

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 12.07.95.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la demande : 17.01.97 Bulletin 97/03.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : CORNING INCORPORATED — US.

72 Inventeur(s) : HENRY DAVID et VIAL JACQUES JEAN.

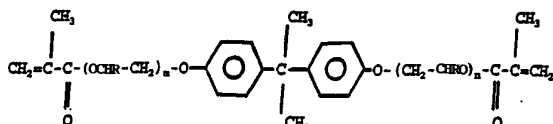
73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : CABINET DE BOISSE.

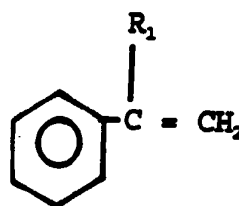
54 NOUVEAUX MATERIAUX ORGANIQUES PHOTOCHROMIQUES.

57 L'invention concerne des matériaux organiques transparents photochromiques présentant un indice de réfraction supérieur à 1,55 et exempts de distorsions optiques, obtenus par polymérisation radicalaire d'une composition polymérisable comprenant:

a) 80% à 95% en poids d'au moins un monomère représenté par la formule générale (I):



où R = H ou CH₃ et m et n sont indépendamment 1 ou 2;
b) 5 à 20% en poids d'au moins un monomère monovinyle aromatique représenté par la formule générale (II):



R₁ = H ou CH₃

c) une quantité efficace d'au moins un colorant conférant au matériau des propriétés photochromiques, choisi dans le groupe des spiroxazines, spiropyranes et chromènes;

d) une quantité efficace d'un agent de transfert de chaîne; et

e) une quantité efficace d'un initiateur de polymérisation radicalaire;

caractérisés en ce que l'agent de transfert de chaîne est un alcane-thiol linéaire et l'initiateur de polymérisation radicalaire est un composé diazoïque.

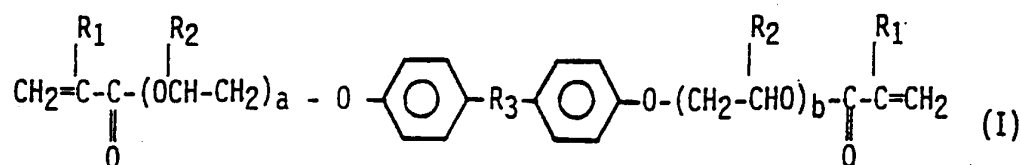


L'invention concerne de nouveaux matériaux organiques transparents photochromiques à indice de réfraction élevé ne présentant aucune distorsion optique dans la masse, un procédé pour leur préparation, et les articles formés de ces
5 matériaux.

La réalisation d'une lentille ophtalmique photochromique en matière plastique est difficile. De façon idéale, la matrice polymère d'une telle lentille devrait être thermo-réticulée, être exempte de distorsion optique
10 dans la masse et être apte à recevoir et à être réticulée en présence de mélanges appropriés de colorants photochromiques, tels que des spiroxazines et chromènes, afin d'obtenir un matériau présentant une transmission initiale élevée avant exposition et une capacité
15 d'assombrissement importante après exposition, le tout avec des cinétiques d'assombrissement et d'éclaircissement rapides. De plus le matériau devrait avoir une faible dépendance thermique, une résistance à la fatigue élevée, et un indice de réfraction le plus élevé possible.

20 Il va sans dire qu'un tel matériau idéal n'existe pas à ce jour.

WO-A-92/05209 décrit un copolymère, exempt de distorsions optiques, convenant pour fabriquer des verres de lunettes, obtenus par polymérisation radicalaire d'un
25 premier monomère de la formule I



où a et b sont des nombres entiers de 0 à 4,

R₁ et R₂ = H ou CH₃, et R₃ = -O-, -S-, -CO- -SO₂-, -CH₂-,
-CH = CH- ou CH₃- $\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}}$ -CH₃, avec un second monomère qui peut être
du styrène ou un dérivé du styrène et, facultativement, un
30 troisième monomère qui peut être un composé aromatique vinylique ou un méthacrylate aromatique, en présence d'un initiateur du type peroxyde et d'un agent de transfert de

chaîne choisi parmi divers composés bromés.

