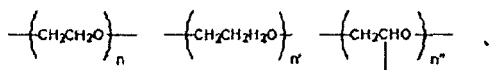
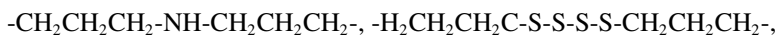
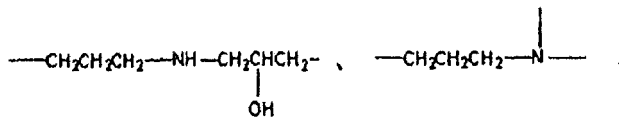
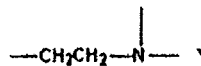
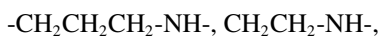
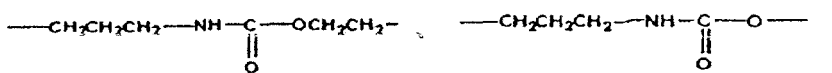
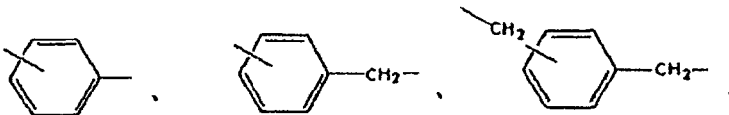
Desde los puntos de vista de facilidad de formación de un grupo silanol mediante hidrólisis y de la estabilidad de la conservación,  $R^1$  es preferentemente un grupo alquilo, más preferentemente un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4, y aún más preferentemente un grupo metilo o un grupo etilo.

En las fórmulas anteriores (1) a (4),  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  son cada uno de ellos independientemente un grupo alquilo, un grupo arilo, un grupo acilo o un átomo halógeno. Los ejemplos del grupo alquilo y del grupo arilo son los mismos descritos para  $R^1$  y los grupos preferidos son los mismos que en el caso de  $R^1$ . El grupo acilo es preferentemente un grupo acilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 2 y 10. el grupo acilo puede ser un grupo acilo alifático o un grupo acilo aromático. Los ejemplos específicos del grupo acilo comprenden el grupo acetilo, el grupo propionilo y el grupo benzoílo. Los ejemplos de átomo halógeno comprenden el átomo de flúor, el átomo de cloro y el átomo de bromo.

En las fórmulas anteriores (1), (2) y (4), A es un residuo orgánico de bivalente a tetravalente, preferentemente un residuo orgánico de bivalente a tetravalente que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 30 (cuando se enlaza un grupo que presenta un átomo de carbono, contándose el átomo de carbono del grupo como uno de los átomos de carbono del residuo orgánico). El residuo orgánico no se limita a una estructura particular y puede presentar una cadena lateral o sustituyente. Puede presentar un enlace distinto al enlace carbono - carbono, tal como un enlace éter, un enlace éster, un enlace amido, un enlace amino, un enlace uretano, un enlace tioéter un enlace sulfonilo en la estructura y puede comprender además un grupo oxa (carbono cetona). Los ejemplos de sustituyente del residuo orgánico comprenden átomos halógenos tales como el átomo de flúor, el átomo de cloro y el átomo de bromo, un grupo hidroxilo, un grupo amino, un grupo mercapto, un grupo ciano y un grupo nitro.

El residuo orgánico es preferentemente un grupo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10. Los ejemplos específicos del residuo orgánico comprenden un grupo alquilenilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo metileno, un grupo etileno, un grupo propileno, un grupo trimetileno o grupos butileno, un grupo alquilenodioxi que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 tal como un grupo metilenodioxi, un grupo etilenodioxi, un grupo propilenodioxi o un grupo butilenodioxi, y los grupos representados a continuación.

ES 2 320 773 T3



55

En las fórmulas anteriores, n es un número entero comprendido entre 1 y 5, y n' y n'' son cada uno de ellos un número entero comprendido entre 1 y 3. Se encuentran asimismo comprendidos aquellos grupos sustituidos por los sustituyentes anteriores.

60

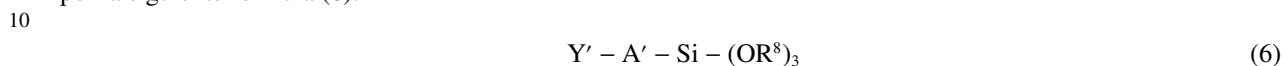
En las fórmulas anteriores (1) y (2), Y es un átomo halógeno tal como un átomo de flúor, un átomo de cloro o un átomo de bromo, un grupo hidroxilo, un grupo amino, un grupo mercapto, un grupo ciano, un grupo epoxi, un grupo isocianato, un grupo ureido o un grupo glicidilo. De entre ellos, desde el punto de vista de la reactividad con el monómero basado en el epoxi de la presente invención, se prefieren un grupo hidroxilo, un grupo amino, un grupo fenilamino, un grupo mercapto, un grupo ciano, un grupo epoxi, un grupo isocianato, un grupo ureido y un grupo glicidilo, y los más preferidos son un grupo epoxi y un grupo glicidilo.

65

## ES 2 320 773 T3

En la fórmula anterior (5), R<sup>5</sup> es un grupo alquilo o arilo, y los ejemplos de R<sup>5</sup> son los mismos indicados para R<sup>1</sup> y los grupos preferidos son los mismos que en el caso de R<sup>1</sup>. En la fórmula anterior (5), R<sup>6</sup> y R<sup>7</sup> son cada uno de ellos independientemente un grupo alquilo, un grupo arilo, un grupo acilo o un átomo de cloro. Los ejemplos de grupo alquilo, de grupo arilo y de grupo acilo son los mismos indicados para R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> y los grupos preferidos son los mismos que en el caso de R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>.

De entre los compuestos de sililo representados por las fórmulas anteriores, se prefieren, los compuestos de sililo representados por la fórmula (1), de entre los cuales se prefieren particularmente los compuestos de sililo representados por la siguiente fórmula (6).



en el que R<sup>8</sup> es un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4, A' es un grupo alquileno que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10, y Y' es un grupo hidroxilo, un grupo amino, un grupo mercapto, un grupo epoxi, un grupo isocianato, un grupo ureido o un grupo glicidilo.

En la fórmula anterior (6), A' es un grupo alquileno que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10, preferentemente un grupo propileno debido a que se puede sintetizar fácilmente. R<sup>8</sup> es un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4, preferentemente un grupo metilo o un grupo etilo desde el punto de vista de la reactividad.

Los ejemplos específicos de compuestos de sililo representados por las fórmulas anteriores (1) a (5) comprenden

- γ-aminopropiltriatoxisilano,
- γ-aminopropiltrimetatoxisilano,
- γ-aminopropilmetildietatoxisilano,
- γ-aminopropilmetildimetatoxisilano,
- γ-dibutilaminopropiltrimetatoxisilano,
- γ-(2-aminoetil)aminopropiltriatoxisilano,
- γ-(2-aminoetil)aminopropiltrimetatoxisilano,
- γ-(2-aminoetil)aminopropilmetildimetatoxisilano,
- γ-phenilaminopropiltrimetatoxisilano,
- γ-ureidopropiltriatoxisilano,
- β-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetatoxisilano,
- γ-glicidoxipropiltrimetatoxisilano,
- γ-glicidoxipropilmetildimetatoxisilano,
- γ-glicidoxipropilmetildietatoxisilano,
- γ-isocianatopropiltriatoxisilano,
- γ-isocianatopropiltrimetatoxisilano,
- γ-mercaptopropiltrimetatoxisilano,
- γ-mercaptopropiltriatoxisilano,
- γ-mercaptopropilmetildimetatoxisilano,
- trimetilmetatoxisilano, trimetiletatoxisilano,
- dimetildimetatoxisilano, dimetildietatoxisilano,
- metiltriatoxisilano, metiltrimetatoxisilano,

## ES 2 320 773 T3

tetrametoxisilano, tetraetoxisilano,  
metildimetoxisilano, metildietoxisilano,  
5 dimetiletoxosilano, isobutiltrimetoxisilano,  
n-hexiltri toxosilano, n-hexiltrimetoxisilano,  
feniltri toxosilano, feniltrimetoxisilano,  
10 difenildimetoxisilano, difenildietoxisilano,  
dimetildimetoxisilano, dimetildietoxisilano,  
15 ciclohexilmetildimetoxisilano,  
trifluoropropiltrimetoxisilano,  
perfluorooctiltri toxosilano,  
20 bis(trimetoxisililpropil)amino,  
1,6-bis(trimetoxisilil)hexano,  
25 bis(3-tri toxosililpropil)tetrasulfano,  
 $\gamma$ -cloropropiltrimetoxisilano,  
 $\gamma$ -cloropropilmetildimetoxisilano,  
30 1,3,5-N-tris(3-tri toxosililpropil)isocianurato,  
metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano,  
35 trimetilclorosilano, dimetilbutilclorosilano, dimetiloctadecilclorosilano y fenilmetildiclorosilano.

De entre ellos, se prefieren particularmente los compuestos sililo representados por la fórmula anterior (6) tales como el  $\gamma$ -aminopropiltri toxosilano, el  $\gamma$ -aminopropilmetildimetoxisilano, el  $\gamma$ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, el  $\gamma$ -glicidoxipropilmetildimetoxisilano y el  $\gamma$ -glicidoxipropilmetildietoxisilano.

Dichos compuestos de sililo se pueden utilizar por separado o en combinación de dos o más. La cantidad de compuesto de sililo se ha de encontrar comprendida entre 0,1 y 20 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los componentes monoméricos polimerizables (2). Cuando la cantidad es inferior a 0,1 partes en peso, la adherencia entre la capa de revestimiento y el sustrato y la adherencia entre la capa de revestimiento y la capa de revestimiento duro resultan poco satisfactorias y cuando la cantidad es superior a 20 partes en peso, la densidad de desarrollo del color y la velocidad de cambio del color, que son propiedades fotocromáticas, empeoran y asimismo se produce la separación de fases entre el compuesto de sililo y los monómeros polimerizables por radicales que son los otros componentes de la presente invención, por lo que el producto endurecido se vuelve blanco perdiendo su transparencia. Desde el punto de vista de su efecto, el compuesto de sililo se utiliza en una cantidad comprendida preferentemente entre 0,5 y 10 partes en peso, particularmente preferentemente comprendida entre 1 y 10 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los componentes monoméricos polimerizables.

La composición endurecible de la presente invención comprende (2) monómeros polimerizables por radicales a fin de mejorar las propiedades características del producto endurecido obtenido tales como la resistencia ante los disolventes tras el endurecimiento, la dureza y la termorresistencia o propiedades fotocromáticas tales como la densidad de desarrollo del color, la velocidad de cambio del color y la durabilidad, además del compuesto de sililo anterior. Los monómeros polimerizables por radicales han de comprender un monómero polimerizable por radicales que comprenda por lo menos un grupo epoxi en la molécula (al que de ahora en adelante se hará referencia como "monómero basado en epoxi"). Cuando el monómero basado en epoxi se utiliza como uno de los monómeros polimerizables por radicales, la durabilidad del compuesto fotocromático se puede aumentar aún más y se mejora la adherencia de la capa de revestimiento fotocromático. El enlace del compuesto de sililo lo provoca el monómero basado en epoxi, contribuyendo de este modo a la homogeneidad del producto endurecido.

