



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 405 986

51 Int. Cl.:

C09D 4/00 (2006.01) G02B 1/04 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 02.02.2010 E 10702669 (2)
(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 03.04.2013 EP 2398862

(54) Título: Revestimiento teñible resistente a la abrasión

(30) Prioridad:

17.02.2009 US 372134

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **04.06.2013**

(73) Titular/es:

ESSILOR INTERNATIONAL (COMPAGNIE GÉNÉRALE D'OPTIQUE) (100.0%) 147 Rue de Paris 94220 Charenton le Pont, FR

(72) Inventor/es:

VALERI, ROBERT

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

DESCRIPCIÓN

Revestimiento teñible resistente a la abrasión.

Antecedentes de la invención

10

45

50

La presente invención se refiere a una composición que proporciona un revestimiento teñible resistente a la abrasión sobre un sustrato termoplástico o termoestable, tal como una lente oftálmica.

Se sabe que los materiales plásticos transparentes tales como lentes oftálmicas de policarbonato o placas frontales de pantallas están sujetos a volverse opacos y turbios debido a los arañazos y la abrasión durante su uso.

Se han realizado intentos por superar este problema. En general, las soluciones técnicas propuestas en el pasado, que incluían aplicar un revestimiento curable por UV, usaban una composición con base de disolvente que habitualmente dependía del sustrato. Es decir, las composiciones de revestimiento se formulaban para un material de lente oftálmica específico tal como CR-39 o termoplásticos tales como el policarbonato. Las pocas composiciones encontradas en la literatura exentas de disolventes o sustancialmente exentas de disolventes eran dependientes del sustrato o bien contenían un silano parcialmente hidrolizado o totalmente hidrolizado usado tanto para la adhesión como para la resistencia a la abrasión.

Además, los revestimientos para lentes oftálmicas también se deberían poder teñir incorporando un tinte en los mismos. No obstante, la resistencia a la abrasión y a los arañazos, por un lado, y la posibilidad de tinción, por otro, se consideran con frecuencia propiedades difícilmente compatibles.

20 Entre las soluciones propuestas para conciliar estas propiedades, el documento US-5.614.321 sugiere un una composición de revestimiento curable que comprende sílice coloidal, junto con un compuesto de (met)acrilato que puede reaccionar con dicha sílice, un monómero (preferiblemente un alcoxisilano) portador de grupos (met)acriloxi, un iniciador de radicales libres y un aditivo orgánico con capacidad de tinción. El documento US 2002/0193479 enseña una composición que comprende tanto un alcoxisilano con función epoxi hidrolizado como uno no hidrolizado, junto con un agente de curado y un monómero acrílico, que preferiblemente no porta más de dos funciones acrílicas. De forma análoga, el documento US-6.100.313 describe una composición que comprende un alcoxisilano con función epoxi, un éter glicidílico, un fotoiniciador catiónico, un monómero acrílico y un fotoiniciador de radicales libres. El documento US5246728 propone revestir por centrifugación una solución de revestimiento que contiene al menos el noventa por ciento de tri- y 30 tetraacrilatos en un disolvente de butanol. El documento US2007/238804 propone una composición de revestimiento curable por UV que comprende un monómero acrílico, un monómero epoxídico y sílice coloidal modificada con acrilato/vinil silano mezclada en un sistema de disolventes acuoso/orgánico. El documento WO01/18128 propone una composición de revestimiento teñible resistente a la abrasión a base de alcoxisilanos con funciones epoxi al menos parcialmente hidrolizados.

Se ha observado que las composiciones que utilizan monómeros de silano, a pesar de ser tanto teñibles como resistentes a la abrasión, son hidrolíticamente inestables y tienen una vida útil de aplicación relativamente corta en una máquina de revestimiento diseñada para recircular el revestimiento, debido a que absorben humedad de la atmósfera y/o de lentes que no están totalmente secas (después del lavado automático con agua) durante el procedimiento de revestimiento. Esto causa un aumento de la viscosidad y produce defectos en el flujo en el revestimiento sobre lentes revestidas. El silano hidrolizado también puede dejar partículas de sílice en la máquina de revestimiento, dando lugar a defectos de revestimiento por partículas.

Los autores de la presente invención han descubierto ahora que era posible formular una composición de revestimiento exenta de silano y sílice a base de una combinación específica de monómeros epoxídicos y acrílicos. Esta composición, cuando se cura, da lugar a un buen rendimiento de revestimiento para un revestimiento que proporciona una excelente adhesión a sustratos tanto termoestables como termoplásticos (en especial con los revestimientos antirreflejantes depositados a vacío comerciales), que se puede teñir con una uniformidad excelente, es resistente a la abrasión y a los arañazos y que es hidrolíticamente estable tanto en una botella resistente a UV como cuando se usa en una máquina de revestimiento que recircula el revestimiento.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona una composición de revestimiento curable que comprende:

 a) al menos un monómero elegido de monómeros de poli(met)acrilato de poliol que tienen de 3 a 6 funciones (met)acrilato,

- al menos un monómero elegido de éteres poliglicidílicos de poliol que tienen al menos tres funciones epoxi,
- c) al menos un monómero difuncional,
- d) al menos un fotoiniciador de radicales libres, y
- e) al menos un fotoiniciador catiónico,

en la que la proporción molar de equivalentes de acrilato y equivalentes de epoxi en la composición varía de 3:1 a 4:1,

en la que dichos equivalentes de acrilato y epoxi son equivalentes en peso, medidos en gramos/equivalente,

y en la que la composición está exenta de sílice y de monómeros portadores de una función silano.