Ce copolymère pourrait être une bonne matrice polymère pour un article photochromique, tel qu'une lentille.

Toutefois, lorsqu'on essaye d'incorporer dans la composition copolymérisable des colorants photochromiques pour conférer des propriétés photochromiques à la matrice obtenue après copolymérisation, on s'aperçoit que lesdits colorants sont détruits par l'initiateur peroxyde.

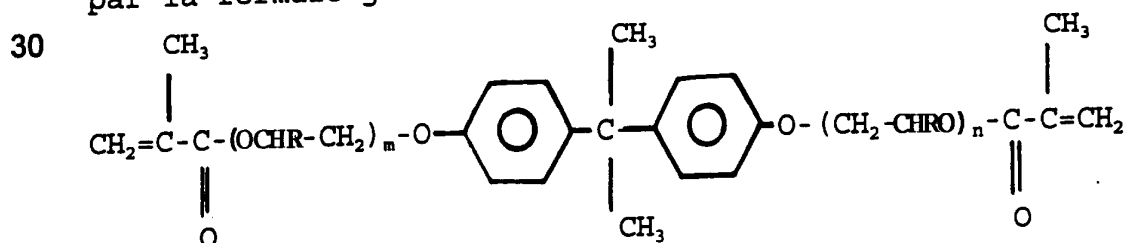
Même si on remplace l'initiateur peroxyde par un initiateur de polymérisation radicalaire plus doux, tel qu'un composé diazoïque comme l'azo-bis-isobutyronitrile, le matériau obtenu est encore insatisfaisant car les colorants photochromiques sont inhibés par l'agent de transfert de chaîne bromé utilisé, comme ont pu le constater les présents inventeurs. Aussi est-on obligé d'incorporer ultérieurement les colorants dans la matrice notamment par un procédé de diffusion thermique spécifique, ce qui grève le coût de revient du matériau et complique son procédé de fabrication.

Il existe, donc, un besoin de matériaux photochromiques performants qui soient d'une fabrication aisée et peu coûteuse.

La présente invention vise à satisfaire ce besoin.

Plus particulièrement la présente invention concerne de nouveaux matériaux organiques transparents photochromiques présentant un indice de réfraction supérieur à 1,55 et exempts de distorsions optiques, obtenus par polymérisation radicalaire d'une composition polymérisable comprenant :

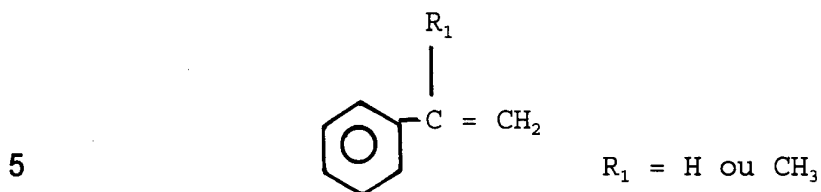
a) 80 à 95% en poids d'au moins un monomère représenté par la formule générale (I) :



où R = H ou CH₃ et m et n sont indépendamment 1 ou 2 ;

b) 5 à 20% en poids d'au moins un monomère

monovinyle aromatique représenté par la formule générale (II) :

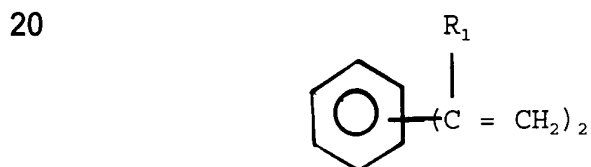


c) une quantité efficace d'au moins un colorant conférant au matériau des propriétés photochromiques, choisi dans le groupe des spiroxazines, spiropyranes et chromènes;

10 d) une quantité efficace d'un agent de transfert de chaîne ; et

e) une quantité efficace d'un initiateur de polymérisation radicalaire ;
caractérisés en ce que l'agent de transfert de chaîne est un alcane-thiol linéaire et l'initiateur de polymérisation
15 radicalaire est un composé diazoïque.