Se puede utilizar cualquier compuesto como monómero basado en epoxi si presenta por lo menos un grupo epoxi y por lo menos un grupo polimerizable por radicales en la molécula. Los ejemplos específicos de monómero basado en epoxi que se pueden utilizar apropiadamente en la presente invención comprenden el acrilato de glicidilo, el metacrilato de glicidilo, el metacrilato de  $\gamma$ -metilglicidilo, el éter-metacrilato de bisfenol A y monoglicidilo, el 4-

## ES 2 320 773 T3

glicidiloximetacrilato, el metacrilato de 3-(glicidil-2-oxietoxi)-2-hidroxi-propilo, el acrilato de 3-(glicidiloxi-1-isopropiloxi)-2-hidroxi-propilo, el acrilato de 3-(glicidiloxi-2-hidroxi-propiloxi)-2-hidroxi-propilo y el glicidiloximetacrilato de macrogol con un peso molecular promedio de 540. De entre ellos se prefieren particularmente el acrilato de glicidilo, el metacrilato de glicidilo y el glicidiloximetacrilato de macrogol con un peso molecular promedio de 540.

5

La cantidad de monómero basado en epoxi no está particularmente limitada pero preferentemente se encuentra comprendida entre el 0,01 y el 30% en peso, particularmente preferentemente entre el 0,1 y el 20% en peso del total de todos los componentes monoméricos polimerizables por radicales desde el punto de vista de su efecto.

10

Los componentes distintos del monómero basado en epoxi de entre los componentes monoméricos polimerizables no están particularmente limitados. Sin embargo, con el objetivo de mejorar las propiedades características del producto endurecido tal como la resistencia a los disolventes tras el endurecimiento, la dureza y la termorresistencia o las propiedades fotocromáticas tales como la densidad de desarrollo del color y la velocidad de cambio del color, se prefiere añadir un monómero que presente un valor de dureza de su homopolímero de 60 o superior en la escala L de dureza de Rockwell, particularmente entre 65 y 130 (al que de ahora en adelante de hará referencia asimismo como "monómero de alta dureza") y un monómero que presente un valor de dureza de su homopolímero de 40 o inferior en la escala L de dureza de Rockwell (al que de ahora en adelante de hará referencia asimismo como "monómero de baja dureza") y opcionalmente un monómero que presente valor de dureza de su homopolímero superior 40 e inferior a 60 (al que de ahora en adelante de hará referencia asimismo como "monómero de dureza media") o un monómero polimerizable por radicales que presente un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis. El monómero de alta dureza realiza el efecto de aumentar la resistencia antes los disolventes tras el endurecimiento, realizando la dureza y la termorresistencia de un producto endurecido y el monómero de baja resistencia los efectos de proporcionar resistencia al producto endurecido y de aumentar la velocidad de cambio del color del compuesto fotocromático.

15

20

25

El término "escala L de dureza de Rockwell" significa la dureza determinada según el documento JIS-B7726. Al analizar la dureza del homopolímero de cada monómero, se puede determinar simplemente si la dureza obtenida satisface el requisito de dureza anterior o no. Más específicamente, tal como se demostrará en los ejemplos que se proporcionan a continuación en la presente memoria, se polimeriza un monómero para obtener un producto endurecido de 2 mm de espesor y mantenerlo en una cámara que se encuentra a una temperatura de 25°C durante 1 día a fin de determinar su dureza en la escala L de Rockwell con un medidor de durezas de Rockwell. El homopolímero utilizado en la determinación anterior de la dureza en la escala L de Rockwell se obtiene mediante la homopolimerización en fundido de un monómero con la condición de que el 90% o más de los grupos polimerizables del monómero se hayan polimerizable. La dureza en la escala L de Rockwell del producto endurecido obtenido mediante homopolimerización con la condición anterior se determina como prácticamente un valor constante.

30

35

El monómero de alta dureza, el monómero de baja dureza, el monómero de dureza media y el monómero polimerizable por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis que se utilizan en el revestimiento fotocromático descrito en el documento anterior WO 03/011967 se pueden utilizar como el monómero de alta dureza, el monómero de baja dureza, el monómero de dureza media y el monómero polimerizable por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis, respectivamente.

40

45

Los ejemplos ilustrativos de monómero de alta dureza que se pueden utilizar apropiadamente en la presente invención comprenden el trimetacrilato de trimetilolpropano, el triacrilato de trimetilolpropano, el trimetacrilato de tetrametilolmetano, el triacrilato de tetrametilolmetano, el trimetilolpropano trietilenglicol trimetacrilato, el trimetilolpropano trietilenglicol triacrilato, el tetraacrilato etoxilado de pentaeritrita, el tetrametacrilato etoxilado de pentaeritrita, el trimetacrilato de pentaeritrita, el tetrametacrilato de pentaeritrita, el hexaacrilato de dipentaeritrita, el tetraacrilato del oligómero de uretano, el hexaacrilato del oligómero de uretano, el hexaacrilato del oligómero de poliéster y el hexaacrilato de dipentaeritrita modificado con caprolactona, el tetraacrilato de ditrimetilolpropano, el oligómero de poliéster tetrafuncional que presenta un peso molecular comprendido entre 2.500 y 3.500 (EB80 de Daicel UCB Co., Ltd., etc.), el oligómero de poliéster tetrafuncional que presenta un peso molecular comprendido entre 6.000 y 8.000 (EB450 de Daicel UCB Co., Ltd., etc.), el oligómero de poliéster hexafuncional que presenta un peso molecular comprendido entre 45.000 y 55.000 (EB1830 de Daicel UCB Co., Ltd., etc.), el oligómero de poliéster tetrafuncional que presenta un peso molecular de 10.000 (GX8488B de Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd., etc.), el dimetacrilato de bisfenol A, el 2,2-bis(4-metacrililoiloxietoxifenil)propano, el 2,2-bis(3,5-dibromo-4-metacrililoiloxietoxifenil)propano, el diacrilato de etilenglicol, el dimetacrilato de etilenglicol, el dimetacrilato del 1,4-butilenglicol, el dimetacrilato del 1,9-nonilenglicol, el dimetacrilato de neopentilenglicol, el diacrilato de neopentilenglicol, el dimetacrilato de dietilenglicol, el dimetacrilato de trietilenglicol, el dimetacrilato de tetraetilenglicol, el dimetacrilato de tripopilenglicol, el dimetacrilato de tetrapopilenglicol, el metacrilato de bisfenol A diglicidilo, el metacrilato de etilenglicol bisglicidilo y el metacrilato de glicidilo.

50

55

60

65

Los ejemplos ilustrativos de monómero de baja dureza que se pueden utilizar apropiadamente en la presente invención comprenden los di(met)acrilatos de alquilenglicol tales como el diacrilato de trialquilenglicol, el diacrilato de tetraalquilenglicol, el diacrilato de nonilalquilenglicol, el dimetacrilato de nonilalquilenglicol; (met)acrilatos de polialquilenglicol tales como el 2,2-bis(4-acrililoiloxipolietilenglicol fenil)propano que presenta un peso molecular medio de 776, el 2,2-bis(4-metacrililoiloxipolietilenglicol fenil)propano que presenta un peso molecular medio de 804, metacrilato de macrogol que presenta un peso molecular medio de 526, metacrilato de macrogol que presenta un peso molecular medio de 360, metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 475,

## ES 2 320 773 T3

metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 1.000, metacrilato de polipropilenglicol que presenta un peso molecular medio de 375, metacrilato de polipropileno que presenta un peso molecular medio de 430, metacrilato de polipropileno que presenta un peso molecular medio de 622, metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 620, metacrilato de politetrametilenglicol que presenta un peso molecular medio de 566, metacrilato de éter octilfenílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 2.034, metacrilato de éter nonílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 610, metacrilato de éter metílico de polietilentioglicol que presenta un peso molecular medio de 640, y metacrilato de perfluoroheptiletenglicol que presenta un peso molecular medio de 498; y metacrilato de estearilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de etilhexilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo y acrilato de laurilo.

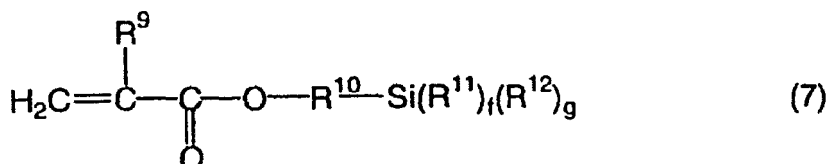
De entre los monómeros de baja dureza, se prefieren particularmente el metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 475, el metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 1.000, el diacrilato de trialkilenglicol, el diacrilato de tetraalkilenglicol, el diacrilato de nonilalkilenglicol, el acrilato de metilo, el acrilato de etilo, el acrilato de butilo y acrilato de laurilo.

Los ejemplos ilustrativos de monómeros con una dureza media comprenden (met)acrilatos bifuncionales tales como el dimetacrilato de politetrametilenglicol que presenta un peso molecular medio de 650, el dimetacrilato de poltetrametilenglicol que presenta un peso molecular medio de 1.400 y el bis(2-metacrilatoiloxietil)tiocetilo)sulfuro; compuestos polialifáticos tales como el ftalato de dialilo, el isoftalato de dialilo, el tartrato de dialilo, el succinato de dialilo epoxi, el fumarato de dialilo, el clorendato de dialilo, el hexaftalato de dialilo y el carbonato de alidiglicol; compuestos de politioacrilato y politiomacrilato tales como el 1,2-bis(metacrilatoil)etano, el éter de bis(2-acrilatoil)tiocetilo) y el 1,4-bis(metacrilatoil)tiocetilo)benzoceno; ácidos carboxílicos insaturados tales como el ácido acrílico, el ácido metacrílico y el anhídrido maleico; compuestos de acrilato y metacrilato tales como el metacrilato de metilo, el metacrilato de butilo, el metacrilato de bencilo, el metacrilato de fenilo, el metacrilato de 2-hidroxietilo y el metacrilato de bifenilo; compuestos de fumarato tales como el fumarato de dietilo y el fumarato de difenilo; compuestos de tioacrilato y de tiomacrilato tales como el tiocacrilato de metilo, el tioacrilato de bencilo y el tiomacrilato de bencilo; compuestos de vinilo tales como el estireno, el cloroestireno, el metilestireno, el hexaestireno, el vinilnaftaleno, el dímero de  $\alpha$ -metilestireno, el bromoestireno, el divinilbenzoceno y la vinilpirrolidona; y monómeros monofuncionales polimerizables por radicales que presentan un número de átomos de carbono comprendido entre 6 y 25 en la cadena hidrocarbúrica y que presentan un enlace insaturado en el análogo molecular de (met)acrilato tal como el metacrilato de olefílo, el metacrilato de nerol, el metacrilato de geraniol, el metacrilato linalool y el metacrilato de farnesol.

