



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 801**

51 Int. Cl.:

G02B 1/10 (2006.01)

G02B 1/11 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

C09D 167/02 (2006.01)

C09D 183/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07115043 .7**

96 Fecha de presentación : **27.08.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1895333**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.03.2008**

54

Título: **Composición de recubrimiento duro y producto óptico plástico.**

30

Prioridad: **28.08.2006 JP 2006-230053**
18.10.2006 JP 2006-283238

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
13.07.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
13.07.2011

73

Titular/es: **TOKAI OPTICAL Co., Ltd.**
5-26, Shimoda, Eta-cho
Okazaki-shi, Aichi 444-2192, JP

72

Inventor/es: **Otani, Noboru;**
Shimizu, Tomoko y
Imai, Koji

74

Agente: **Izquierdo Faces, José**

ES 2 362 801 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composicion de recubrimiento duro y producto optico plástico.

Campo de la Invención

5 [0001] La presente invención se refiere a una capa de recubrimiento duro formada en la superficie de un substrato óptico plástico tales como cristales de gafas, y a los productos ópticos plásticos en la superficie de los cuales se forma la capa de recubrimiento duro.

Descripción de la Técnica Relacionada

10 [0002] Ya que las lentes de plástico tienen las ventajas de ligereza, ser más inastillable, y facilidad para ser teñidas que las lentes de cristal, han sido usadas extensamente como cristales de gafas tales como lentes para la corrección de la visión y gafas de sol. Ya que las lentes de plástico tienen las propiedades de ser más blandas y más susceptibles al rayado que las lentes de cristal, sin embargo, hasta el momento se ha formado la capa de recubrimiento duro en la superficie de las lentes de plástico.

15 [0003] En años recientes, las lentes de plástico, especialmente para la corrección visual, se han vuelto más delgadas utilizando materiales con índice de refracción más alto. La JP-A-2-270859 describe un ejemplo de cristales de gafas utilizando los mencionados materiales de alto índice de refracción. Uno de los problemas que existen cuando se forma la capa de recubrimiento duro en los cristales de gafas de tales materiales de índice de refracción alto es un patrón de interferencia producido por una diferencia en un índice de refracción entre la capa de recubrimiento duro y los cristales de gafas. Este patrón de interferencia da lugar a defectos en términos de apariencia en los cristales de gafas (apariencia visual de lentes cuando las ven los demás). Por lo tanto, ha sido desarrollada una técnica para materializar una capa de recubrimiento duro de índice de refracción alto llevando el índice de refracción de la capa de recubrimiento duro más cerca del índice de refracción de los cristales de gafas utilizando materiales de índice de refracción alto. La JP-A-3-69801 describe una técnica relacionada con tal capa de recubrimiento duro de índice de refracción alto. La JP-A-3-68901 describe la mejora del índice de refracción de la capa de recubrimiento duro añadiendo macropartículas de óxido inorgánicas principalmente hechas de óxido de titanio para el líquido de recubrimiento duro.

20

25

[0004] Por el contrario, a pesar de que el óxido de titanio contribuye a la mejora del índice de refracción de la capa de recubrimiento duro, otra propiedad física, por ejemplo, el rendimiento al desgaste es inferior si se compara con la capa de recubrimiento duro que no contiene óxido de titanio. Específicamente, la capa de recubrimiento duro se deteriora por la acción fotocatalítica del óxido de titanio debido a los rayos ultravioleta, por lo que es más probable que suceda el agrietamiento o descamación de la capa si se compara con la capa de recubrimiento duro sin el óxido de titanio. Como la acción fotocatalítica acelera la generación de radicales libres en presencia de oxígeno se puede considerar que el recubrimiento (por ejemplo, recubrimiento de óxido como el óxido de silicio) se evapora en la superficie de la capa de recubrimiento duro para mejorar el rendimiento al desgaste. Como ese recubrimiento de evaporación tiene insuficiente rendimiento de resistencia al calor, el recubrimiento se desescamará debido al deterioro por antigüedad. Por lo tanto puede no ser un medio adecuado para mejorar el rendimiento al desgaste. La US 2002/064665 A1 revela una composición de recubrimiento duro que puede ser aplicada a un substrato de plástico para proporcionar resistencia al rayado. Sin embargo la resistencia al desgaste tiene que ser mejorada, Por lo tanto, se espera una técnica que proporcione a la misma capa de recubrimiento duro con suficiente rendimiento al desgaste.

30

35

40 [0005] La presente invención está ideada para resolver los problemas anteriormente mencionados. Es un objeto de la invención el proporcionar una composición de recubrimiento duro para formar una capa de recubrimiento duro de índice de refracción alto con mejor rendimiento al desgaste y productos ópticos plásticos que tengan la mencionada capa de recubrimiento duro.

Resumen de la Invención

45 [0006] Para lograr el objeto anteriormente mencionado, la presente invención proporciona una composición de recubrimiento duro para formar una capa de recubrimiento duro en la superficie de un substrato óptico plástico que contiene los siguientes componentes de A a E:

A. Hidrolizado de Compuestos de organosilicio

B. Partículas finas de óxido de metal compuestas basadas en óxido de titanio

50 C. Diciandiamida

D. Acido policarboxílico orgánico.

E. Compuesto Co(II)

[0007] Además, la presente invención proporciona un producto óptico plástico que comprende una capa de recubrimiento duro que es o directamente formada en la superficie de un sustrato óptico plástico o formada indirectamente en tal superficie por ejemplo siendo formada en otra capa aplicada a la mencionada superficie, caracterizada en que la capa de recubrimiento duro está hecha de una composición de recubrimiento duro que

5

- A. Hidrolizado de Compuestos de organosilicio
- B. Partículas finas de óxido de metal compuestas basadas en óxido de titanio
- C. Diciandiamida
- D. Acido policarboxílico orgánico.

10

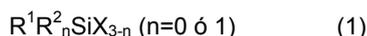
- E. Compuesto Co(II)

[0008] Como materiales plásticos utilizados para la presente invención, por ejemplo, polimetil metacrilato y su copolímero, policarbonato, polidietilenglicol bis-alilcarbonato (CR-39), acetato de celulosa, tereftalato de polietileno, cloruro de polivinilo, resina de poliuretano, poliuretano, y otras resinas que contienen azufre se enumeran como ejemplo. Los materiales plásticos con un índice de refracción de 1,58 o más como el policarbonato, el poliuretano, y otras resinas que contienen azufre son favorables para hacer el recubrimiento duro de índice de refracción alto de la invención. Como un ejemplo de aplicación para sustratos ópticos, se enumeran típicamente las lentes de plástico para gafas.