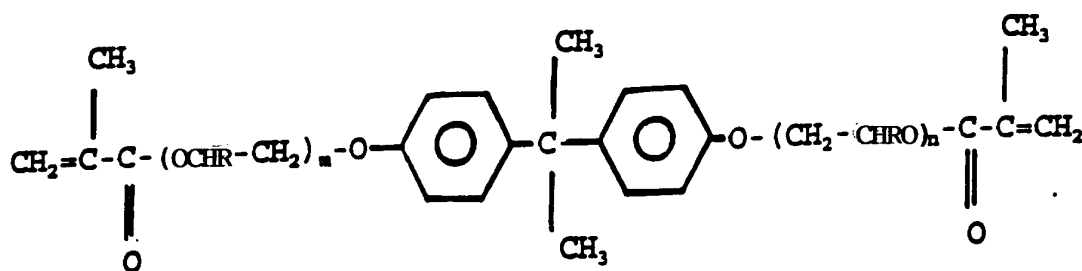
Facultativement, la composition polymérisable peut contenir, en outre, f) jusqu'à 10% en poids d'un monomère divinyle aromatique représenté par la formule générale (III) :



où $R_1 = \text{H ou } \text{CH}_3$.

L'invention concerne aussi un procédé de préparation de nouveaux matériaux organiques transparents photochromiques
25 présentant un indice de réfraction supérieur à 1,55 et exempts de distorsions optiques, caractérisés en ce qu'il consiste à effectuer une polymérisation radicalaire d'une composition polymérisable comprenant :

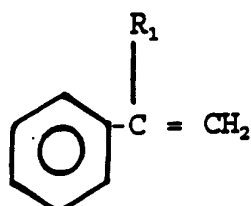
30 a) 80 à 95% en poids d'au moins un monomère représenté par la formule générale (I) :



5 où R = H ou CH₃ et m et n sont indépendamment 1 ou 2 ;

b) 5 à 20% en poids d'au moins un monomère monovinyle aromatique représenté par la formule générale

(II) :



R₁ = H ou CH₃

10

c) une quantité efficace d'au moins un colorant conférant au matériau des propriétés photochromiques, choisi dans le groupe des spiroxazines, spiropyranes et chromènes;

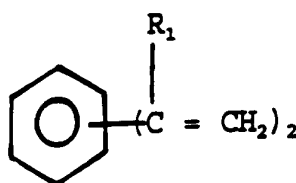
d) une quantité efficace d'un agent de transfert de

15 haïne ; et

e) une quantité efficace d'initiateur de polymérisation radicalaire.

Facultativement on peut aussi inclure dans la composition polymérisable

20 f) jusqu'à 10% en poids d'un monomère divinyle aromatique représenté par la formule générale (III) :



où R₁ = H ou CH₃.

25 Les monomères (a) de formule I sont bien connus et disponibles dans le commerce. Par exemple, un monomère de formule I où R = H et m et n = 2 est commercialisé par la Société AKZO sous la désignation commerciale DIACRYL 121. Le styrène et le méthylstyrène constituent les monomères (b) de

30 formule II. Les monomères (f) de formule III sont représentés par le divinylbenzène et le di(méthylvinyl)benzène.