10 La presente invención también proporciona un procedimiento para revestir un sustrato que comprende la etapa de revestir dicho sustrato con una composición como la que se ha descrito anteriormente.

Esta invención proporciona además un procedimiento para la elaboración de un artículo, que comprende:

- a) aplicar la composición de acuerdo con la reivindicación 1 a al menos una superficie de un sustrato,
- b) curar dicha composición para formar una superficie revestida sobre dicho sustrato, y
- 15 c) opcionalmente, absorber al menos un tinte en dicha superficie revestida.

Además, la presente invención proporciona un artículo que se puede obtener de acuerdo con dicho procedimiento.

Descripción detallada de la invención

La composición de revestimiento de acuerdo con la presente invención comprende al menos cinco componentes que incluyen un poli(met)acrilato de poliol, un éter poliglicidílico de poliol y un monómero difuncional, de tal modo que la proporción molar de equivalentes de acrilato y equivalentes de epoxi en la composición varía de 3:1 a 4:1.

"Equivalente de acrilatos" o EAP y "equivalente de epoxi" o EEP, significa un peso equivalente, medido en gramos/equivalente. El EEP se calcula usando un procedimiento de valoración. De acuerdo con este procedimiento, se usan ácido perclórico y bromuro de tetraetilamonio para producir bromuro de hidrógeno, que reacciona de forma cuantitativa con grupos epoxi para determinar la cantidad de epoxi presente en la solución. El resultado se expresa en gramos de compuesto epoxi que contienen un equivalente de grupos epoxi. De forma análoga, el peso equivalente de acrílico se mide en gramos/equivalente. Este valor se calcula dividiendo el peso molecular del compuesto acrílico entre el número de funciones acrilato por molécula. Después, se calculan los moles de equivalente de epoxi dividiendo la masa de cada epoxi entre el EEP correspondiente y después se toma la suma. De forma análoga, se calculan los moles de equivalente de acrilatos dividiendo la masa de cada acrilato entre el EAP correspondiente y después se toma la suma.

A continuación se describirán con mayor detalle los diversos componentes de esta composición.

Monómero de poli(met)acrilato de poliol

- El primer componente de la composición de acuerdo con la presente invención es un monómero de poli(met)acrilato de poliol que tiene de 3 a 6 funciones acrilato. Se pretende que este término designe monómeros portadores de al menos tres funciones ácido acrílico o metacrílico que han reaccionado con funciones alcohol. Se pueden elegir ejemplos de monómeros de este tipo del grupo que consiste en: triacrilato de pentaeritritol, triacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de trimetilolpropano, tetraacrilato de pentaeritritol, triacrilato de glicerol, trimetacrilato de 1,2,4-butanotriol, triacrilato de trimetilolpropano propoxilado, triacrilato de glicerilo propoxilado, triacrilato de tris(2-hidroxietil)isocianurato, triacrilato de trimetilolpropano etoxilado, tetraacrilato de ditrimetilolpropano, pentaacrilato de dipentaeritritol, tetraacrilato de dipentaeritritol etoxilado, hexaacrilato de dipentaeritritol modificado con caprolactona, hexaacrilato de dipentaeritritol y sus mezclas.
- 45 Más específicamente, se pueden elegir los monómeros de poli(met)acrilato de poliol de: tri- y/o tetraacrilato de pentaeritritol, hexaacrilato de dipentaeritritol y sus mezclas.

Preferiblemente, estos monómeros se emplean a una concentración en peso de 15 % a 40 %, por ejemplo, de 20 a 35 %, basado en el peso total de la composición (en una base sólida).

Éteres poliglicidílicos de poliol

El segundo componente de la composición de acuerdo con la presente invención es un éter poliglicidílico de poliol. Son ejemplos de compuestos de este tipo: éter triglicidílico de trimetilolmetano, éter triglicidílico de trimetiloletano, éter triglicidílico de trisfenilolmetano, éter triglicidílico de trisfenilolmetano, éter triglicidílico de trisfenilolmetano, éter triglicidílico de trisfenilolmetano, éter triglicidílico de praminofenol, éter triglicidílico de 1,2,6-hexanotriol, éter triglicidílico de glicerol, éter triglicidílico de diglicerol, éter tetraglicidílico de diglicerol, éter tetraglicidílico de diglicerol, éter triglicidílico de glicerol etoxilado, éter triglicidílico de glicerol propoxilado, éter poliglicidílico de sorbitol, éter poliglicidílico de poliglicerol, éter poliglicidílico de pentaeritritol tal como éter tetraglicidílico de pentaeritritol, poli(acrilato de glicidilo), poli(metacrilato de glicidilo), ácidos grasos poliinsaturados modificados con epoxi, éter triglicidílico de ricino y sus mezclas.