15

[0009] Como un constituyente de la composición de recubrimiento dura, un hidrolizado de análogo de silicio es un compuesto de organosilicio expresado por una fórmula general de la siguiente manera:

20



(donde, R¹ indica un grupo orgánico que tiene un grupo de reacción capaz de polimerizar, R² un grupo hidrocarburo con el número de carbonos de 1 a 6, y X un grupo hidrólisis)

25

[0010] Específicamente, como ejemplos de grupos de reacción capaces de polimerizar de R¹, se enumeran vinilo, alílico, acrílico, metacrílico, epoxi, mercapto, ciano, grupos amino, y demás. Un grupo epoxi es el más favorable como R¹, esto es porque los hidrolizados del análogo de silicio son polimerizados por apertura de anillo en presencia de un grupo epoxi y sirven para mejorar la resistencia a la abrasión, la resistencia al desgaste, y la resistencia química.

[0011] Además, como ejemplos de R² se enumeran los grupos metilo, etilo, butilo, vinilo, fenilo, y demás.

30

[0012] Además, X es un grupo funcional capaz de hidrolizar. Específicamente, se enumeran ejemplos del grupo alcoxi como metoxi, etoxi, grupo metoxietoxi, grupo halógeno como el cloro, grupo de bromo, grupo aciloxi, y demás. Un grupo alcoxi es el más favorable como X.

35

[0013] Específicamente, como ejemplos de los compuestos de organosilicio anteriormente mencionados se enumeran, viniltrialcoxisilano, viniltriclorosilano, viniltri(β-metoxi-etoxi)silano, aliltrialcoxisilano, acriloxipropiltrialcoxisilano, metacriloxipropiltrialcoxisilano, metacriloxipropildialcoximetilsilano, γ-glicidoxipropiltrialcoxisilano, β-(3,4-epoxiciclohexilo)-etil-trialcoxisilano, mercaptopropiltrialcoxisilano, γ-aminopropiltrialcoxisilano, N-β(aminoetilo)-γ-aminopropilmetildialcoxisilano, y demás. Por otra parte, además del compuesto de organosilicio de fórmula general (1), es posible hacer ajustes de propiedades físicas de dureza, y demás en conjunción con tetraalcoxisilano, metiltrialcoxisilano, y demás.

40

[0014] Como partículas finas de óxido de metal compuestas basado en óxido de titanio, se pueden seleccionar uno o más tipos de óxidos de silicio, aluminio, estaño, circonio, hierro, antimonio, niobio, tántalo, tungsteno, y demás para partículas finas que no sean óxido de titanio. Además, es favorable que la superficie superior de las partículas finas de óxido de metal compuestas, constituidas de especialmente óxido de circonio y óxido de silicio, que son integralmente enlazadas al óxido de titanio, esté cubierta con un óxido de antimonio de acuerdo a la invención.

45

[0015] Las partículas finas de óxido de metal compuestas habitualmente tienen un diámetro de partícula medio de no mucho más de 1 a 100 nm, favorablemente no mucho más de 3 a 50 nm, más favorablemente no mucho más de 5 a 15 nm. Las partículas finas de óxido de metal compuestas son empleadas para aliviar la acción fotocatalítica en el caso del óxido de titanio. Por lo tanto, en el caso de diámetro de partícula medio demasiado pequeño, no se espera una mejora en el índice de refracción, y la resistencia a la abrasión también se deteriora. Por otro lado, ya que un diámetro de partícula medio demasiado grande da lugar a dispersión de luz, es deseable el intervalo de diámetro de partícula anteriormente mencionado.

50

[0016] El óxido de titanio puede ser amorfo o cristalino (anatasa-, rutilo-, tipo brookita, y demás.). El grosor de la capa de recubrimiento de óxido de antimonio no está especialmente limitado, pero es favorable que esté habitualmente en el intervalo de 1/200 a 1/5 del diámetro de la partícula fina de óxido de metal mencionado anteriormente.

