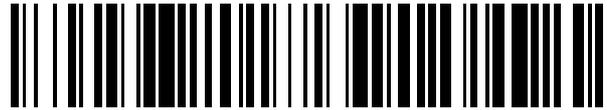


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 539 711**

51 Int. Cl.:

C03C 17/30 (2006.01)

G02B 1/10 (2015.01)

G02B 1/11 (2015.01)

G02C 7/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2010 E 10808928 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2015 EP 2519474**

54 Título: **Artículo de óptica que incluye un revestimiento anti-vaho temporal que tiene una durabilidad mejorada**

30 Prioridad:

28.04.2010 FR 1053269

31.12.2009 FR 0959685

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

03.07.2015

73 Titular/es:

SATISLOH AG (100.0%)

Neuhofstrasse 12

6340 Baar , CH

72 Inventor/es:

CADET, MAMONJY;

FEUILLADE, MATHIEU y

HENKY, FRANCIS

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 539 711 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

Artículo de óptica que incluye un revestimiento anti-vaho temporal que tiene una durabilidad mejorada

5 El presente invento se refiere a un artículo óptico revestido con un revestimiento que tiene en su superficie grupos silanoles, generalmente un revestimiento antirreflectante, cuya superficie ha sido modificada para permitir una aplicación eficaz y duradera de una solución anti-vaho temporal, así como un procedimiento de fabricación de tal artículo de óptica.

10 Numerosos soportes, tales como materiales plásticos y el cristal, presentan el inconveniente de recubrirse de un vaho cuando la temperatura de su superficie desciende por debajo del punto de rocío del aire ambiente. Este es el caso, en particular, del vidrio que se utiliza para formar acristalamientos para vehículos de transporte o edificios, cristales de gafas, lentes o lentillas, espejos, etc. La formación de vaho en estas superficies entraña una disminución de la transparencia, debido a la difusión de la luz por las gotas de agua, lo que puede provocar un malestar importante.

15 Para evitar la formación de vaho en un entorno muy húmedo, es decir la condensación de minúsculas gotitas de agua sobre un soporte, se ha propuesto depositar en la superficie externa de este soporte revestimientos hidrófilos, que tienen un ángulo de contacto estático con el agua bajo, de preferencia inferior a 50°, preferiblemente inferior a 25°. Estos revestimientos anti-vaho permanentes actúan como esponjas frente al vaho y permiten a las gotitas de agua adherirse a la superficie del soporte formando una película muy fina que da una sensación de transparencia. Estos revestimientos están generalmente constituidos por especies muy hidrófilas tales como sulfonatos o poliuretanos.

Productos comerciales incluyen capas hidrófilas de varios micrones de grosor.

De manera general, cuando el grosor de los revestimientos es elevado (varios micrones), estos revestimientos, como consecuencia de la absorción de agua, se hinchan, se ablandan y resultan menos resistentes mecánicamente.

20 Por revestimiento anti-vaho permanente, se entiende un revestimiento cuyas propiedades hidrófilas se derivan de compuestos hidrófilos unidos de manera permanente a otro revestimiento o soporte. La solicitud EP 1324078 describe una lente revestida con un revestimiento anti-abrasión y de un revestimiento antirreflectante multicapa que comprende una alternancia de capas de índice de refracción alto y bajo cuya capa externa es una capa de índice de refracción bajo (1,42 -1,48) de 5 a 100 nm de grosor que forma un revestimiento anti-vaho que consiste en una capa híbrida que posee un ángulo de contacto estático con el agua inferior a 10°, obtenida por depósito bajo vacío simultáneamente de un compuesto orgánico y de sílice o de sílice y de alúmina, es decir por co-evaporación de estos diferentes constituyentes. El revestimiento anti-vaho contiene preferiblemente de 0,02 a 70% en masa de compuesto orgánico con relación a la masa total del revestimiento, y típicamente de 6 a 15% de masa, de acuerdo con los ejemplos.

30 El compuesto orgánico incluye un grupo hidrófilo y un grupo reactivo, por ejemplo un grupo trialcóxisililo que tiene de 3 a 15 átomos de carbono, y posee de preferencia una masa molar de 150 a 1500 g/mol. Algunos compuestos preferidos poseen un esqueleto de poliéter, en particular polioxitileno y un grupo reactivo en cada extremidad de la molécula. Entre los compuestos preferidos figuran el polietilén glicol glicidil éter, el polietilén glicol monoacrilato y la N-(3-trimetoxisililpropil) gluconamida.

