



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0412665-3 B1



(22) Data de Depósito: 10/06/2004

(45) Data da Concessão: 01/09/2015
(RPI 2330)

(54) Título: COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO E PROCESSO PARA PRODUZIR UM REVESTIMENTO

(51) Int.Cl.: C09D183/04; C08J7/04; C09J183/00

(30) Prioridade Unionista: 16/07/2003 US 10/620,403

(73) Titular(es): Transitions Optical, Inc.

(72) Inventor(es): Eric M. King, James P. Colton, Jessica A. Hoch

**COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO E PROCESSO PARA PRODUZIR UM
REVESTIMENTO**

Antecedentes da Invenção

5 A presente invenção se refere a composições
de revestimento adaptadas para aumentar a aderência
de um revestimento ou película a um substrato, um
processo para produzir um revestimento ou película
aderente em um substrato e ao substrato revestido
10 ou laminado resultante. Mais particularmente, esta
invenção refere-se a uma composição de revestimento
que contem agentes de acoplamento mais ingredientes
de aumento de aderência, processo para preparar
revestimentos ou películas poliméricos aderentes em
15 substratos e artigos fotocrômicos.

Os compostos fotocrômicos exibem uma
mudança reversível na cor quando expostos à
radiação luminosa que envolve raios ultravioletas,
tais como a radiação ultravioleta na luz do sol ou
20 na luz de uma lâmpada de mercúrio. Várias classes
de compostos fotocrômicos foram sintetizadas e
sugeridas para o uso em aplicações em que é
desejado uma mudança ou escurecimento de cor
reversível induzida pela luz do sol. As classes de
25 compostos fotocrômicos freqüentemente mais
sugeridas são oxazinas, piranos, e fulgidas.

É reportado que a superfície mais externa da
maior parte dos polímeros orgânicos é hidrófoba de-

vido a uma preponderância de grupos não polares e é, portanto, difícil de molhar. Alguns polímeros têm uma baixa energia de superfície tal que é difícil formular revestimentos que molhem a superfície do polímero.

5 Muitos dos revestimentos convencionais, por exemplo, revestimentos duros de proteção, pinturas, tintas, e adesivos, aplicados a polímeros são hidrófilos. Consequentemente, eles não formam aglutinações fortes com a superfície hidrófoba do polímero e, portanto, não aderem bem ao polímero.

10

Processos de pré-tratamento são freqüentemente utilizados em substratos poliméricos para aumentarem a energia de superfície ou características de umedecimento do substrato e proporcionar grupos funcionais para interagirem com os grupos polares presentes nos revestimentos ou películas aplicados a esses substratos. Muito embora existam métodos para obtenção de aderência de revestimentos e películas a vários substratos, procuram-se métodos alternativos. Existe uma

15

20 necessidade comercial em produzir revestimentos e películas fotocrômicos aderentes em substratos de uma maneira rápida e econômica.

Descrição Detalhada da Invenção

Observa-se que, quando utilizadas neste

25 relatório e nas reivindicações em anexo, as formas do singular "um", "uma" e "o", "a" incluem referentes no plural a não ser que expressamente e inequivocamente limitado a uma referência.

Para os propósitos deste relatório, a não ser que de outro modo indicado, todos os números que expressam quantidades de ingredientes, condições de reação, e outros parâmetros usados no relatório e nas
5 reivindicações devem ser compreendidos como sendo modificados em todos os casos pelo termo "aproximadamente". Conseqüentemente, a não ser quando indicados em contrário, os parâmetros numéricos expostos no relatório seguinte e nas reivindicações em anexo são aproximações
10 que poderão variar na dependência das propriedades desejadas que se pretendem obter por meio da presente invenção. Por último, e não como uma tentativa de limitar a aplicação da doutrina de equivalentes ao escopo das reivindicações, cada parâmetro numérico deverá ser
15 pelo menos considerado à luz do número de dígitos significativos reportados e pela aplicação de técnicas de arredondamento convencionais.

Independentemente das faixas e parâmetros numéricos que estabelecem o escopo amplo da invenção
20 serem aproximações, os valores numéricos expostos nos exemplos específicos são reportados de uma forma tão precisa quanto possível. Entretanto, qualquer valor numérico contém inerentemente certos erros necessariamente resultantes do desvio padrão encontrado nas suas
25 respectivas medições de teste.

Um "agente de acoplamento" é definido neste contexto como um material que tem pelo menos um grupo capaz de reagir, aglutinar-se e/ou associar-se com

um grupo em pelo menos uma superfície. Em uma concretização não limitativa, um agente de acoplamento pode servir como uma ponte molecular na interface de pelo menos duas superfícies que podem ser superfícies semelhantes ou diferentes. Agentes de acoplamento, em uma outra concretização não limitativa, podem ser monômeros, oligômeros e/ou polímeros. Esses materiais incluem, sendo que não se fica limitado aos mesmos, organometálicos, tais como silanos, titanatos, zirconatos, aluminatos, aluminatos de zircônio, seus hidrolisados e as suas misturas.

Em uma concretização não limitativa, a composição de revestimento da presente invenção compreende:

(a) pelo menos um agente de acoplamento, pelo menos hidrolisados parciais do mesmo ou uma mistura deles, em uma concentração maior do que 25 por cento, em peso, com base no peso da composição total; e

(b) uma quantidade intensificadora de aderência de um material que contém epóxido que compreende pelo menos dois grupos de epóxido; sendo a dita composição isenta de partículas coloidais selecionadas a partir de sílica, alumina ou uma mistura das mesmas.

A frase "pelo menos hidrolisados parciais do mesmo" é usada em conjunto com agentes de acoplamento e significa que pelo menos alguns até todos os grupos hidrolisáveis do agente de acoplamento são hidrolisados. A frase "uma quantidade de material que contém

epóxido de intensificação de aderência" é uma quantidade de material que contém epóxido que quando adicionado ao agente de acoplamento que contém composição de revestimento aperfeiçoa a aderência de um revestimento ou
5 película subsequente aplicado em comparação com uma composição de revestimento que contém agente de acoplamento que é isenta do material que contém epóxido quando medida pelo Método de Teste Padrão ASTM D-3359 para Medição de Aderência pelo Método B de Teste de Fi-
10 ta. A frase "sendo isento de partículas coloidais selecionadas a partir de sílica, alumina ou suas misturas" significa que essas partículas coloidais não são adicionadas à composição de revestimento.

Em uma outra concretização não limitativa,
15 o agente de acoplamento é um material selecionado a partir de agentes de acoplamento de silano, agentes de acoplamento de titanato, agentes de acoplamento de zirconato, hidrolisados pelo menos parciais dos mesmos ou as suas misturas. Em uma outra concretização não limitativa, a composição de revestimento apresenta-se isenta de partículas coloidais.
20

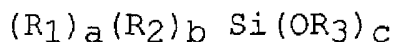
Exemplos não limitativos de agentes de acoplamento de titanato incluem tetra (2,2 dialioximetil)butil, di(ditridecil) fosfito titanato (disponível
25 comercialmente como KR 55, a partir da Kenrich Petrochemicals, Inc.); neopentil(dialil)oxi, trineodecano-
nil titanato; neopentil(dialil)oxi,
tri(dodecil)benzeno-sulfonil titanato; neopen-

til(dialil)oxi, tri(dioctil)fosfato titanato; neopentil(dialli)oxi, tri(dioctil) piro-fosfato titanato; neopentil(diallil)oxi, tri(N-etilenodiamino)etil titanato; neopentil(dialil)oxi, tri(m-amino) fenil titanato; 5 to; neopentil(dialil)oxi, triidroxil caproil titanato; isopropildimetilacrilisosteroil titanato; tetraisopropil(dioctil) fosfito titanato; os seus hidrolisados pelo menos parciais ou as suas misturas.

Exemplos não limitativos dos agentes de 10 acoplamento de zirconato incluem tetra (2,2 dialiloximetil)butil, zirconato de di(ditridecil)fosfito (disponível comercialmente como KZ 55 a partir da Kenrich Petrochemicals, Inc.); neopentil(dialil)oxi, zirconato de trineodecanoil; zirconato de neopentil(dialil)oxi, 15 tri(dodecil)benzeno-sulfonil; zirconato de neopentil(diallil)oxi, tri(dioctil)fosfato; neopentil (dialil)oxi, zirconato de tri(dioctil)piro-fosfato; neopentil(diallil)oxi, zirconato de tri(N-etilenodiamino)etil ; neopentil(diallil)oxi, zirconato de tri(m-amino)fenil; neopentil(diallil)oxi, zirconato de trimetacril; neopentil(diallil)oxi, zirconato de triacril ; dineopentil(dialil)oxi, zirconato de diparamino benzoil; dineopentil(aialil)oxi, zirconato de di(3-mercaptopropiônico); os seus hidrolisados pelo menos 25 parciais ou as suas misturas.

De acordo com uma concretização não limitativa, o agente de acoplamento é um agente de acoplamento de silano representado pela fórmula seguinte,

seus hidrolisados pelo menos parciais ou as suas misturas:



em que cada R_1 é um grupo organofuncional selecionado
5 independentemente para cada ocorrência a partir de glicidóxila, amino, vinil, estiril, (met)acriloióxi, mercapto ou um radical de hidrocarboneto que tem menos do que 10 átomos de carbono substituídos com o dito grupo organofuncional; cada R_2 é um radical de hidro-
10 carboneto que tem menos do que 20 átomos de carbono selecionados independentemente para cada ocorrência a partir de radicais alifáticos, radicais aromáticos ou misturas desses radicais de hidrocarboneto; cada R_3 é um radical que tem menos do que 20 átomos de carbono
15 selecionados independentemente para cada ocorrência a partir de radicais de hidrocarbonetos alifáticos monovalentes, radicais de hidrocarbonetos aromáticos, radicais de alcoialquila, radicais de acila ou misturas desses radicais; **a** é 1 ou 2, **b** é 0, 1 ou 2 e **c** é 1, 2
20 ou 3 a partir do momento em que a soma de $a+b+c$ é igual a 4.

De acordo com uma outra concretização não limitativa, o agente de acoplamento é um agente de acoplamento de silano em que cada R_1 é um grupo organo-
25 funcional selecionado a partir de mercapto, glicidoxi, (met)acriloióxi, ou um radical de hidrocarboneto selecionado a partir de C_1 - C_6 alquila ou fenilo substi-

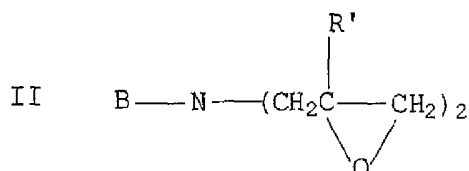
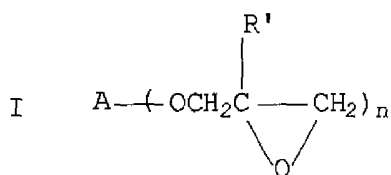
tuído com o dito grupo organofuncional; cada R_3 é C_1 - C_6 alquila, fenilo, acetilo ou benzoílo; a é 1, b é 0 e c é 3.

Exemplos não limitativos de agentes de
5 acoplamento de silano incluem: viniltriacetoxissilano, viniltrimetoxissilano, viniltri(2-metoxietoxi)silano, viniltrifenoxissilano, viniltriisopropoxissilano, viniltri-t-butoxissilano, divinildietoxissilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxissilano, alitrietoxissilano, alitrimetoxissilano,
10 trimetoxissilano, (3-acriloxipropil)dimetilmetoxissilano, (3-acriloxipropil)metildimetoxissilano, (3-acriloxipropil)trimetoxissilano, (metacriloximetil)dimetiletoxissilano, metacriloximetiltri-etoxissilano, metacriloximetiltrimetoxissilano, metacriloxipropil-
15 dimetiletoxissilano, metacriloxipropiltrimetoxissilano, estirletiltrimetoxissilano, mercaptometilmetildietoxissilano, 3-mercaptopropilmetildimetoxissilano, 3-mercaptopropil-trietoxissilano, 3-mercaptopropiltrimetoxissilano; os seus hidrolisados pelo menos parciais ou as suas misturas.

A quantidade do agente de acoplamento na composição de revestimento pode variar amplamente. A quantidade pode variar desde uma concentração maior do que 25 por cento, em peso, até uma concentração igual
25 a 100% menos a quantidade de aumento de aderência de um material que contém epóxido que é dotado de pelo menos 2 grupos de epóxido. Em concretizações alternativas não limitativas, a quantidade do agente de aco-

plamento pode ser de 30 por cento, em peso, 50 por cento, em peso, 75 por cento, em peso, ou 95 por cento, em peso. A quantidade do agente de acoplamento pode variar entre qualquer combinação dos valores mencionados anteriormente, inclusive dos valores mencionados.

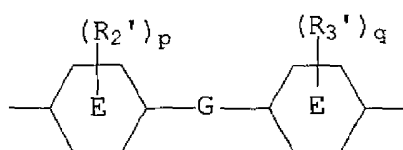
De acordo com uma concretização não limitativa, o grupo que contém epóxido que compreende pelo menos 2 grupos de epóxido é selecionado a partir de materiais representados pelas fórmulas gráficas I, II seguintes, ou uma mistura das mesmas:



em que

- (i) R' é hidrogênio ou alquila C₁-C₃;
- (ii) n é um inteiro selecionado a partir de 2, 3 ou 4; A é selecionado a partir de alquilenos C₂-C₂₀, alquilenos C₂-C₂₀ substituído, cicloalquilenos C₃-C₂₀, cicloalquilenos C₃-C₂₀ substituído; os grupos de arileno substituído ou não-substituído, fenileno e naftileno; aril(C₁-C₃)alquilenos, aril(C₁-C₃)alquilenos substituído; o grupo -C(O)Z(O)C- em que Z é alquilenos

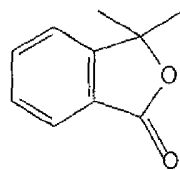
C₂-C₂₀ ou arileno; o grupo -R-(OR)_m- ou -(OR)_m-, em
 que R é alquilenos C₂-C₄ e m é um inteiro que varia de
 1 a 20; ftaloil, isoftaloil, tereftaloil; ftaloil hi-
 droxil-substituído, isoftaloil hidroxi-substituído,
 5 tereftaloil hidroxi-substituído; ou um grupo represen-
 tado pela seguinte fórmula gráfica:



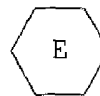
em que R₂' e R₃' são cada um independentemente, para
 cada ocasião, selecionados a partir de alquila C₁-C₄,
 10 cloro ou bromo; p e q são cada um deles um inteiro va-

riável de 0 a 4;  representa um grupo de benze-
 no bivalente ou um grupo de cicloexano bivalente; G é -
 O-, -S-, -S(O₂)-, -C(O)-, -CH₂-, -CH=CH-, -C(CH₃)₂-, -

C(CH₃)(C₆H₅)-, -(C₆H₄)- ou



quando



15 é o grupo de benzeno bivalente; ou G é -O-, -S-, -CH₂-,

ou -C(CH₃)₂-, quando  é o grupo de cicloexano bi-
 valente; sendo os ditos substituintes de alquilenos e de
 cicloalquilenos carboxila, hidroxila ou alcóxila C₁-C₃;
 sendo os ditos substituintes de arileno e de aril(C₁-

C₃)alquilenos constituídos por carboxila, hidroxilo, alcóxila C₁-C₃ ou alquila C₁-C₃; e

(iii) B é selecionado a partir de alquila C₂-C₂₀, alquila C₂-C₂₀ substituído, cicloalquila C₃-C₂₀, cicloalquila C₃-C₂₀ substituído; os grupos de arilo, fenilo e naftílio substituídos ou não-substituídos; arilo(C₁-C₃)alquila ou arilo(C₁-C₃)alquila substituído; sendo os ditos substituintes de alquila e de cicloalquila compreendidos por carboxila, hidroxilo ou alcóxila C₁-C₃, sendo os ditos substituintes de arilo e de arilo(C₁-C₃)alquila compreendidos por carboxila, hidroxilo, alcóxila C₁-C₃ ou alquila C₁-C₃.