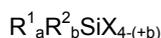
- 5 **[0017]** Es especialmente favorable en términos de resistencia al desgaste que la diciandiamida no sea usada sola sino usada junto con ácido policarboxílico orgánico. La diciandiamida proporciona un desarrollo significativo de la resistencia al desgaste en presencia de ácido policarboxílico orgánico. Específicamente, como ejemplos de ácido policarboxílico orgánico, se enumeran ácido maleico, anhídrido maleico, ácido fumárico, anhídrido fumárico, ácido itacónico, anhídrido itacónico, y demás. Por medio del efecto sinérgico cuando la diciandiamida y el ácido policarboxílico orgánico se usan simultáneamente, el uso del ácido itacónico es especialmente el más favorable en términos de resistencia al desgaste.
- 10 **[0018]** En presencia de óxido de titanio, un compuesto Co(II) (cobalto divalente) puede retrasar la progresión de la reacción fotocatalítica y suprimir consecuentemente la descomposición de material de alto peso molecular, que es el componente de la capa de recubrimiento duro. Por lo tanto, es posible evitar que se deteriore la capa de recubrimiento duro. Es favorable emplear un compuesto Co(II) que está disuelto por un disolvente para la composición de recubrimiento duro que contiene el óxido de titanio, por ejemplo, alcohol o propilenglicoleter y que tiene compatibilidad con el componente A anteriormente mencionado sin inhibir sus propiedades físicas. Más específicamente, es favorable un compuesto quelato de ion de Co(II).
- 15 **[0019]** Como un quelante Co(II), específicamente es favorable uno que tenga un ligando alifático. Como un ligando alifático son utilizados favorablemente, por ejemplo, acetilacetona, di-n-butóxido-mono-etilacetato, di-n-butóxido-mono-metilacetato, metiletilcetoxima, 2,4-hexanedione, 3,5-heptanedione y acetoxima, y demás. Especialmente, el uso de acetilacetona constituyendo un complejo metálico de acetilacetona de cobalto divalente es el más favorable en términos de resistencia al desgaste. Además, en presencia de un compuesto Co(II), diciandiamida, y ácido policarboxílico orgánico (especialmente, ácido itacónico) la resistencia al desgaste es mejorada más significativamente.
- 20 **[0020]** Respecto a los componentes A a E que son utilizados para formar la capa de recubrimiento duro anteriormente mencionada, es favorable la siguiente proporción de composición:
- 25 (1) En cuanto a los componentes A y B (partículas finas de óxido de metal compuestas, los componentes principales de las cuales son hidrolizados de compuesto de silicio orgánico y óxido de titanio), la proporción de contenido sólido es A:B=8:2 a 3:7;
- (2) C - En cuanto a la diciandiamida, el porcentaje de contenido sólido de A+B es del 3 al 15%;
- (3) D - En cuanto al ácido policarboxílico orgánico, el porcentaje de contenido sólido de A+B es de 5 a 25%;
- (4) E - En cuanto al compuesto Co(II), el porcentaje de contenido sólido de A+B+C+D es de 0,1 a 5,0%.
- 30 **[0021]** Cuando hay más componente B que componente A, se mejora el índice de refracción de la capa de recubrimiento duro que se está haciendo, pero las capas se vuelven frágiles y son susceptibles de generar grietas. Por lo tanto, la proporción anteriormente mencionada es la más favorable para el componente B en relación con el componente A. Cuando la cantidad de componente C es baja, la resistencia al desgaste (adhesión) se deteriora. Por el contrario, cuando la cantidad de componente C es excesivamente alta, el equilibrio con el componente A+B empeora de tal forma que el rendimiento óptico se deteriora. Por lo tanto, la proporción anteriormente mencionada es la más favorable. Además cuando la cantidad del componente D es baja, la resistencia al desgaste (resistencia al agrietamiento) se deteriora. Cuando la cantidad del componente D es excesivamente alta, baja la dureza. Por lo tanto, la proporción anteriormente mencionada es la más favorable. Ya que el efecto de mejora en la resistencia al desgaste (adhesión y agrietamiento) no se produce cuando la cantidad del componente E es baja, es necesario que el componente E exista en conjunción con los componentes C y D. Además ya que una capa es teñida cuando la cantidad del componente E es excesivamente alta, en última instancia la proporción anteriormente mencionada es la más favorable.
- 35 **[0022]** Es deseable mezclar varios aditivos con la composición de recubrimiento duro anteriormente mencionada para mejorar más el rendimiento de una capa. Por ejemplo, un endurecedor, una resina epoxi se puede utilizar como aditivo para mejorar la adhesión con el sustrato óptico y la colorabilidad, y un amortiguador ultravioleta para evitar que los rayos ultravioletas lleguen a la capa de sustrato que se está haciendo. Es también posible mezclar un catalizador endurecedor para acelerar el endurecimiento.
- 40 **[0023]** Es posible producir líquido de recubrimiento duro disolviendo o dispersando la composición de recubrimiento duro en un disolvente y diluyéndolo además como lo exija la ocasión. Son enumerados como diluyentes el alcohol, la cetona, éster, éter, y demás.
- 50 **[0024]** Un método húmedo es un método conocido públicamente como el método de inmersión, método de pulverización, método de recubrimiento por rodillo, método de recubrimiento por centrifugado, mientras que una capa de recubrimiento se forma aplicando el líquido de recubrimiento duro a un sustrato, secando, o calentando como exija la ocasión. Es favorable que el grosor de la capa de recubrimiento sea habitualmente aproximadamente de 0,5 a 10,0 μm . Esto es porque es difícil obtener resistencia a la abrasión práctica cuando el grosor de la película es excesivamente delgado, y porque los problemas de apariencia como la deterioración de la irregularidad del perfil o el agrietamiento son susceptibles de ocurrir cuando es excesivamente gruesa.
- 55

[0025] Además, el sustrato es habitualmente pretratado antes del recubrimiento. Son enumerados como pretratamientos de la superficie del sustrato el desengrasado con ácido-alcálico, tratamiento de plasma, limpieza ultrasónica, y demás. Por medio de estos pretratamientos, serán eliminadas las manchas que tienen una influencia en la adhesión de las capas en la superficie del sustrato.

5 **[0026]** Además, se puede interponer una capa primaria entre el sustrato óptico y la capa de recubrimiento duro, esto es, la capa de recubrimiento duro se puede formar en la capa primaria. En otras palabras, cuando la capa primaria es formada en la superficie del sustrato óptico, la capa primaria puede ser interpretada como la superficie del sustrato óptico. La capa primaria es una capa de unión dispuesta en esta posición para mejorar la adhesión entre la capa de recubrimiento duro y el sustrato de la lente, y está compuesta de resina de uretano, resina acrílica, resina metaacrílica, resina de organosilicio, y demás. Un método húmedo como inmersión, pulverización, recubrimiento por rodillo, recubrimiento por centrifugado también es empleado libremente. La capa primaria es generalmente formada sumergiendo el sustrato de lente en el líquido primario. El líquido primario es preparado mezclando un material de resina, seleccionado de las resinas anteriormente mencionadas, y un sol de partículas finas de óxido inorgánico en disolventes de agua o alcoholes como exija la ocasión.

10 **[0027]** El recubrimiento antireflectante de la presente invención tiene una estructura de una única capa o multicapa. Cuando el recubrimiento antireflectante está compuesto de una única capa, es favorable que sea una capa basada en un compuesto de organosilicio. Cuando el recubrimiento antireflectante está compuesto de múltiples capas, es favorable que la capa más alta sea la capa basada en un compuesto de organosilicio. Por ejemplo, en el caso de un recubrimiento antireflectante con estructura de dos capas, es necesario configurarlo en el orden debido desde la capa más alta, capa de índice de refracción bajo, capa de índice de refracción alto. En el caso de un recubrimiento antireflectante con estructura de tres capas, es necesario configurar en el orden debido desde la capa más alta, capa de índice de refracción bajo, capa de índice de refracción alto, y capa de índice de refracción bajo. Además, se usan un montón de compuestos de organosilicio y compuestos de inorganosilicio de material con índice de refracción bajo SiO₂ para la capa de índice de refracción bajo. Es favorable usar principalmente compuestos de organosilicio y tomar los compuestos de inorganosilicio como exija la ocasión.