Además, se puede utilizar cualquier compuesto polimerizable por radicales (al que de ahora en adelante se hará referencia como "monómero de sililo") si presenta un grupo silanol o un grupo que forme un grupo silanol mediante hidrólisis. Los ejemplos ilustrativos de grupo silanol o de grupo que forme un grupo silanol mediante hidrólisis son los mismos que para el compuesto de sililo anterior y los ejemplos del grupo polimerizable por radicales comprenden el grupo (met)acrilato y derivados del grupo (met)acrilato tales como el grupo (met)acrilatoiloxi, el grupo (met)acrilatoilamino y el grupo (met)acrilatoil)tiocetilo), y grupos polimerizables por radicales conocidos tales como el grupo vinilo, el grupo alilo y el grupo estirilo. Cuando el grupo polimerizable por radicales es un grupo vinilo, un grupo alilo o un grupo estirilo, puede presentar un sustituyente. Los ejemplos de sustituyentes comprenden grupos alquilo y grupos haloalquilo que presentan un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4 tales como el grupo metilo, el grupo etilo, el grupo propilo, el grupo butilo, el grupo clorometilo y el grupo trifluorometilo, átomos halógenos, el grupo ciano, el grupo nitro y el grupo hidroxilo. Cuando el grupo polimerizable por radicales es un grupo (met)acrilatoilamino, un grupo orgánico tal como un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo alilo sustituido o no sustituido se puede enlazar con el átomo amidonitrógeno del grupo además del grupo (met)acrilato y el grupo silanol anterior o un grupo que forme un grupo silanol mediante hidrólisis.

De entre dichos grupos polimerizables por radicales, se prefieren el grupo (met)acrilato y el grupo (met)acrilatoiloxi, y el grupo (met)acrilatoiloxi es el más preferido desde los puntos de vista de facilidad de adquisición y de alta polimerizabilidad.

De entre los monómeros de sililo, se prefieren particularmente los monómeros de sililo representados por la siguiente fórmula (7).



en la que  $\text{R}^9$  es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo,  $\text{R}^{10}$  es un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10,  $\text{R}^{11}$  es un grupo alcoxilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4,  $\text{R}^{12}$  es un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4, "f" es un número entero comprendido entre 1 y 3, y "g" es un número entero comprendido entre 0 y 2, con la condición de que  $f + g = 3$ .

## ES 2 320 773 T3

En la fórmula anterior (7), R<sup>9</sup> es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, R<sup>10</sup> es un grupo alquileo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10. Los ejemplos de grupo alquileo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 10 en la cadena principal comprenden el grupo etileno, el grupo propileno, el grupo trimetileno y el grupo butileno. R<sup>11</sup> es un grupo alcoxi que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4 que es el grupo metoxi, el grupo etoxi, el grupo propoxi o el grupo butoxi. R<sup>12</sup> es un grupo alquilo que presenta un número de átomos de carbono comprendido entre 1 y 4 que es el grupo metilo, el grupo etilo, el grupo propilo o el grupo butilo.

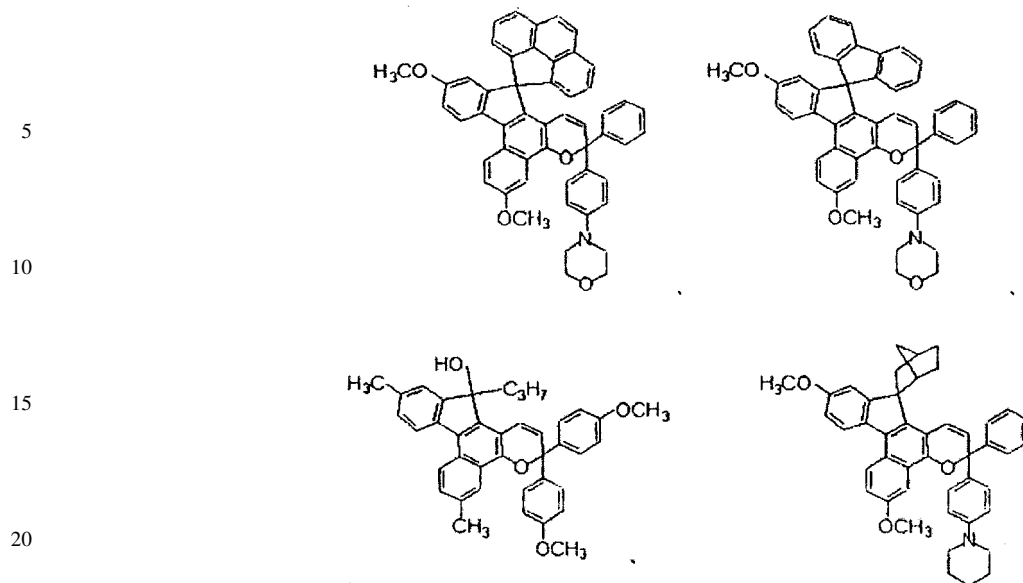
Los ejemplos específicos del monómero de sililo comprenden el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano, el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropiltriethoxisilano, el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropilmetildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)dimetildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)metildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)trimetoxisilano, el 3-(N-allilamino)propiltrimetoxisilano, el alildimetoxisilano, el aliltriethoxisilano, el aliltrimetoxisilano, el 3-aminofenoxidimetilvinilsilano, el 4-aminofenoxidimetilvinilsilano, el 3-(3-aminopropoxi)-3,3-dimetil-1-propeniltrimetoxisilano, el buteniltriethoxisilano, el 2-(clorometil)aliltrimetoxisilano, el dietoxivinilsilano, el 1,3-diviniltetraetoxidisiloxane, el docoseniltriethoxisilano, el o-(metacriloxietil)-N-(triethoxisililpropil)uretano, el N-(3-metacriloxi-2-hidroxipropil)-3-aminopropiltriethoxisilano, el metacriloxietoxitrimetilsilano, el (metacriloximetil)dimetiletoxosilano, el metacriloximetiltriethoxisilano, el metacriloximetiltrimetoxisilano, el metacriloxipropildimetiletoxosilano, el metacriloxipropildimetildimetoxisilano, el metacriloxipropiltris(metoxietoxi)silano, el 7-octeniltrimetoxisilano, el 1,3-bis(metacriloxi)-2-trimetilsiloxipropano, el tetraquis(2-metacriloxietoxi)silano, el triviniletoxosilano, el trivinilmetoxisilano, el vinildimetiletoxosilano, el vinildifenilettoxosilano, el vinilmetildiacetoxisilano, el vinilmetildietoxisilano, el vinilmetildimetoxisilano, el o-(viniloxietil)-N-(triethoxisililpropil)uretano, el viniloxitrimetilsilano, el vinilfenildietoxisilano, el vinilfenilmetildimetoxisilano, el viniltriacetoxisilano, el viniltri-t-butoxisilano, el viniltriethoxisilano, el viniltriisopropenoxisilano, el viniltriisopropoxisilano, el viniltrimetoxisilano, el viniltrifenoxisilano y el viniltris(2-metoxietoxi)silano.

De entre ellos, se prefieren particularmente los monómeros de sililo representados por la fórmula anterior (7) tales como el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano, el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropiltriethoxisilano, el  $\gamma$ -metacrililoiloxipropilmetildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)dimetildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)metildimetoxisilano, el (3-acriloxipropil)trimetoxisilano, el (metacriloximetil)dimetiletoxosilano, el metacriloximetiltriethoxisilano, el metacriloximetiltrimetoxisilano, el metacriloxipropildimetiletoxosilano y metacriloxipropildimetildimetoxisilano. Los monómeros de sililo se pueden copolimerizar bien con un monómero polimerizables con radicales distinto al monómero de sililo de la presente invención como material para aumentar adicionalmente la resistencia y la adherencia del producto endurecido de la presente invención.

El monómero de alta dureza, el monómero de baja dureza y el monómero con una dureza media comentados anteriormente y el monómero polimerizable por radicales que presentan un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis se pueden mezclar apropiadamente antes de su utilización. Para alcanzar un buen equilibrio entre las propiedades características de un producto endurecido de la composición endurecible tal como la resistencia ante los disolventes la dureza y la termorresistencia y las propiedades fotocromicas tales como la densidad de desarrollo del color y la velocidad de cambio del color, preferentemente, el monómero de baja dureza se utiliza en una cantidad comprendida entre el 5 y el 70% en peso y el monómero de alta dureza se utiliza en una cantidad comprendida entre el 5 y el 95% en peso de todos los monómeros polimerizables por radicales. El monómero con una dureza media se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre el 0 y el 30% en peso del total de monómeros epoxi, monómeros de una baja dureza y monómeros de una alta dureza. El monómero polimerizable por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis se utiliza en una cantidad comprendida entre el 0 y el 20% en peso, preferentemente entre el 0,5 y el 10% en peso, más preferentemente entre el 1 y el 10% en peso basándose en el mismo estándar del monómero con una dureza media. De un modo particularmente preferido, se utiliza un monómero que presenta tres grupos o más polimerizables por radicales como monómero de alta dureza en una cantidad del 5% en peso o superior. En la composición mencionada anteriormente, el monómero basado en epoxi y el monómero polimerizable por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo para formar un grupo silanol mediante hidrólisis se clasifica como monómero de alta dureza, monómero de baja dureza o monómero con una dureza media según la escala de dureza de Rockwell de sus homopolímeros y contenidos en dichos componentes.

Se puede utilizar un compuesto fotocromico conocido como compuesto fotocromico utilizado en la composición endurecible de la presente invención, por ejemplo, los compuestos fotocromicos tales como los compuestos de fulgimida, los compuestos de espirooxazina y los compuestos de cromeno resultan muy conocidos y se pueden utilizar en la presente invención sin limitaciones. Por ejemplo, se puede utilizar el mismo compuesto fotocromico utilizado en el revestimiento fotocromico dado a conocer en el documento WO 03/011967 mencionado anteriormente. Los ejemplos de compuesto fotocromico que se pueden utilizar apropiadamente en la presente invención comprenden compuestos de cromeno con las siguientes estructuras.

## ES 2 320 773 T3



25 Dichos compuestos fotocromicos (los compuestos de cromeno mencionados anteriormente y otros compuestos fotocromicos) se pueden utilizar en una combinaci3n de dos o m3s de los mismos para desarrollar un color apropiado.

30 En la composici3n endurecible de la presente invenci3n, la cantidad de compuesto fotocromico se encuentra comprendida entre 0,01 y 20 partes en peso bas3ndose en 100 partes en peso del total de todos los mon3meros polimerizables por radicales. Cuando la cantidad del compuesto fotocromico es inferior a 0,01 partes en peso, la densidad de desarrollo del color puede resultar inferior y cuando la cantidad es superior a 20 partes en peso, el compuesto fotocromico no se disuelve completamente en los mon3meros polimerizables y, por lo tanto, se vuelve irregular teniendo como resultado que la densidad de desarrollo del color puede resultar irregular. Desde el punto de vista de su efecto, el compuesto fotocromico se utiliza en una cantidad comprendida entre 0,05 y 15 partes en peso, especifcamente entre 0,1 y 10 partes en peso bas3ndose en 100 partes en peso del total de todos los mon3meros polimerizables por radicales. Cuando la composici3n endurecible de la presente invenci3n se utiliza para revestir un material 3ptico que se describir3 posteriormente en la presente invenci3n, se puede obtener una densidad de desarrollo del color apropiada incrementando la cantidad del compuesto fotocromico si la capa de revestimiento es fina y reduciendo la cantidad del compuesto fotocromico si la capa de revestimiento es gruesa. M3s especifcamente, cuando el espesor de la capa de revestimiento es aproximadamente de 10  $\mu\text{m}$ , el compuesto fotocromico se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre 5 y 15 partes en peso bas3ndose en 100 partes en peso del total de todos los mon3meros polimerizables por radicales y cuando el espesor de la capa de revestimiento es aproximadamente de 50  $\mu\text{m}$ , se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre 0,1 y 5 partes en peso.