35 El revestimiento anti-vaho se presenta por tanto como una capa de sílice (o de sílice y de alúmina) que incorpora un compuesto orgánico hidrófilo. Su carácter anti-vaho evoluciona sin embargo en el tiempo, y se observa progresivamente un deterioro de las propiedades anti-vaho. Cuando resultan demasiado débiles, pueden ser restauradas por un tratamiento de "lavado" de la película anti-vaho, en particular un tratamiento por plasma.

En la práctica, el procedimiento de co-evaporación de la solicitud EP 1324078 es muy difícil de poner en práctica. Sería preferible un procedimiento que permite obtener un revestimiento anti-vaho sin emplear co-evaporación.

40 Las patentes Norteamericanas US 6.251.523 y US 6.379.776 describen un cristal anti-vaho y antirreflectante para automóviles o lentes, que comprende un sustrato de vidrio que tiene un revestimiento antirreflectante a base de sílice de 110-250 nm de grosor que presenta una rugosidad de superficie Ra del orden de 5-10 nm, revestido a su vez con un revestimiento anti-vaho permanente de 8 nm de grosor obtenido por depósito por vía líquida o en fase vapor del compuesto $\text{CH}_3\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{6-9}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ o de un hidrolizado de este compuesto. En el estado inicial, el revestimiento anti-vaho presenta un ángulo contacto estático con el agua de 3°.

Otra solución para combinar propiedades antirreflectantes y anti-vaho consiste en utilizar una capa delgada porosa de bajo índice de refracción, constituida en parte de tensioactivos, los cuales permiten a la capa adquirir propiedades anti-vaho. Esta capa es generalmente depositada sobre una superficie hidrófila.

50 Así, la patente Norteamericana US 5997621 describe un revestimiento poroso antirreflectante y anti-vaho a base de óxidos metálicos (bolas de sílice) y de tensioactivos aniónicos moderadamente solubles en el agua, que poseen generalmente una cabeza hidrófila iónica de tipo ácido carboxílico, sulfonato, fosfato y una cadena fluorada. Con el fin de inmovilizarlos sobre un sustrato, los tensioactivos son de preferencia capaces de unirse de manera covalente a los óxidos metálicos. La solicitud WO 97/43668 describe una construcción análoga.

La solicitud EP 0871046 describe un sistema anti-vaho y antirreflectante que comprende una capa porosa a base de óxido inorgánico depositada sobre una capa absorbente de agua de algunos micrones de grosor, obtenida por policondensación de un hidrolizado de alcóxido inorgánico en presencia de un compuesto de ácido poliácrico. La capa porosa, que desempeña el papel de antirreflectante, permite el acceso del agua a la capa absorbente.

- 5 Las propiedades anti-vaho también se pueden obtener aplicando soluciones temporales comerciales, disponibles en forma de pulverizadores o de toallitas, sobre cristales de gafas que incluyen como capa externa un revestimiento antimanchas (hidrófobo y oleófobo), a menudo considerado como indispensable cuando el cristal oftálmico dispone de un revestimiento antirreflectante. Permiten obtener durante un corto período de tiempo la propiedad anti-vaho. El aspecto de
10 facilidad de limpieza impartido por el revestimiento antimanchas se conserva, pero después de unos pocos secados, la propiedad anti-vaho es muy degradada. En efecto, las soluciones temporales contienen materiales de naturaleza hidrófila que tienen interacciones débiles con la superficie hidrófoba del revestimiento antimanchas, si bien después de unos pocos secados, estos materiales hidrófilos son evacuados.

- Una solución más interesante consiste en obtener un revestimiento anti-vaho mediante aplicación de una solución hidrófila temporal a la superficie de un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho, lo que representa una
15 alternativa a los revestimientos anti-vaho permanentes.

La solicitud EP 1275624 describe una lente revestida de una capa hidrófila inorgánica dura a base de óxidos metálicos y de óxido de silicio. Su naturaleza hidrófila y la presencia de partes cóncavas de tamaño nanométrico en su superficie permiten impregnar un surfactante y retenerle adsorbido durante un largo período, lo que mantiene un efecto anti-vaho durante varios días. Sin embargo, un efecto anti-vaho se manifiesta también en la ausencia de surfactante.

- 20 Las solicitudes JP 2004-317539 y JP 2005-281143 describen una lente revestida con un revestimiento antirreflectante multicapa y/o de un revestimiento anti-abrasión y de un revestimiento precursor de revestimiento anti-vaho, que presenta un ángulo de contacto estático con el agua de 50° a 90°. El revestimiento anti-vaho propiamente dicho, que es un revestimiento temporal, es obtenido después de aplicación a la superficie del revestimiento precursor de un surfactante.