- Par un choix approprié des monomères (a), (b) et (f) et de leurs proportions, les paramètres cinétiques du matériau photochromique final (vitesse d'assombrissement, vitesse d'éclaircissement) peuvent être ajustés à la demande :
- 5 l'adjonction d'un monomère (b) tel que le styrène au composé diméthacrylique (a), outre son effet bénéfique sur les propriétés optiques, permet de ralentir la cinétique des colorants qui seraient intrinsèquement trop rapides dans la matrice méthacrylique. Inversement, l'incorporation
- 10 optionnelle d'un troisième monomère (f), tel que le divinylbenzène, permet au contraire d'accélérer un colorant qui serait trop lent dans la matrice méthacrylique. Ainsi par un choix judicieux du rapport pondéral monomère (b)/monomère (f) optionnel, il est possible dans une matrice
- 15 diméthacrylique telle que décrite d'ajuster les paramètres cinétiques du processus photochromique à une valeur souhaitée, sans pour autant altérer la qualité optique des matériaux obtenus et tout en conservant un indice de réfraction élevé.
- 20 Le colorant photochromique (c) peut être choisi dans les classes générales des spiroxazines, des spiropyranes et des chromènes doués de propriétés photochromiques. De très nombreux colorants photochromiques de ce type sont décrits dans la littérature et disponibles dans le commerce. Des
- 25 colorants spiroxazines utilisables sont décrits notamment dans US-A-3 562 172, 4 634 767, 4 637 698, 4 720 547, 4 756 973, 4 785 097, 4 792 224, 4816 584, 4 831 142, 4 909 963, 4 931 219, 4 936 995, 4 986 934, 5 114 621, 5 139 707, 5 233 038, 4 215 010, 4 342 668,
- 30 4 699 473, 4 851 530, 4 913 544, 5 171 636, 5 180 524, 5 166 345 et dans EP-A 0 508 219, 0 232 295, et 0 171 909, entre autres. Des chromènes utilisables sont décrites dans US-A 567 605, 4 889 413, 4 931 221, 5 200 116, 5 066 818, 5 244 602, 5 238 981, 5 106 998, 4 980 089, 5 130 058, et
- 35 dans EP-A-0 562 915, entre autres. Par ailleurs, des spiropyranes utiles sont décrits dans les ouvrages généraux suivants :

. PHOTOCROMISM G. Brown, Editeur - Techniques of Chemistry - Wiley Interscience - Vol. III - 1971 - Chapitre III - Pages 45-294 - R.C. Bertelson.

- . PHOTOCROMISM - Molecules & Systems - Edité par H.
5 Dürr - H. Bouas-Laurent - Elsevier 1990 - Chapitre 8 : Spiropyranes - Pages 314-455 - R. Guglielmetti.

Les enseignements de tous ces brevets et documents sont incorporés ici par référence.

- A titre indicatif et non limitatif, la proportion de
10 colorant(s) photochromique(s) à incorporer dans la composition polymérisable peut aller de 0,01% à 1,0% en poids, de préférence de 0,05% à 0,5% en poids, par rapport au poids des monomères.

- De préférence également, on utilise une combinaison de
15 colorants photochromiques donnant une teinte grise ou brune à l'état assombri.

- L'agent de transfert de chaîne (d) est choisi parmi les alcane-thiols linéaires en C_2 à C_{16} . On préfère les alcane-thiols linéaires en C_4 à C_{16} car ils présentent une volatilité
20 moindre que les homologues en C_2 ou C_3 . Des exemples spécifiques sont le butane-thiol, le pentane-thiol, l'hexane-thiol, l'heptane-thiol, l'octane-thiol, le décane-thiol, le dodécane-thiol et le tétradécane-thiol. A titre purement indicatif, l'agent de transfert de chaîne peut être
25 incorporé à la composition polymérisable en une proportion de, par exemple, 100 à 5000 ppm, par rapport aux monomères.

- L'initiateur de polymérisation radicalaire (e) est choisi parmi les initiateurs diazoïques. Ces composés sont bien connus et disponibles dans le commerce. Des exemples
30 spécifiques sont l'azo-bis-isobutyronitrile (AIBN) et le 2,2'-azo-bis-(2-méthyl-butyronitrile) (AMBN), entre autres. A titre purement indicatif, une proportion d'initiateur de 0,05 à 0,5% du poids des monomères peut être incorporée à celle-ci.

- 35 C'est l'utilisation conjointe d'un alcane-thiol comme ingrédient (d) et d'un composé diazoïque comme ingrédient (e) qui permet d'obtenir les avantages procurés par

l'invention, c'est-à-dire la possibilité de préparer un matériau photochromique doué d'excellentes propriétés par polymérisation radicalaire en la présence d'au moins un colorant photochromique.

5 L'invention concerne les articles constitués en totalité ou en partie par un matériau photochromique organique selon l'invention. Des exemples non limitatifs de tels articles sont les lentilles correctrices ophtalmiques, les lentilles solaires, les vitrages pour véhicules ou pour
10 bâtiment, etc... Dans ces articles, le matériau photochromique de l'invention peut constituer toute l'épaisseur de l'article (article massif) ou être sous forme d'une pellicule ou couche stratifiée appliquée sur un support transparent ou minéral.