45 Se incorpora apropiadamente un catalizador de endurecimiento para el compuesto de sililo en la composici3n endurecible de la presente invenci3n adem3s de los mon3meros polimerizables por radicales mencionados anteriormente. Se puede utilizar cualquier catalizador de endurecimiento conocido si puede endurecer el compuesto de sililo. Los ejemplos de catalizador de endurecimiento comprenden percloratos tales como el perclorato de cinc, el perclorato de aluminio, el perclorato de magnesio y el perclorato am3nico, acetatos met3licos de aceto tales como el acetilacetilacetato de aluminio, el acetilacetilacetato de indio, el acetilacetilacetato de cromo, el acetilacetilacetato de niquel, el acetilacetilacetato de titanio, el acetilacetilacetato de cobalto y el acetilacetilacetato de cobre. Sales met3licas org3nicas tales como el nitrato s3dico, el naftenato de cinc, el naftenato de cobalto y el octilato de cinc, y 3cidos de Lewis tales como el cloruro est3nico, el cloruro de aluminio, el cloruro f3rrico, el cloruro de titanio, el cloruro de cinc y el cloruro de antimonio. De entre ellos, se prefieren particularmente el perclorato de magnesio y el acetilacetilacetato de aluminio.

55 Se puede utilizar un compuesto amina como catalizador de endurecimiento preferido en la composici3n endurecible de la presente invenci3n. Cuando se utiliza un compuesto amina como catalizador, se puede aumentar en gran medida la adherencia entre la capa de revestimiento, que es un producto de la composici3n endurecible, y un sustrato, y difcilmente se produce el deterioro del compuesto fotocromico durante el endurecimiento.

60 Se puede utilizar cualquier compuesto amina conocido como compuesto amina a utilizar en la presente invenci3n si se trata de un compuesto b3sico que actúa como catalizador de una reacci3n de adici3n o el compuesto de sililo mencionado anteriormente. Los ejemplos de compuesto amina que se pueden utilizar apropiadamente en la presente invenci3n comprenden compuestos amina de bajo peso molecular no polimerizables tales como la trietanolamina, la N-metildietanolamina, la triisopropanolamina, la 4,4-dimetilaminobenzofenona y el diazabicyclooctano, compuestos amina que presentan un grupo polimerizable tal como el metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo y el metacrilato de N,N-dietilaminoetilo, y compuestos amina que presentan un grupo sililo tales como el n-(hidroxietil)-N-metilamino-propiltrimetoxisilano, el dimetoxifenil-2-piperidinoetoxisilano, el N,N-dietilaminometiltrimetilsilano y el (N,N-dietil-

## ES 2 320 773 T3

3-aminopropil)trimetoxisilano. De entre el grupo de compuestos amino mencionados anteriormente, se prefieren los compuestos amina que presentan un grupo hidroxilo, un grupo (met)acrililoiloxi como grupo polimerizable por radicales, o un grupo sililo, desde el punto de vista del aumento de la adherencia.

5 Se puede utilizar un catalizador de endurecimiento que consista en un compuesto tal como cualquiera de dichos compuestos amina, solo o en combinación de dos o más. La cantidad de catalizador de endurecimiento se encuentra comprendida preferentemente entre 0,01 y 20 partes en peso, más preferentemente entre 0,1 y 10 partes en peso, particularmente preferentemente entre 1 y 10 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales. Cuando la cantidad de catalizador de endurecimiento es inferior a 0,01 partes  
10 en peso o superior a 20 partes en peso, se alcanza difícilmente su efecto aumentando la adherencia entre la capa de revestimiento y el sustrato. Además, cuando la cantidad es superior a 20 partes en peso, la capa de revestimiento tiende a volverse amarilla de un modo desventajoso.

De entre los compuestos amina, los compuestos amina trabados que presentan un grupo amino representados por la  
15 fórmula siguiente como único grupo amino no presentan la función catalítica mencionada anteriormente a diferencia de los compuestos amina mencionados anteriormente.



en la que R<sup>01</sup> es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, y R<sup>02</sup>, R<sup>03</sup>, R<sup>04</sup> y R<sup>05</sup> son grupos alquilo iguales o distintos.

30 Se puede añadir a la composición endurecible de la presente invención aditivos tales como un agente tensioactivo, un antioxidante, un agente de eliminación de radicales, un estabilizador de la luz ultravioleta, un absorbente de la luz ultravioleta, un producto químico para facilitar la extracción del molde, un agente para evitar cambios en el color, un agente antiestático, un colorante fluorescente, un colorante, un pigmento, un perfume y un plastificante para aumentar la durabilidad, la velocidad de desarrollo del color, la velocidad de cambio del color del compuesto fotocromático y la plasticidad y cambiar el color de una lente fotocromática al color pretendido para interiores (sin exposición a las radiaciones ultravioletas). Resulta muy preferido mezclar un iniciador de la polimerización que se describirá posteriormente en la presente memoria a fin de endurecer la composición endurecible. Cualquiera de los compuestos conocidos pueden utilizarse como aditivos a añadir.

40 Por ejemplo, el agente tensioactivo puede ser no iónico, aniónico o catiónico. Se prefiere un agente tensioactivo no iónico desde el punto de vista de la solubilidad en monómeros polimerizables y del aumento de la planidad de la película de revestimiento cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento. Los ejemplos preferidos de agentes tensioactivos no iónicos comprenden los ésteres grasos de sorbitán, los ésteres grasos de glicerina, los ésteres grasos de decaglicerina, los ésteres grasos de macrogol y pentaeritrita, los ésteres grasos de polioxietileno y sorbitán, los ésteres grasos de polioxietileno y sorbitol, los ésteres grasos de polioxietileno y glicerina, los ésteres grasos de macrogol, los éteres alquílicos de polioxietileno, polioxietilenfitosterol-fitostanol, los éteres alquílicos de polioxietileno y polioxipropileno, los éteres alquilfenílicos de polioxietileno, el aceite de ricino con polioxietileno y aceite de ricino endurecido, derivados de la cera de abejas - lanolina - polioxietilenlanolina, amidas grasas y alquilaminas de polioxietileno, condensados de polioxietilentalquilfenil-formaldehído y éteres alquílicos de polioxietileno de cadena simple. Se puede utilizar un agente tensioactivo basado en la silicona o basado en el flúor como agente tensioactivo apto para utilizar en el producto endurecido de la presente invención. Cualquier agente tensioactivo conocido que presente una cadena de silicona (unidad de polialquilsiloxano) como grupo hidrófobo se puede utilizar como agente tensioactivo basado en la silicona y cualquier agente tensioactivo conocido que presente una cadena de fluoruro de carbono tal como un oligómero basado en un éster que presente un grupo perfluoroalquilo, un aducto de óxido de alquileno que presente un grupo perfluoroalquilo o un éster polimérico alifático basado en el flúor se pueden utilizar como agente tensioactivo basado en el flúor.

60 Los ejemplos específicos de agente tensioactivo basado en la silicona y de agente tensioactivo basado en el flúor aptos para utilizar en la presente invención comprenden el L-7001, el L-7002, el L-7604 y el FZ-2123 de Nippon Unicar Co., Ltd., el Megafac F-470, el Megafac F-1405 y el Megafac F-479 de Dainippon Ink and Chemicals, Inc., y el Florad FC-430 de Sumitomo 3M Limited. La cantidad de agente tensioactivo se encuentra preferentemente comprendida entre 0,01 y 20 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables.

65 Como antioxidante, agente de eliminación de radicales, estabilizador de la luz ultravioleta y absorbente de la luz ultravioleta se pueden utilizar apropiadamente un estabilizador de la luz de amina trabada, un antioxidante fenólico trabado, agentes de eliminación de radicales basado en el fenol, antioxidantes basados en el azufre, compuestos basados en el benzotriazol y compuestos basados en la benzofenona. Dichos antioxidantes, agentes de eliminación de

## ES 2 320 773 T3

radicales, estabilizadores de la luz ultravioleta y absorbentes de la luz ultravioleta pueden utilizarse en combinación de dos o más. Además, el agente tensioactivo se puede mezclar con un antioxidante, un agente de eliminación de radicales, un estabilizador de la luz ultravioleta o un absorbente de la luz ultravioleta cuando se utilizan dichos compuestos no polimerizables. La cantidad total de antioxidante, agente de eliminación de radicales, estabilizador de la luz ultravioleta y absorbente de la luz ultravioleta se encuentra preferentemente comprendida entre 0,001 y 20 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables.

De entre los estabilizadores mencionados anteriormente, se prefieren particularmente los estabilizadores de la luz de amina trabada como estabilizadores aptos para prevenir el deterioro del compuesto fotocromico cuando se endurece la composición endurecible y para aumentar la durabilidad de su producto endurecido cuando se utiliza la composición endurecible de la presente invención como revestimiento. Se puede utilizar cualquier compuesto conocido como estabilizador de la luz de amina trabada si satisface la definición mencionada anteriormente tal como los compuestos excluido de un compuesto amina. De entre ellos, cuando se utiliza la composición endurecible como revestimiento, los compuestos que presentan el efecto de prevenir el deterioro del compuesto fotocromico comprenden el bis (1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidil)sebacato, y los Adecastab LA-52, LA-57, LA-62, LA-63, LA-67, LA-77, LA-82 y LA-87 de Asahi Denka Kogyo K.K. La cantidad de estabilizador de la luz de amina trabada se encuentra comprendida entre 0,001 y 20 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables. Cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento, la cantidad se encuentra preferentemente comprendida entre 0,1 y 10 partes en peso, más preferentemente entre 1 y 10 partes en peso.

El colorante se utiliza para desarrollar el color pretendido cuando el compuesto fotocromico de una lente fotocromica que comprende la composición de la presente invención no desarrolla color (cuando se utiliza en interiores). Se puede utilizar cualquier colorante orgánico conocido si se puede disolver uniformemente en la composición de la presente invención. Se prefiere particularmente como colorante un colorante orgánico basado en la antraquinona desde los puntos de vista de la solubilidad en la composición endurecible de la presente invención y de la resistencia a la luz de su producto endurecido. Los ejemplos preferidos de colorante comprenden los colorantes amarillo, rojo y azul (nombre comercial: Diaresin) de la Mitsubishi Chemical Corporation y los colorantes amarillo, rojo y azul (nombre comercial: Kayaset) de la Nippon Kayaku Co., Ltd., tales como el Diaresin Blue J, Diaresin Violet D, Kayaset Red 130 y el Kayaset Blue FR. La cantidad de colorante se puede determinar apropiadamente basándose en la cantidad de compuesto fotocromico necesaria para proporcionar el color pretendido al producto endurecido, pero se encuentra preferentemente comprendida entre 0,0001 y 0,1 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables. En particular, cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento, se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre 0,001 y 0,03 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables.