Un tipo preferible de éter poliglicidílico de poliol es un éter triglicidílico de poliol. En una realización de la presente invención, el éter triglicidílico de poliol es éter triglicidílico de trimetilolpropano.

Preferiblemente, los éteres poliglicidílicos de poliol se emplean a una concentración en peso de 15 % a 35 %, por ejemplo, de 20 a 30 %, basado en el peso total de la composición (en una base sólida).

Monómeros difuncionales

10

15

20

40

50

El tercer componente de la composición de acuerdo con la presente invención es un monómero difuncional, tal como un di(met)acrilato de poliol, un éter diglicidílico de poliol o sus mezclas.

Ejemplos de di(met)acrilatos de poliol incluyen: diacrilato de neopentilglicol, diacrilato de 1,6-hexanodiol, diacrilato de tetraetilenglicol, diacrilato de 1,3-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, diacrilato de etilenglicol, diacrilato de dietilenglicol, diacrilato de glicerol, diacrilato de 1,3-propanodiol, dimetacrilato de 1,3-propanodiol, diacrilato de 1,4-ciclohexanodiol, dimetacrilato de 1,5-pentanodiol y sus mezclas.

En una realización de la presente invención, se selecciona el monómero difuncional del grupo que consiste en di(met)acrilatos de poliol. En una realización específica, el monómero difuncional comprende dos di(met)acrilatos de poliol, de los que al menos uno es un di(met)acrilato de alcanodiol y de los que al menos uno es un di(met)acrilato de polietilenglicol. Así, el monómero difuncional puede comprender un mezcla de diacrilato de 1,6-hexanodiol con al menos un di(met)acrilato de polietilenglicol con al menos tres unidades de etilenglicol, tal como diacrilato de tetraetilenglicol.

De forma alternativa o adicional, los monómeros difuncionales pueden incluir al menos un éter diglicidílico de poliol. Ejemplos de compuestos de este tipo incluyen: éter diglicidílico de etilenglicol, éter diglicidílico de propilenglicol, éter diglicidílico de butilenglicol, éter diglicidílico de neopentilglicol, éter diglicidílico de 1,4-butanodiol, éter diglicidílico de polietilenglicol, éter diglicidílico de polietilenglicol, éter diglicidílico de polietrametilenglicol, éter diglicidílico de resorcinol y sus mezclas. En una realización de la presente invención, el éter diglicidílico puede ser éter diglicidílico de 1,4-butanodiol.

No obstante, se prefiere que la composición no comprenda ningún éter diglicidílico de poliol.

Preferiblemente, los monómeros difuncionales se emplean a una concentración en peso de 25 a 50 %, por ejemplo, de 30 a 45%, basado en el peso total de la composición (en una base sólida).

Además, preferiblemente, la proporción en peso de la cantidad total de monómeros de poli(met)acrilato de poliol (incluido el monómero de di(met)acrilato de poliol, cuando esté presente) a monómeros de epoxi (incluidos los monómeros de epoxi difuncionales, cuando estén presentes) en la composición varía de 2:1 a 3:1, más preferiblemente de 2,4:1 a 2,6:1.

45 Fotoiniciadores

La composición de la presente invención comprende cantidades catalíticas tanto de iniciadores de radicales libres como de iniciadores catiónicos.

Como iniciadores de radicales libres, se pueden mencionar fotoiniciadores fotoactivados y termoactivados.

Son fotoiniciadores de radicales libres útiles las cetonas aromáticas haloalquiladas tales como las clorometilbenzofenonas; algunos éteres de benzoína tales como éter etílico de benzoína y éter isopropílico de benzoína; dialcoxiacetofenonas tales como dietoxiacetofenona y α,α-dimetoxi-α-fenilacetofenona; hidroxicetonas tales como (1-[4-(2-hidroxietoxi)-fenil]-2-hidroxi-2-metil-1-propan-1-ona) (Irgacure[®] 2959 de

ES 2 405 986 T3

CIBA), 1-hidroxi-ciclohexil-fenil-cetona (Irgacure[®] 184 de CIBA) y 2-hidroxi-2-metil-1-fenilpropan-1-ona (tal como Darocur[®] 1173 comercializado por CIBA); alfa amino cetonas, en particular las que contienen un resto benzoílo, también llamadas alfa amino acetofenonas, por ejemplo, 2-metil-1-[4-fenil]-2-morfolinopropan-1-ona (Irgacure[®] 907 de CIBA), (2-bencil-2-dimetilamino-1-(4-morfolinofenil)-butan-1-ona (Irgacure[®] 369 de CIBA); óxidos y sulfuros de monoacil y bisacil fosfina, tales como óxido de fenilbis(2,4,6-trimetilbenzoil)-fosfina (Irgacure[®] 819 comercializado por CIBA); óxidos de triacil fosfina; y sus mezclas.