15 Les lentilles ophtalmiques sont les articles préférés et peuvent être commodément produites en effectuant la polymérisation dans des moules à lentilles par exemple comme décrit dans US-A-2.242.386, US-A-3.136.000 ou US-A-3.881.683.

20 Afin de bien faire comprendre l'invention, on donne les exemples non limitatifs suivants. Toutes les proportions indiquées sont des parties en poids. Dans tous les exemples, on a réalisé la polymérisation de la composition polymérisable dans un moule à lentille dans les conditions
25 suivantes : on chauffe lentement la composition polymérisable jusqu'au début de dégradation thermique du composé diazoïque (e) avec libération de radicaux libres. Une fois la température de 53°C atteinte, on la maintient pendant 16 heures, puis, en l'espace de 3 heures, on porte
30 la température à 90°C, température que l'on maintient pendant 2 heures. Ensuite on démoule la lentille obtenue. Les matières premières utilisées dans les exemples sont les suivantes :

Monomères :

35	DIACRYL 121 de AKZO Chimie	(DIA)
	Styrène	(STY)
	Divinylbenzène	(DVB)

α -méthylstyrène

(MST)

Catalyseurs :

2-2' Azo-bis 2-méthylbutyronitrile

(AMBN)

Agent de transfert de chaîne :

5 Dodécane thiol (selon l'invention)

(DDT)

Tétrabromométhane (en dehors de l'invention) (TBM)

Colorants photochromiques :

	<u>Désignation</u>	<u>Fabricant</u>	<u>Type chimique</u>
	Bleu D	(Great Lakes)	Spiroxazine
10	Rouge PNO	(")	"
	Yellow L	(")	Chromène
	Sea Green	(James Robinson Ltd.)	Spiroxazine
	Berry Red	(James Robinson Ltd.)	Chromène

Exemples 1 à 4

- 15 Les exemples 1 à 4 montrent l'efficacité de l'agent de transfert de chaîne (DDT) pour supprimer toutes distorsions optiques (exemples sans colorant photochromique).

	Exemple	DIA	STY	DVB	DDT ou TBM	AMBN	Aspect*
	1	100	-	-	TBM 0,4	0,2	distorsions importantes
20	2	80	20	-	TBM 0,4	0,2	distorsions
	3	80	20	-	DDT 0,4	0,2	absence de distorsions
	4	80	10	10	DDT 0,4	0,2	dito

(* examen en lumière polarisée)

- 25 Les indices de réfraction des matériaux des exemples 1, 2 et 4 sont, respectivement, de 1,557 ; 1,565 et 1,566.

Exemples 5 à 10

Ces exemples montrent que l'agent de transfert de chaîne choisi, le dodécane thiol (DDT), n'altère pas les

propriétés photochromiques des colorants contrairement au tétra bromométhane (TBM) de la technique antérieure.

Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait du Diacryl 121 (80 parties), du styrène (20 parties), et de l'AMBN (0,2 partie). Les agents de transfert de chaîne et le colorants utilisés, ainsi que leurs proportions et les propriétés photochromiques du matériau obtenus sont indiqués dans le Tableau ci-après.

Exemple	TBM	DDT	Colorant (parties)	Avant vieillissement		Après vieillissement (250h)	
				To ⁽¹⁾	T _{D15} ⁽²⁾	To	T _{D15}
5 (Compa- ratif)	-	-	Bleu D (0,2)	80	11	80	16
6 (Compa- ratif)	-	-	Rge PNO (0,025)	80	11	80	14
7 (Compa- ratif)	0,4	-	Bleu D (0,2)	80	80	-	-
8 (Compa- ratif)	0,4	-	Rge PNO (0,025)	0,3	0,3	-	-
9 (selon l'inven- tion)	-	0,4	Bleu D (0,2)	80	11	81	16
10 (selon l'inven- tion)	-	0,4	Rge PNO (0,025)	81	10,5	82	13

Le vieillissement de 250 heures consistait en une exposition à une lampe au xénon de 60000 lux ($\lambda = 560$ nm) et à 30°C.