El procedimiento de preparación de la composición endurecible de la presente invención no se encuentra particularmente limitado. Se pesan y se mezclan entre sí unas cantidades predeterminadas de todos los componentes. El orden de adición de los componentes no se encuentra limitado particularmente. Todos los componentes se pueden añadir simultáneamente, o únicamente los componentes monoméricos se mezclan previamente juntos y a continuación se pueden añadir un compuesto fotocromico y otros aditivos y mezclarse con la mezcla resultante justo antes de la polimerización. Tal como se describirá a continuación, preferentemente se requiere añadir adicionalmente un iniciador de la polimerización para realizar la polimerización.

La composición endurecible de la presente invención presenta una viscosidad a 25°C comprendida preferentemente entre 20 y 500 cp, más preferentemente entre 50 y 300 cp, particularmente preferentemente entre 60 y 200 cp cuando se utiliza como revestimiento para materiales ópticos que se describirán posteriormente en la presente memoria.

Dentro del intervalo de viscosidad mencionado anteriormente, resulta sencillo ajustar el espesor de la capa de revestimiento a un intervalo de 10 a 100  $\mu\text{m}$  y resulta posible desarrollar completamente las propiedades fotocromicas.

El procedimiento de conservación de la composición endurecida no se encuentra particularmente limitado. Se prefiere que cuando la composición comprenda un compuesto de sililo, un monómero de sililo, un monómero basado en epoxi y un catalizador de endurecimiento tal como un compuesto amina, el compuesto de sililo, el monómero de sililo y el monómero basado en epoxi se envasan por separado del catalizador de endurecimiento y se mezclan entre sí antes de su utilización a fin de obtener una estabilidad de conservación elevada.

El procedimiento de obtención del producto endurecido fotocromico al endurecer la composición endurecible de la presente invención no se encuentra limitado particularmente. Se puede utilizar cualquier procedimiento conocido de polimerización en función de los tipos de monómeros polimerizables por radicales utilizados. Como medios para iniciar la polimerización, se puede utilizar un iniciador de polimerización por radicales tal como un peróxido y o un compuesto azo, la aplicación de radiaciones ultravioleta, rayos  $\alpha$ , rayos  $\beta$  o rayos  $\gamma$ , o se puede aplicar una combinación de los mismos.

Se puede utilizar cualquier iniciador de polimerización por radicales conocido. Los ejemplos habituales de iniciador de polimerización por radicales como iniciador de polimerización térmica comprenden los peróxidos de diacilo tales como el peróxido de benzofl, el peróxido de p-clorobenzofl, el peróxido de decanofl, el peróxido de laurofl y el peróxido de acetilo; ésteres de peróxidos tales como el t-butilperoxi-2-etilhexanoato, el t-butilperoxidicarbonato, el cumilperoxineodecanato y el t-butilperoxibenzoato; percarbonatos tales como el diisopropilperoxidicarbonato, el di-

## ES 2 320 773 T3

2-etilhexilperoxidicarbonato y el di-sec-butiloxicarbonato; y compuestos azo tales como el 2,2'-azobisisobutironitrilo, 2,2'-azobis(4-dimetilvaleronitrilo), 2,2'-azobis(2-metilbutironitrilo) y el 1,1'-azobis(ciclohexano-1-carbonitrilo).

5 La cantidad de iniciador de polimerización térmica, que es distinta en función de las condiciones de la polimerización, el tipo de iniciador y los tipos y la proporción de los monómeros polimerizables y no se puede limitar sin condiciones, se encuentra preferentemente comprendida entre 0,01 y 10 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables. Los iniciadores de la polimerización térmica mencionados anteriormente se pueden utilizar por separado o en combinación de dos o más de los mismos.

10 Para polimerizar la composición endurecible de la presente invención mediante la exposición a las radiaciones ultravioleta, se utiliza preferentemente un iniciador de la fotopolimerización tal como la benzoína, el éter metílico de benzoína, el éter butílico de benzoína, el benzofenol, la acetofenona, la 4,4'-diclorobenzofenona, la dietoxiacetofenona, la 2-hidroxi-2-metil-1-fenilpropan-1-ona, el bencilmetilcetal, la 1-(4-isopropilfenil)-2-hidroxi-2-metilpropan-1-ona, la 1-hidroxiciclohexilfenilcetona, la 2-isopropiltioxantona, el óxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil-2,4,4-trimetil-15 pentilfosfamina, el óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)-fenilfosfamina, el óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfamina o la 2-bencil-2-dimetilamino-1-(4-morfolinofenil)-butanona.

20 El iniciador de la fotopolimerización se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre 0,001 a 5 partes en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales. Los iniciadores de la fotopolimerización mencionados anteriormente se pueden utilizar por separado o en combinación de dos o más de los mismos. El iniciador de la polimerización térmica mencionado anteriormente se puede utilizar junto con el iniciador de la fotopolimerización.

25 Cuando la composición de la presente invención se utiliza como revestimiento, el iniciador de fotopolimerización se utiliza preferentemente en una cantidad comprendida entre 0,01 y 1 parte en peso basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales desde el punto de vista de la durabilidad del producto endurecido.

30 De un modo particularmente preferido, la composición endurecible de la presente invención que comprende el iniciador de la fotopolimerización mencionada anteriormente se endurece mediante la exposición a las radiaciones ultravioleta y a continuación se calienta para completar su polimerización. La temperatura de calentamiento se puede determinar apropiadamente en función del compuesto de sililo que se utilice. Cuando la composición endurecible de la presente invención se calienta a una temperatura comprendida entre 110 y 130°C durante 1 a 3 horas, se puede obtener una adherencia suficientemente elevada al sustrato.

35 Para polimerizar la composición endurecible de la presente invención mediante la exposición a las radiaciones ultravioletas, se puede utilizar cualquier fuente de luz conocida. Los ejemplos de fuente lumínica comprenden una lámpara de mercurio con una presión superelevada, una lámpara de mercurio con una presión elevada, una lámpara de mercurio con una presión baja, una lámpara de xenón, un arco de carbono, una lámpara bactericida, una lámpara 40 halógena metálica y una lámpara sin electrodos. El período de exposición utilizando la fuente lumínica se puede determinar apropiadamente en función del tipo, de la longitud de onda de absorción y de la sensibilidad del iniciador de la fotopolimerización y del espesor de la capa fotocromática. Cuando se utiliza un haz electrónica como fuente lumínica, la capa fotocromática se puede endurecer sin añadir iniciador de la fotopolimerización alguno.

45 Aunque la composición endurecible de la presente invención se endurece utilizando el iniciador de la polimerización mencionado anteriormente a utilizar como material fotocromático por sí mismo, se utiliza particularmente preferentemente como revestimiento para un sustrato, por ejemplo, un sustrato óptico, preferentemente un material óptico tal como una lente para gafas.

50 El material óptico no se encuentra particularmente limitado y puede ser cualquier material óptico tal como una lente para gafas, o un cristal para una ventana de un edificio o de un automóvil.

55 La lente para gafas es una lente para gafas conocida realizada de un material plástico tal como resina (met)acrílica, resina de policarbonato, resina alfílica, resina de tiouretano, resina de uretano o resina tioepoxi, o lentes para gafas de cristal. Cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento de lentes para gafas, se puede utilizar en cualquier tipo de lentes para gafas, preferentemente lentes para gafas de plástico, más preferentemente para lentes de gafas de resina de policarbonato basada en resinas (met)acrílicas, resina alfílica, resina de triouretano, resina de uretano y resina tioepoxi.

60 Cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento de materiales ópticos tales como lentes para gafas, se aplica preferentemente a un material óptico mediante un revestimiento por centrifugación, un revestimiento por pulverización, un revestimiento por inmersión o un revestimiento por inmersión y centrifugación y a continuación se endurece mediante la exposición a la luz o mediante calentamiento. Más preferentemente, una vez se ha endurecido mediante a la luz, se calienta adicionalmente para completar su polimerización. Cuando se 65 ha de revestir el sustrato con la composición endurecible, se somete preferentemente a un tratamiento previo que se describirá posteriormente en la presente memoria.

## ES 2 320 773 T3

Cuando la composición endurecible de la presente invención se utiliza como revestimiento, se aplica a la superficie del sustrato mencionado anteriormente para formar una capa de revestimiento que a continuación se polimeriza y se endurece para formar una película fotocromática. Antes de la aplicación, se trata previamente el sustrato para aumentar la aplicabilidad y la adherencia al sustrato de la composición fotopolimerizable y endurecible mencionada anteriormente.

5 El tratamiento previo es un tratamiento químico con una disolución acuosa básica o una disolución acuosa ácida, pulimento con un abrasivo, tratamiento con plasma con plasma a presión atmosférica o a baja presión, tratamiento de descarga en corona o tratamiento con ozono y UV. Se puede utilizar cualquier procedimiento conocido para realizar los tratamientos previos mencionados anteriormente y se pueden combinar para aumentar la adherencia del sustrato. 10 Aparte de los tratamientos previos mencionados anteriormente, se prefiere un tratamiento químico con una disolución acuosa básica como tratamiento previo para el sustrato de las lentes para gafas descrito anteriormente debido a que se utiliza con facilidad. Cuando se utiliza la composición endurecible de la presente invención, el tratamiento químico mencionado anteriormente puede proporcionar una fuerte adherencia al sustrato. Por lo que se refiere al tratamiento anterior, el sustrato se impregna generalmente con una disolución acuosa alcalina que consiste en una disolución 15 acuosa de hidróxido sódico o una disolución acuosa de hidróxido potásico. La concentración del hidróxido se encuentra comprendida preferentemente entre el 5 y el 30% en peso. La temperatura de tratamiento que se determina apropiadamente con respecto a la resistencia a la temperatura del sustrato en su utilización, se encuentra comprendida preferentemente entre 20 y 60°C. El tratamiento se realiza sumergiendo el sustrato en una disolución alcalina o tratando el sustrato con ultrasonidos al mismo tiempo que se sumerge en la disolución alcalina. El período de tratamiento, 20 que difiere en función de las condiciones del tratamiento, se encuentra comprendido preferentemente entre 1 minuto y 1 hora, más preferentemente entre 5 y 15 minutos. La disolución alcalina puede ser una disolución mixta de agua y un disolvente alcohólico o una disolución alcohólica aparte de una disolución acuosa. El alcohol utilizado puede ser un alcohol de bajo peso molecular tal como el metanol, el etanol o el alcohol isopropílico y se puede añadir como aditivo una pequeña cantidad de una base orgánica tal como la 1-metil-2-pirrolidona en una cantidad comprendida entre 1 y 25 10 partes en peso basándose en 100 partes en peso de la disolución alcalina. Tras un tratamiento alcalino, se puede lavar el sustrato con agua tal como agua pura, agua de intercambio de iones o agua destilada y proceder al secado.