De acordo com uma outra concretização não limitativa, o material que contém epóxido é representado pela fórmula gráfica I, II ou uma mistura das mesmas, em que: R' é hidrogênio; A é selecionado a partir de alquilenos C₂-C₁₀, fenileno, -R-(OR)_m- ou -(OR)_m-, em que R e m são os mesmos definidos anteriormente; ou ftaloil; B é selecionado a partir de alquila C₂-C₁₀, fenilo ou fenilo(C₁-C₃)alquila.

Exemplos não limitativos do material que contém epóxido que compreende pelo menos 2 grupos de epóxido são selecionados a partir de: glicerol poliglicidil éter; diglicerol poliglicidil éter; glicerol propoxilato triglicidil éter; trimetilolpropano triglicidil éter; sorbitol poliglicidil éter; poli(etileno glicol)diglicidil éter; poli(propileno gli-

col)diglicidil éter; neopentil glicol diglicidil éter;
N,N-diglicidil-4-glicidiloxianilina; N,N'-
diglicidiltoluidino; 1,6-hexano diol diglicidil éter;
diglicidil 1,2-cicloexanodicarboxilato; diglicidil
5 bisfenol A; um polímer de diglicidil bisfenol A; po-
lí(bisfenol A-co-epicloridrin), glicidil de terminal
bloqueado; diglicidil de um adutor de óxido de propi-
leno A bisfenol hidrogenado; diglicidil éster de ácido
tereftálico; diglicidil 1,2,3,6-tetraidroftalato; es-
10 piroglicoldiglicidil éter; diglicidil éter de hidro-
quinona ou as suas misturas.

A quantidade de material que contém epó-
xido é uma quantidade de aumento de aderência a qual
foi definida anteriormente. Esta quantidade poderá
15 variar amplamente. Em concretizações alternativas não
limitativas, a quantidade poderá variar de 3 a 60 por
cento, em peso, de 5 a 50 por cento, em peso, ou de 10
a 30 por cento, em peso. A quantidade também pode ser
menor do que 3 por cento, em peso, e maior do que 60
20 por cento, em peso. A quantidade do material que con-
tém epóxido pode variar entre qualquer combinação dos
valores mencionados anteriormente, inclusive dos valo-
res mencionados.

Em uma concretização não limitativa, a
25 presença de água, por exemplo, umidade, pode não ser
necessária para se obter a hidrólise do agente de aco-
plamento, por exemplo, silano organofuncional. Acre-
dita-se que a transesterificação do grupo hidrolisável

do agente de acoplamento pode ocorrer com grupos reativos produzidos na superfície. Em uma outra concretização não limitativa, água pode ser proporcionada em uma quantidade necessária para a hidrólise do agente
5 de acoplamento organofuncional, por exemplo, uma quantidade de hidrolisação de agente de acoplamento. Por exemplo, esta quantidade é usualmente pelo menos 1,5 mols de água por mol de silano, especificamente, 0,5 gramas de água é necessário para hidrolisar 5 gramas
10 de metacriloxipropil trimetoxisilano. Em uma outra concretização não limitativa, umidade atmosférica, se for suficiente, poderá ser adequada, mas considera-se que água pode ser adicionada à composição de revestimento.

15 Em uma concretização não limitativa, a composição de revestimento da presente invenção compreende ainda um catalisador selecionado a partir de um material ácido, um material, diferente do material ácido, adaptado para gerar ácido na exposição a radiação
20 ção actínica ou uma mistura dos mesmos. Em uma outra concretização não limitativa, o material ácido é selecionado a partir de um ácido orgânico, ácido inorgânico ou uma mistura dos mesmos. Em uma outra concretização não limitativa, o material ácido é selecionado a
25 partir de ácido acético, fórmico, glutárico, maléico, nítrico, clorídrico, fosfórico, fluorídrico, sulfúrico ou suas misturas.

Qualquer material, por exemplo, composto,

que gere um ácido na exposição a radiação actínica pode ser usado na composição de revestimento da presente invenção. Esses compostos são conhecidos daqueles versados na técnica. Em uma concretização não limitativa, o ácido gerado pode ser um ácido de Lewis ou um ácido de Bronsted. Exemplos não limitativos de compostos capazes de gerarem ácidos incluem sais de *onium* e sais de *iodosil*, sais de diazônio aromático, sais de metaloceno, o-nitrobenzaldeído, os polímeros de polioximetileno descritos na patente U.S. No. 3.991.033, os ésteres de o-nitrocarbinol descritos na patente U.S. No. 3.849.137, os acetais de o-nitrofenil, seus poliésteres e derivados de extremo bloqueado descritos na patente U.S. No. 4.086.210, ésteres de sulfonato ou álcoois aromáticos que contêm um grupo de carbonilo em uma posição alfa ou beta para o grupo de éster sulfonato, derivados de N-sulfonilóxi de uma amida ou imida aromática, sulfonatos de oxima aromáticos, diazidos de quinona, e resinas que contêm grupos de benzoin na cadeia, tais como aqueles descritos na patente U.S. No. 4.368.253. Exemplos destes catalisadores ácidos ativados por radiação também se encontram expostos na patente U.S. No. 5.451.345.

Em uma concretização não limitativa, o composto gerador de ácido é um fotoiniciador catiônico, tal como um sal de *onium*. Exemplos não limitativos desses materiais incluem sais de diariliodônio e sais de triarilsulfônio, os quais podem ser encontra-

dos disponíveis comercialmente como SarCat® CD-1012 e CD-1011 a partir da Sartomer Company. Outros sais de *onium* adequados encontram-se descritos na patente U.S. No. 5.639.802, coluna 8, linha 59 até coluna 10, linha 5 46. Exemplos desses sais de *onium* incluem tetrafluoroborato de 4,4'-dimetildifeniliodonio, hexafluoroantimonato de fenil-4-octiloxifenil feniliodonio, hexafluoroantimonato de dodecildifenil iodônio, hexafluoroantimonato de [4-[(2-tetradecanol)oxi]fenil]fenil 10 iodonio e as suas misturas.

A quantidade do material catalítico e/ou foto-iniciador selecionado a partir de um material ácido, material gerador de ácido, por exemplo, catalisador de reação fotoquímica e/ou foto-iniciador, ou 15 mistura dos mesmos usados na composição de revestimento de aumento de aderência será amplamente variável e depende dos materiais particulares utilizados. Somente é requerida a quantidade requerida para catalisar e/ou iniciar a reação entre o agente de acoplamento e 20 os grupos de superfície, por exemplo, uma quantidade de catalisação. Em uma concretização não limitativa, o material ácido e/ou o material gerador de ácido pode ser utilizado em uma quantidade variável de 0,01% até 5%, em peso, com base no peso total da composição.

25 A composição de revestimento da presente invenção compreende ainda pelo menos um pigmento fotossensível. Em uma concretização não limitativa, os sais de *onium* mencionados anteriormente podem ser usa-

dos em combinação com pigmentos fotossensíveis tais como pigmentos catiônicos de acridina e benzoflavina, pigmentos básicos do tipo benzofenona, do tipo perile-
no, e pigmentos do tipo fluorona descritos na patente
5 U.S. No. 5.639.802. O benefício dessa combinação é que o comprimento de onda da radiação actínica necessária para provocar a liberação do ácido é aumentado na direção no sentido do espectro visível, por exemplo, para fora em relação aos comprimentos de onda ul-
10 travioleta mais curtos que são prejudiciais para os seres humanos. Um exemplo de um pigmento de fluorona é 2,4-diiodo-6-butóxi-3-fluorona.

A composição de revestimento da presente invenção, em uma concretização não limitativa, compre-
15 ende ainda pelo menos um material que é dotado de pelo menos um grupo (met)acrílico, por exemplo, um grupo acrílico ou metacrílico, e pelo menos um grupo carboxílico. Em uma outra concretização não limitativa, o material que compreende pelo menos um grupo
20 (met)acrílico e e pelo menos um grupo carboxílico é representado pela seguinte fórmula:



em que R_4 é hidrogênio ou metilo, R_5 é um grupo de alquilenos substituído ou não-substituído que tem de 2 a
25 6 átomos de carbono, e R_6 , R_7 , R_8 , R_9 , R_{10} e R_{11} são selecionados independentemente para cada ocasião a partir de hidrogênio, grupos cicloalifáticos ou polici-

cloalifáticos, alifáticos saturados ou não-saturados, de cadeia normal ou ramificada, dotados de 1 a 20 átomos de carbono e d é selecionado a partir de 0 ou 1. Exemplos não limitativos do material que compreende
5 pelo menos um grupo (met)acrílico e pelo menos um grupo carboxílico são selecionados a partir de succinato de mono-2-(acrilóiloxi)etilo, ftalato de mono-2-(metacrilóiloxi) etilo, maleato de mono-2-(metacrilóiloxi)etil, succinato de mono-2-(metacrilóiloxi)etil
10 ou as suas misturas.

A composição de revestimento da presente invenção compreende ainda, em uma outra concretização não limitativa, um material representado pela fórmula exposta em seguida, seus hidrolisados ou as suas mis-
15 turas:



em que M é selecionado a partir de silício, titânio ou zircônio, X é selecionado independentemente para cada ocasião a partir de halogênio, grupos de alcóxila de 1
20 a 12 átomos de carbono ou grupos de aciloxila de 1 a 12 átomos de carbono, R_{12} é selecionado independentemente para cada ocasião a partir dos grupos de alcóxila de 1 a 12 átomos de carbono, grupos de hidrocarbonetos alifáticos de 1 a 12 átomos de carbono, ou grupos
25 de aciloxila de 1 a 12 átomos de carbono, e em que e é o inteiro 1, 2, ou 3.

Em uma outra concretização não limitativa, a composição de revestimento compreende ainda um material representado pela fórmula mencionada anteriormente em que M é silício, X é selecionado independentemente para cada ocorrência a partir dos grupos de alcoxila de 1 a 6 átomos de carbono ou grupos de aciloxila de 1 a 6 átomos de carbono; R_{12} é selecionado independentemente para cada ocorrência a partir dos grupos de alcoxila de 1 a 6 átomos de carbono ou grupos de hidrocarbonetos alifáticos de 1 a 6 átomos de carbono; e $\bullet$ compreende o inteiro 1 ou 2.

Exemplos não limitativos de materiais representados pela fórmula mencionada anteriormente incluem metiltrimetoxissilano, metil-trietoxissilano, metiltriacetoxissilano, metiltripropoxissilano, metiltributoxissilano, etiltrimetoxissilano, etiltrietoxissilano, dimetildietoxissilano, tetrametoxissilano, tetraetoxissilano, tetra-n-propoxissilano, tetra-n-butoxissilano, titanatos de tetra(C_1 - C_{18})alcoxila, metil trietóxi titânio(iv), metil titânio (iv) triisopropóxido, tributóxido de metil titânio (iv), tri-butoxido de metil titânio (iv), tributóxido de isopropil titânio (iv), trietóxido de butil titânio (iv), tributóxido de butil titânio (iv), triisopropóxido de fenil titânio (iv), tributóxido de fenil titânio (iv), triisobutóxido de fenil titânio (iv), $[Ti(CH_2Ph)_3(NC_5H_{10})]$, $[Ti(CH_2SiMe_3)_2(NEt_2)_2]$, zirconatos de tetra(C_1 - C_{18})alcoxila, tricloreto de fenil zircônio

(iv), tricloreto de metil zircônio (iv), tricloreto de etil zircônio (iv), tricloreto de propil zircônio (iv), tribrometo de metil zircônio (iv), tribrometo de etil zircônio (iv), tribrometo de propil zircônio (iv), clorotripentil zircônio (iv), os seus hidrolisados ou as suas misturas.

A composição de revestimento da presente invenção pode compreender ainda ingredientes convencionais adicionais que transmitem características desejadas à composição, ou que são requeridas para o processo utilizado para aplicar e curar a composição no substrato ou que aumenta o revestimento curado que é produzido a partir do mesmo. De acordo com uma concretização não limitativa, esses ingredientes adicionais podem incluir catalisadores, por exemplo, tais como fotoiniciadores, solventes, estabilizadores de luz, estabilizadores de calor, agentes de desprendimento de molde, agentes de controle de reologia, agentes de nivelamento, por exemplo, agentes tensoativos, expurgadores de radical livre, promotores de aderência, tais como diacrilato de hexanodiol e outros ingredientes convencionais.

Em uma concretização não limitativa, os fotoiniciadores que podem estar presentes na composição de revestimento da presente invenção são classificados em dois grupos principais baseados em uma modalidade de ação. Exemplos não limitativos de fotoiniciadores do tipo de separação incluem acetofenonas, α -

aminoalquilfenonas, éteres de benzoína, oximas de benzoílo, óxidos de acilfosfina e óxidos de bisacilfosfina ou misturas desses fotoiniciadores. Um exemplo comercial desse fotoiniciador compreende DAROCURE®
5 4265, o qual encontra-se disponível a partir da Ciba Chemicals, Inc. Exemplos não limitativos de fotoiniciadores do tipo de abstração incluem a benzofenona, a cetona de Michler, a tioxantona, a antraquinona, a canforaquinona, a fluorona, o cetocoumarin ou misturas
10 desses fotoiniciadores.