También se pueden usar mezclas de fotoiniciadores de radicales libres para alcanzar tanto el curado de superficie como el curado interno. Una mezcla que se puede usar en una realización de la presente invención comprende Darocur[®] 1173 con Irgacure[®] 819, en una proporción en peso de Darocur[®] 1173 a Irgacure[®] 819 que puede variar de 75:25 a 85:15, por ejemplo, de aproximadamente 80:20. En otra realización, se pueden usar mezclas de iniciadores de radicales libres, tales como Genocure[®] LTM comercializado por RAHN USA CORP.

10

20

35

40

55

Los iniciadores catiónicos útiles para el propósito de la presente invención incluyen las sales de onio aromáticas, incluidas sales de elementos del grupo Va, tales como sales de fosfonio, por ejemplo, hexafluorofosfato de trifenilfenacilfosfonio, sales de elementos del grupo VIa, tales como sales de sulfonio, por ejemplo, tetrafluoroborato de trifenilsulfonio, hexafluorofosfato de trifenilsulfonio (tal como Cyracure[®] UVI-6992 comercializado por DOW CHEMICALS) y hexafluoroantimonato de trifenilsulfonio (tal como Cyracure[®] UVI-6976 comercializado por DOW CHEMICALS), y sales de elementos del grupo VIIa, tales como sales de yodonio, por ejemplo, cloruro de difenilyodonio. También se pueden usar otros iniciadores catiónicos además de los mencionados anteriormente; por ejemplo, los hexafluorofosfatos de fenildiazonio que contienen radicales alcoxi o benciloxi como sustituyentes en el radical fenilo como se describe en la patente de Estados Unidos N.º 4.000.115. Son iniciadores catiónicos preferibles para su uso en las composiciones de la presente invención las sales de elementos del grupo VIa y especialmente las sales de sulfonio.

También se pueden usar mezclas de fotoiniciadores catiónicos para alcanzar tanto el curado de superficie como el curado interno. Una mezcla preferible comprende Cyracure[®] UVI-6992 con Cyracure[®] UVI-6976, en una proporción en peso de UVI[®]-6976 a UVI[®]-6992 que puede variar de 70:30 a 80:20, por ejemplo de 75:25.

El experto en la técnica será capaz de elegir las cantidades apropiadas de fotoiniciadores de radicales libres y catiónicos con el fin de curar correctamente los monómeros de acrilato y epoxi de la composición de la presente invención. Por otro lado, se debería ajustar la concentración de fotoiniciador(es) de radicales libres con el fin de curar los monómeros de epoxi a una velocidad similar a la velocidad de curado de los monómeros de acrilato. De lo contrario, el revestimiento curado sería turbio o no se teñiría de manera uniforme.

La proporción en peso de los fotoiniciadores catiónicos y los fotoiniciadores de radicales libres debería ser mayor que 1:1 y puede variar, por ejemplo, de 2:1 a 4:1, preferiblemente de 2,5:1 a 3,8:1 y, más preferiblemente de 2,8:1 a 3,5:1.

La cantidad total de fotoiniciadores de radicales libres puede variar, por ejemplo, de 1,0 a 2,2 por ciento en peso de la composición, mientras que los iniciadores catiónicos se pueden usar a una concentración en peso de 5 % a 10 %, por ejemplo, de 6 % a 8 % con relación al peso total de la composición.

La composición de acuerdo con la presente invención también puede comprender diversos aditivos tales como aditivos de control de flujo, aceptores de radicales, aceleradores del curado, sinérgicos de fotoiniciadores, cargas, pigmentos, disolventes y sus mezclas.

En una realización, la composición de la invención comprende al menos un tensioactivo, al menos uno, al menos un agente deslizante o una mezcla de los mismos.

Preferiblemente, la composición de revestimiento comprende al menos un tensioactivo. Estos tensioactivos pueden ser solubles en agua, insolubles en agua o dispersables en agua. Pueden incluir polímeros modificados por poli(alquilenglicol), a base de polidimetilsiloxanos o poliheptametilsiloxanos.

De forma ventajosa, la composición de la presente invención puede comprender también al menos un agente deslizante tal como polisioloxanos modificados que contienen fluorocarbono, tales como Efka[®] 3034 comercializado por CIBA o acrilatos de silicona tales como Ebecril[®] 1360 comercializado por CYTEC.

La composición de revestimiento también puede comprender, en algunas realizaciones, un promotor de la adhesión tal como un aducto de éter diglicidílico de bisfenol A y un elastómero de butadieno-acrilonitrilo. Un ejemplo de un compuesto de este tipo lo comercializa CVC THERMOSET SPECIALTIES con el nombre comercial Hypox[®] RA1340.