To est la transmission initiale de la lentille

T_{D15} est la transmission après 15 mn d'exposition, à 20°C sous la lampe au xénon (épaisseur de l'échantillon : 2mm).

Exemples 11 et 12

Ces exemples démontrent que l'utilisation d'AMBN à la place d'un peroxyde organique classique, n'altère pas les propriétés photochromiques. Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait 80 parties de Diacryl 121, 20 parties de styrène, 0,4 partie de DDT et les quantités d'initiateur et de colorant indiquées dans le Tableau ci-dessous qui donne aussi les valeurs To et T_{D15} .

Exemple	AMBN	Peroxyde de benzoyle	Colorant	To	T_{D15}^*
11 (Compa- ratif)	-	0,4	Sea Green 0,015	86	74
12 (selon l'inven- tion)	0,4	-	Sea Green 0,015	86	11

(*) A $\lambda = 630$ nm (longueur d'onde d'absorption du Sea Green)

Exemples 13 à 17

Ces exemples montrent que l'agent de transfert de chaîne (DDT) même utilisé à des concentrations élevées, n'a pas d'effet nuisible sur les propriétés mécaniques du matériau obtenu comme le montrent les exemples 13 à 17. Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait 80 parties de DIACRYL 121, 20 parties de styrène, 0,4 partie de

AMBN et le pourcentage de DDT indiqué dans le Tableau ci-dessous qui donne aussi la dureté Shore D du matériau obtenu. Aucun colorant n'a été introduit dans les compositions polymérisables.

5	Exemple	DDT, parties	Dureté Shore D
	13	0	86
	14	0,4	87
	15	0,8	87
	16	1,2	86
10	17	3,0	86

Exemples 18 à 26

Ces exemples sont destinés à illustrer les effets résultants de la copolymérisation de monomères (b) et éventuellement (f) avec le monomère (a).

15 En ce qui concerne l'ajout de styrène (STY) ou d'un mélange STY + DVB au Diacryl 121, outre le fait que dans tous les cas on n'observe aucune distorsion optique, les propriétés mécaniques de la matrice sont améliorées. On constate ainsi une élévation de la Tg dans le cas du styrène
 20 (STY) et de la dureté dans le cas STY + DVB. Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait 0,2 partie de AMBN et 0,4 partie de DDT, en plus des ingrédients mentionnés dans le Tableau ci-après qui indique aussi la Tg (température de transition vitreuse) et de la dureté Shore
 25 D du matériau obtenu).

Exemple	DIA	STY	DVB	Tg	Dureté Shore D
18	100	0	-	110	-
19	95	5	-	112	-
20	85	15	-	121	-
21	80	20	-	124	-
22	90	10	-	-	85
23	90	10	2	-	86
24	90	10	4	-	86
25	90	10	6	-	86-87
26	90	10	10	-	87

Exemples 27 à 33

Ces exemples montrent que le styrène a un effet ralentisseur sur la cinétique photochromique des colorants dans la matrice copolymère comparativement à une matrice formée à partir du Diacryl 121 comme seul monomère - (ex. 27 à 31), que le divinylbenzène a un effet contraire (ex. 32), et qu'un mélange styrène-divinylbenzène permet d'ajuster la cinétique à la valeur souhaitée (ex 33).

Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait 0,2 partie d'AMBN, 0,4 partie de DDT, 0,015 partie de colorant Sea Green, et 0,30 partie de colorant Berry Red, en sus des monomères indiqués dans le Tableau ci-après, qui indique également le temps de demi-éclaircissement des lentilles obtenues.

Exemple	DIA	STY	DVB	T 1/2 éclaircissement * (en secondes -25°C- 560nm)
27	100	-	-	300
28	95	5	-	330
29	90	10	-	460
30	85	15	-	550
31	80	20	-	630
32	95	-	5	100
33	80	11,7	7,3	330

(*) Après exposition de 15 mn sous la lampe xénon

La comparaison des exemples 28 et 32 illustre bien les effets contraires des 2 monomères styrène et divinylbenzène qui suppriment les distorsions optiques dans la matrice.