[0028] Se utiliza el compuesto de organosilicio expresado por la siguiente ecuación:



30 (Donde, R¹ es un grupo alquilo con el número de carbonos de 1 a 6 teniendo un grupo orgánico seleccionado de un grupo de un grupo alquilo con el número de carbonos de 1 a 6, un grupo vinilo, un grupo epoxi, un grupo metacriloxi, un grupo mercapto, un grupo amino; R² es un grupo alquilo con el número de carbonos de 1 a 3, un grupo alquileo, un grupo cicloalquilo, un halogenuro alquilo, un grupo arilo; R³ es un grupo alquilo con el número de carbonos de 1 a 4, un grupo alquileo, un grupo ciclo alquilo, un grupo alcoxilalquilo, un grupo arilalquilo; X es un átomo de halógeno; a=0 ó 1, B=0, 1, ó 2.)

35 **[0029]** Como compuestos de organosilicio expresados por la anterior ecuación se enumeran, específicamente, tetraetoxisilano, metiltrimetoxisilano, viniltrinetitoxisilano, γ-metacriloxipropiltrimetoxisilano, trimetil clorosilano, α-glicidoximetiltrimetoxisilano, α-glicidoxietiltrimetoxisilano, β-glicidoxietiltrimetoxisilano, γ-glicidoxipropiltrimetoxisilano, γ-glicidoxipropiltrióxido, γ-glicidoxipropilmetildimetoxisilano, γ-glicidoxipropilmetildietoxisilano, β-(3,4-epoxiciclohexilo)-etiltrimetoxisilano, β-(3,4-epoxiciclohexilo)-etiltrióxido, γ-aminopropiltrimetoxisilano, γ-aminopropiltrióxido, N-β (aminoetilo)-γ-aminopropilmetildimetoxisilano, N-β (aminoetilo)-γ-aminopropilmetildietoxisilano, y demás. Estos pueden ser utilizados independientemente o en conjunción con más de un compuesto.

40 **[0030]** Se usa más de una clase de partícula fina de óxido de metal seleccionada del grupo consistente de circonio, antimonio, tántalo, titanio, estaño, indio, y demás para la capa de índice de refracción alto. En el caso del recubrimiento antireflectante de tres capas, está configurada desde la capa más alta en el orden debido de capa de índice de refracción bajo, capa de índice de refracción alto, capa de índice de refracción bajo. Es favorable que la capa de índice de refracción bajo en un sustrato sea intermedia entre el índice de refracción bajo de la capa más alta y el índice de refracción alto de la segunda capa más alta. Esta capa se denomina como capa de índice de refracción intermedio. Como capas de índice de refracción intermedio, son ampliamente usados más de un tipo de partículas finas de óxido de metal seleccionadas de aluminio, circonio, tántalo, titanio, estaño, indio, y demás, o capas de recubrimiento equivalentes configuradas con sustancia de índice de refracción bajo de SiO₂ y más de un tipo de partículas finas de óxido de metal seleccionadas de sustancia de índice de refracción alto de circonio, tántalo, titanio, estaño, indio, y demás. Además, la capa de índice de refracción intermedio puede ser también formada cambiando la proporción de componentes de la partícula fina de óxido de metal de la capa de índice de refracción alto. El circonio es especialmente favorable para la capa de índice de refracción alto y la capa de índice de refracción intermedio. Como el titanio ayuda a deteriorar la dureza del recubrimiento por medio de la acción fotocatalítica, el titanio no es relativamente favorable para la capa de índice de refracción alto y la capa de índice de refracción intermedio.

- 5 **[0031]** El recubrimiento antireflectante de la presente invención está formado por un método húmedo. Un método húmedo es un método públicamente conocido como el método de inmersión, método de pulverización, método de recubrimiento por rodillo, método de recubrimiento por centrifugado, mientras que una capa de recubrimiento está formada aplicando líquido de tratamiento antireflectante preparado para cada capa, secando o calentando como exija la ocasión.
- 10 **[0032]** Es posible calentar el recubrimiento antireflectante por aire caliente y radiación por rayos infrarrojos, y demás. La temperatura de calentamiento es determinada dependiendo del sustrato óptico aplicable y la composición de recubrimiento usada, y habitualmente de la temperatura ambiente a 250° C, más favorablemente de 60° C a 150° C. A una temperatura inferior a la temperatura ambiente el recubrimiento se cura o se seca insuficientemente, y a una temperatura mayor que la temperatura ambiente un sustrato o recubrimiento muestra signos de amarillamiento.
- 15 **[0033]** El líquido de tratamiento antireflectante es preparado mezclando el compuesto de organosilicio y/o partícula fina de óxido de metal, que son usados para formar las capas individuales anteriormente mencionadas, en disolventes de agua o alcoholes. El recubrimiento antireflectante es aplicado por cualquiera de estos métodos. Es decir, en primer lugar, el líquido de tratamiento antireflectante para una primera capa es esparcido sobre la superficie del recubrimiento duro y después el disolvente es evaporado por un método públicamente conocido para formar la primera capa. Después, el líquido de tratamiento antireflectante para una segunda capa es esparcido de forma similar sobre la superficie de la primera capa antes de formar la segunda capa de acuerdo al proceso similar. Además, la tercera capa o más se forman como exija la ocasión hasta que se forme el número deseado de capas.
- 20 **[0034]** Un índice de refracción de la capa de índice de refracción bajo es favorablemente de 1,35 a 1,50, más favorablemente de 1,35 a 1,45. Un índice de refracción de la capa de índice de refracción alto es favorablemente de 1,63 a 1,75, más favorablemente de 1,68 a 1,75. Un índice de refracción de la capa de índice de refracción intermedio es favorablemente de 1,50 a 1,60, más favorablemente de 1,53 a 1,58.
- 25 **[0035]** El grosor de cada capa de recubrimiento es favorablemente de 50 a 200 nm, especialmente es favorable un intervalo de 60 a 130 nm.
- [0036]** Además, para mejorar la adhesión antes de formar el recubrimiento antireflectante, es favorable llevar a cabo un tratamiento corona o de plasma en la capa de recubrimiento duro.
- 30 **[0037]** Además, se da la libertad de un tratamiento deslizante a la cara superior del recubrimiento antireflectante. El tratamiento deslizante se define de la siguiente manera; se forma una capa deslizante extremadamente delgada (10 nm o menos) aplicando, por ejemplo, un compuesto de silicio reactivo o un compuesto silano orgánico que contiene fluór.
- Mejor Manera de Realizar la Invención**
- 35 **[0038]** A pesar de que se dan a continuación descripciones específicas de realizaciones que especificaron la presente invención, la presente invención no está limitada solamente a ellas.
- (Realización 1)
- <Lente usada>
- 40 **[0039]** Además de 100 partes de peso en total (50 partes de peso de diiosicanato-norbornene, 25 partes de peso de pentaeritritoltetrakis(3-mercaptopropianato), 25 partes de peso de bis(mercaptometilo)-3,6,9-tritia-1,11-undecanediol), se vierte en un molde de lente una solución uniforme en la que se dispensa como catalizador 0,03 partes de peso de dibutilindicloruro. Este molde de lente es calentado y curado a 20 a 130° C durante 20 horas para formar una lente plana del número de potencia de 0,00 teniendo una propiedad óptica de índice de refracción de 1,594 y número de Abbe de 42. Una lente plástica es formada como sustrato óptico afilando esta lente plana.
- <Sol de óxido de titanio>
- 45 **[0040]** Como partícula fina compuesta de óxido de titanio (llamado sol de óxido de titanio) se usa "HINEX AB20" (Catalysts & Chemicals Industries Co., Ltd) para la presente realización. El HINEX AB20 es una partícula fina compuesta que comprende un óxido de titanio como componente principal y un óxido de circonio y un óxido de silicio como las otras partículas finas. Más específicamente, la unión entre el óxido de titanio y el óxido de circonio es rodeada por la unión entre el óxido de titanio y el óxido de silicio y además cubierta por un óxido de antimonio del exterior. La concentración de contenido sólido es del 25%, y el metanol es usado como un disolvente de dispersión.
- 50 <Ajuste del líquido de recubrimiento duro>
- [0041]** Se añadieron 150 partes de peso de metanol a 11 partes de peso de tetraetoxisilano, 76 partes de γ -glicidoxi-propiltrimetoxisilano, 22 partes de peso de γ -glicidoxipropilmetildietoxisilano. Mientras se enfriaba por hielo y se agitaba esta solución, se aportaron 24 partes de ácido hidrocórico 0,1N por goteo antes de ser hidrolizada. Esta solución es además agitada permanentemente a 5° C (Esta solución es tomada como solución base).