El espesor de la capa de revestimiento obtenido mediante el endurecimiento con el procedimiento anterior no se encuentra particularmente limitado pero es preferentemente relativamente considerable a fin de obtener unas propiedades fotocromáticas excelentes tal como una densidad de desarrollo del color y una durabilidad elevadas incluso cuando 30 la concentración del compuesto fotocromático es baja. Sin embargo, debido a que la amarillez inicial aumenta a medida que la capa de revestimiento se vuelve más espesa, la capa de revestimiento presenta preferentemente un grosor comprendido entre 10 y 100  $\mu\text{m}$ , más preferentemente entre 20 y 50  $\mu\text{m}$ . Para obtener fácilmente esta capa de revestimiento gruesa, la viscosidad a 25°C de la composición endurecible se ajusta preferentemente a un valor comprendido entre 20 35 y 500 cp, más preferentemente entre 50 y 300 cp, mucho más preferentemente entre 60 y 200 cp. Las composiciones de revestimiento conocidas convencionalmente comprenden un disolvente para obtener una película uniforme y generalmente presentan una viscosidad de 5 cp o inferior, y las capas de revestimiento obtenidas a partir de las mismas presentan un espesor tan delgado como de algunos  $\mu\text{m}$  o inferior.

40 Para utilizar la composición endurecible de la presente invención como material de revestimiento para lentes para gafas, la cantidad de cada componente, en particular la proporción de los monómeros polimerizables por radicales se ajusta preferentemente de tal modo que el índice de refracción de su producto endurecido se vuelve casi equivalente al índice de refracción de una lente para gafas. En general, el índice de refracción del producto endurecido se ajusta a un valor comprendido aproximadamente entre 1,48 y 1,75.

45 Debido a que la composición endurecible de la presente invención comprende un compuesto de sililo, la composición presenta una adherencia muy elevada al material óptico cuando se utiliza como material de revestimiento para materiales ópticos tales como lentes para gafas, en particular lentes plásticas para gafas.

50 Aunque el material óptico revestido de este modo se puede utilizar como material óptico fotocromático de por sí, se reviste con un material de revestimiento duro. Cuando se reviste con el material de revestimiento duro, se puede mejorar la resistencia a la abrasión del material óptico fotocromático.

55 Se puede utilizar cualquier material de revestimiento duro conocido. Por ejemplo, se puede utilizar un revestimiento duro que comprenda un agente de adherencia de silano y un sol de un óxido metálico tal como un óxido de silicio, circonio, antimonio o aluminio como componentes esenciales o un revestimiento duro que comprenda un polímero orgánico como componente esencial.

60 La composición endurecible de la presente invención resulta muy útil debido a que presenta una elevada adherencia a un revestimiento duro que se endurece mediante el procedimiento de condensación y ha resultado difícil de utilizar con composiciones convencionales conocidas debido a su baja adherencia.

65 Además, se puede realizar en la superficie un tratamiento secundario tal como un tratamiento antirreflector o un tratamiento antiestático, siendo dicha superficie la superficie de un producto endurecido de la composición de la presente invención solo o la superficie con un revestimiento duro o al descubierto de la capa de revestimiento formada utilizando el revestimiento de la presente invención, mediante el depósito de una película fina de un óxido metálico tal como  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  o  $\text{ZrO}_2$  o la aplicación de una película fina polimérica orgánica.

**Ejemplos**

Se proporcionan los siguientes ejemplos con el propósito de continuar ilustrando la presente invención pero de ningún modo se han de considerar como limitativos. A continuación se proporcionan las abreviaciones y las denominaciones de los compuestos utilizados.

(1) monómeros polimerizables por radicales

TMPT: trimetacrilato de trimetilolpropano

DPEHA: hexaacrilato de dipentaeritritol

U6A: hexaacrilato del oligómero de uretano (Shin Nakamura Kagaku Co., Ltd.: U-6HA)

EB6A: hexaacrilato del oligómero de poliéster (Daicel UCB Co., Ltd.: EB1830)

GMA: metacrilato de glicidilo (monómero basado en epoxi)

BPE: 2,2-bis(4-metacrililoioxietoxifenil)propano

9GA: diacrilato de macrogol que presenta un peso molecular medio de 532

MePEGMA: metacrilato de éter metílico de macrogol que presenta un peso molecular medio de 1,000

BPE oligo: 2,2-bis(4-acrililoioxipolietilenglicolfenil)propano que presenta un peso molecular medio de 776

BPPEMA: 2,2-bis(4-metacrililoioxipolietilenglicolfenil)propano que presenta un peso molecular medio de 804

TMSiMA:  $\gamma$ -metacrililoioxipropiltrimetoxisilano (monómero de sililo)

(2) compuestos de sililo

GTSi:  $\gamma$ -glicidioxipropiltrimetoxisilano

ADSi:  $\gamma$ -aminopropilmetildietoxisilano

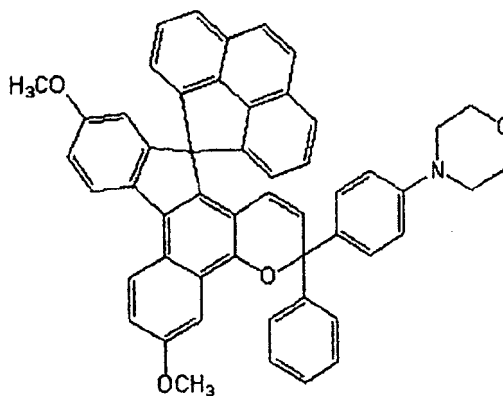
(3) compuestos amina

NMDEA: N-metildietanolamina

DMEMA: metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo

(4) compuestos fotocromicos

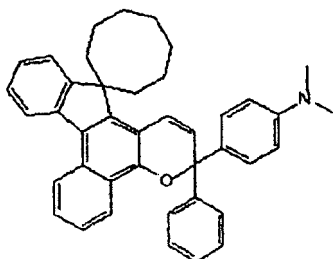
cromeno 1



## ES 2 320 773 T3

cromeno 2

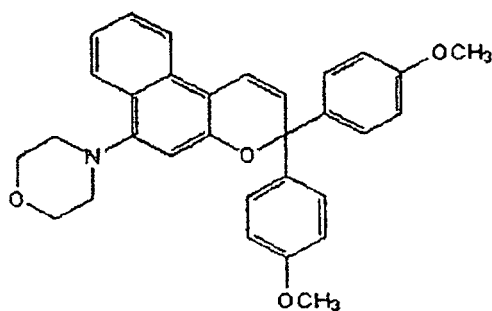
5



10

cromeno 3

15

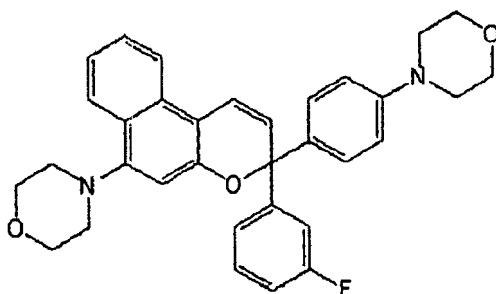


20

25

cromeno 4

30

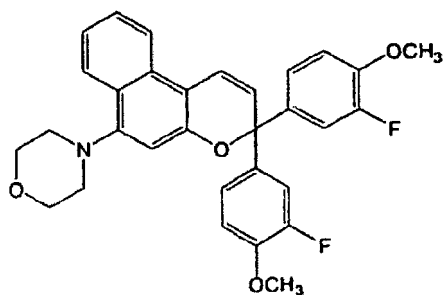


35

40

cromeno 5

45



50

55

### (5) iniciadores de la polimerización

60

CGI1800: mezcla de 1-hidroxiciclohexilfenil cetona y óxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4-trimetilpentilfosfamina (proporción en peso: 3:1)

CGI1870: mezcla de 1-hidroxiciclohexilfenil cetona y óxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4-trimetilpentilfosfamina (proporción en peso: 3:7)

65

CGI1819: óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)-fenilfosfamina

## ES 2 320 773 T3

### (6) disolución de revestimiento duro

TS56H (revestimiento duro condensado de Tokuyama Corporation)

5

### (7) estabilizadores

LS765: bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidil)sebacato

10

LA-67: mezcla de ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico, éster de 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinilo y éster de trideciltetra (fabricado por Asahi Denka Kogyo K.K.)

### (8) materiales ópticos (sustratos)

15

CR39 (lentes plásticas de resina alílica; índice de refracción = 1,50)

MR (lentes plásticas de resina basada en el tiouretano; índice de refracción = 1,60)

20

TE (lentes plásticas de resina basada en tioepoxi; índice de refracción = 1,71)

PC (lentes plásticas de resina de policarbonato; índice de refracción = 1,59)

SPL (lentes plásticas de resina metacrílica; índice de refracción = 1,54)

25

PX (lentes plásticas de resina basada en el uretano; índice de refracción = 1,53)

### (9) agentes tensioactivos

30

L-7001: L-7001 de Nippon Unicar Co., Ltd.

F-470: Megafac F-470 de Dainippon Ink and Chemicals, Inc.

35

### (10) colorantes

Blue J: Diaresin Blue J de Mitsubishi Chemical Corporation.

40

Violet D: Diaresin Violet D de Mitsubishi Chemical Corporation.

### Ejemplo 1

45

5 partes de  $\gamma$ -glicidoxipropiltrimetoxisilano como agente de enlace del silano, 3 partes de cromeno 1 como compuesto fotocromático, 5 partes de N-metildietanolamina como compuesto amina, 5 partes de LS765 como estabilizador y 0,5 partes de CGI1800 como iniciador de la polimerización se añadieron a 100 partes en peso de monómeros polimerizables que consistían en 20 partes en peso de trimetacrilato de trimetilopropano, 40 partes en peso de 2,2-bis(4-metacrililoiloxietoxifenil)propano, 10 partes en peso de hexaacritato de oligómero de uretano, 20 partes en peso de diacrilato de macrogol que presentaba un peso molecular de 532 y 10 partes en peso de metacrilato de glicidilo y se mezclaron completamente con los mismos. Las cantidades (partes) del agente de enlace del silano, el compuesto amina, el iniciador de la polimerización, el estabilizador y el compuesto fotocromático son cantidades (partes en peso) basadas en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales. La viscosidad cinética de dicha disolución mezclada resultante se determinó mediante un viscosímetro Cannon-Fenske. Se realizó la determinación a 25°C según JISK2283. Cuando se calculó la viscosidad de la muestra basándose en la siguiente ecuación utilizando la viscosidad cinética obtenida y el peso específico determinado para la muestra, resultó de 83 cp.