Sin embargo, la composición de revestimiento no incluye ninguna sílice (tal como sílice coloidal). Tampoco incluye ningún monómero que contenga silano, tal como un monómero que contenga alcoxisilano, incluidos

alcoxisilanos modificados con epoxialquilo o acriloxialquilo.

Por otro lado, preferiblemente, esta composición está sustancialmente exenta de disolvente.

Procedimiento de revestimiento

Se puede aplicar la composición de la presente invención a un sustrato con el fin de protegerlo de los arañazos y/o la abrasión y elaborar así un artículo revestido.

Un procedimiento típico para la elaboración de un artículo de este tipo comprende:

- a) aplicar la composición descrita anteriormente a al menos una superficie de un sustrato,
- b) curar dicha composición para formar una superficie revestida sobre dicho sustrato y
- c) opcionalmente, absorber al menos un tinte en dicha superficie revestida.
- El sustrato puede estar fabricado de cualquier polímero orgánico, metal o vidrio. Los ejemplos de estos sustratos incluyen polímeros acrílicos como poli(metacrilato de metilo), poliésteres, tales como poli(tereftalato de etileno) y poli(tereftalato de butileno), poliamidas, poliimidas, copolímeros de acrilonitrilo-estireno, copolímeros de estireno-acrilonitrilo-butadieno, poli(cloruro de vinilo), butiratos y polietileno. Las composiciones de revestimiento de la presente invención son especialmente útiles como revestimientos para policarbonatos, tales como poli(carbonato de bisfenol-A) y los policarbonatos conocidos como Lexan®, comercializado por GENERAL ELECTRIC COMPANY, y como revestimientos presentes en revestimientos protectores también son eficaces e incluyen metales brillantes y opacos como aluminio y superficies metalizadas brillantes como de aleación de cromo pulverizada por bombardeo iónico. Otros sustratos sólidos contemplados en el presente documento incluyen madera, superficies pintadas, cuero, vidrio, cerámica y telas.

Son ejemplos típicos de estos sustratos las lentes oftálmicas de acabado o semiacabado oftálmico. En una realización, la superficie que se va a revestir puede ser la superficie cóncava. Sin embargo, en otra realización, se pueden revestir ambas superficies del sustrato con la composición de la presente invención. Otros sustratos útiles incluyen las placas frontales de pantallas de televisión y ordenador.

Aunque no es necesario, antes de revestir la composición sobre un sustrato, se puede incluir opcionalmente una etapa de imprimación en la que se podría aplicar al sustrato en primer lugar una imprimación tal como una emulsión acrílica termoestable.

Después de aplicar la composición de revestimiento al sustrato o al sustrato imprimado, se puede curar el revestimiento sobre él mediante una cantidad eficaz de radiación UV, que se puede obtener, por ejemplo, de una lámpara Hanovia de 550 watt o un procesador PPG, modelo QC1202.

Las composiciones de revestimiento de la presente invención se pueden aplicar al sustrato seleccionado por procedimientos convencionales, tales como flujo, pulverización o inmersión, para formar una película de superficie continua. En una realización preferible, la composición de la presente invención se aplica sobre el sustrato por un procedimiento de revestimiento por centrifugación.

35 Efecto de la composición

30

La composición de acuerdo con la presente invención permite un revestimiento que se puede teñir de manera uniforme a una velocidad alta y tiene una buena retención del tinte después de la tinción, una buena adhesión tanto a termoplásticos como a termoestables y una buena resistencia a los arañazos y/o a la abrasión. Además, preferiblemente, esta composición tiene una viscosidad que es compatible con los equipos de revestimiento por centrifugación convencionales.

Las propiedades anteriores se pueden evaluar usando los criterios siguientes.

1. Capacidad de tinción del revestimiento

El porcentaje de transmisión de luz de los sustratos de policarbonato y CR-39 teñidos con tintes BPI debería ser igual o menor que el de las lentes revestidas con el UVNV[®] comercial que vende ULTRA OPTICS. Preferiblemente, el policarbonato revestido se debería teñir hasta el 30 % de transmisión o menos en negro 96C BPI después de 15 minutos y el CR-39 revestido se debería teñir hasta el 30 % de transmisión o menos en negro 92C BPI después de 15 minutos, medido con un espectrofotómetro.

2. Uniformidad de la tinción

La uniformidad de la tinción debería ser al menos igual a la de otros revestimientos teñibles comerciales tales

como el UVNV[®] (sin manchas visibles ni patrones de curado irregular) visto sobre papel blanco con una fuente de luz cenital en una transmisión después de la tinción.

3. Retención de tinte

10

25

35

Cuando la lente teñida se limpia con IPA, se debería poder retirar la más mínima cantidad de exceso de tinte después de la tinción.

4. Resistencia a la abrasión

El nivel de turbidez de la norma ASTM (procedimiento D 1003) sobre sustrato de policarbonato debería ser del 0,5 % o menos, medido usando un medidor de turbidez Hazequard[®] de BYK Gardener.