- El revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho es obtenido a partir de una composición que comprende un
25 compuesto orgánico que incluye un grupo hidrófilo de naturaleza polioxiétileno, un grupo reactivo capaz de reaccionar con la capa externa del revestimiento antirreflectante, en particular una capa de sílice, tal como los grupos alcoxisilano $\text{Si}(\text{OR})_n$, silanol SiOH o isocianato, y opcionalmente un grupo hidrófobo fluorado, y la composición es elegida de manera que el ángulo de contacto estático con el agua del revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho varía de 50° a 90°. Los compuestos orgánicos utilizados en el precursor del revestimiento anti-vaho tienen preferiblemente una masa molar
30 de 700-5000 o 430-3700 g/mol. Como ejemplos de tales compuestos, se pueden citar los compuestos $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{22}\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ o $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$. El revestimiento precursor se ha descrito como teniendo de 0,5 a 20 nm de grosor. El ángulo de contacto relativamente elevado del revestimiento precursor es buscado pues permite, según estas solicitudes, eliminar fácilmente las manchas que provienen del secado de gotas de agua.

- 35 Sin embargo, se continúan buscando composiciones para revestimiento anti-vaho temporal a partir de las cuales se puede formar, por procedimientos fácilmente puestos en práctica, capas cuyas propiedades anti-vaho son más eficaces, más duraderas en el tiempo y/o bajo la acción de sollicitaciones mecánicas, al tiempo que se conserva una facilidad de limpieza aceptable.

- 40 Se buscan revestimientos anti-vaho que presenten igualmente buenas propiedades mecánicas, (resistencia a la abrasión y al rayado).

El objetivo del presente invento es la preparación de tales revestimientos anti-vaho temporales, que mejoren sensiblemente la durabilidad de la propiedad anti-vaho, conservando al mismo tiempo buenas propiedades mecánicas.

- Otro objetivo del invento es la obtención de un revestimiento anti-vaho inmediatamente operacional, es decir un
45 revestimiento que, cuando un sustrato de vidrio transparente revestido de este revestimiento es colocado en condiciones que generan vaho sobre dicho sustrato no equipado de dicho revestimiento, permite alcanzar inmediatamente (es decir en menos de 1 segundo) una agudeza visual $> 6/10$, y preferiblemente $10/10$, sin aparición de vaho para un observador que observa a través del cristal revestido una escala de agudeza visual E de Snellen (ESCALA ARMAIGNAC (Tridentes) (E de Snellen) LECTURA A 5 M, ref. T6 disponible en FAX INTERNACIONAL) situada a 5 metros de distancia.

- Otro objetivo del invento es la obtención de un artículo de óptica que posee a la vez propiedades anti-vaho y
50 antirreflectantes.

Estos objetivos pueden alcanzarse, según el invento, gracias a una modificación de los grupos silanoles en la superficie de un artículo de óptica, por injerto de un compuesto de organosilano particular.

- 55 Así, el presente invento se refiere a un artículo de óptica, de preferencia un cristal de gafas, que comprende un sustrato revestido con un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles y, en contacto directo con este revestimiento, un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho, caracterizado por que el revestimiento precursor

del revestimiento anti-vaho:

- es obtenido por injerto de al menos un compuesto organosilano que posee:
 - un grupo polioxialquileno, y
 - al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable,
- 5 - tiene un grosor inferior o igual a 5 nm,
- posee un ángulo de contacto estático con el agua superior a 10° e inferior a 50°.

10 El invento se refiere igualmente a un artículo de óptica, de preferencia un cristal de gafas, tal como el anterior, en el que el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho está además revestido con una película de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo. En otros términos, este artículo de óptica está revestido con un revestimiento anti-vaho temporal según el invento.

El invento será descrito de forma más detallada en referencia al dibujo adjunto, en el que la fig. 1 representa la evolución, en función del tiempo, de las propiedades anti-vaho de artículos de óptica según el invento y comparativos inicialmente expuestos a vapor caliente.

15 En la presente solicitud, un revestimiento que está "sobre" un sustrato/revestimiento o que ha sido depositado "sobre" un sustrato/revestimiento es definido como un revestimiento que (i) está posicionado por encima del sustrato/revestimiento, (ii) no está necesariamente en contacto con el sustrato para revestimiento, es decir que uno o varios revestimientos intermedios pueden estar dispuestos entre el sustrato/revestimiento y el revestimiento en cuestión (sin embargo, está de preferencia en contacto con dicho sustrato/revestimiento), y (iii) no recubre necesariamente el sustrato/revestimiento completamente. Cuando "una capa 1 está localizada bajo una capa 2", se comprenderá que la capa 2 está más alejada del sustrato que la capa 1.