Exemples 34 et 35

Ces exemples montrent que des résultats identiques peuvent également être obtenus en utilisant de l' α -méthylstyrène à la place du styrène (ex. 34-35).

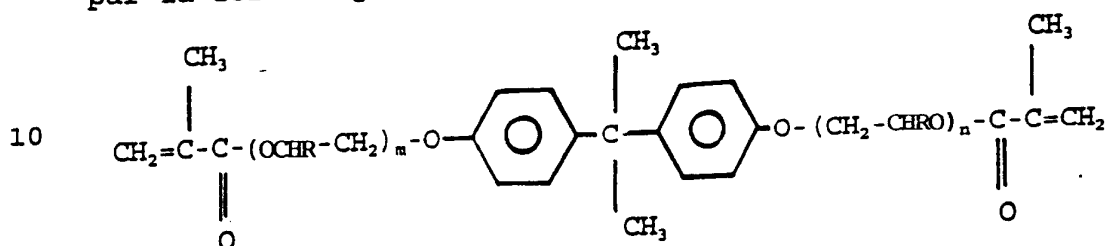
Dans ces exemples, la composition polymérisable comprenait 0,2 partie d'AMBN, 0,4 partie de DDT, 0,015 partie de colorant Sea Green, et 0,30 partie de colorant Berry Red, en sus des monomères indiqués dans le Tableau ci-après, qui indique également le temps de demi-éclaircissement des lentilles obtenues.

Exemple	DIA	α méthylstyrène	Tg	T1/2 éclaircissement (en sec) 250°C-560nm
34	95	5	112	350
35	90	10	118	350

REVENDICATIONS

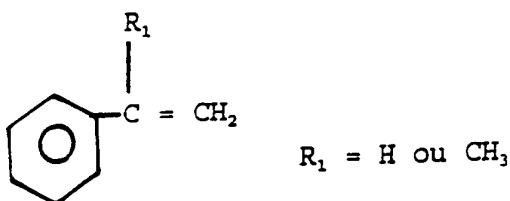
1. Matériaux organiques transparents photochromiques présentant un indice de réfraction supérieur à 1,55 et exempts de distorsions optiques, obtenus par polymérisation
 5 radicalaire d'une composition polymérisable comprenant :

a) 80 à 95% en poids d'au moins un monomère représenté par la formule générale (I) :



où R = H ou CH₃, et m et n sont indépendamment 1 ou 2 ;

b) 5 à 20% en poids d'au moins un monomère monovinyle aromatique représenté par la formule générale
 15 (II) :

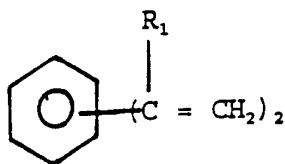


c) une quantité efficace d'au moins un colorant
 20 conférant au matériau des propriétés photochromiques, choisi dans le groupe des spiroxazines, spiropyranes et chromènes;

d) une quantité efficace d'un agent de transfert de chaîne ; et

e) une quantité efficace d'un initiateur de
 25 polymérisation radicalaire ;
 caractérisés en ce que l'agent de transfert de chaîne est un alcane-thiol linéaire et l'initiateur de polymérisation radicalaire est un composé diazoïque.

2. Matériaux selon la revendication 1, caractérisés en
 30 ce que la composition polymérisable contient, en outre, f) jusqu'à 10% en poids d'un monomère divinyle aromatique représenté par la formule générale (III) :



où $R_1 = H$ ou CH_3 .

3. Matériaux selon la revendication 1 ou 2, caractérisés en ce que le monomère (a) a la formule I où $R = H$ et $m = n = 2$.

5 4. Matériaux selon la revendication 1 ou 2, caractérisés en ce que le monomère (b) est le styrène.

5. Matériaux selon la revendication 1 ou 2, caractérisés en ce que l'agent de transfert de chaîne (d) est un alcane-thiol en C_4 à C_{16} .

10 6. Matériaux selon la revendication 1 ou 2, caractérisés en ce que l'initiateur (e) est l'azo-bis-isobutyronitrile ou le 2,2'-azo-bis-(2-méthylbutyronitrile).