- 5 **[0042]** Se añaden 192 partes de peso del anteriormente mencionado "HINEX AB20", 0,60 partes de peso de surfactante de silicio (Nippon Unicar Co., Ltd "SILWELT L-7001") como agente nivelador, 20,02 partes de peso de ácido itacónico , 8,33 partes de peso de diciandiamida, 1,48 partes de peso de Co(II) acetilacetona a 283 partes de peso de esta solución base en total. Esta solución es además agitada a 5° C permanentemente para obtener el líquido de recubrimiento duro con un 30% de contenido sólido.
- <Formado de la capa de recubrimiento duro>
- 10 **[0043]** La composición de recubrimiento duro es aplicada al sustrato pre-tratado por un método de inmersión (velocidad de detención 300mm/min), y curada a 100° C durante dos horas para obtener una capa de recubrimiento duro de 2,0 a 3, 0 µm de grosor. En la lente de plástico en la que la capa de recubrimiento duro obtenida está formada se realiza una prueba de resistencia al desgaste.
- 15 Como prueba de resistencia al desgaste se hacen pruebas de exposición a ultravioletas de 60 horas y de 120 horas utilizando un Medidor de Desgaste de Luz Solar (Suga Test Instruments Co., Ltd.), respectivamente. Tras la exposición, se evalúan la presencia de grietas y adhesión. La apariencia es juzgada visualmente. La "O" indica sin grietas y la "X" indica la aparición de grietas. Para la adhesión se hace la prueba de la cinta de corte transversal de conformidad al JIS D-0202. Las líneas de corte son hechas en la superficie de un sustrato a intervalos de 1 mm con un cuchillo para formar un centenar de rejillas. Después, tras presionar fuertemente una cinta de celofán (Nichiban Co., Ltd.) en un centenar de rejillas, se arranca rápidamente perpendicularmente de la superficie para pelar las rejillas. Después, se cuenta el número de rejillas dejadas en la superficie del sustrato y se clasifica en los siguientes dos pasos: "O" es un intervalo de 100 a 95 y "X" es un intervalo de 94 a 0.
- 20 **[0044]** El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.
- (Realización 2)
- [0045]** En una realización 2, una capa de recubrimiento duro se forma bajo la misma condición que la realización 1 y se forma un recubrimiento antireflectante en ella por un método húmedo.
- <Formado del recubrimiento antireflectante>
- 25 **[0046]** Se añaden 63 partes de peso de tetraetilortosilicato, 632 partes de peso de metanol, 100 partes de peso de ácido hidroclicórico 0,01N, 33 partes de peso de sol de silicio de metanol (Nissan Chemical Industries, Ltd.; 30% de contenido sólido). Después que la hidrólisis está completada, el pH es además ajustado a "5" para preparar un fluido coloide. Después se añaden 200 partes de peso de alcohol de isopropilo y 300 partes de peso de alcohol metílico para preparar el fluido base.
- 30 **[0047]** Se añade γ -glicidoxipropilmetoxisilano [30 partes de peso de γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, 60 partes de peso de alcohol metílico, 105 partes de peso de ácido hidroclicórico 0,01N] a 1000 partes de peso de este fluido base, y se agita a temperatura ambiente durante 24 horas. Además, se añaden 1,0 parte de peso de surfactante de silicona y 2 partes de peso de acetilacetato de aluminio para preparar el fluido de tratamiento antireflectante para el recubrimiento antireflectante.
- 35 Después de que el tratamiento corona es realizado en la superficie de la capa de recubrimiento duro desde una distancia de 30 mm durante 20 segundos, este fluido de tratamiento antireflectante es tratado bajo la condición de recubrimiento por centrifugado (numero de revoluciones; 3000 rpm, tiempo de revoluciones; 30 segundos) y aplicado a la superficie de la capa de recubrimiento duro antes de calentarlo y curarlo a 120° C durante 1,5 horas para formar el recubrimiento antireflectante.
- 40 **[0048]** En la realización 2, con referencia a la resistencia al desgaste y la adhesión, se ha hecho también una prueba bajo las mismas condiciones que en la realización 1. Además, se prueba en la realización 2 la adhesión del recubrimiento antireflectante a la capa de recubrimiento duro, es decir la resistencia al deterioro del recubrimiento antireflectante.
- 45 **[0049]** Una superficie de recubrimiento es frotada con lana de acero #000 bajo una carga de 1 kg para la prueba de resistencia al deterioro. La condición de la superficie es comprobada y juzgada de la manera siguiente:
- "O" ... El recubrimiento antireflectante no es limpiado.
- "Δ" ... El recubrimiento antireflectante es parcialmente limpiado y el color de reflejo es decolorado.
- "X" ... El recubrimiento antireflectante es limpiado y blanqueado.
- [0050]** El resultado de la prueba anteriormente mencionada se muestran en la Tabla 1.