Exemplos não limitativos de solventes que podem estar presentes na composição de revestimento da presente invenção são aqueles que irão dissolver os componentes sólidos da composição de revestimento, que
15 são compatíveis com a mesma e asseguram cobertura uniforme da superfície à qual a composição de revestimento é aplicada. Por exemplo, solventes que têm grupos amino reativos poderão ser incompatíveis com o material gerador de ácido. A quantidade mínima de solvente
20 presente na composição de revestimento é uma quantidade de solvatação, por exemplo, uma quantidade que é suficiente para solubilizar os componentes sólidos da composição de revestimento e proporcionar cobertura uniforme da superfície. A quantidade máxima de sol-
25 vente que pode estar presente é uma quantidade que ainda possibilita a preparação de uma superfície de aumento de aderência demonstrando aderência aperfeiçoada para um revestimento aplicado subsequente. Con-

siderações econômicas e ambientais usualmente demandam que os níveis de solventes sejam mantidos baixos.

Solventes potenciais incluem, sendo que não se fica limitado ao mesmos, os seguintes: benze-
5 no, tolueno, metil etil cetona, metil isobutil cetona, acetona, álcool isopropílico, carbonato de propileno, 2-metoxietil éter, xileno, cicloexano, 3-metil cicloexanona, etil acetato, butil acetato, tetraidrodurano, amil propionato, metil propionato, propileno glicol
10 metil éter, dimetil sulfóxido, dimetil formamida, dietileno glicol dibenzoato, dialquil éteres de etileno glicol, por exemplo, dimetil éter de dietileno glicol e os seus derivados (vendidos como solventes industriais CELLOSOLVE) e as suas misturas.

15 De acordo com uma concretização não limitativa, o processo da presente invenção para produzir um revestimento polimérico substancialmente aderente em um substrato compreende:

(a) obtenção de um substrato;

20 (b) aplicar ao dito substrato (a) em um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento adaptada para aumentar a aderência de um revestimento a um substrato que compreende:

i) pelo menos um agente de acoplamento,
25 pelo menos hidrolisados parciais do mesmo, ou suas misturas em uma concentração maior do que 25, por cento, em peso, com base no peso total da composição total; e

ii) uma quantidade de intensificação de aderência de um material que contém epóxido que compreende pelo menos 2 grupos de epóxido; a dita composição de revestimento estando isenta de partículas coloidais selecionadas a partir de sílica, alumina ou
5 uma mistura das mesmas;

(c) aplicar ao revestimento de intensificação de aderência um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento polimérico, diferente do revestimento de intensificação de aderência; e
10

(d) curar pelo menos parcialmente o substrato revestido.

A frase "um revestimento polimérico substancialmente aderente" significa que pelo menos 10 por cento do revestimento permanece depois que o teste de aderência a seco é realizado de acordo com o Método de Teste Padrão ASTM D-3359 para Medição de Aderência por Teste de Fita - Método B.
15

A frase "um revestimento pelo menos parcial ou uma cobertura pelo menos parcial com uma película" significa uma quantidade de revestimento ou cobertura de película que cobre desde uma parte até à superfície completa do substrato. A frase "um revestimento pelo menos parcialmente curado" refere-se a um
20 revestimento em que os componentes curáveis ou suscetíveis de serem reticulados são pelo menos parcialmente curados, reticulados e/ou levados a reagir. Em concretizações não limitativas alternadas da presente
25

invenção, o grau de componentes que reagiram pode variar amplamente, por exemplo, desde 5% até 100% de todos os componentes capazes de serem curados, reticulados e/ou de reagir.

5 Em uma outra concretização não limitativa, o agente de acoplamento é selecionado a partir de agentes de acoplamento de silano, agentes de acoplamento de titinato, agentes de acoplamento de zirconato, seus hidrolisados ou as suas misturas.

10 A aplicação da intensificação de aderência pode ser por meio de qualquer um dos métodos usados na tecnologia de revestimentos. Exemplos não limitativos incluem: revestimento por spray, revestimento por rotação, revestimento por spray e rotação, re-
15 vestimento por dispersão, revestimento por imersão, revestimento por fusão ou revestimento por rolo. Em uma série de concretizações não limitativas, a composição de revestimento da presente invenção pode ser usada como um tratamento de modificação de superfície
20 em que a espessura do revestimento pode ser de uma ou várias de várias camadas moleculares de espessura, tal como uma base tendo uma espessura de 0,1 a 10 micrômetros de espessura, tal como um revestimento dotado de uma espessura que poderá variar amplamente. No último
25 caso, a composição de revestimento pode ser usada, em uma concretização não limitativa, como um revestimento de proteção ao qual não serão aplicados revestimentos subseqüentes.

Em uma outra concretização não limitativa, o processo da presente invenção compreende ainda curar pelo menos parcialmente o revestimento de intensificação de aderência antes da aplicação de um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento polimérica.

Ainda em uma outra concretização não limitativa a cura pelo menos parcial do substrato revestido é realizada mediante exposição a radiação actínica, termicamente ou uma combinação das duas. Na dependência do substrato e dos componentes selecionados para a composição de revestimento da presente invenção, o revestimento pode ser curado por meio de exposição a radiação actínica, por polimerização térmica, por exemplo, sob temperaturas, em uma concretização não limitativa, variáveis de 22°C a 200°C, ou uma combinação dos dois métodos. Em uma outra concretização não limitativa, podem ser utilizadas temperaturas situadas entre 80°C e uma temperatura acima da qual o substrato é danificado devido ao aquecimento, por exemplo, de 80°C a 200°C. Em uma outra concretização não limitativa, determinados materiais poliméricos orgânicos podem ser aquecidos até 130°C durante um período de 1 a 16 horas, a fim de curar o revestimento sem provocar danos ao substrato.

Muito embora uma faixa de temperaturas tenha sido descrita para curar termicamente o substrato revestido, será reconhecido por aqueles versados na

técnica que poderão ser usadas outras temperaturas diferentes daquelas aqui expostas. A cura da composição de revestimento de intensificação de aderência pode ser realizada por meio de irradiação do revestimento
5 com luz ultravioleta e/ou visível de maneira a iniciar a liberação do ácido pelos materiais na composição de revestimento. A etapa de exposição do substrato revestido à radiação actínica pode ser seguida por uma etapa de aquecimento.

10 Ainda em uma outra concretização não limitativa, o processo da presente invenção poderá compreender ainda o pré-tratamento do substrato para produzir grupos reativos de superfície por meio de:

- (a) limpeza do dito substrato;
- 15 (b) exposição do dito substrato a um forte álcali, gás ativado, radiação de ionização, ou uma combinação das mesmas;
- (c) aplicar pelo menos parcialmente uma composição de base adaptada para receber um revesti-
20 mento subsequente aplicado ao dito substrato; ou
- (d) uma combinação dos mesmos.

Em uma concretização não limitativa, métodos de pré-tratamento incluem lavagem ultra-sônica, limpeza com uma solução aquosa de detergente ou uma
25 mistura aquosa de solvente orgânico, por exemplo, uma mistura 50:50 de isopropanol:água ou de etanol:água, tratamento de UV, tratamento ativado a gás, por exemplo, tratamento com descarga de coroa ou plasma de

baixa temperatura, e tratamento químico que resulta em hidroxilação da superfície de substrato, por exemplo, causticação da superfície com uma solução de hidróxido de metal alcalino aquosa, por exemplo, hidróxido de sódio ou potássio, solução essa que também pode conter um fluoro-tensoativo. De uma maneira geral, a solução de hidróxido de metal alcalino é uma solução aquosa diluída. Em uma série de concretizações não limitativas, pode ser utilizada uma solução que varia de 5 a 10 40 por cento, em peso, mais tipicamente de 10 a 15 por cento, em peso, ou 12 por cento, em peso, de hidróxido de metal alcalino. Vide, por exemplo, a patente U.S. No. 3.971.872, coluna 3, linhas 13 a 25; a patente U.S. No. 4.904.525, coluna 6, linhas 10 a 48; e a patente U.S. No. 5.104.692, coluna 13, linhas 10 a 59, 15 que descrevem tratamentos de superfície de materiais orgânicos poliméricos.

Em uma concretização não limitativa alternativa, um revestimento de base é aplicado à superfície do substrato antes da aplicação da composição de 20 revestimento. O revestimento de base é interposto entre o substrato e o revestimento de intensificação de aderência e serve como um revestimento de barreira para impedir a interação dos componentes de revestimento de intensificação de aderência com o substrato e vice versa, e/ou como uma camada de adesivo para promover a 25 aderência do revestimento de intensificação de aderência ao substrato. A base pode ser aplicada ao subs-

trato por meio de qualquer um dos métodos que são conhecidos na técnica, por exemplo, revestimento por spray, rotação, dispersão, cortina, rolo ou imersão; e pode ser aplicada a uma superfície limpa e não tratada, ou limpa e tratada, por exemplo, uma superfície do substrato tratada quimicamente.

Revestimentos de base são amplamente conhecidos daqueles versados na técnica. A seleção de um revestimento de base apropriado será dependente do substrato utilizado e do revestimento de intensificação de aderência particular, por exemplo, o revestimento de base deverá ser quimicamente e fisicamente compatível com a superfície do substrato e o revestimento de intensificação de aderência, ao mesmo tempo em que proporciona os benefícios funcionais desejados para o revestimento de base, por exemplo, propriedades de barreira e adesivas.

A espessura do revestimento de base poderá variar amplamente. Segundo uma série de concretizações não limitativas, ele poderá ser um tratamento de base de modificação de superfície o qual é de uma ou várias camadas monomoleculares de espessura, ele poderá variar entre 0,1 a 10 micrômetros, mais usualmente de 0,1 a 2 ou 3 micrômetros. A espessura da base se poderá variar entre qualquer combinação dos valores anteriormente mencionados, inclusive dos valores mencionados.

Em uma concretização não limitativa, a

composição de revestimento polimérica a ser aplicada ao revestimento de intensificação de aderência é selecionada a partir de uma composição termoplástica ou de termo-fixação. De acordo com uma outra concretização
5 não limitativa, a composição de revestimento polimérica é uma composição de revestimento de termofixação selecionado a partir de poliuretanas, resinas de aminoplast, poli(met)acrilatos, polianidridos, poliacrilamidas, resinas de epóxido ou polissilanos.

10 As várias composições de revestimento descritas adiante são amplamente conhecidas e são preparadas com componentes e de acordo com métodos amplamente compreendidos e apreciados por aqueles versados na técnica. Substratos não limitativos para a aplicação de revestimentos promotores de aderência e de
15 quaisquer revestimentos subsequentes incluem qualquer tipo de substrato. Exemplos não limitativos incluem, papel, vidro, cerâmica, madeira, alvenaria, produtos têxteis, metais e materiais principais orgânicos poliméricos.
20

Os revestimentos de poliuretana fotocromicos que podem ser utilizados para se prepararem os artigos revestidos fotocromicos da presente invenção, em uma concretização não limitativa, podem ser produzidos pela reação catalisada ou não catalisada de um
25 componente de poliol orgânico e um componente de isocianato na presença de composto(s) fotocromico(s). Materiais e métodos adequados para a preparação de po-

liuretanos encontram-se descritos em Ullmann's Encyclopedia de Industrial Chemistry, Fifth Edition, 1992, Vol. A21, páginas 665 a 716. Exemplos não limitativos de métodos e de materiais, por exemplo, polióis, isocianatos e outros componentes orgânicos, que podem ser
5 usados para se preparar o revestimento de poliuretano encontram-se expostos nas patentes U.S. N°s 4.889.413 e 6.187.444 B1.

A composição de revestimento de resina de
10 aminoplasto fotocromico que pode ser usada para produzir os artigos revestidos fotocromicos da presente invenção, em uma concretização não limitativa, pode ser preparada pela combinação de um material fotocromico com o produto de reação de um componente(s) funcional
15 nal(a)is) que tem pelo menos dois grupos funcionais selecionado a partir de hidroxila, carbamato, uréia ou uma mistura dos mesmos e uma resina de aminoplasto, por exemplo, um agente de reticulação tal como descrito nas patentes U.S. N°s 4.756.973, 6.432.544B1 e
20 6.506.488.

Composições de revestimento de polissilano fotocromico que são consideradas para o uso na preparação dos artigos revestidos fotocromicos da presente invenção, em uma concretização não limitativa, são
25 preparados pela hidrolisação de pelo menos um monômero de silano, tal como glicidoxipropiltrimetoxissilano, viniltrimetoxissilano, metacriloxipropiltrimetoxissilano, tetrametoxissilano, tetraetoxissilano e/ou me-

tiltrimetoxissilano e combinando-se o hidrolisado com pelo menos um material fotocromico, tal como descrito na patente U.S. N° 4.556.605.

Composições de revestimento de poli(met)
5 acrilato fotocromico consideradas para o uso na preparação dos artigos revestidos fotocromicos da presente invenção podem ser preparados, em uma concretização não limitativa, pela combinação de materiais fotocromicos com (met)acrilatos mono-, di- ou multi-
10 funcionais, tais como descritos nas patentes U.S. N°s 6.025.026 e 6.150.430 e publicação WO 01/02449 A2.

A composição de revestimento de polianidrido fotocromico que pode ser usada para preparar os artigos revestidos fotocromicos da presente invenção
15 podem ser preparados em uma concretização não limitativa, pela reação de um componente hidroxil-funcional e um componente anidrido-funcional polimérico em uma composição que inclui pelo menos um material fotocromico orgânico, tal como descrito na patente U.S. N°
20 6.432.544B1. Exemplos não limitativos de componentes hidroxil-funcionais, anidrido-funcionais e outros componentes que podem ser utilizados para se preparar os revestimentos fotocromicos de polianidrido encontram-se expostos nas patentes U.S. N°s 4.798.745, 4.798.746
25 e 5.239.012.

Composições de revestimento de poliacrilamida fotocromico consideradas para o uso na preparação dos artigos revestidos fotocromicos da presente

invenção, em uma concretização não limitativa, podem ser preparadas pela combinação de um material fotocrômico com o produto de reação iniciado com radical livre de uma composição etilenicamente não-saturada polimerizável que compreende N-alcoximetil(met)acrilamida e pelo menos um outro monômero não-saturado etilenicamente copolimerizável, tal como descrito na patente U.S. N° 6.060.001. Métodos para a preparação de polímero de N-alcoximetil(met)acrilamida funcional encontram-se descritos na patente U.S. N° 5.618.586.