25 Por "revestimiento anti-vaho", se entiende en la presente solicitud un revestimiento que, cuando un sustrato de vidrio transparente revestido de este revestimiento es colocado en condiciones que generan vaho sobre dicho sustrato no equipado de dicho revestimiento, permite inmediatamente una agudeza visual > 6/10 para un observador que observa a través del vidrio revestido una escala de agudeza visual situada a 5 metros de distancia. Varios ensayos que permiten evaluar las propiedades anti-vaho de un revestimiento están descritas en la parte experimental. En condiciones generadoras de vaho, los revestimientos anti-vaho pueden o bien no presentar vaho en su superficie (sin distorsión visual en el caso ideal, o bien con distorsión visual pero con una agudeza visual > 6/10 en las condiciones de medición indicadas más arriba), o bien presentar vaho en su superficie pero igualmente permitir, a pesar de la perturbación de la visión provocada por el vaho, una agudeza visual > 6/10 en las condiciones de medición indicadas anteriormente. Un revestimiento no anti-vaho no permite una agudeza visual > 6/10 en tanto que es expuesto a condiciones que generan vaho y presenta generalmente un velo de condensación en las condiciones de medición indicadas anteriormente.

30 Por "cristal anti-vaho", se entiende en la presente solicitud un cristal equipado de un "revestimiento anti-vaho" tal como se ha definido anteriormente.

35 Así, el precursor del revestimiento anti-vaho según el invento, que es un revestimiento hidrófilo, no es considerado como un revestimiento anti-vaho en el sentido del invento, incluso si manifiesta ciertas propiedades anti-vaho, que pueden ser constatadas por ejemplo por medio de un ensayo de aliento descrito en la parte experimental. Efectivamente, este precursor de revestimiento anti-vaho no permite una agudeza visual > 6/10 en las condiciones de medición indicadas anteriormente, como aparece en la fig. 1, que será comentada más adelante.

40 Por revestimiento anti-vaho temporal, se entiende un revestimiento anti-vaho obtenido después de la aplicación de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo a la superficie de un revestimiento precursor de dicho revestimiento anti-vaho. La durabilidad de un revestimiento anti-vaho temporal está generalmente limitada por secados de su superficie, no estando enganchadas de forma permanente las moléculas de tensioactivos a la superficie del revestimiento sino simplemente adsorbidas de forma más o menos duradera.

45 El artículo de óptica preparado según en el invento comprende un sustrato, de preferencia transparente, que tiene caras principales delantera y trasera, comprendiendo al menos una de dichas caras principales un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles, de preferencia en las dos caras principales. Por cara trasera (generalmente cóncava) del sustrato, se entiende la cara que, durante la utilización del artículo, está más próxima al ojo del portador. Inversamente, por cara delantera (generalmente convexa) del sustrato, se entiende la cara que durante la utilización del artículo, es la más alejada del ojo del portador.

50 Aunque el artículo según el invento puede ser un artículo de óptica cualquiera susceptible de ser confrontado a una formación de vaho, tal como una pantalla, un acristalamiento para la industria del automóvil o de la edificación, o un espejo, es de preferencia una lente óptica, mejor una lente oftálmica para gafas, o una pieza elemental de lente óptica u oftálmica.

Esto excluye artículos tales como las lentillas intraoculares en contacto con tejidos vivos o lentes de contacto, que no están intrínsecamente confrontadas al problema de formación de vaho, contrariamente a los cristales de gafas.

5 El revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles del invento puede ser formado sobre al menos una de las caras principales de un sustrato desnudo, es decir no revestido, o sobre al menos una de las caras principales de un sustrato ya revestido de uno o varios revestimientos funcionales.

El sustrato del artículo de óptica según el invento puede ser un vidrio mineral u orgánico, por ejemplo un vidrio orgánico de material plástico termoplástico o termoendurecible.

10 Clases de sustratos particularmente preferidas son los poli(tiouretanos), los poliepisulfuros y las resinas que resultan de la polimerización o (co)polimerización de bis alil carbonatos de alquilen glicoles. Estos últimos son vendidos, por ejemplo, bajo la denominación comercial CR -39® por la sociedad PPG Industries (lentes ORMA® ESSILOR).