55

$$\text{“viscosidad (cp) = viscosidad cinética (cse) x peso específico (g/cm}^3\text{)”}$$

60

Aproximadamente 2 g de la disolución mixta obtenida mediante el procedimiento anterior se aplicó a la superficie de una lente de plástico (MR) de 2 mm de espesor con una máquina para aplicar un revestimiento por centrifugación 1H-DX2 de MIKASA Co., Ltd. con una velocidad de giro de 60 r.p.m. durante 40 segundos, 500 r.p.m. durante 2 segundos y 1.000 r.p.m. durante 5 segundos. Dicha capa de revestimiento de la superficie de la lente se endureció mediante 150 segundos de exposición a una lámpara de un haluro metálico con una salida de 100 mW/cm<sup>2</sup> en una atmósfera de gas nitrógeno. Adicionalmente, se calentó a 120°C durante 1 hora. La lente de plástico utilizada se sumergió en una disolución de NaOH (disolución acuosa al 10%) a 60°C durante 6 minutos, se lavó completamente y se secó con aire de nuevo a fin de modificar de antemano su estado superficial.

65

## ES 2 320 773 T3

La lente obtenida que presentaba una capa de revestimiento fotocromática se utilizó como muestra para determinar la longitud de onda de absorción máxima, la densidad de desarrollo del color, el período medio del cambio de color, la durabilidad y la adherencia entre la lente y la capa de revestimiento fotocromático de la muestra.

- 5 (1) Espesor de la capa de revestimiento fotocromática: Determinada mediante el instrumento de determinación de películas finas de Filmetrics Co., Ltd.
- 10 (2) Longitud de onda de absorción máxima ( $\lambda_{\text{máx}}$ ): La lente obtenida que presentaba una capa de revestimiento fotocromática se expuso a la luz de una lámpara de xenón L-2480 (300W) SHL-100 de Hamamatsu Photonics Co., Ltd. a través de un filtro para masas de aire (de Corning Co., Ltd.) a  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  y una intensidad de rayo sobre la superficie del polímero de  $2,4 \text{ mW/cm}^2$  a  $365 \text{ nm}$  y  $24 \text{ mW/cm}^2$  a  $245 \text{ nm}$  durante 120 segundos para desarrollar el color, y la longitud de onda de absorción máxima de lente se determinó con el espectrómetro (fotodetector multicanal instantáneo MCPD1000) de Ohtsuka Denshi Kogyo Co., Ltd. La longitud de onda de absorción máxima se relaciona con el tono del color desarrollado.
- 15 (3) Densidad de desarrollo del color: Se obtuvo la diferencia  $\{\varepsilon(120) - \varepsilon(0)\}$  entre la absorbancia en la longitud de onda de absorción máxima  $\{\varepsilon(120)\}$  tras 120 segundos de exposición y la absorbancia en la longitud de onda del producto endurecido sin exposición  $\{\varepsilon(0)\}$  y se tomó como densidad de desarrollo del color. Cuanto mayor es dicho valor, mejor es el fotocromismo.
- 20 (4) Período medio del cambio de color: Tras 120 segundos de exposición, se detuvo la exposición para determinar el tiempo  $\{t_{1/2} \text{ (min)}\}$  requerido hasta que la absorbancia a la longitud de onda máxima del producto endurecido bajaba hasta la  $1/2$  de  $\{\varepsilon(120) - \varepsilon(0)\}$ . Cuanto menor es dicho período, la velocidad de cambio de color resulta más rápida y se obtiene un mejor fotocromismo.
- 25 (5) Durabilidad: Se realizó el siguiente ensayo de deterioro para analizar la durabilidad del desarrollo del color por exposición. Es decir, la lente obtenida que presentaba una capa de revestimiento fotocromática se sometió a 200 horas de ensayo de deterioro acelerado con un aparato medidor de las condiciones atmosféricas de xenón X25 de Suga Shikenki Co., Ltd. A continuación, se realizó el análisis de la densidad de desarrollo del color antes y después del ensayo para determinar la densidad de desarrollo del color (A0) antes del ensayo y la densidad de desarrollo del color (A200) después del ensayo. Se tomó el valor  $\{(A200/A0) \times 100\}$  como el índice residual (%) y se consideró como el índice de la durabilidad del desarrollo del color. Cuanto mayor es el índice residual, mayor es la durabilidad del desarrollo del color.
- 30 (6) Adherencia entre la lente y la capa de revestimiento fotocromática (adherencia 1): La superficie lateral de la capa de revestimiento de la lente que presenta una capa de revestimiento fotocromática se recortó con una cuchilla que presentaba un lado afilado para formar cien cuadrados de  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  según el procedimiento del ensayo de adherencia de recortes JIS K5400. A continuación, se adhirió una cinta de celofán disponible comercialmente a la superficie y se retiró rápidamente para observar visualmente la separación de la capa de revestimiento (película de revestimiento). Cuando no se despegaron todos los cuadrados, la adherencia se determinó como O, cuando se despegaron algunos cuadrados, se determinó como  $\Delta$ , y cuando se despegaron todos los cuadrados, se determinó como X.

45 Una vez que la lente que presenta la capa de revestimiento fotocromática obtenida mediante el procedimiento anterior se hubo lavado con acetona y secado completamente para limpiarla, se sumergió en una disolución acuosa de NaOH al 10% durante 10 minutos, se lavó completamente con agua y se secó de nuevo al aire. Dicha lente se sumergió en una disolución de revestimiento duro TS56H, se levantó a  $30 \text{ mm/min}$ , se realizó un secado previo a  $60^{\circ}\text{C}$  durante 15 minutos y se calentó a  $130^{\circ}\text{C}$  durante 2 horas a fin de endurecerla para preparar la muestra que presentaba la capa de revestimiento dura. Dicha muestra se analizó con respecto a la adherencia entre la capa de revestimiento fotocromática y el material de revestimiento duro, la resistencia a la abrasión y la disolución del compuesto fotocromático en la capa de revestimiento dura.

- 50 (7) Adherencia entre la capa de revestimiento fotocromática y el material de revestimiento duro (adherencia 2): La superficie lateral de la capa de revestimiento fotocromática (revestida con la capa de revestimiento dura) de la lente que presenta una capa de revestimiento dura se recortó con una cuchilla que presentaba un lado afilado para formar cien cuadrados de  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  según el procedimiento del ensayo de adherencia de recortes JIS K5400. A continuación, se adhirió una cinta de celofán disponible comercialmente a la superficie y se retiró rápidamente para observar visualmente la separación de la capa de revestimiento dura y la capa de revestimiento fotocromática. Cuando no se despegaron todos los cuadrados, la adherencia se determinó como O, cuando se despegaron algunos cuadrados, se determinó como  $\Delta$ , y cuando se despegaron todos los cuadrados, se determinó como X.

65 Por lo que respecta a los resultados del análisis anterior, el espesor de la capa de revestimiento fotocromática fue de  $33 \mu\text{m}$ ,  $\lambda_{\text{máx}}$  fue de  $610 \text{ nm}$ , la densidad de desarrollo del color fue de  $0,82$ , el período medio de cambio del color fue de  $1,2$  minutos, la durabilidad resultó de un  $43\%$ , la adherencia entre la capa de revestimiento y el sustrato (adherencia 1) se determinó como O, y la adherencia entre la capa de revestimiento y el material de revestimiento duro (adherencia 2) se determinó como O.

## ES 2 320 773 T3

### Ejemplos 2 a 10

Se obtuvieron productos endurecidos que presentaban una capa de revestimiento fotocromica de la composición endurecible de la presente invención del mismo modo del ejemplo 1 con la excepción de que los monómeros polimerizables por radicales, el compuesto de cromeno y otros aditivos representados en la tabla 1 se utilizaron para analizar sus propiedades características. Las cantidades (partes en peso) del agente de adherencia de silano, el compuesto amina, el iniciador de la polimerización, el estabilizador y el compuesto fotocromico de las tablas siguientes se basan en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales.

TABLA 1

| Ejemplo N.º | Compuesto de sililo (partes) | Monómeros polimerizables por radicales (partes en peso) |
|-------------|------------------------------|---|
| 1           | GTSi<br>5                    | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10                  |
| 2           | GTSi<br>7                    | TMPT/BPE oligo/EB6A/9GA/GMA<br>15/50/10/15/10           |
| 3           | GTSi<br>3                    | DPEHA/BPE/U6A/MePEGMA/GMA<br>20/40/10/20/10             |
| 4           | ADSi<br>5                    | TMPT/BPE oligo/EB6A/GMA<br>30/50/10/10                  |
| 5           | ADSi<br>5                    | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA<br>20/30/25/15/10                  |
| 6           | GTSi<br>10                   | TMPT/BPE/U6A/MePEGMA/GMA<br>15/30/25/20/10              |
| 7           | GTSi<br>5                    | DPEHA / BPE oligo/EB6A/9GA/GMA<br>20/30/15/20/15        |
| 8           | ADSi<br>7                    | TMPT/BPE oligo/EB6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10           |
| 9           | GTSi<br>5                    | TMPT/BPE oligo/U6A/9GA/GMA<br>15/40/10/20/15            |
| 10          | ADSi<br>5                    | DPEHA/BPE oligo/EB6A/9GA/GMA<br>20/40/10/15/15          |

## ES 2 320 773 T3

TABLA 1 (continuación)

| Ejemplo N.º | Compuesto amina (partes) | Iniciador de la polimerización (partes) | Estabilizador (partes) | Compuesto fotocromico (partes) | Viscosidad a 25 °C (cp) |
|-------------|--------------------------|---|------------------------|--------------------------------|-------------------------|
| 1           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 83                      |
| 2           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 130                     |
| 3           | DMEMA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 90                      |
| 4           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 105                     |
| 5           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 2<br>3                 | 140                     |
| 6           | DMEMA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 2<br>3                 | 148                     |
| 7           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 3<br>3                 | 133                     |
| 8           | DMEMA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 3<br>3                 | 90                      |
| 9           | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 4<br>3                 | 78                      |
| 10          | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 4<br>3                 | 90                      |

## ES 2 320 773 T3

Los resultados se presentan en la Tabla 2.

TABLA 2

| Ejemplo N.º | $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) | Densidad de desarrollo del color (abs.) | Período medio de cambio de color (min) | Durabilidad (5) | Adherencia 1 (sustrato) | Espesor de la película ( $\mu\text{m}$ ) | Adherencia 2 (revestimiento duro) |
|-------------|-----------------------------|---|--|-----------------|-------------------------|--|-----------------------------------|
| 1           | 610                         | 0.82                                    | 1.2                                    | 43              | O                       | 33                                       | O                                 |
| 2           | 610                         | 0.81                                    | 1.1                                    | 47              | O                       | 43                                       | O                                 |
| 3           | 610                         | 0.79                                    | 1.3                                    | 44              | O                       | 35                                       | O                                 |
| 4           | 610                         | 0.84                                    | 1.1                                    | 46              | O                       | 38                                       | O                                 |
| 5           | 588                         | 0.98                                    | 1.6                                    | 65              | O                       | 50                                       | O                                 |
| 6           | 590                         | 1.05                                    | 1.7                                    | 60              | O                       | 45                                       | O                                 |
| 7           | 460                         | 0.71                                    | 1.8                                    | 45              | O                       | 44                                       | O                                 |
| 8           | 462                         | 0.73                                    | 1.7                                    | 40              | O                       | 35                                       | O                                 |
| 9           | 474                         | 0.85                                    | 1.8                                    | 35              | O                       | 30                                       | O                                 |
| 10          | 474                         | 0.83                                    | 1.7                                    | 36              | O                       | 33                                       | O                                 |

## ES 2 320 773 T3

Ejemplos comparativos 1 a 4

Con el propósito de realizar una comparación, se obtuvieron productos endurecidos fotocromicos del mismo modo que en el ejemplo 1 con la excepción de que los monómero polimerizables y el compuesto de cromeno representados en la Tabla 3 se utilizaron para analizar sus propiedades características.