As composições de revestimento de resina de epóxido fotocrômico que podem ser utilizadas para se prepararem os artigos revestidos fotocrômicos da presente invenção, em uma concretização não limitativa, podem ser preparados pela combinação de composto(s) fotocrômico(s), resinas de epóxido ou poliepóxidos e agentes de cura, tais como descritos nas patentes U.S. N°s 4.756.973 e 6.268.055B1.

Em uma outra concretização não limitativa, os tipos de revestimentos poliméricos com ou sem compostos fotocrômicos incluem: tintas, por exemplo, líquido ou pasta pigmentada usada para a decoração, proteção e/ou a identificação de um substrato; e tintas, por exemplo, líquido ou pasta pigmentada usada para escrita e impressão em substratos tais como na produção de marcas de verificação em documentos de segurança, por exemplo, documentos tais como notas de banco, passaportes e licenças de motorista, para os

quais pode ser desejada autenticação ou verificação de autenticidade.

A aplicação do revestimento polimérico pode ser realizada por meio de qualquer um dos métodos utilizados na tecnologia de revestimento, dos quais
5 exemplos não limitativos incluem, revestimento por spray, revestimento por rotação, revestimento por spray e rotação, revestimento por dispersão, revestimento por cortina, revestimento por imersão, revestimento
10 por fusão ou revestimento por rolo e métodos usados na preparação de coberturas, tais como o método do tipo descrito na patente U.S. Nº 4.873.029. O método de aplicação selecionado também depende da espessura do revestimento desejado.

15 A espessura dos revestimentos nos artigos fotocrômicos e não-fotocrômicos da presente invenção poderá variar amplamente. Revestimentos dotados de uma espessura variável entre 1 até 50 micrômetros podem ser aplicados por meio dos métodos utilizados na
20 tecnologia de revestimento. Revestimento de uma espessura maior do que 50 micrômetros pode requerer a aplicação de vários revestimentos ou métodos de moldagem tipicamente usados para superposições. Em concretizações alternativas não limitativas, o revestimento
25 pode variar na espessura desde 1 até 10.000 micrômetros, de 5 a 1.000, de 8 até 400 ou de 10 até 250 micrômetros. A espessura do revestimento polimérico poderá variar entre qualquer combinação destes valores,

inclusive da faixa citada, por exemplo, uma espessura variável de 20 até 200 micrômetros.

Em seguida à aplicação do revestimento polimérico à superfície do substrato, em uma concretização não limitativa, o revestimento é curado pelo menos parcialmente. Em uma outra concretização não limitativa, os métodos usados para curar o revestimento polimérico fotocromico incluem os métodos usados para curar o revestimento de intensificação de aderência.

10 Esses métodos incluem polimerização de radical, polimerização térmica, fotopolimerização ou uma combinação dos mesmos. Métodos não limitativos adicionais incluem irradiação do material principal com irradiação infravermelha, ultravioleta, gama ou eletrônica, de maneira a iniciar a reação de polimerização dos componentes polimerizáveis. Esta pode ser seguida por uma

15 etapa de aquecimento.

A utilização de revestimentos de proteção, alguns dos quais podem conter organossilanos de formação de polímero, como bases para aperfeiçoar a aderência de revestimentos subsequentemente aplicados, é conhecida na técnica. Em uma concretização não limitativa, utilizam-se revestimentos não tingíveis. Exemplos não limitativos de produtos de revestimento

20 comerciais incluem os revestimentos SILVUE® 124 e HIGARD® s, disponíveis a partir da SDC Coatings, Inc. e PPG Industries, Inc., respectivamente. Adicionalmente, na dependência do uso pretendido para o artigo re-

vestido, em uma concretização não limitativa, poderá ser necessário aplicar-se um revestimento de proteção apropriado, tal como um revestimento resistente à abrasão e/ou revestimentos que podem servir como barreiras a oxigênio, na superfície exposta da composição de revestimento para evitar arranhões decorrentes de efeitos de fricção e abrasão e interações de oxigênio com os compostos fotocromicos, respectivamente.

A frase "um revestimento ou película resistente à abrasão pelo menos parcialmente" refere-se a um revestimento ou película que demonstra uma resistência à abrasão que é maior do que o material de referência padrão, tipicamente um plástico feito de monômero CR-39®, disponível a partir da PPG Industries, Inc, quando testado em um método comparável ao Método de Teste Padrão ASTM F-735 para Resistência à Abrasão de Plásticos e Revestimentos Transparentes Utilizando-se o Método de Areia Oscilatório.

Exemplos não limitativos de revestimentos de proteção também conhecidos como revestimentos duros incluem aqueles baseados em materiais inorgânicos, tais como sílica, titânia e/ou zircônia, bem como revestimentos duros orgânicos do tipo que é suscetível de ser curado por luz ultravioleta. Em uma concretização não limitativa, esses revestimentos de proteção podem ser aplicados à superfície de artigos que compreendem polímeros pelo menos parcialmente curados que podem conter materiais fotocromicos.

Em uma concretização não limitativa, o processo da presente invenção compreende ainda aplicar ao substrato revestido pelo menos parcialmente curado, ao qual a composição de intensificação de aderência e a composição de revestimento polimérico fotocromico foram aplicadas, um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento curável por radiação baseada em (met)acrilato.

De acordo com uma outra concretização não limitativa, a composição de revestimento capaz de ser curada por radiação baseada em (met)acrilato é uma que quando da cura exhibe:

- (a) resistência à remoção por soluções aquosas de hidróxido de metal alcalino;
- (b) compatibilidade com revestimentos pelo menos parcialmente resistentes à abrasão; e
- (c) maior resistência à abrasão do que o revestimento pelo menos parcialmente curado no dito substrato.

Em uma outra concretização não limitativa, o revestimento de proteção baseado em (met)acrilato curado por radiação, aplicado ao revestimento polimérico pode ser transparente, por exemplo, opticamente transparente, quando usado para aplicações oftálmicas, de maneira a não interferir com a função fotocromico quando estão presentes materiais fotocromicos, podem aderir firmemente ao revestimento polimérico, ser resistentes à remoção por meio de agentes

cáusticos inorgânicos aquosos, por exemplo, hidróxido de metal alcalino, podem ser resistentes a arranhões em relação ao revestimento polimérico, e podem ser compatíveis com revestimentos resistentes à abrasão
5 que contêm organo silano(s). O revestimento baseado em (met)acrilato pode consistir de um único revestimento, ou compreender dois ou mais revestimentos da mesma composição ou de composições diferentes.

O revestimento baseado em (met)acrilato
10 pode ser preparado utilizando-se monômeros acrílicos ou metacrílicos ou uma mistura de monômeros acrílicos e/ou metacrílicos (doravante denominados coletivamente como monômeros (met)acrílicos). Em uma concretização não limitativa, a mistura de monômeros (met)acrílicos
15 pode incluir monômeros funcionais mono-, di-, tri-, tetra-, e penta-acrílicos. Monômeros copolimerizáveis adicionais, tais como monômeros de epóxido, por exemplo, monômeros que contêm uma funcionalidade de epóxido, monômeros que contêm funcionalidades de acrílico e
20 epóxido, e assim por diante, podem estar presentes também na formulação usada para preparar o revestimento baseado em (met)acrilato, tal como descrito subsequentemente neste contexto. Os monômeros utilizados para se preparar o revestimento baseado em
25 (met)acrilato são compreendidos de uma pluralidade, por exemplo, uma quantidade principal, tal como mais do que 50 por cento, em peso, de monômeros (met)acrílicos-funcionais; portanto, a designação de

"revestimento baseado em (met)acrilato".

Em uma outra concretização não limitativa, as formulações usadas para se preparar o revestimento baseado em (met)acrilato podem conter também

5 componentes que são dotados de pelo menos uma funcionalidade de isocianato, por exemplo, monoisocianatos orgânicos e diisocianatos orgânicos, pra incorporar assim grupos de poliuretana no revestimento. O revestimento baseado em (met)acrilato utilizado na presente

10 invenção pode possuir as seguintes propriedades físicas: a saber, ser transparente, poder aderir ao revestimento polimérico, pode ser resistente à remoção por hidróxido de metal alcalino aquoso, pode ser compatível com um revestimento resistente à abrasão que compreende organossilano que é aplicado à sua superfície,

15 e pode ser mais resistente a arranhões do que o revestimento polimérico, por exemplo, ser mais duro do que o revestimento polimérico. Aquele versado na técnica poderá determinar facilmente se o revestimento baseado

20 em (met)acrilato atende a estes requisitos físicos quando acompanha os protocolos de teste padrão expostos na descrição dos exemplos no pedido de patente co-pendente número de série 10/229.773, depositado em 28 de agosto de 2002, cuja exposição fica incorporada

25 neste contexto por referência.

Em uma concretização não limitativa, o artigo ao qual é aplicado o revestimento de proteção baseado em (met)acrilato, curado por radiação, compre-

ende ainda um outro revestimento de proteção.

Em uma outra concretização não limitativa, o artigo da presente invenção compreende um substrato ao qual é aplicada uma base, seguida pelo revestimento de intensificação de aderência, seguida por um
5 revestimento polimérico fotocromico e revestimento de proteção. Em uma outra concretização não limitativa, os revestimentos de proteção compreendem um revestimento de proteção baseado em (met)acrilato, curado por
10 radiação, ao qual é aplicado um revestimento de proteção de organossilano. Ainda em uma outra concretização não limitativa, o revestimento de proteção de organossilano é aplicado diretamente ao revestimento polimérico fotocromico sem um revestimento de proteção
15 baseado em (met)acrilato, curado por radiação.

Em concretizações adicionais não limitativas, outros revestimentos ou tratamentos de superfície também, por exemplo, um revestimento capaz de ser tingido, uma superfície pelo menos parcialmente anti-
20 refletora, e assemelhado, também pode ser aplicado aos artigos da presente invenção. A frase "uma superfície pelo menos parcialmente anti-refletora" refere-se a um revestimento que aperfeiçoa pelo menos parcialmente a natureza anti-refletora do substrato ao qual ele é a-
25 plicado pela redução da quantidade de brilho refletido pela superfície do substrato e para substratos transparentes pelo aumento do percentual de transmissão em comparação com um substrato não revestido. O aperfei-

çoamento no percentual de transmissão poderá variar desde 1 até 9 por cento acima do substrato não revestido. Exposto de uma outra forma, o percentual de transmissão do substrato transparente revestido anti-refletor pode variar desde uma percentagem maior do que a superfície não revestida até 99,9.

Uma superfície ou revestimento anti-refletor, por exemplo, uma monocamada ou multicamada de óxidos de metais, fluoretos de metais, ou outros desses materiais, pode ser depositado nos artigos, por exemplo, lentes, da presente invenção através de evaporação a vácuo, crepitação, ou algum outro método.

Em uma outra concretização não limitativa, o artigo que compreende um revestimento promotor de aderência pelo menos parcialmente curado compreende ainda uma camada suprajacente, por exemplo, uma película ou folha que compreende pelo menos um material polimérico orgânico. Em uma concretização não limitativa, o material fotocromico pode ficar localizado na camada suprajacente. Em uma outra concretização não limitativa, a camada suprajacente pode ser uma película de polarização pelo menos parcial. A frase "película de polarização pelo menos parcial" é uma que reduz a quantidade de brilho em de 5 até 100 por cento, de todo o brilho que seria produzido se a película de polarização não estivesse presente.

O material polimérico orgânico da camada suprajacente é o mesmo do material polimérico orgânico

descrito mais adiante como o substrato ou o material principal. Exemplos não limitativos dos materiais poliméricos orgânicos incluem materiais de termofixação ou termoplásticos, por exemplo, uma camada suprajacente
5 te de poliuretana termoplástica.

Ainda em uma outra concretização não limitativa, a camada suprajacente pode ser aglutinada aderentemente ao substrato por meio da composição de revestimento promotor de aderência. Condições não li-
10 mitativas para aplicação de uma camada suprajacente a um substrato incluem aplicar-se uma pressão de 1034 a 2758 kPa (150 a 400 libras por polegada quadrada (psi)) que pode ser realizada enquanto se aquece o substrato. Pressões sub-atmosféricas, por exemplo, um
15 vácuo, também podem ser aplicadas para estirar e conformar a camada suprajacente à forma do substrato, tal como é conhecido daqueles versados na técnica. Exemplos não limitativos incluem aplicação sob uma pressão sub-atmosférica dentro da faixa de 0,001 mm Hg a 20 mm
20 Hg (0,13 Pa a 2,7 kPa).

Depois que uma camada suprajacente é aplicada a pelo menos uma superfície de um substrato que tem o revestimento promotor de aderência, em uma concretização não limitativa, ela poderá compreender
25 ainda um revestimento ou película de proteção superposta à camada suprajacente. Esse revestimento ou película de proteção, em uma concretização não limitativa, serve como um revestimento ou película pelo menos

parcialmente resistente à abrasão. Em uma outra concretização não limitativa, a camada suprajacente e película de proteção podem ser combinados como um laminado que pode ser aplicado com o revestimento de proteção na superfície externa do substrato laminado.

Tipos não limitativos de revestimentos de proteção incluem os revestimentos duros descritos anteriormente que são capazes de ser curados por radiação ultravioleta e/ou que contêm organossilanos. Uma espessura do revestimento de proteção pode variar amplamente e inclui a faixa mencionada anteriormente para os revestimentos poliméricos fotocromicos. Tipos não limitativos de películas de proteção incluem aquelas feitas de materiais poliméricos orgânicos tais como materiais de termo-fixação e termoplásticos. Em uma outra concretização não limitativa, a película de proteção é uma película termoplástica feita de policarbonato. A espessura da película ou folha de proteção pode variar amplamente. Tipicamente, essas películas têm uma espessura de 0,025 a 0,5 mm (1 a 20 milésimos de polegada).

De acordo com uma concretização não limitativa, o substrato é um material orgânico polimérico que pode ser um material sólido transparente ou opticamente límpido, por exemplo, materiais que têm uma transmissão luminosa de pelo menos 70 por cento e são adequados para aplicações ópticas, tais como elementos ópticos selecionado a partir de lentes planas e oftál-

micas, janelas, transparências automotivas, por exemplo, pára-brisas, transparências de aeronaves, revestimentos plásticos, películas poliméricas e outros semelhantes.