7. Matériaux selon la revendication 2, caractérisés en
15 ce que le monomère (f) est le divinylbenzène.

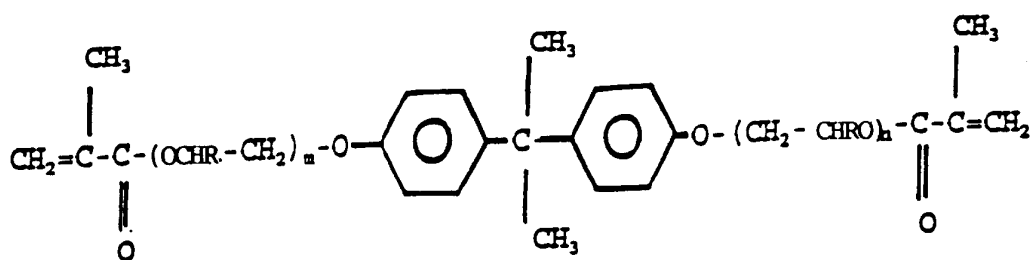
8. Matériaux selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisés en ce qu'ils contiennent un mélange de colorants photochromiques conférant une teinte grise ou brune au matériau à l'état assombri.

20 9. Matériaux selon la revendication 1, caractérisés en ce que la quantité d'agent de transfert de chaîne (d) est de 100 à 5000 ppm.

10. Matériaux selon la revendication 1, caractérisés en ce que la quantité d'initiateur de polymérisation
25 radicalaire (e) est de 0,05 à 0,5% en poids.

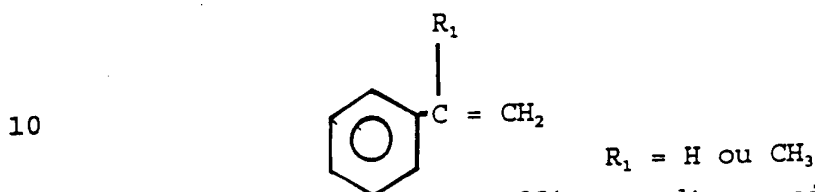
11. Procédé de préparation de nouveaux matériaux organiques transparents photochromiques présentant un indice de réfraction supérieur à 1,55 et exempts de distorsions optiques, caractérisés en ce qu'il consiste à effectuer une
30 polymérisation radicalaire d'une composition polymérisable comprenant :

a) 80 à 95% en poids d'au moins un monomère représenté par la formule générale (I) :



5 où R = H ou CH₃, et m et n sont indépendamment 1 ou 2 ;

b) 5 à 20% en poids d'au moins un monomère monovinyle aromatique représenté par la formule générale (II) :

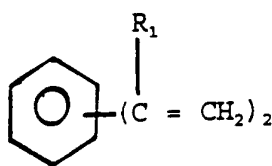


c) une quantité efficace d'au moins un colorant conférant au matériau des propriétés photochromiques, choisi dans le groupe des spiroxazines, spiropyranes et chromènes ;

15 d) une quantité efficace d'un agent de transfert de chaîne ; et

e) une quantité efficace d'un initiateur de polymérisation radicalaire.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la composition polymérisable comprend, en outre, f) jusqu'à 10% en poids d'un monomère divinyle aromatique représenté par la formule générale (III) :



25 où R₁ = H ou CH₃.

13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la quantité d'agent de transfert de chaîne (d) est de 100 à 5000 ppm.

14. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la quantité d'initiateur de polymérisation radicalaire (e) est de 0,05 à 0,5% en poids.

15. Articles photochromiques constitués, en totalité ou en partie, d'un matériau organique photochromique tel que défini à l'une quelconque des revendications 1 à 10.

16. Article selon la revendication 15, caractérisé en ce qu'il est une lentille ophtalmique ou solaire.

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D, A	WO-A-92 05209 (AKZO N.V.) ---	
A	US-A-5 292 350 (F.F. MOLOCK) -----	
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		C08F G02B
Date d'achèvement de la recherche 21 Mars 1996		Examineur Cauwenberg, C
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		