Abrasión de Bayer: Normas 02-002 y 02-008 de la ISTM (medida de la turbidez). La resistencia a la abrasión se mide usando la prueba de Bayer de la ISTM. La norma 02-002 de la ISTM describe la prueba de Bayer como un procedimiento para comparar la resistencia a la abrasión de una lente de prueba con la de una lente convencional de CR-39 sin revestimiento. Se fijan una lente de prueba y una lente de CR-39 convencional con curvas de base convexa iguales a una cubeta que expone el lado convexo de cada lente a 500 gramos de material abrasivo. La cubeta, que contiene el material abrasivo, se somete a ciclos de ida y vuelta lateralmente durante 600 ciclos en cuatro (4) minutos. Una vez que las lentes están limpias, se mide la turbidez. Después, se expresa el cambio en la turbidez de las lentes convencional y de prueba como una proporción donde R = cambio en la turbidez de la lente convencional dividida entre el cambio en la turbidez de la lente de prueba. R se denomina el valor de Bayer de la lente. Además, la abrasión de Bayer debería ser de aproximadamente 1,0, similar por tanto a la del CR-39 sin revestimiento.

20 5. Resistencia a los arañazos

El grado en la prueba de lana de acero manual debería ser de 3 a 5, similar por tanto al de los revestimientos de $UVNV^{\otimes}$.

6. Adhesión (norma 02-010 del ISTM)

Se realiza la adhesión del patrón de ajuste de convergencias sobre lentes revestidas cortando una cuadrícula con cuadrados de 25 x 1 mm usando una herramienta que tiene seis (6) hojas de cuchilla paralelas separadas 1 mm. Se debe cortar la cuadrícula en el revestimiento de al menos 5 a 10 mm separada del borde de la lente. Después, usando cinta 250 de 3M con una adhesión nominal sobre acero = 710 cN/cm (norma D-3330), se retira del rollo un trozo de cinta que no se había expuesto al aire y se aplica de manera uniforme en la cuadrícula usando una espátula de plástico con aproximadamente 15 a 20 mm de cinta que sobresale del borde de la lente. La cinta se retira rápidamente de la lente con un movimiento continuo, rápido y preciso. Esto se repite 5 veces sobre la misma cuadrícula. Una puntuación de 0 se refiere a ninguna pérdida de revestimiento. Una puntuación de 1 se refiere a una pérdida de revestimiento de menos de la mitad de un cuadrado. Toda pérdida de revestimiento mayor de la mitad de un cuadrado se considera un fallo. La adhesión a lentes con superficie de 1,60 (MR8) y 1,67 (MR7) transparentes y después de teñirlas en tinte BPI durante 15 minutos, debería ser 0 o 1, opcionalmente después de usar CR-Scrub.

Por otro lado, la adhesión a lentes con superficie de policarbonato y CR-39 transparentes, y al menos una hora después de teñirlas en tinte BPI durante 15 minutos, debería ser igual a 0 o 1 en la prueba de patrón de ajuste de convergencias llevada a cabo al menos una hora después del revestimiento.

7. Viscosidad

La composición sólida al 100 % (sin disolvente) debería tener una viscosidad de menos de 0,06 Pa·s (60 centipoises) y, preferiblemente, de no más de 0,05 Pa·s (50 centipoises) o incluso próxima a 0,04 Pa·s (40 centipoises), que es compatible con los equipos convencionales de producción revestimientos por centrifugación.

Ejemplos

45 La presente invención se ilustrará con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitantes, que se dan con fines únicamente ilustrativos.

Ejemplo 1: Preparación de composiciones de revestimiento de acuerdo con la invención

Se prepararon cuatro composiciones de revestimiento curables A a D de acuerdo con la presente invención. Su composición se da en la tabla 1 siguiente.

50 Estas composiciones se prepararon como sigue. Se mezclaron los compuestos de epoxi y acrilato al mismo tiempo en un recipiente opaco, junto con los agentes deslizantes. Los fotoiniciadores se añadieron en último

lugar, antes de mezclar. Para lotes de un kg (tamaño de laboratorio), se mezcló cada composición durante un mínimo de dos horas usando una mezcladora de alta velocidad seguido de mezcla durante la noche (16 horas) con una barra magnética agitadora para eliminar las burbujas. Después, se almacenaron las composiciones a temperatura ambiente en botellas marrones resistentes a UV.