5 Exemplos não limitativos de materiais orgânicos poliméricos que podem ser usados como um substrato para os artigos da presente invenção incluem: poli(met)acrilatos, poliuretanas, politiouretanas, polycarbonatos termoplásticos, poliésteres, tereftalato
10 de poli(etileno), polistireno, poli(alfa-metilestireno), copoli(estireno-metil metacrilato), copoli(estireno-acrilonitrilo), polivinilbutiral, poli(vinil acetato), acetato de celulose, propionato de celulose, butirato de celulose, acetato butirato de
15 celulose, polistireno ou polímeros, tais como homopolímeros e copolímeros preparados por polimerização de monômeros selecionado a partir de monômeros de bis(alil carbonato), monômeros de estireno, monômeros de diisopropenil benzeno, monômeros de vinilbenzene,
20 por exemplo, aqueles descritos na patente U.S. Nº 5.475.074, monômeros de pentaeritritol de dialilideno, monômeros de poliol (alil carbonato), por exemplo, di-etileno glicol bis(alil carbonato), monômeros de acetato de vinilo, monômeros de acrilonitrilo, monôme-
25 ros de (met)acrilato mono- ou polifuncionais, por exemplo, di- ou multi-funcionais, tais como (met)acrilatos de (C₁-C₁₂)alquila, por exemplo, metil (met)acrilato, etil (met)acrilato, butil (met)acrilato

e outros, poli(oxialquilenos) (met)acrilato, (met)acrilatos de fenol poli(alcoxilados), (met)acrilatos de dietileno glicol, (met)acrilatos de bisfenol A etoxilados, (met)acrilatos de etileno glicol, (met)acrilatos de poli(etileno glicol), (met)acrilatos fenol etoxilados, (met)acrilatos de álcool poliídrico alcoxilado, por exemplo, monômeros de trimetilol propano triacrilato etoxilados, (met)acrilato de monômeros de uretano, tais como aqueles descritos na patente U.S. Nº 5.373.033, ou uma mistura dos mesmos. Outros exemplos de materiais orgânicos poliméricos encontram-se expostos na patente U.S. Nº 5.753.146, coluna 8, linha 62 até coluna 10, linha 34.

Em uma outra concretização não limitativa, copolímeros transparentes e misturas de polímeros transparentes são igualmente adequados como materiais poliméricos. O material pode ser um material orgânico polimerizado opticamente transparente, preparado a partir de uma resina de policarbonato termoplástica, tal como a resina ligada por carbonato derivada de bisfenol A e fosgênio, a qual é vendida sob a marca comercial, LEXAN; um poliéster, tal como o material vendido sob a marca comercial, MYLAR; um poli(metil metacrilato), tal como o material vendido sob a marca comercial PLEXIGLAS; polimerizados de um monômero de poliol(alil carbonato), especialmente dietileno glicol bis(alil carbonato), monômero esse que é vendido sob a

marca comercial CR-39, e polimerizados de copolímeros de um poliol (alil carbonato), por exemplo, dietileno glicol bis(alil carbonato), com outros materiais monoméricos copolimerizáveis, e copolímeros com uma poliuretana dotada de funcionalidade de diacrilato terminal, tal como descrita nas patentes U.S. N°s 4.360.653 e 4.994.208; e copolímeros com uretanos alifáticos, cuja parte terminal contém grupos alil ou acrilil funcionais, tais como descritos na patente U.S. N° 5.200.483.

De acordo com uma concretização não limitativa, os materiais fotocrômicos que podem ser incluídos no revestimento polimérico ou película polimérica podem incluir as seguintes classes de materiais: cromenos, por exemplo, naftopiranos, benzopiranos, indenonaftopiranos e fenantropiranos; espiropiranos, por exemplo, espiro(benzindolina)naftopiranos, espiro(indolina)benzopiranos, espiro(indolina)naftopiranos, espiro(indolina)quinopiranos e espiro(indolina)piranos; oxazinas, por exemplo, espiro(indolina)naftoxazinas, espiro(indolina)piridobenzoxazinas, espiro(benzindolina)piridobenzoxazinas, espiro(benzindolina)naftoxazinas e espiro(indolina)benzoxazinas; ditizonatos de mercúrio, fulgidas, fulgimidas e as misturas desses compostos fotocrômicos.

Esses compostos fotocrômicos e compostos fotocrômicos complementares encontram-se descritos nas patentes U.S. N°s 4.931.220 da coluna 8, linha 52 até

coluna 22, linha 40; 5.645.767 da coluna 1, linha 10 até coluna 12, linha 57; 5.658.501 da coluna 1, linha 64 até coluna 13, linha 17; 6.153.126 da coluna 2, linha 18 até coluna 8, linha 60; 6.296.785 da coluna 2, linha 47 até coluna 31, linha 5; 6.348.604 da coluna 3, linha 26 até coluna 17, linha 15; e 6.353.102 da coluna 1, linha 62 até coluna 11, linha 64, ficando as exposições das patentes mencionadas anteriormente incorporadas neste contexto por referência. Espi-
ro(indolina)piranos encontram-se também descritos no texto, Techniques in Chemistry, Volume III, "Photoc-
hromism", Chapter 3, Glenn H. Brown, Editor, John Wi-
ley and Sons, Inc., New York, 1971.

Em uma outra concretização não limitati-
va, materiais fotocromicos polimerizáveis, tais como naftoxazinas polimerizáveis expostas na patente U.S. N° 5.166.345 da coluna 3, linha 36 até coluna 14, linha 3; espirobenzopiranos polimerizáveis, expostos na patente U.S. N° 5.236.958 da coluna 1, linha 45 até
coluna 6, linha 65; espirobenzopiranos e espirobenzo-
tiopiranos polimerizáveis expostos na patente U.S. N° 5,252,742 da coluna 1, linha 45 até coluna 6, linha 65; fulgidas polimerizáveis expostos na patente U.S. N° 5.359.085 da coluna 5, linha 25 até coluna 19, li-
nha 55; naftacenodionas polimerizáveis expostas na pa-
tente U.S. N° 5.488.119 da coluna 1, linha 29 até co-
luna 7, linha 65; espirooxazinas polimerizáveis expos-
tas na patente U.S. N° 5.821.287 da coluna 3, linha 5

até coluna 11, linha 39; naftopiranos polialcoxilados polimerizáveis expostos na patente U.S. N° 6.113.814 da coluna 2, linha 23 até coluna 23, linha 29; e os compostos fotocrômicos polimerizáveis expostos no
5 W097/05213 e pedido de patente U.S. N° 09/828,260, depositado em 6 de abril de 2001 podem ser utilizados. As exposições das patentes mencionadas anteriormente sobre materiais fotocrômicos polimerizáveis ficam incorporadas neste contexto por referência.

10 Outras concretizações não limitativas dos materiais fotocrômicos que podem ser utilizados incluem os ditiozonatos de organo-metal, por exemplo, arilidrazidatos (arilazo)-tiofórmicos, por exemplo, ditiozonatos de mercúrio que são descritos, por exemplo, na
15 patente U.S. N° 3.361.706 da coluna 2, linha 27 até coluna 8, linha 43; e fulgidas e fulgimidas, por exemplo, as 3-furil e 3-tienil fulgidas e fulgimidas, que estão descritos na patente U.S. N° 4.931.220 da coluna 1, linha 39 até à coluna 22, linha 41, cujas exposi-
20 ções ficam incorporadas neste contexto por referência.

Uma concretização não limitativa adicional é uma forma de material fotocrômico orgânico resistente aos efeitos de um iniciador de polimerização, que também pode ser usado nos artigos fotocrômicos da
25 presente invenção. Esses materiais fotocrômicos orgânicos incluem compostos fotocrômicos encapsulados em óxidos de metais, dos quais estes últimos Encontram-se descritos nas patentes U.S. N°s 4.166.043 e 4.367.170,

da coluna 1, linha 36 até à coluna 7, linha 12, cuja exposição fica incorporada neste contexto por referência.

De acordo com uma outra concretização não
5 limitativa, sistemas fotocrômicos inorgânicos considerados para o uso tipicamente contêm cristalitos de halogeneto de prata, halogeneto de cádmio e/ou halogeneto de cobre. Outros sistemas de vidro fotocrômicos inorgânicos não limitativos podem ser preparados pela
10 adição de európio(II) e/ou cério(III) a um vidro de soda-sílica. Esses sistemas de vidro fotocrômico inorgânico encontram-se descritos na Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Edition, Volume 6, páginas 322-325, cuja exposição fica incorporada
15 neste contexto por referência.

Os materiais fotocrômicos aqui descritos podem ser escolhidos a partir de uma variedade de materiais. Exemplos não limitativos incluem: naturalmente, um único composto fotocrômico; uma mistura de
20 compostos fotocrômicos; um material que compreende pelo menos um composto fotocrômico, tal como uma resina polimérica plástica ou uma solução monomérica ou oligomérica orgânica; um material tal como um monômero ou polímero ao qual é aglutinado quimicamente pelo menos
25 um composto fotocrômico; um material que compreende e/ou que tem a ele aglutinado quimicamente pelo menos um composto fotocrômico, sendo a outra superfície do material encapsulada (encapsulamento é uma forma de

revestimento), por exemplo, com uma resina polimérica ou um revestimento de proteção, tal como um óxido de metal que impede o contacto do material fotocromico com materiais externos, tais como oxigênio, umidade
5 e/ou produtos químicos que têm um efeito negativo no material fotocromico, esses materiais podem ser formados em um parteculado antes da aplicação ao revestimento de proteção, tal como descrito nas patentes U.S. N°s 4.166.043 e 4.367.170; um polímero fotocromico,
10 por exemplo, um polímero fotocromico que compreende compostos fotocromicos aglutinados em conjunto; ou as suas misturas.

Os materiais fotocromicos a serem usados em um artigo fotocromico podem ser associados com um
15 material principal, por exemplo, material de revestimento ou película polimérico, por vários meios. Em uma série de concretizações não limitativas, os materiais fotocromicos podem ser incorporados, por exemplo, dissolvidos e/ou dispersados, no material principal,
20 polimerizados com outros componentes do material principal, por exemplo, em uma operação de moldagem por injeção de reação, ou extrusão de película e/ou incorporados em um revestimento ou película incorporado pelo menos parcialmente a um substrato, por exemplo,
25 plo, um revestimento polimérico pelo menos parcialmente curado ou cobertura pelo menos parcial de uma película aplicada a uma superfície do substrato. Alternativamente, os materiais fotocromicos poderão ser in-

corporados no revestimento ou película pelo menos parcialmente curado por absorção, permeação ou outros métodos de transferência tais como são conhecidos daqueles versados na técnica.

5 Em uma outra concretização não limitativa, a quantidade dos materiais fotocrômicos a serem incorporados em uma composição de revestimento polimérica e/ou película polimérica, podem variar amplamente. Tipicamente, utiliza-se uma quantidade suficiente
10 para produzir um efeito fotocrômico discernível a olho nu na ativação. De uma maneira geral, essa quantidade pode ser descrita como uma quantidade fotocrômica. A quantidade particular utilizada depende freqüentemente da intensidade da cor desejada na sua irradiação a
15 partir da mesma e do método utilizado para incorporar os materiais fotocrômicos. Tipicamente, em uma concretização não limitativa, quanto maior a fotocromia incorporada, maior é a intensidade de cor até um certo limite. Existe um ponto depois do qual a adição de
20 qualquer material mais não terá um efeito notável, muito embora mais material possa ser adicionado, se desejado.

 As quantidades relativas dos materiais fotocrômicos supra mencionados utilizados será variável e dependerá em parte das intensidades relativas da
25 cor das espécies ativadas desses materiais, da cor definitiva desejada, e do método de aplicação ao material principal e/ou substrato. De acordo com uma con-

cretização não limitativa, a quantidade de material fotocromico incorporado pela absorção em um material principal óptico fotocromico, por exemplo, um revestimento ou película, poderá variar amplamente. Em concretizações alternativas não limitativas, ela pode variar desde 0,01 até 2,0, ou desde 0,05 até 1,0, miligrama por centímetro quadrado de superfície à qual o composto fotocromico é incorporado ou aplicado. A quantidade de substância fotocromica incorporada ou aplicada ao material principal poderá variar entre qualquer combinação destes valores, inclusive da faixa mencionada, por exemplo, 0,015 até 1,999 miligramas por centímetro quadrado.

Em uma outra concretização não limitativa, a quantidade total de material fotocromico incorporado em uma composição polimerizável para formar um revestimento, película ou polimerizado poderá variar amplamente, por exemplo, ela poderá variar desde 0,01 até 40 por cento, em peso, com base no peso dos sólidos na composição polimerizável. Em concretizações alternativas, não limitativas, a concentração de materiais fotocromicos varia de 0,1 até 30 por cento, em peso, de 1 até 20 por cento, em peso, de 5 a 15 por cento, em peso, ou de 7 até 14 por cento, em peso. A quantidade dos materiais fotocromicos na composição polimerizável pode variar entre qualquer combinação destes valores, inclusive da faixa mencionada, por exemplo, 0,011 até 39,99 por cento, em peso.

De acordo com uma concretização não limitativa, pigmentos de tinta fixos compatíveis (quimicamente e no sentido da cor) podem ser adicionados ou aplicados ao substrato ou material principal, por exemplo, revestimento polimérico e/ou película polimérica, utilizado para produzir o artigo fotocromico para se conseguir um resultado mais estético, por razões medicinais ou por questões de moda. O pigmento particular selecionado será variável e depende da referida necessidade e resultado a ser alcançado. De acordo com uma concretização não limitativa, o pigmento pode ser selecionado para complementar a cor resultante dos materiais fotocromicos ativados, por exemplo, para se conseguir uma cor mais neutra ou absorver um comprimento de onda de luz incidente particular. De acordo com uma outra concretização não limitativa, o pigmento pode ser selecionado de maneira a proporcionar um matiz desejado para o material principal quando os materiais fotocromicos se encontram em uma condição não
20 ativada.

De acordo com várias concretizações não limitativas, materiais adjuvantes também podem ser incorporados no material principal usado para produzir o artigo fotocromico. Esses adjuvantes podem ser usados antes de, simultaneamente com ou subseqüentemente à aplicação ou incorporação do material fotocromico. Por exemplo, absorvedores de luz ultravioleta podem ser misturados com materiais fotocromico antes da sua
25

adição à composição ou esses absorvedores podem ser superpostos, por exemplo, sobrepostos, como um revestimento ou película entre o artigo fotocromico e a luz incidente.