TABLA 3

| Ejemplo comparativo N.º | Compuesto de sililo (partes) | Monómeros polimerizables por radicales (partes en peso) |
|-------------------------|------------------------------|---|
| 1                       | -                            | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10                  |
| 2                       | -                            | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10                  |
| 3                       | -                            | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10                  |
| 4                       | -                            | TMPT/BPE/U6A/9GA/GMA/TMSiMA<br>20/35/10/20/10/5         |

TABLA 3 (continuación)

| Ejemplo comparativo N.º | Compuesto amina (partes) | Iniciador de la polimerización (partes) | Estabilizador (partes) | Compuesto fotocromico (partes) | Viscosidad a 25 °C (cp) |
|-------------------------|--------------------------|---|------------------------|--------------------------------|-------------------------|
| 1                       | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 85                      |
| 2                       | NMDEA<br>15              | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 70                      |
| 3                       | DMEMA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 83                      |
| 4                       | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | Cromeno 1<br>3                 | 80                      |

## ES 2 320 773 T3

Los resultados se presentan en la Tabla 4.

TABLA 4

| Ejemplo comparativo N.º | $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) | Densidad de desarrollo del color (abs.) | Período medio de cambio de color (min) | Durabilidad (%) | Adherencia 1 (sustrato) | Espesor de la película ( $\mu\text{m}$ ) | Adherencia 2 (revestimiento duro) |
|-------------------------|-----------------------------|---|--|-----------------|-------------------------|--|-----------------------------------|
| 1                       | 610                         | 0.82                                    | 1.3                                    | 36              | x                       | 35                                       | x                                 |
| 2                       | 610                         | 0.78                                    | 1.1                                    | 25              | $\Delta$                | 30                                       | x                                 |
| 3                       | 610                         | 0.81                                    | 1.5                                    | 37              | x                       | 33                                       | x                                 |
| 4                       | 610                         | 0.77                                    | 0.9                                    | 29              | x                       | 35                                       | O                                 |

Tal como resulta evidente a partir de la Tabla 1 y de la Tabla 2, la composición endurecible de la presente invención que comprende un compuesto de sililo presenta una adherencia excelente al sustrato (lente) y al material de revestimiento duro.

Al mismo tiempo, tal como se representa en la Tabla 3 y la Tabla 4, en los ejemplos comparativos 1 a 4 en los que no existe compuesto de sililo, la adherencia al sustrato (lente) resultó muy baja y la adherencia al material de revestimiento duro resultó muy bajo excepto en el ejemplo comparativo 4 en el que se utilizó un monómero de sililo.

Ejemplos 11 a 14

Se prepararon unas muestras del mismo modo que en el ejemplo 1 con la excepción de que se utilizó la lente de plástico representada en la Tabla 5 en lugar de la MR que es una lente de plástico de una resina basada en el tiouretano como sustrato óptico y se cambió la composición del revestimiento tal como se representa a continuación a fin de analizar sus propiedades características. La viscosidad de la disolución de revestimiento fue de 130 cp. Los resultados se representan en la Tabla 5.

Monómeros polimerizables por radicales (partes en peso): TMPT/BPE

oligo/EB6A/9GA/GMA = 15/50/10/15/10

Compuesto de sililo (partes): GTSi = 5

Compuesto de amina (partes): NMDEA = 5

Iniciador de la polimerización (partes): CGI1800 = 0,5

Estabilizador (partes): LS765 = 5

Compuestos fotocromicos (partes): cromeno 2 / cromeno 3 / cromeno 4 = 2,3/1,5/1,5

TABLA 5

| Ejemplo N.º | Sustrato | $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) | Densidad de desarrollo del color (abs.) | Período medio de cambio de color (min) | Durabilidad (%) | Adherencia 1 (sustrato) | Espesor de la película ( $\mu\text{m}$ ) | Adherencia 2 (revestimiento duro) |
|-------------|----------|-----------------------------|---|--|-----------------|-------------------------|--|-----------------------------------|
| 11          | CR39     | 590                         | 0.92                                    | 1.7                                    | 53              | O                       | 40                                       | O                                 |
| 12          | TE       | 588                         | 0.88                                    | 1.7                                    | 55              | O                       | 43                                       | O                                 |
| 13          | PC       | 592                         | 0.88                                    | 1.8                                    | 56              | O                       | 42                                       | O                                 |
| 14          | SPL      | 592                         | 0.92                                    | 1.6                                    | 53              | O                       | 41                                       | O                                 |

Tal como se representa en la Tabla 5, la composición endurecible de la presente invención presenta una excelente adherencia a cualquier tipo de sustrato y es excelente en las otras propiedades físicas.

Ejemplos 15 a 20

Los productos endurecidos que presentaban una capa de revestimiento endurecida de la composición endurecible de la presente invención se obtuvieron del mismo modo que en el ejemplo 1 con la excepción de que se utilizaron el compuesto de sililo, los monómeros polimerizables por radicales y los otros aditivos representados en la Tabla 6 y que la mezcla de cromeno 2, cromeno 3, cromeno 4 y cromeno 5 se utilizó como compuesto fotocromico en una cantidad de 2,35 partes, 1,5 partes, 0,2 partes y 0,3 partes basándose en 100 partes en peso del total de todos los monómeros polimerizables por radicales, respectivamente, para analizar sus propiedades características del mismo modo que en el ejemplo 1. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

(Tabla pasa a página siguiente)

## ES 2 320 773 T3

TABLA 6

| Ejemplo N.º | Sustrato | Compuesto de sililo (partes) | Monómeros polimerizables por radicales (partes en peso)      |
|-------------|----------|------------------------------|--|
| 15          | MR       | GTSi<br>5                    | TMPT/BPPEMA/EB6A/9GA/GMA<br>15/50/10/15/10                   |
| 16          | PX       | GTSi<br>10                   | TMPT/BPPEMA/EB6A/9GA/GMA<br>20/40/10/20/10                   |
| 17          | PX       | GTSi<br>10                   | TMPT/BPPEMA/EB6A/9GA/GMA/TMSiMA<br>15/45/10/15/10/5          |
| 18          | TE       | GTSi<br>5                    | TMPT/BPPEMA/EB6A/9GA/GMA/TMSiMA<br>15/45/10/15/10/5          |
| 19          | CR39     | GTSi<br>5                    | TMPT/BPPEMA/EB6A/9GA/GMA/TMSiMA<br>15/45/10/15/10/5          |
| 20          | PX       | GTSi<br>10                   | DPEHA/BPE oligo/<br>EB6A/9GA/GMA/TMSiMA<br>20/30/10/15/15/10 |

ES 2 320 773 T3

TABLA 6 (continuación)

| Ejemplo N.º | Compuesto amina (partes) | Iniciador de la polimerización (partes) | Estabilizador (partes) | Agente tensioactivo (partes) | Colorante (partes) | Viscosidad a 25 °C (cp) |
|-------------|--------------------------|---|------------------------|------------------------------|--------------------|-------------------------|
| 15          | NMDEA<br>1               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | L-7001<br>0.1                | Blue J<br>0.02     | 127                     |
| 16          | NMDEA<br>4               | CGI1870<br>0.5                          | LA-67<br>5             | L-7001<br>0.1                | Violet D<br>0.02   | 88                      |
| 17          | NMDEA<br>4               | CGI1819<br>0.4                          | LA-67<br>5             | F-470<br>0.05                | Blue J<br>0.02     | 105                     |
| 18          | NMDEA<br>2               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | L-7001<br>0.1                | Blue J<br>0.02     | 115                     |
| 19          | NMDEA<br>2               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | L-7001<br>0.1                | Blue J<br>0.02     | 115                     |
| 20          | NMDEA<br>5               | CGI1800<br>0.5                          | LS765<br>5             | L-7001<br>0.1                | Blue J<br>0.02     | 80                      |

TABLA 7

| Ejemplo N.º | $\lambda_{\text{máx}}$ (nm) | Densidad de desarrollo del color (abs.) | Período medio de cambio de color (min) | Durabilidad (%) | Adherencia 1 (sustrato) | Espesor de la película ( $\mu\text{m}$ ) | Adherencia 2 (revestimiento duro) |
|-------------|-----------------------------|---|--|-----------------|-------------------------|--|-----------------------------------|
| 15          | 588                         | 1.04                                    | 1.8                                    | 56              | O                       | 33                                       | O                                 |
| 16          | 588                         | 0.98                                    | 1.9                                    | 56              | O                       | 35                                       | O                                 |
| 17          | 586                         | 1.15                                    | 1.7                                    | 64              | O                       | 40                                       | O                                 |
| 18          | 588                         | 1.18                                    | 1.6                                    | 62              | O                       | 38                                       | O                                 |
| 19          | 590                         | 1.23                                    | 1.6                                    | 70              | O                       | 50                                       | O                                 |
| 20          | 588                         | 1.02                                    | 1.5                                    | 58              | O                       | 33                                       | O                                 |

Tal como se ha descrito anteriormente, al utilizar la composición endurecible de la presente invención, se puede obtener un producto endurecido fotocromico que presenta unas propiedades fotocromicas excelentes tales como una densidad elevada de desarrollo del color y una velocidad rápida de cambio de color y una adherencia excelente entre la capa de revestimiento fotocromico y un sustrato.

Debido a que el producto endurecido fotocromico de la presente invención presenta las características excelentes anteriores, resulta muy útil como material óptico tal como material para lentes fotocromicas.

**REIVINDICACIONES**

5 1. Composición endurecible que comprende (1) entre 0,1 y 20 partes en peso de un compuesto de silicio que presenta un grupo silanol o un grupo funcional que puede formar un grupo silanol mediante hidrólisis y un grupo que no se puede polimerizar por radicales, (2) 100 partes en peso de un monómero que se puede polimerizar por radicales y (3) entre 0,01 y 20 partes en peso de un compuesto fotocromático, comprendiendo el monómero polimerizable por radicales entre el 0,01 y el 30% en peso de un monómero que se pueda polimerizar por radicales que presenta un grupo epoxi en la molécula basándose en el total de todos los monómeros que se pueden polimerizar por radicales.

10 2. Composición endurecible según la reivindicación 1 en la que el monómero que se puede polimerizar por radicales comprende además un monómero que se puede polimerizar por radicales que presenta un grupo silanol o un grupo que puede formar un grupo silanol mediante hidrólisis.

15 3. Revestimiento que comprende la composición endurecible según las reivindicaciones 1 ó 2.

4. Producto óptico que presenta fotocromismo y que comprende una capa endurecida de una composición endurecida según las reivindicaciones 1 ó 2 realizada en por lo menos una cara de un sustrato óptico.

20 5. Producto endurecido fotocromático obtenido mediante el endurecimiento de la composición endurecible de las reivindicaciones 1 ó 2.

25

30

35

40

45

50

55

60

65