5 Tabla 1 - Composiciones de revestimiento

		EJ. 1A	EJ. 1B	EJ. 1B	EJ. 1D
NOMBRE QUÍMICO	NOMBRE COMERCIAL	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
ÉTER TRIGLICIDÍLICO DE TRIMETILOLPROPANO	ERYSIS GE- 30	25,305	26,729	25,175	25,249
TRI- Y TETRAACRILATO DE PENTAERITRITOL	PETIA	23,056		33,231	28,055
HEXAACRILATO DE DIPENTAERITRITOL	MIRAMER M-600		22,787		
DIACRILATO DE 1,6 HEXANODIOL	SR238	26,430	32,871	20,14	27,83
DIACRILATO DE TETRAETILENGLICOL	SR268	15,858	7,962	12,084	9,651
SALES HEXAFLUOROANTIMONATO DE TRIARILSULFONIO	CYRACURE UVI-6976	4,695	4,960	4,67	4,684
SALES HEXAFLUOROFOSFATO DE TRIARILSULFONIO	CYRACURE UVI-6992	1,565	1,653	1,557	1,561
2-HIDROXI-2-METIL-1-FENIL-PROPAN-1-ONA	DAROCUR 1173			1,55	
ÓXIDO DE FENILBIS(2,4,6- TRIMETILBENZOIL)-FOSFINA	IRGACURE 819			0,517	
MEZCLA LÍQUIDA DE FOTOINICIADORES DE RADICALES LIBRES	GENOCURE LTM	2,009	2,038		1,889
TENSIOACTIVO DE POLISILOXANO MODIFICADO CON FLUOROCARBONO	EFKA 3034	0,425	0,427	0,423	0,424
HEXAACRILATO DE SILICONA	EBECRIL 1360	0,658	0,574	0,655	0,656
		0,408 Pa·s	0,445 Pa-s	0,639 Pa-s	0,489 Pa-s
Viscosidad		(40,8 cps)	(44,5 cps)	(63,9 cps)	(48,9 cps)
Moles de equivalentes de epoxi / Moles de equivalentes de acrilato		21,39 % /	24,50 % /	20,45% /	20,53% /
		78,60 %	75,50 %	79,55%	79,46%
Proporción molar de equivalentes de acrilato a equivalentes de epoxi		3,67	3,08	3,89	3,87

Se evaluaron estas composiciones para los seis criterios mencionados anteriormente y pasaron de forma satisfactoria las pruebas descritas anteriormente.

La composición del Ejemplo 1A tenía una viscosidad particularmente baja combinada con una velocidad de tinción alta. El revestimiento obtenido a partir de la misma alcanzó el 20 % de transmisión en tinte negro BPI en sólo 15 minutos.

ES 2 405 986 T3

(continuación)

Este ejemplo demuestra que las composiciones de acuerdo con la presente invención, que tienen una proporción molar de funciones acrilato (sin silicio) a funciones epoxi de 3,0 a 4,0 son útiles como composiciones de revestimiento para sustratos termoplásticos y termoestables.

Ejemplo 2: Preparación de composiciones de revestimiento comparativas

5 Se prepararon las composiciones comparativas 2A a 2E de la misma manera que las composiciones 1A a 1D anteriores. Sus componentes se indican en la tabla 2 siguiente.

Tabla 2 - Composiciones de revestimiento comparativas

10

15

	EJ. 2A	EJ. 2B	EJ. 2C	EJ. 2D	EJ. 2E
NOMBRE QUÍMICO	% en peso				
ÉTER TRIGLICIDÍLICO DE					
TRIMETILIOLPROPANO	19,9	19,485	19,42	20,332	30.390
ÉTER DIGLICIDÍLICO DE 1,4 BUTANODIOL	21,392	20,946	20,88	10.166	
HEXAACRILATO DE DIPENTAERITRITOL	24,661	24,146	28,260	26,696	22,551
DIACRILATO DE 1,6 HEXANODIOL	25,832	25,293	2,179	20,332	26,339
DIMETACRILATO DE TETRAETILENGLICOL			22,099		
DIACRILATO DE TETRAETILENGLICOL				12,199	10,130
SALES HEXAFLUOROANTIMONATO DE TRIARILSULFONIO	5,897	5,623	3,049	5,659	5,639
SALES HEXAFLUOROFOSFATO DE TRIARILSULFONIO		1,874	1,032	1,886	1,879
2-HIDROXI-2-METIL-1-FENIL-PROPAN-1-ONA	1,059	1,323	1,682	1,390	1,731
ÓXIDO DE FENILBIS(2,4,6- TRIMETILBENZOIL)-FOSFINA	0,265	0,337	0,420	0,347	0,346
TENSIOACTIVO DE POLISILOXANO MODIFICADO CON FLUOROCARBONO	0,417	0,408	0,417	0,424	0,422
HEXAACRILATO DE SILICONA	0,577	0,565	0,561	0,570	0,568
	0,460 Pa-s	0,401 Pa-s	0,597 Pa-s	0,541 Pa-s	0,555 Pa-s
Viscosidad	(40,6 cps)	(40,1 cps)	(59,7 cps)	54,1 cps)	(55,5 cps)
Malas da aministrata de assert / Malas de	35,65% /	35,63% /	37,10% /	26,82% /	26,00% /
Moles de equivalentes de epoxi / Moles de equivalentes de acrilato	64,35%	64,37%	62,90%	73,18%	74,00%
Proporción molar de equivalentes de acrilato y equivalentes de epoxi	1,8	1,8	1,7	2,7	2,8

El Ejemplo 2A proporcionó una composición de revestimiento con una turbidez alta sobre policarbonato. Se descubrió que el aumento de fotoiniciadores presentes en el Ejemplo 2B permitió disminuir esta turbidez, que no obstante siguió siendo inaceptable. Después, se cambiaron los compuestos de acrilato de la composición para obtener el Ejemplo 2C, que permitió una turbidez mejor. Sin embargo, esta composición de revestimiento no se adhería lo suficiente al policarbonato. Después, se realizó otro intento de modificar la formulación, que dio lugar al Ejemplo 2D. Sin embargo, la uniformidad de la tinción de la composición resultante no era aceptable con esta composición de revestimiento, que también desprendía tinte después de la tinción al limpiarla con IPA. Después se intentó otro cambio de formulación que dio lugar al Ejemplo 2E. Esta composición tampoco permitía una tinción uniforme.