5 Além disso, estabilizadores podem ser misturados com os materiais fotocromicos antes da sua adição à composição para aperfeiçoar a resistência à fadiga pela ação da luz nos materiais fotocromicos. Exemplos não limitativos de estabilizadores incluem
10 estabilizadores de luz amínicos encobertos (HALS), compostos de diariloxalamida (oxanilida) assimétricos e de resfriamento brusco a oxigênio por exemplo, um complexo de íons de níquel com um ligante orgânico, antioxidantes polifenólicos ou misturas desses estabi-
15 lizadores são consideradas. De acordo com uma concretização não limitativa, eles podem ser usados isoladamente ou em combinação. Esses estabilizadores encontram-se descritos nas patentes U.S. N°s 4.720.356, 5.391.327 e 5.770.115.

20 A presente invenção é descrita com maiores detalhes nos exemplos seguintes, os quais destinam-se a ser meramente ilustrativos, uma vez que numerosas modificações e variações nos mesmos serão evidentes para aqueles versados na técnica.

25 Os Exemplos 1-12 são das formulações de intensificação de aderência da presente invenção. Os Exemplos Comparativos A, B, e C são das composições de agentes de acoplamento que são substancialmente isen-

tos do material que contém epóxico que compreende pelo menos 2 grupos de epóxidos. O Exemplo 13 descreve a limpeza e revestimento de lentes com a composição de revestimento de intensificação de aderência na Parte A, cura das lentes na Parte B, aplicação dos revestimentos poliméricos fotocrômicos na Parte C, cura dos revestimentos fotocrômicos na Parte D e teste de aderência das lentes individuais na Parte E.

EXEMPLO 1

10

PARTE A

Os materiais seguintes foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador.

CARGA 1

15	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	γ -Glicidoxipropiltrimetoxissilano	20,5
	Tetrametoxissilano	5,5
	Água desionizada	7,3
	Ácido nítrico (70%)	1 gota

20

CARGA 2

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Hidróxido de tetrametilamônio (25%)	1 gota
	DOWANOL™ PM ⁽¹⁾	31,3
	DOWANOL™ PMA ⁽²⁾	31,3

25

CARGA 3

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	TMPTGE ⁽³⁾	11,6

THS⁽⁴⁾

1,5

(1) Um solvente de metil éter de propileno glicol, disponível a partir da Dow Chemical Company.

5 (2) Um solvente de acetato de metil éter de propileno glicol, disponível a partir da Dow Chemical Company.

(3) Trimetilolpropano triglicidil éter.

(4) Um sal de hexafluorofosfato de tria-
10 rilsulfônio, misturado, 50% em carbonato de propileno, e encontra-se disponível a partir da Aldrich.

A Carga 1 foi adicionada e durante cinco minutos, a exotermia gerada a partir da hidrólise dos silanos provocou um aumento na temperatura da mistura
15 de reação de 15°C para 35°C. O vaso foi mergulhado em um banho de gelo e mantido no mesmo durante trinta minutos a 25°C enquanto se misturava. A Carga 2 foi adicionada e a mistura resultante foi submetida a agitação durante cinco minutos. A Carga 3 foi adicionada
20 e a mistura resultante foi submetida a agitação durante 2 horas.

PARTE B

Os materiais seguintes foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um
25 agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A	20,1
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	7,4
5	THS	0,1
	DYNOL® 604 ⁽⁵⁾	0,07

(5) Um agente tensoativo reportado como sendo dióis acetilênicos etoxilados, disponível a partir da Air Products and Chemicals, Inc.

10 EXEMPLO 2

Seguiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com exceção de que se utilizaram os seguintes materiais na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
15	Produto da parte A do Exemplo 1	15,0
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	5,6
	THS	0,08
	DYNOL® 604	0,05

20 EXEMPLO 3

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
25	EPON® 828 ⁽⁶⁾	11,4
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	11,4
	2-(Metacrililoiloxi)etil succinato	3,9

TMPTGE	3,3
DOWANOL™ DPM ⁽⁷⁾	12,1
THS	1,8

(6) Poli(bisfenol A-co-epicloroidrina) com
5 bloqueio terminal de glicidil, disponível a partir da
Shell Chemical Co.

(7) Uma mistura de isômeros de metil éter
de di(propileno glicol), disponível a partir da Dow
Chemical Co.

10 EXEMPLO 4

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1,
Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguin-
tes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
15	Produto da parte A do Exemplo 1	15,4
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	6,7
	2-metacrililoiloxi)etil succinato	2,2
	THS	0,05
	DOWANOL™ DPM	5,7

20 EXEMPLO 5

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1,
Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguin-
tes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
25	Produto da parte A	15,1
	do Exemplo 1	
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	6,6

2-Metacriloiloxi)etil succinato	2,2
THS	0,3
DOWANOL™ DPM	5,8

EXEMPLO 6

- 5 Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A do Exemplo 1	9,6
10	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	4,2
	2-metacriloiloxi)etil succinato	1,4
	EPON® 828	5,6
	THS	0,1
	DOWANOL™ DPM	9,2

15 EXEMPLO 7

- Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
20	Produto da parte A do Exemplo 1	9,1
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	4,0
	2-metacriloiloxi)etil succinato	1,3
	EPON® 828	5,3
	DOWANOL™ DPM	9,5
25	THS	0,8

EXEMPLO 8

The procedure of Exemplo 1, Parte B was followed except that se utilizaram os seguintes materiais in the order and quantidades descritas.

5	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A do Exemplo 1	15,3
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	6,7
	2-Metacriloiloxi)etil succinato	2,2
	THS	0,2
10	DOWANOL™ DPM	5,7

EXEMPLO 9

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes materiais, na ordem e quantidades descritas.

15	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A do Exemplo 1	9,3
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	4,1
	2-metacriloiloxi)etil succinato	1,3
	EPON® 828	5,4
20	THS	0,5
	DOWANOL™ DPM	9,3

EXEMPLO 10

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes
25 tes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A do Exemplo 1	11,8
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	5,1

2-metacrililoiloxi)etil succinato	1,7
EPON® 828	3,4
THS	0,1
DOWANOL™ DPM	7,8

5

EXEMPLO 11

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
10	Produto da parte A do Exemplo 1	11,4
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	5,0
	2-metacrililoiloxi)etil succinato	1,6
	EPON® 828	3,3
	THS	0,6
15	DOWANOL™ DPM	8,1

EXEMPLO 12

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, Parte B, com a exceção de que se utilizaram os seguintes materiais, na ordem e quantidades descritas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
20	Produto da parte A do Exemplo 1	11,6
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	5,1
	2-metacrililoiloxi)etil succinato	1,7
	EPON® 828	3,4
25	THS	0,4
	DOWANOL™ DPM	8,0

EXEMPLO COMPARATIVO A

PARTE A

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	γ -Glicidoxipropiltrimetoxissilano	348
	Água desionizada	80
	Ácido nítrico (70%)	1 gota
10	DOWANOL™ PM	237
	DOWANOL™ PMA	237
	Hidróxido de tetrametilamônio (25%)	2 gotas

PARTE B

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A	20,0
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	6,3
20	THS	0,3

EXEMPLO COMPARATIVO B

PARTE A

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	γ -Glicidoxipropiltrimetoxissilano	182
	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	184

	Água desionizada	81
	Ácido nítrico (70%)	1 gota
	DOWANOL™ PM	251
	DOWANOL™ PMA	251
5	Hidróxido de tetrametilamônio (25%)	1 gota
	BYK® 306 ⁽⁸⁾	1

(8) Um agente tensoativo reportado como sendo uma solução de copolímero de dimetilpolissiloxa-
no modificado por poliéter, disponível a partir da BYK
10 - Chemie USA.

PARTE B

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equi-
pado com um agitador e misturados durante 2 horas.

15	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A	10,0
	THS	0,2
	BYK® 306	0,02

COMPARATIVE EXEMPLO C

20 PARTE A

Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equi-
pado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
25	γ-Glicidoxipropiltrimetoxissilano	216
	Tetrametoxissilano	144
	Água desionizada	116
	Ácido nítrico (70%)	1 gota

DOWANOL™ PM	237
DOWANOL™ PMA	237
Hidróxido de tetrametilamônio (25%)	3 gotas

PARTE B

- 5 Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	Produto da parte A	10,0
10	Metacriloxipropiltrimetoxissilano	6,5
	THS	0,2

EXEMPLO 13

PARTE A

- 15 Lentes planas de policarbonato revestido de Gentex® PDQ® (capaz de ser tingido) ou GLC® (não capaz de ser tingido), tendo um diâmetro de 76 milímetros foram lavadas ou manualmente ou em uma máquina automatizada com detergente de lavar pratos e água, enxaguadas com a água desionizada e secadas. As lentes limpas dos Exemplos 1, 2, 3 e dos Exemplos Comparativos A, B e C foram tratadas com plasma de oxigênio sob uma velocidade de fluxo de 100 mililitros(ml) por minuto de oxigênio a 100 watts of potência durante um minuto. As lentes limpas dos Exemplos 4-12 foram tratadas com plasma de oxigênio sob uma taxa de fluxo de 400 ml por minuto de oxigênio a 750 watts de potência durante cinco minutos. As soluções dos Exemplos 1 e 2 e dos Exemplos Comparativos A, B e C foram aplicadas
- 20
- 25

sobre as lentes de policarbonato Gentex® revestidas com PDQ®. As soluções dos Exemplos 3 até 12 foram aplicadas sobre as lentes de policarbonato Gentex® revestidas com GLC®.

5 As lentes foram revestidas com os Exemplos 1, 2 e 3 e Exemplos Comparativos A, B e C por distribuição da amostra durante o tempo indicado sobre as lentes submetidas a rotação sob a velocidade indicada adiante na Tabela 1. As lentes dos Exemplos 4-12
10 foram revestidas com uma quantidade de solução de forma a resultar em cada lente ter um peso de revestimento úmido de 0,021 grama depois de rotação durante três segundos a 1500 rpm e durante 20-25 segundos a 1500-1750 rpm.

Tabela 1

<u>Exemplo No.</u>	<u>Tempo de Distri-</u> <u>buição (seg)</u>	<u>Velocidade de Ro-</u> <u>tação (rpm)</u>
1, 2 e CE-C	9	1500
3	20	3000
CE-A e CE-B	9	1100

PARTE B

As lentes revestidas da Parte A foram cu-
5 radas por meio de exposição a radiação ultravioleta
sob uma das três condições seguintes: sob uma fonte de
luz Light-Welder® 5000-EC UV, proveniente da DYMAX
Corp., operada a 400 Watts a uma distância de 10,16 cm
(4 polegadas) da luz durante o tempo listado adiante
10 na Tabela 2; em uma linha de cura de Transportador de
Ultravioleta movimentando-se a 10,16 cm (4 polegadas)
por baixo de uma lâmpada de mercúrio indutada por io-
deto de ferro Fusion "D" de 300 watts por polegada,
sob a velocidade indicada adiante, ou sob uma lâmpada
15 Xenon operando a 300 Watts, 5,08 cm (2 polegadas) aci-
ma da lente com um filtro de corte de 300 nanômetros
entre a lâmpada e a lente, durante o tempo indicado na
Tabela 2.

Tabela 2

<u>Exemplo</u> <u>Lente #</u>	<u>DYMAX</u> <u>Tempo de cura</u> <u>(segundos)</u>	<u>Transportador</u> <u>UV Velocidade</u> <u>(pés/seg)</u>	<u>Lâmpada Xenon</u> <u>tempo de cura</u> <u>(segundos)</u>
1A	20		
1B	30		
1C e 1D	40		
1E		9	
2A	40		
2B	50		
2C		3	
2D		4,5	
2E		6	
3A a 3E	45		
4A a 12G			30
CE-A-1		3	
CE-A-2	40		
CE-B-1		3	
CE-B-2		4	
CE-B-3	40		
CE-C-1		3	

PARTE C

As lentes da Parte B foram revestidas com um revestimento fotocrômico (PC#) selecionado a partir das cinco formulações seguintes. Os revestimentos fotocrômicos # 1, 2 e 3 foram preparados em 2 etapas. O revestimento fotocrômico # 4 foi preparado em 3 etapas

e o revestimento fotocrômico # 5 foi preparado em uma etapa, tal como descrita anteriormente.

REVESTIMENTOS FOTOCRÔMICOS # 1, 2 & 3

CARGA 1

5 Os materiais expostos em seguida foram adicionados a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

		PC#1	PC#2	PC#3
	<u>Material</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>
10	NMP ⁽⁹⁾	15,1	15,0	15,0
	Fotocrômico 1 ⁽¹⁰⁾	2,6	1,4	1,4
	Fotocrômico 2 ⁽¹¹⁾	0,7	0,4	0,4
	Fotocrômico 3 ⁽¹²⁾	3,3	1,7	1,7

		PC#1	PC#2	PC#3
	<u>Material</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>
15	Fotocrômico 4 ⁽¹³⁾	0,9	0,7	0,7
	Fotocrômico 5 ⁽¹⁴⁾	0,9	0,9	0,9
	Fotocrômico 6 ⁽¹⁵⁾	0,9	0,9	0,9
	FA-711MM ⁽¹⁶⁾	--	4,0	3,9
20	I-245 ⁽¹⁷⁾	3,0	2,0	2,1
	T-622 ⁽¹⁸⁾	2,0	--	--
	TPO ⁽¹⁹⁾	0,3	0,3	0,3
	BAPO ⁽²⁰⁾	0,2	0,2	0,2

(9) Solvente de N-metil-2-pirrolidona.

25 (10) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico que exibe uma cor azul quando irradiado com luz ultravioleta.

(11) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico que exibe uma cor azul quando irradiado com luz ultravioleta.

(12) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico
5 que exibe uma cor amarela quando irradiado com luz ultravioleta.

(13) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico que exibe uma cor amarela quando irradiado com luz ultravioleta.

10 (14) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico que exibe uma cor azul quando irradiado com luz ultravioleta.

(15) Um nafto[1,2-b]pirano fotocrômico que exibe uma cor amarela quando irradiado com luz ultravioleta.
15

(16) Um estabilizador de amina encoberta funcional de metacrilato reportado como sendo 4-(metacriloilóxi)-1, 2, 2, 6, 6 -pentametilpiperidina, disponível a partir da Hitachi Chemical Co.

20 (17) Estabilizador antioxidante IRGANOX 245, disponível a partir da Ciba Chemicals.