(Realización 3)

[0051] En una realización 3, una capa de recubrimiento duro se forma bajo la misma condición que en la realización 1 y una capa antireflectante se forma en ella por un método húmedo similar al de la realización 2.

<Formado del recubrimiento antireflectante>

5 **[0052]** Se forma un recubrimiento antireflectante que comprende dos o más capas de recubrimiento (una capa inferior (capa de índice de refracción alto) y una capa superior (capa de índice de refracción bajo)) en la superficie de la capa de recubrimiento duro.

a. Recubrimiento de la capa inferior

10 **[0053]** Se mezclan 2,0 partes de peso de polvo fino de óxido de circonio (Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd., tamaño de partícula de 10 a 30 nm), 10 partes de peso de propilglicolmonometileter, 88,0 partes de peso de alcohol etílico. Se añade un surfactante (Adeka Corporation, ADEKA COL CS 1 a 1E) a este fluido y se mezcla. Tras esto, este fluido es dispersado durante diez minutos utilizando un homogeneizador ultrasónico (Central chemistry, Sonifier 450) para prepara una pintura uniforme. Finalmente, la concentración es diluida con alcohol etílico para que el contenido sólido sea un 5%. Así, se prepara el fluido de tratamiento antireflectante para la capa inferior.

15 **[0054]** Después de que el tratamiento corona es realizado en la superficie de la capa de recubrimiento duro desde una distancia de 30 mm durante 20 segundos, este fluido de tratamiento antireflectante para la capa inferior es tratado bajo la condición de recubrimiento por centrifugado (número de revoluciones; 1500 rpm, tiempo de revoluciones; 60 segundos) para formar una capa de índice de refracción alto como una primera capa del recubrimiento antireflectante en la superficie de la capa de recubrimiento duro antes de calentarlo y curarlo a 80° C durante 10 minutos.

20 b. Recubrimiento de la capa superior

25 **[0055]** Se usa el fluido de tratamiento antireflectante similar al de la realización 2 como fluido de tratamiento antireflectante para una capa superior y se trata bajo la condición de recubrimiento por centrifugado (número de revoluciones: 3000 rpm, tiempo de revoluciones; 30 segundos) para formar una capa de índice de refracción bajo como una segunda capa del recubrimiento antireflectante en la superficie de la capa de índice de refracción alto antes de calentarlo y curarlo a 120° C durante 1,5 horas para formar un recubrimiento antireflectante que comprende recubrimientos de dos capas.

30 **[0056]** En la realización 3, en referencia a la resistencia al desgaste y a la adhesión, se hace una prueba bajo las mismas condiciones que en la realización 1. Además, la adhesión del recubrimiento antireflectante de la capa de recubrimiento duro, es decir la resistencia al deterioro del recubrimiento antireflectante, se prueba en la realización 3 de forma similar a la realización 2. La condición de la prueba de resistencia al deterioro es similar a la de la realización 2.

[0057] El resultado de esta prueba se muestra en la Tabla 1.

(Realización 4)

35 **[0058]** En una realización 4, una capa de recubrimiento duro se forma bajo la misma condición que en la realización 1 y se forma un recubrimiento antireflectante por un método húmedo similar al de la realización 2.

<Formado del recubrimiento antireflectante>

[0059] Un recubrimiento antireflectante que comprende dos capas de recubrimiento (una capa inferior (capa de índice de refracción alto) y una capa superior (capa de índice de refracción bajo)) se forma en la superficie de la capa de recubrimiento duro.

40 a. Recubrimiento de la capa inferior

[0060] Se usa un fluido de tratamiento de índice de refracción alto "X-12-2170A" (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) con óxido de titanio como un constituyente principal y la concentración del contenido sólido siendo del 5%, para el fluido de tratamiento antireflectante para la capa inferior.

45 **[0061]** Después de que se ha realizado el tratamiento corona en la superficie de la capa de recubrimiento duro desde una distancia de 30 mm durante 20 segundos, este fluido de tratamiento antireflectante para la capa inferior es tratado bajo la condición de recubrimiento por centrifugado (número de revoluciones: 1500 rpm, tiempo de revoluciones; 60 segundos) para formar una capa de índice de refracción alto como una primera capa del recubrimiento antireflectante en la superficie de la capa de recubrimiento duro antes de calentarlo y curarlo a 80° C durante 10 minutos.