Finalmente, ninguna de estas composiciones cumplía los criterios requeridos para un revestimiento teñido de manera uniforme con una turbidez baja y buena adhesión a su sustrato. Esto se atribuyó a la baja proporción molar

ES 2 405 986 T3

de equivalentes de acrilato a epoxi.

Ejemplo 3: Preparación de una composición de revestimiento comparativa

Se preparó una mezcla madre mezclando: 25,87 g de ERYSIS® GE-30, 21,32 g de ERYSIS® GE-21, 32,06 g de MIRAMER® M-600, 7,67 g de CYRACURE® UVI-6976, 1,73 g de DAROCUR® 1173 e IRGACURE® 819, 0,53 g de EFKA® 3034 y 0,75 g de EBECRIL® 1360.

Después, se mezclaron 13,84 g de esta mezcla madre con 6,17 g de SR[®] 268 para proporcionar aproximadamente 20 g de una composición de revestimiento.

La proporción molar de equivalentes de acrilato a equivalentes de epoxi era de 1,86.

Esta fórmula era bastante transparente (sin turbidez) pero la adhesión sobre policarbonato no era buena.

10

REIVINDICACIONES

- 1. Una composición de revestimiento curable que comprende:
 - a) al menos un monómero elegido de monómeros de poli(met)acrilato de poliol que tienen de 3 a 6 funciones (met)acrilato,
- 5 b) al menos un monómero elegido de éteres poliglicidílicos de poliol que tienen al menos tres funciones epoxi,
 - c) al menos un monómero difuncional,
 - d) al menos un fotoiniciador de radicales libres, y
 - e) al menos un fotoiniciador catiónico,
- en la que la proporción molar de equivalentes de acrilato a equivalentes de epoxi en la composición varía de 3:1 a 4:1, en la que dichos equivalentes de acrilato y epoxi son pesos equivalentes, medidos en gramos/equivalente, y en la que la composición está exenta de sílice y de monómeros portadores de una función silano.
 - 2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el monómero de poli(met)acrilato de poliol se escoge de: tri- y/o tetraacrilato de pentaeritritol, hexaacrilato de dipentaeritritol y sus mezclas.
- 3. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el éter poliglicidílico de poliol es un éter triglicidílico de poliol.
 - 4. La composición de acuerdo con la reivindicación 3, en la que el éter poliglicidílico de poliol es éter triglicidílico de trimetilolpropano.
 - 5. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el monómero difuncional es un di(met)acrilato de poliol, un éter diglicidílico de poliol o una mezcla de los mismos.
- 20 6. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que el monómero difuncional se selecciona del grupo que consiste en di(met)acrilatos de poliol.
 - 7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que el monómero difuncional comprende dos di(met)acrilatos de poliol, de los que al menos uno es un di(met)acrilato de alcanodiol y de los que al menos uno es un di(met)acrilato de polietilenglicol.
- 25 8. La composición de acuerdo con la reivindicación 7, en la que el monómero difuncional comprende una mezcla de diacrilato de 1,6-hexanodiol con al menos un di(met)acrilato de polietilenglicol que tiene al menos tres unidades de etilenglicol.
 - 9. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la proporción en peso de la cantidad total de monómeros de poli(met)acrilato de poliol, incluidos monómeros de di(met)acrilato de poliol, a monómeros de epoxi, incluidos los monómeros de epoxi difuncionales, en la composición varía de 2:1 a 3:1, preferiblemente de 2,4:1 a 2,6:1.
 - 10. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que está sustancialmente exenta de disolvente.
 - 11. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende al menos un tensioactivo, al menos un agente deslizante o una mezcla de los mismos.
- 12. Un procedimiento para la elaboración de un artículo, que comprende:

30

- a) aplicar la composición de acuerdo con la reivindicación 1 a al menos una superficie de un sustrato,
- b) curar dicha composición para formar una superficie revestida sobre dicho sustrato.
- 13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende además la etapa de absorber al menos un tinte en dicha superficie revestida.
- 40 14. Un procedimiento para revestir un sustrato que comprende la etapa de revestir dicho sustrato con una composición de acuerdo con la reivindicación 1.
 - 15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12 o 13, en el que el sustrato es una lente oftálmica acabada o semiacabada.
 - 16. Un artículo que se puede obtener de acuerdo con el procedimiento de la reivindicación 12 o 13.