(18) Estabilizador de luz de amina encoberta TINUVIN 622, disponível a partir da Ciba Chemicals.

25 (19) Óxido de difenil(2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina.

(20) Óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil) fenilfosfina.

Carga 2

Os materiais expostos em seguida foram adicionados a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante 2 horas.

5		PC#1	PC#2	PC#3
	<u>Material</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>	<u>(gramas)</u>
	BPA 2 EO DMA ⁽²¹⁾	7,2	3,4	6,0
	BPA 10 EO DMA ⁽²²⁾	18,9	--	--
	TMPTMA ⁽²³⁾	4,0	5,0	10,0
10	TEGDMA ⁽²⁴⁾	--	15,0	30,0
	PC-DMA ⁽²⁵⁾	--	22,0	44,0
	MPTMS ⁽²⁶⁾	--	5,1	10,0
	Carga 1	11,2	13,8	27,5
	FC-431 ⁽²⁷⁾	0,6	0,1	0,1
15	(21) Dimetacrilato (1EO/fenil) etoxilado Bisphenol A.			
	(22) Dimetacrilato (5EO/fenil) etoxilado Bisphenol A.			
	(23) Trimetacrilato de trimetilolpropano.			
20	(24) Dimetacrilato de trietilenoglicol.			
	(25) Dimetacrilato de polycarbonato, preparado tal como descrito mais adiante.			
	(26) Metacriloxipropiltrimetoxissilano.			
	(27) Um agente tensoativo fluorado, disponível a partir da 3M.			

Dimetacrilato de Polícarbonato

O material foi preparado a partir dos ingredientes tais como sumariados em seguida.

Tabela 1

<u>Ingredientes</u>		<u>Peso (gramas)</u>
<u>Carga 1</u>		
	PC-1122 (a)	936,10
5	THF (b)	500,00
	MEHQ (c)	0,20
<u>Carga 2</u>		
	ICEMA (d)	155,16
	THF	500,00

10 (a) Um alifático policarbonato diol, reportado como sendo bicarbonato de poliexametileno, disponível a partir da Stahl USA.

(b) Tetraidrofurano

(c) Monometileter de hidroquinona

15 (d) Isocianatoetilmacetacrilato

A Carga 1 foi adicionada a um reator totalmente de vidro. Os ingredientes foram misturados com aspersão de ar. Aplicou-se calor à carga no reator até a carga no reator atingir uma temperatura de

20 60°C. A Carga 2 foi adicionada durante um período de cerca de uma hora. Na conclusão da adição da Carga 2, a mistura de reação foi misturada durante 6 horas. A solução resultante foi removida a vácuo a 40°C e 10 mm de mercúrio durante 1 hora. A solução de polímero re-

25 sultante tinha um teor de sólidos total medido, baseado no peso de solução total, de cerca de 91,71%. O polímero tinha um peso molecular médio, quando medido por cromatografia de permeação de gel utilizando-se

polistireno como um padrão, de cerca de 6473 e um peso molecular de número médio de 2480.

REVESTIMENTO FOTOCRÔMICO #4

As cargas seguintes foram adicionadas na
5 ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador com mistura contínua até que todos os ingredientes ficaram dissolvidos.

Carga 1

	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
10	NMP	15,00
	Fotocrômico 1	1,14
	Fotocrômico 2	0,36
	Fotocrômico 3	1,92
	Fotocrômico 4	0,90
15	Fotocrômico 6	1,02
	Fotocrômico 7 ⁽²⁸⁾	0,18
	Fotocrômico 8 ⁽²⁹⁾	0,48
	Keyplast Blue ⁽³⁰⁾	0,01
	Keyplast Magenta ⁽³¹⁾	0,01
20	I-245	2,10
	FA-711MM	3,90

Carga 2

25	<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
	MPTMS	10,00
	TMPTMA	10,00
	TEGDMA	30,00

BPA2EODMA	6,00
PC1122DMA	44,00
FC-431	0,10

Carga 3

5

<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
BAPO	0,20
TPO	0,30

(28) Um nafto[1,2-b] pirano fotocrômico
10 que exibe uma cor amarela quando irradiado com luz ultravioleta.

(29) Um nafto[1,2-b] pirano fotocrômico
que exibe uma cor azul quando irradiado com luz ultravioleta.

15 (30) Um pigmento azul, disponível a partir da Keystone Anilina Corp.

(31) Um pigmento vermelho escuro, disponível a partir da Keystone Anilina Corp.

REVESTIMENTO FOTOCRÔNICO #5

20 Os materiais expostos em seguida foram adicionados na ordem descrita a um vaso adequado equipado com um agitador e misturados durante duas horas.

<u>Material</u>	<u>Peso (gramas)</u>
BPA 2 EO DMA	18,27
25 BPA 10 EO DMA	72,03
TMPTMA	10,10
NMP	15,15

	Fotocrômico 1	2,63
	Fotocrômico 2	0,68
	Fotocrômico 3	3,31
	Fotocrômico 4	0,41
5	I-245	3,02
	T-622	2,04
	TPO	0,30
	BAPO	0,20
	FC-431	0,14

- 10 Os revestimentos fotocrômicos supracita-
- dos foram aplicados às lentes pela distribuição da a-
- mostra durante o tempo indicado adiante na Tabela 3
- sobre as lentes girando sob as velocidades indicadas
- para todas as lentes, exceto aquelas revestidas com os
- 15 Exemplos 4-12. As lentes 4A-D até 12A-G foram reves-
- tidas a uma velocidade e submetidas a rotação mais al-
- ta sem qualquer outra distribuição de soluções de re-
- vestimento.

Tabela 3

Lentes Revestidas com Exemplo #	Revestimento Fotocrômico #	Tempo de Distribuição (seg)	Velocidade de Rotação (rpm)
1 A-D a 2 A-D	1	5,0	1.500
3 A-D	2		1.500
3 E	3		1.500
4 A-D a 12 A-G	4		1.000
		3,6*	2.000

CE-A-1 e 2	5	6,5	1.500
CE-B-1, 2 e 3			
CE-C-1			

* Revestimento fotocrômico não foi distribuído durante este intervalo de rotação rápida.

PARTE D

As lentes da Parte C revestidas com os
5 Exemplos Comparativos A, B e C e Exemplos 1, 2 e 3
(com exceção da lente 3E), foram curadas mediante ex-
posição a radiação ultravioleta em uma atmosfera que
tinha menos do que 100 ppm de oxigênio em uma linha de
EYE Ultraviolet Conveyor que se movimentava a 91,44
10 centímetros (três pés) por minuto por baixo de duas
lâmpadas de iodeto de mercúrio gálio de 400, uma posi-
cionada 8,9 cm (3,5 polegadas) acima do transportador
e a outra posicionada 18 cm (7,0 polegadas) acima do
transportador. A lente 3E foi curada na linha EYE Ul-
15 traviolet Conveyor sob a mesma velocidade, com a exce-
ção de que se utilizaram bulbos do tipo "V" em vez das
lâmpadas de mercúrio indutadas com iodeto de gálio.
As lentes 3C e 3D foram também colocadas em um forno a
100°C durante três horas depois da cura por ultravio-
20 leta. As lentes dos Exemplos 4-12 foram curadas em
uma câmara purgada com nitrogênio mediante exposição a
um bulbo Xenon de 300 watt Xenon disposto 50 cm (2 po-
legadas) acima das lentes enquanto as lentes eram sub-
metidas a rotação a 100 rpm durante 28 segundos.

A aderência das lentes revestidas foi testada utilizando-se um procedimento que é uma modificação do Método de Teste Padrão ASTM D-3539 para Medição de aderência pelo Teste de Fita - Método B. O método padrão foi modificado de forma a incluir a repetição de teste de um local diferente na mesma amostra testada quanto a Aderência a Seco depois que a amostra foi mantida em água fervendo durante uma hora, depois do que foi realizado o Teste de Aderência a Úmido. Os resultados estão reportados como Percentual de Permanência depois do teste. Tipicamente, quando a amostra falhou no Teste de Aderência a Seco, ela não foi submetida ao Teste de Aderência a Úmido. A fita utilizada foi uma fita transparente 3M #600. Os resultados estão expostos na Tabela 4.

TABELA 4

Exemplo Número	Percentual de permanência no Teste de Aderência a Seco	Percentual de permanência no Teste de Aderência a Úmido
1A	70 -80	100
1B	90	90
1C	100	100
1D	95	100
1E	100	100
2A	95	95
2B	85 - 95	100
2C	80	100
2D	100	100
2E	100	100

3A	95	95
3B	95	95
3C	100	100
3D	100	100
3E	100	100
4A	22	20
4B	30	36
4C	20	35
4D	28	32
5A	17	12
5B	12	16
5C	11	10
5D	10	40
6A	26	48
6B	20	33
6C	21	30
6D	33	30
7A	100	100
7B	99	99
7C	100	100
7D	98	90
8A	20	28
8B	11	20
8C	12	35
8D	13	28
9A	92	99
9B	97	90
9C	95	98
9D	97	98
10A	28	38
10B	12	35
10C	10	45
10D	35	25

11A	96	97
11B	93	98
11C	98	99
11D	93	100
12A	17	66
12B	36	55
12C	32	80
12D	28	68
12E	60	70
12F	45	38
12G	33	70
CE-A-1	0	--
CE-A-2	10**	--
CE-B-1	0	--
CE-B-2	0	--
CE-B-3	0	--
CE-C-1	0	--

** O revestimento foi desfolhado da borda da lente. Esse defeito não foi observado em qualquer uma das lentes revestidas com os Exemplos 1 - 12.

Os resultados da Tabela 4 mostram que as amostras nas quais o agente de acoplamento foi combinado com o material que tinha pelo menos dois grupos de epóxido mostraram resultados de aderência aperfeiçoados quando comparados com as lentes revestidas com os exemplos comparativos que não incluíam o material que continha epóxido.

Todas as lentes revestidas com os exemplos comparativos (exceto CE-A-2) demonstraram 0% de aderência no Teste de Aderência a Seco e não foram submetidas

ao Teste de Aderência a Úmido. A lente CE-A-2 demonstrou 10% de aderência no Teste de Aderência a Seco, mas o revestimento separou-se da lente na borda, de forma que não foi submetida ao Teste de Resistência a Úmido.

5 A presente invenção foi descrita com referência a detalhes específicos de concretizações particulares da mesma. É intenção que esses detalhes não sejam considerados como limitações ao escopo da invenção, exceto na medida em que eles estão incluídas nas
10 reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de revestimento adaptada para aumentar a aderência de um revestimento a um substrato
5 **caracterizada** pelo fato de compreender:

(a) pelo menos um agente de acoplamento, pelo menos hidrolisados parciais do mesmo ou uma mistura deles, em uma concentração de 30 a 95 por cento em peso com base no peso da composição total; e

10 (b) uma quantidade intensificadora de aderência de um material que contém epóxido que compreende pelo menos dois grupos de epóxido; a composição sendo isenta de partículas coloidais selecionadas a partir de sílica, alumina ou uma mistura das mesmas.

15 2. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que pelo menos um agente de acoplamento é um agente de acoplamento de silano representado pela fórmula seguinte, seus hidrolisados pelo menos parciais ou as suas misturas:

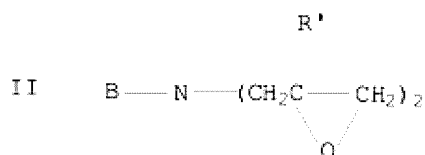
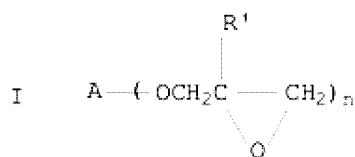
20
$$(R_1)_a (R_2)_b Si(OR_3)_c$$

em que cada R_1 é um grupo organofuncional selecionado independentemente para cada ocorrência a partir de glicidóxila, amino, vinil, estiril, (met)acriloióxi, mercapto ou um radical de hidrocarboneto
25 que tem menos do que 10 átomos de carbono substituídos com o dito grupo organofuncional; cada R_2 é um radical de hidrocarboneto que tem menos do que 20 átomos de carbono selecionados independentemente para cada ocorrência a partir de radicais alifáticos, radicais aromáticos ou
30 misturas desses radicais de hidrocarboneto; cada R_3 é um radical que tem menos do que 20 átomos de carbono selecionados independentemente para cada ocorrência a

partir de radicais de hidrocarbonetos alifáticos monovalentes, radicais de hidrocarbonetos aromáticos, radicais de alcoxialquila, radicais de acila ou misturas desses radicais; **a** é 1 ou 2, **b** é 0, 1 ou 2 e **c** é 1, 2 ou 3
 5 desde que a soma de $a + b + c$ seja igual a 4.

3. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que cada R_1 é um grupo organofuncional selecionado a partir de mercapto, glicidoxi, (met)acrilóiloxi, ou um radical de
 10 hidrocarboneto selecionado a partir de C_1 - C_6 alquila ou fenilo substituído com o dito grupo organofuncional; cada R_3 é C_1 - C_6 alquila, fenilo, acetilo ou benzoílo; a é 1, b é 0 e c é 3.

4. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o material
 15 que contém epóxido compreende pelo menos 2 grupos de epóxido selecionados a partir de materiais representados pelas fórmulas gráficas I, II seguintes, ou uma mistura das mesmas:



20

em que

(i) R' é hidrogênio ou alquila C_1 - C_3 ;

(ii) n é um número inteiro selecionado a partir de 2, 3 ou 4; A é selecionado a partir de alquileno C_2 -
 25 C_{20} , alquileno C_2 - C_{20} substituído, cicloalquileno C_3 - C_{20} , cicloalquileno C_3 - C_{20} substituído; os grupos de arileno

substituído ou não-substituído, fenileno e naftileno; aril(C₁-C₃)alquileno, aril(C₁-C₃)alquileno substituído; o grupo -C(O)Z(O)C- em que Z é alquileno C₂-C₂₀ ou arileno; o grupo -R-(OR)_m- ou -(OR)_m-, em que R é alquileno C₂-C₄ e
 5 m é um número inteiro que varia de 1 a 20; ftaloil, isoftaloil, tereftaloil; ftaloil hidroxil-substituído, isoftaloil hidroxil-substituído, tereftaloil hidroxil-substituído; ou um grupo representado pela seguinte fórmula gráfica:



em que R₂' e R₃' são cada um independentemente, para cada ocasião, selecionados a partir de alquila C₁-C₄, cloro ou bromo; p e q são cada um deles um inteiro variável

de 0 a 4;  representa um grupo de benzeno bivalente ou um grupo de cicloexano bivalente; G é -O-, -S-, -S(O₂)-,
 15 -C(O)-, -CH₂-, -CH=CH-, -C(CH₃)₂-, -C(CH₃)(C₆H₅)-, -(C₆H₄)-

ou  quando  é o grupo de benzeno bivalente; ou G

é -O-, -S-, -CH₂-, ou -C(CH₃)₂-, quando  é o grupo de cicloexano bivalente; os substituintes de alquileno e de cicloalquileno sendo carboxila, hidroxilo ou alcóxila C₁-C₃; sendo os ditos substituintes de arileno e de aril(C₁-C₃)alquileno constituídos por carboxila, hidroxilo, alcóxila C₁-C₃ ou alquila C₁-C₃; e
 20

(iii) B é selecionado a partir de alquila C₂-C₂₀, alquila C₂-C₂₀ substituído, cicloalquila C₃-C₂₀, cicloalquila C₃-C₂₀ substituído; os grupos de arilo,
 25

fenilo e naftílio substituídos ou não-substituídos; arilo(C₁-C₃)alquila ou arilo(C₁-C₃)alquila substituído; os substituintes de alquila e de cicloalquila sendo compreendidos por carboxila, hidroxilo ou alcoxila C₁-C₃,
 5 sendo os ditos substituintes de arilo e de arilo (C₁-C₃)alquila compreendidos por carboxila, hidroxilo, alcoxila C₁-C₃ ou alquila C₁-C₃.

5. Composição de revestimento, de acordo com a 4, **caracterizada** pelo fato de que R' é hidrogênio; A é
 10 selecionado a partir de alquilenos C₂-C₁₀, fenileno, -R-(OR)_m- ou -(OR)_m-, em que R e m são os mesmos definidos anteriormente; ou ftaloil; B é selecionado a partir de alquila C₂-C₁₀, fenilo ou fenilo(C₁-C₃)alquila.

6. Composição de revestimento, de acordo com a
 15 reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que o material que contém epóxido que compreende pelo menos 2 grupos de epóxido é selecionado a partir de glicerol poliglicidil éter; diglicerol poliglicidil éter; glicerol propoxilato triglicidil éter; trimetilolpropano triglicidil éter;
 20 sorbitol poliglicidil éter; poli(etileno glicol)diglicidil éter; poli(propileno glicol)diglicidil éter; neopentil glicol diglicidil éter; N,N-diglicidil-4-glicidiloxianilina; N,N'-diglicidiltoluidino; 1,6-hexano diol diglicidil éter; diglicidil 1,2-cicloexanodicarboxilato; diglicidil bisfenol A; um polímer de diglicidil bisfenol A; poli(bisfenol A-co-epicloroidrin), glicidil de terminal bloqueado; diglicidil de um adutor de óxido de propileno A bisfenol hidrogenado; diglicidil éster de ácido tereftálico; diglicidil 1,2,3,6-tetraidroftalato; espiroglicoldiglicidil éter; diglicidil
 25 éter de hidroquinona ou as suas misturas.

7. Composição de revestimento, de acordo com a

reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de compreender ainda um catalisador selecionado a partir de um material ácido, um material, diferente do material ácido, adaptado para gerar ácido na exposição a radiação actínica ou uma
5 mistura dos mesmos.

8. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizada** pelo fato de que o catalisador é um material ácido e é selecionado a partir de um ácido orgânico, ácido inorgânico ou uma mistura dos
10 mesmos.

9. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizada** pelo fato de que o catalisador é um material ácido e é selecionado a partir de ácido acético, fórmico, glutárico, maléico, nítrico,
15 clorídrico, fosfórico, fluorídrico ou sulfúrico.

10. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizada** pelo fato de que o catalisador é um material adaptado para gerar ácido quando da exposição a radiação actínica e é selecionado a partir
20 de sais de *onium*, sais de *iodosil*, sais de diazônio aromático, sais de metaloceno, ésteres de sulfonato de álcoois aromáticos que contêm um grupo de carbonilo em uma posição alfa ou beta para o grupo de éster sulfonato, derivados de N-sulfonilóxi de uma amida ou imida aromática,
25 sulfonatos de oxima aromáticos, diazidos de quinona, ou as suas misturas.

11. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizada** pelo fato de que o catalisador é um material adaptado para gerar ácido na
30 exposição a radiação actínica e é selecionado a partir de sais de diariliodônio, sais de triarilsulfônio ou as suas misturas.

12. Composição de revestimento, de acordo com a

reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de compreender ainda pelo menos um material que compreende pelo menos um grupo (met)acrílico e pelo menos um grupo carboxílico.

13. Composição de revestimento, de acordo com a
 5 reivindicação 12, **caracterizada** pelo fato de que o material que compreende pelo menos um grupo (met)acrílico e pelo menos um grupo carboxílico é representado pela seguinte fórmula:



10 em que R_4 é hidrogênio ou metilo, R_5 é um grupo de alquilenos substituído ou não-substituído que tem de 2 a 6 átomos de carbono, e R_6 , R_7 , R_8 , R_9 , R_{10} e R_{11} são selecionados independentemente para cada ocasião a partir de hidrogênio, grupos cicloalifáticos ou
 15 policicloalifáticos, alifáticos saturados ou não-saturados, de cadeia normal ou ramificada, tendo 1 a 20 átomos de carbono e **d** é selecionado a partir de 0 ou 1.

14. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 12, **caracterizada** pelo fato de que o
 20 material que compreende pelo menos um grupo (met)acrílico e pelo menos um grupo carboxílico é selecionado a partir de succinato de mono-2-(acriloiloxi)etilo, ftalato de mono-2-(meta-criloiloxi) etilo, maleato de mono-2-(metacrilo-iloxi)etil, succinato de mono-2-
 25 (metacriloiloxi)etil ou as suas misturas.

15. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de compreender ainda:

a) um material representado por

30 $(\text{R}_{12})_e\text{MX}_{(4-e)}$

hidrolisados do material ou uma mistura dos mesmos; em que M é selecionado a partir de silício,

titânio ou zircônio, X é selecionado independentemente para cada ocasião a partir de halogênio, grupos de alcóxila de 1 a 12 átomos de carbono ou grupos de acilóxila de 1 a 12 átomos de carbono, R₁₂ é selecionado independentemente para cada ocasião a partir dos grupos de alcóxila de 1 a 12 átomos de carbono, grupos de hidrocarbonetos alifáticos de 1 a 12 átomos de carbono, ou grupos de acilóxila de 1 a 12 átomos de carbono, e em que e é o número inteiro 1, 2, ou 3.

16. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 15, **caracterizada** pelo fato de que M é selecionado a partir de silício, X é selecionado independentemente para cada ocorrência a partir dos grupos de alcóxila de 1 a 6 átomos de carbono ou grupos de acilóxila de 1 a 6 átomos de carbono; R₁₂ é selecionado independentemente para cada ocorrência a partir dos grupos de alcóxila de 1 a 6 átomos de carbono ou grupos de hidrocarbonetos alifáticos de 1 a 6 átomos de carbono; e e compreende o número inteiro 1 ou 2.

17. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 15, **caracterizada** pelo fato de que o material é selecionado a partir de metiltrimetoxissilano, metiltriétoxissilano, metiltriacetoxissilano, metiltripropoxissilano, metiltributoxissilano, etiltrimetoxissilano, etiltriétoxissilano, dimetildietoxissilano, tetrametoxissilano, tetraetoxissilano, tetra-n-propoxissilano, tetra-n-butoxissilano, titanatos de tetra(C₁-C₁₈)alcóxila, metil trietóxi titânio (iv), zirconatos de tetra(C₁-C₁₈)alcóxila, tricloreto de fenil zircônio (iv), os seus hidrolisados, ou as suas misturas.

18. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizada** pelo fato de compreender

ainda pelo menos um pigmento fotossensível.

19. Processo para produzir um revestimento polimérico substancialmente aderente em um substrato **caracterizado** pelo fato de compreender:

5

(a) obter um substrato;

(b) aplicar ao substrato (a) um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento adaptada para aumentar a aderência de um revestimento a um substrato que compreende:

10

i) um material selecionado a partir de agentes de acoplamento de silano, agentes de acoplamento de titanato, agentes de acoplamento de zirconato, pelo menos hidrolisados parciais do mesmo, ou suas misturas em uma concentração maior do que 25 por cento, em peso, com base no peso total da composição total; e

15

ii) uma quantidade de intensificação de aderência de um material que contém epóxido que compreende pelo menos 2 grupos de epóxido; a composição de revestimento estando isenta de partículas coloidais selecionadas a partir de sílica, alumina ou uma mistura das mesmas;

20

(c) aplicar ao revestimento de intensificação de aderência um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento polimérico, diferente do revestimento de intensificação de aderência; e

25

(d) curar pelo menos parcialmente o substrato revestido.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de compreender ainda curar pelo menos parcialmente o revestimento de intensificação de aderência antes da aplicação de um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento polimérico.

30

21. Processo, de acordo com a reivindicação 19,

caracterizado pelo fato de compreender ainda pré-tratar o substrato para produzir grupos reativos de superfície por meio de:

- (a) limpeza do substrato;
- 5 (b) exposição do substrato a um forte álcali, gás ativado, radiação de ionização, ou uma combinação das mesmas;
- (c) aplicar pelo menos parcialmente uma composição de base adaptada para receber um revestimento
- 10 subsequente aplicado ao dito substrato; ou
- (d) uma combinação dos mesmos.

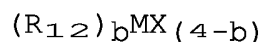
22. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de que a composição de revestimento adaptada para intensificar a aderência de um

15 revestimento a um substrato compreende ainda um catalisador selecionado a partir de um material ácido, um material adaptado para gerar ácido na exposição a radiação actínica ou uma mistura dos mesmos.

23. Processo, de acordo com a reivindicação 22, **caracterizado** pelo fato de que a composição de revestimento adaptada para intensificar a aderência de um

20 revestimento a um substrato compreender ainda pelo menos um material selecionados a partir de:

- (a) um material que compreende pelo menos um
- 25 grupo (met)acrílico e pelo menos um grupo carboxílico;
- (b) um material representado por



hidrolisados do material ou uma mistura dos mesmos; em que M é selecionado a partir de silício,

30 titânio ou zircônio, X é selecionado independentemente para cada ocasião a partir de halogênio, grupos de alcóxila de 1 a 12 átomos de carbono ou grupos de aciloxila de 1 a 12 átomos de carbono, R_{12} é selecionado

independentemente para cada ocasião a partir dos grupos de alcoxila de 1 a 12 átomos de carbono, grupos de hidrocarbonetos de 1 a 12 átomos de carbono, ou grupos de aciloxila de 1 a 12 átomos de carbono, e em que b é o
5 número inteiro 1, 2, ou 3;

(c) pigmento fotossensível; ou

(d) uma mistura dos mesmos.

24. Processo, de acordo com a reivindicação 19,
caracterizado pelo fato de que a cura pelo menos parcial
10 do substrato revestido é realizada por exposição à radiação actínica, termicamente ou uma combinação das duas.

25. Processo, de acordo com a reivindicação 19,
caracterizado pelo fato de que a composição de
15 revestimento polimérico é selecionada a partir de uma composição de revestimento termoplástica ou de termofixação.

26. Processo, de acordo com a reivindicação 25,
caracterizado pelo fato de que a composição de
20 revestimento polimérico é uma composição de revestimento de termofixação selecionada a partir de poliuretanas, resinas de aminoplasto, poli(met)acrilatos, polianidridos, poliacrilamidas, resinas de epóxido ou polissilanos.

27. Processo, de acordo com a reivindicação 19,
25 **caracterizado** pelo fato de que a composição de revestimento polimérico compreende ainda uma quantidade fotocrômica de material fotocrômico.

28. Processo, de acordo com a reivindicação 27,
caracterizado pelo fato de que o material fotocrômico é um
30 material fotocrômico orgânico, um material fotocrômico inorgânico ou uma mistura dos mesmos.

29. Processo, de acordo com a reivindicação 28,
caracterizado pelo fato de que o material fotocrômico é um

material fotocrômico orgânico e é selecionado a partir de naftopiranos, benzopiranos, fenantropiranos, indenonaftopiranos, oxazinas, metal-ditiozonatos, fulgidas, fulgimidas, espiro(indolino) piranos ou as suas misturas.

5 30. Processo, de acordo com a reivindicação 28, **caracterizado** pelo fato de que o material fotocrômico é um material fotocrômico inorgânico e é selecionado a partir de halogeneto de prata, halogeneto de cádmio, európio(II) halogeneto de cobre cério(III) ou as suas misturas.

10 31. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de que a composição de revestimento compreende ainda um material selecionado a partir de agentes de acoplamento de silano, agentes de acoplamento de titanato, agentes de acoplamento de zirconato, pelo menos hidrolisados
15 parciais dos mesmos ou as suas misturas.

 32. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de compreender ainda aplicar um revestimento de proteção pelo menos parcialmente resistente à abrasão ao substrato revestido pelo menos parcialmente curado.

20 33. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de compreender ainda aplicar um revestimento pelo menos parcialmente anti-refletor ao revestimento pelo menos parcialmente resistente à abrasão.

 34. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **caracterizado** pelo fato de compreender aplicar ao substrato
25 revestido pelo menos parcialmente curado um revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento curável por radiação baseada em (met)acrilato.

 35. Processo, de acordo com a reivindicação 34, **caracterizado** pelo fato de compreender aplicar um revestimento
30 de proteção pelo menos parcialmente resistente à abrasão ao revestimento pelo menos parcial de uma composição de revestimento curável por radiação baseada em (met)acrilato.

RESUMO**COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO E PROCESSO PARA PRODUZIR UM
REVESTIMENTO**

5 Descreve-se uma composição de revestimento adaptada para aumentar a aderência de um revestimento ou película a um substrato. A composição de revestimento inclui pelo menos um agente de acoplamento, hidrolisados parciais da mesma ou suas misturas em uma concentração maior do que 25 por cento, em peso, com base no peso da
10 composição total; e uma quantidade intensificadora de aderência de um material que contém epóxido dotado de pelo menos dois grupos de epóxidos. A composição de revestimento está isenta de partículas coloidais
15 selecionadas a partir de sílica, alumina ou uma mistura das mesmas. Descreve-se igualmente um processo para utilizar a composição de revestimento e artigos revestidos com a composição e revestimentos e películas adicionais que podem ser fotocrômicos.