b. Recubrimiento de la capa superior

- 5 **[0062]** Se usa el fluido de tratamiento antireflectante similar al de la realización 2 como fluido de tratamiento antireflectante para una capa superior y se trata bajo la condición de recubrimiento por centrifugado (número de revoluciones: 2000 rpm, tiempo de revoluciones: 30 segundos) para formar una capa de índice de refracción bajo como una segunda capa del recubrimiento antireflectante en la superficie de la capa de índice de refracción alto antes de calentarlo y curarlo a 120° C durante 1,5 horas para formar un recubrimiento antireflectante que comprende recubrimientos de dos capas.
- 10 **[0063]** En la realización 4, en referencia a la resistencia al desgaste y a la adhesión, se hace una prueba bajo la misma condición que en la realización 1. Además, la adhesión del recubrimiento antireflectante de la capa de recubrimiento duro, es decir la resistencia al deterioro del recubrimiento antireflectante, se prueba en la realización 4 de forma similar a las realizaciones 2 y 3. La condición de la prueba de resistencia al deterioro es similar a la de la realización 2.
- [0064]** El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.
(Ejemplo comparativo 1)
- 15 **[0065]** En el ejemplo comparativo 1, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa "OPTOLAKE 1120F" en lugar de "HINEX AB20" en la realización 1 y se añade para que sea la misma proporción de contenido sólido que en la realización 1.
- 20 **[0066]** El "OPTOLAKE 1120F" comprende partículas finas compuestas que tienen la unión entre el óxido férrico y el óxido de silicio así como el óxido de titanio como componente principal. Y las partículas finas compuestas están rodeadas y cubiertas por el óxido de silicio. Además, la superficie de las partículas finas compuestas no está cubierta por el óxido de antimonio. La concentración de contenido sólido es del 20%, y se usa el metanol como disolvente de dispersión.
- 25 **[0067]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1 y 1,20 partes de peso de perclorato de aluminio como catalizador de curado y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 23%. A diferencia de la realización 1, no se añaden el ácido itacónico y la diciandiamida.
- 30 **[0068]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es utilizado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste se hace de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra la Tabla 1.
(Ejemplo comparativo 2)
- 35 **[0069]** En el ejemplo comparativo 2, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base como en la realización anterior 1, se usó "OPTOLAKE 1130Z(U-25) (Catalyst & Chemical Industries Co., Ltd.) en lugar de "HINEX AB20" en la realización 1. El "OPTOLAKE 1130Z(U-25)" comprende partículas finas compuestas que tienen el óxido de circonio y el óxido de silicio como otras partículas finas así como el óxido de titanio como componente principal. Más específicamente, la unión entre el óxido de titanio y el óxido de silicio está rodeada por la unión entre el óxido de titanio y el óxido de circonio y además recubierto por la unión entre el óxido de silicio y el óxido de circonio desde el exterior. La concentración de contenido sólido es del 30%, y se usa el metanol como agente de dispersión.
- 40 **[0070]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 1,20 partes de peso de acetilacetonato Co(II), y 1,20 partes de acetilacetonato de aluminio como catalizadores de curado y además se agita a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 25%. A diferencia de la realización 1, el ácido itacónico y la diciandiamida no son añadidas.
- 45 **[0071]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.
(Ejemplo comparativo 3)
- 50 **[0072]** En el ejemplo comparativo 3, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la reivindicación 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" como en la realización 1.
- [0073]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1 y 1,20 partes de peso de acetilacetonato Co(II) y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento líquido de contenido sólido de alrededor del 25%. A diferencia de la realización 1, no se añaden el ácido itacónico y la diciandiamida.

[0074] El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

5 (Ejemplo comparativo 4)

[0075] En el ejemplo comparativo 4, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la reivindicación 1 anteriormente mencionada, se usa y añade el mismo "OPTOLAKE 1130Z(U-25) como en el ejemplo comparativo 2 para obtener la misma proporción de contenido sólido que la realización 1.

10 **[0076]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 1,48 partes de peso de acetilacetato de aluminio, 8,33 partes de peso de dicianidamida, 20,02 partes de peso de ácido itacónico y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 30%. A diferencia de la realización 1, no se añade el acetilacetato Co(II).

15 **[0077]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 5)

[0078] En el ejemplo comparativo 5, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" como en la realización 1.

20 **[0079]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de dicianidamida, y 20,02 partes de peso de ácido itacónico y además se agitan a 5° C permanentemente para prepara el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 30%. A diferencia de la realización 1, no se añade el acetilacetato Co(II).

25 **[0080]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 6)

30 **[0081]** En el ejemplo comparativo 6, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "OPTOLAKE 1130Z(U-25) como en el ejemplo comparativo 2.

35 **[0082]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de dicianidamida y 1,28 partes de peso de acetilacetato Co(II) y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 28%. A diferencia de la realización 1, no se añade el ácido itacónico.

[0083] El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

40 (Ejemplo comparativo 7)

[0084] En el ejemplo comparativo 7, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" que en la realización 1.

45 **[0085]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de dicianidamida, y 1, 28 partes de peso de acetilacetato Co(II) y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 27%. A diferencia de la realización 1, no se añade el ácido itacónico.

50 **[0086]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a la realización anteriormente mencionada. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 8)

[0087] En el ejemplo comparativo 8, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" que en la realización 1.

5 **[0088]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de diciandiamida, partes de peso de ácido itacónico, y 1,48 partes de peso de acetilacetato (Co(III) (cobalto trivalente) en lugar de acetilacetato Co(II) en la realización y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 29%.

10 **[0089]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a la realización anteriormente mencionada. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 9)

[0090] En el ejemplo comparativo 9, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" que en la realización 1.

15 **[0091]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de diciandiamida, 20,02 partes de peso de ácido itacónico, y 1,48 partes de peso de acetilacetato Fe(II) (hierro divalente) en lugar de acetilacetato Co(II) en la realización y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 29%.

20 **[0092]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a la realización anteriormente mencionada. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 10)

[0093] En el ejemplo comparativo 10, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" que en la realización 1.

25 **[0094]** Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de diciandiamida, 20,02 partes de peso de ácido itacónico, y 1,48 partes de peso de acetilacetato Fe(III) (hierro trivalente) en lugar de acetilacetato Co(II) en la realización y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 29%.

30 **[0095]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a la realización anteriormente mencionada. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 11)

35 **[0096]** En el ejemplo comparativo 11, para una mezcla de 283 partes de peso en total del mismo fluido base que en la realización 1 anteriormente mencionada, se usa el mismo "HINEX AB20" que en la realización 1.

[0097] Además, se añaden 0,60 partes de peso del mismo agente nivelador que en la realización 1, 8,33 partes de peso de diciandiamida, 20,02 partes de peso de ácido itacónico, y 1,48 partes de peso de acetilacetato Cu(II) (cobre divalente) en lugar de acetilacetato Co(II) en la realización y además se agitan a 5° C permanentemente para preparar el fluido de recubrimiento duro de contenido sólido de alrededor del 29%.

40 **[0098]** El fluido de recubrimiento duro preparado como se ha mencionado anteriormente es usado para formar la capa de recubrimiento duro en un procedimiento similar a la realización anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a la realización anteriormente mencionada. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 12)

45 **[0099]** En el ejemplo comparativo 12, la capa de recubrimiento duro se forma bajo la misma condición que en el ejemplo comparativo 2 anteriormente mencionado. Además, en el ejemplo comparativo 12, se forma un recubrimiento antirreflectante en la superficie superior de la capa de recubrimiento duro bajo la misma condición que en la realización 2 anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El recubrimiento antirreflectante se forma bajo la misma condición que la realización 3. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

50

(Ejemplo comparativo 13)

5 **[00100]** En el ejemplo comparativo 13, la capa de recubrimiento duro se forma bajo la misma condición que en el ejemplo comparativo 5 anteriormente mencionado. Además, en el ejemplo comparativo 13, se forma un recubrimiento antireflectante en la superficie superior de la capa de recubrimiento duro bajo la misma condición que en la realización 2 anteriormente mencionada, y la prueba de resistencia al desgaste es realizada de manera similar a las realizaciones anteriormente mencionadas. El resultado de la prueba se muestra en la Tabla 1.

[Tabla 1]

Datos		Realización 1	Realización 2	Realización 3	Realización 4	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3
Composición	A	o	o	o	o	o	o	o
	B	AB20	AB20	AB20	AB20	1120F	U25	AB20
	C	o	o	o	o	-	-	-
	D	o	o	o	o	-	-	-
	E	Coll	Coll	Coll	Coll	Coll	Coll	Coll
	Otras							
Capa AR		Ninguna	Simple	Doble capa	Doble capa			

			capa	ZrO2	TiO2			
Resistencia al desgaste 60 h	Agrietamiento	o	o	o	o	o	x	x
	Adhesión	o	o	o	o	o	o	O
Resistencia al desgaste 120h	Agrietamiento	o	o	o	o	x	x	x
	Adhesión	o	o	o	o	o	x	x
	Resistencia al deterioro	-	o	o	x	-	-	-

Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6	Ejemplo comparativo 7	Ejemplo comparativo 8	Ejemplo comparativo 9	Ejemplo comparativo 10
o	o	o	o	o	o	o
U25	AB20	U25	AB20	AB20	AB20	AB20
o	o	o	o	o	o	o
o	o	o	-	o	o	O
-	-	-	Coll	Coll	Fell	Fell
Catalizador						
x	x	x	o	x	Insoluble	x
o	o	o	o	o		o
x	x	x	x	x		x
x	x	o	o	o		x
-	-	-	-	-		-

Ejemplo comparativo 11	Ejemplo comparativo 12	Ejemplo comparativo 13
o	o	o
AB20	U25	AB20
o	-	o
o	-	o
Cull	Coll	-
	Catalizador	

	Capa doble ZrO2	Capa simple
x	x	x
x	o	o
x	x	x
x	x	x
-	x	x

<Resultado>

5 **[0101]** Como resultado de la prueba de resistencia al desgaste anteriormente mencionada, se ha encontrado que en contraste con las realizaciones de la invención, la resistencia al desgaste disminuye si el fluido base carece de cualquiera de la diciandiamida, el ácido itacónico y el Co(II). Además se ha encontrado también que no se obtiene buen resultado con un compuesto que no sea Co(II) ya que aparece agrietamiento en el quelato metálico si se usa en vez de Co(II), por ejemplo, en el caso del Co(III).

10 **[0102]** Además, se ha encontrado que se obtiene buena resistencia al desgaste incluso cuando el recubrimiento antireflectante está formado en la superficie superior de la capa de recubrimiento duro y que la resistencia al deterioro del recubrimiento antireflectante es también buena tras realizar la prueba de resistencia al desgaste. Sin embargo, se ha encontrado que la resistencia al desgaste se deteriora tras la prueba de resistencia al desgaste si se compara con otros óxidos de metal si el óxido de titanio se usa como una capa de recubrimiento inferior del recubrimiento antireflectante.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de recubrimiento duro para formar una capa de recubrimiento duro de un sustrato óptico plástico **caracterizado porque** la composición de recubrimiento duro contiene los siguientes componentes A a E:
- A. Hidrolizado de Compuestos de organosilicio
 - B. Partículas finas de óxido de metal compuestas basadas en óxido de titanio
- 5 C. Diciandiamida
- D. Acido policarboxílico orgánico.
 - E. Compuesto Co(II)
2. Una composición de recubrimiento duro de acuerdo a la reivindicación 1, en donde el mencionado ácido policarboxílico orgánico es ácido itacónico.
- 10 3. Una composición de recubrimiento duro de acuerdo a la reivindicación 1 ó 2, en donde las mencionadas partículas finas de un compuesto de óxido de metal son recubiertas por antimonio.
4. Una composición de recubrimiento duro de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, la proporción del componente A al componente B está entre "8:2" a "3:7".
- 15 5. Un producto óptico plástico que comprende una capa de recubrimiento duro que está o directamente formada en una superficie de un sustrato óptico plástico o indirectamente formada en tal superficie por ejemplo estando formada en otra capa aplicada en la mencionada superficie, **caracterizado porque** el recubrimiento duro está hecho de una composición de recubrimiento duro que contiene los siguientes componentes de A a E:
- A. Hidrolizado de Compuestos de organosilicio
 - B. Partículas finas de óxido de metal compuestas basadas en óxido de titanio
- 20 C. Diciandiamida
- D. Acido policarboxílico orgánico.
 - E. Compuesto Co(II)
6. Un producto óptico plástico de acuerdo a la reivindicación 5, en donde el mencionado ácido policarboxílico orgánico es ácido itacónico.
- 25 7. Un producto óptico plástico de acuerdo a la reivindicación 5 ó 6, en donde una única capa o múltiples capas de recubrimiento antireflectante son formadas en la parte superior de la mencionada capa de recubrimiento duro por un método húmedo.
8. Un producto óptico plástico de acuerdo a la reivindicación 7, en donde el mencionado recubrimiento antireflectante está hecho de una estructura de película en donde una capa de recubrimiento basada en un compuesto de organosilicio es colocada al menos en la capa más alta.
- 30 9. Un producto óptico plástico de acuerdo a la reivindicación 7 u 8, en donde las mencionadas múltiples capas de recubrimiento antireflectante están compuestas de capas alternas de una capa de índice de refracción baja y una capa de índice de refracción alto, en donde la capa de índice de refracción alto es una capa de recubrimiento basada en óxido de metal.
- 35 10. Un producto plástico óptico de acuerdo a la reivindicación 9, en donde la mencionada capa de índice de refracción alto es una capa de recubrimiento basada en óxido de metal exclusiva de óxido de titanio.
11. Un producto óptico plástico de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10, en donde las mencionadas partículas finas de un compuesto de capa de recubrimiento basada en óxido de metal están recubiertas por antimonio.
- 40 12. Un producto óptico plástico de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11, en donde la proporción del componente A al componente B está entre "8:2" a "3:7".