15 En ciertas aplicaciones, es preferible que la superficie principal del sustrato esté revestida de uno o varios revestimientos funcionales previamente al depósito del revestimiento que incluye en su superficie grupos de silanoles. Estos revestimientos funcionales clásicamente utilizados en óptica pueden ser, sin limitación, una capa primaria antichoque, un revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado, un revestimiento polarizado, el revestimiento fotocromático o un revestimiento coloreado, en particular una capa primaria antichoque revestida con una capa anti-abrasión y/o anti-rayado.

El revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles es de preferencia depositado sobre un revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado. El revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado puede ser cualquier capa clásicamente utilizada como revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado en el dominio de las lentes oftálmicas.

20 Los revestimientos resistentes a la abrasión y/o a los rayados son preferiblemente revestimientos duros a base de poli(met)acrilatos o de silanos que comprenden generalmente una o varias cargas minerales destinadas a aumentar la dureza y/o el índice de refracción del revestimiento una vez endurecido. Por (met)acrilato, se entiende un acrilato o un metacrilato.

25 Los revestimientos duros anti-abrasión y/o anti-rayado son de preferencia elaborados a partir de composiciones que comprenden al menos un alcoxisilano y/o un hidrolizado de éste, obtenido por ejemplo por hidrólisis con una solución de ácido clorhídrico, y opcionalmente catalizadores de condensación y/o de endurecimiento y/o tensioactivos.

Entre los revestimiento recomendados en el presente invento, se pueden citar los revestimientos a base de hidrolizados de epoxisilanos tales como los descritos en las patentes EP 0614957, US 4.211.823 y US 5.015.523.

El grosor del revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado varía generalmente de 2 a 10 µm, preferiblemente de 3 a 5 µm.

30 Previamente al depósito del revestimiento anti-abrasión y/o anti-rayado, es posible depositar sobre el sustrato un revestimiento de imprimación que mejora la resistencia al choque y/o la adhesión de las capas posteriores en el producto final.

Este revestimiento puede ser cualquier capa de imprimación anti-choque clásicamente utilizada para los artículos de material polímero transparente, tales como lentes oftálmicas.

35 Entre las composiciones de imprimación preferidas, se pueden citar las composiciones a base de poliuretanos termoplásticos, tales como las descritas en las patentes JP 63-141001 y JP 63-87223, las composiciones de imprimación poli(met)acrílicas, tales como las descritas en la patente Norteamericana US 5.015.523, las composiciones a base de poliuretanos termoendurecibles, tales como las descritas en la patente EP 0404111 y las composiciones a base de látex poli(met)acrílicos o de látex de tipo poliuretano, tales como las descritas en las patentes US 5.316.791 y EP 0680492.

40 Las composiciones de imprimación preferidas son las composiciones a base de poliuretanos y las composiciones a base de látex, en particular los látex de poliuretano y poli(met)acrílicos, y sus mezclas. Las capas de imprimación tienen generalmente grosores, después de endurecimiento, de 0,2 a 2,5 µm, preferiblemente de 0,5 a 1,5 µm.

45 El revestimiento que comprende en su superficie grupos silanoles va a ser descrito ahora. Por revestimiento que comprende en su superficie grupos de silanoles, se entiende un revestimiento que posee naturalmente en su superficie grupos silanoles, o bien un revestimiento cuyos grupos silanoles han sido creados después de que haya sido sometido a un tratamiento de activación de superficie. Este revestimiento es, por lo tanto, un revestimiento a base de siloxanos o de sílice, por ejemplo, sin limitación, una capa de sílice, un revestimiento de sol-gel, a base en particular de organosilanos tales como los alcoxisilanos, o un revestimiento a base de coloides de sílice. Puede tratarse en particular de un revestimiento anti-abrasión o anti-rayado, o, según el modo de realización preferido, un revestimiento antirreflectante monocapa o un revestimiento antirreflectante multicapa cuya capa externa posee en su superficie grupos silanoles. Por 50 capa externa de un revestimiento, se entiende la capa más alejada del sustrato.

El tratamiento de activación de superficie que crea grupos silanoles o que aumenta por lo menos su proporción en la superficie de un revestimiento es generalmente llevado a cabo bajo vacío. Se puede tratar de un bombardeo con

- 5 especies energéticas y/o reactivas, por ejemplo un haz de iones ("Ion Pre-Cleaning" "Pre-Limpieza con Iones" o "IPC") o un haz de electrones, de un tratamiento por descarga de corona, por efluvios, de un tratamiento UV, o de un tratamiento por plasma bajo vacío, generalmente un plasma de oxígeno o de argón. Puede tratarse igualmente de un tratamiento de superficie ácida o básica y/o por disolventes (agua, agua oxigenada o disolvente orgánico). Varios de estos tratamientos pueden ser combinados.
- Por especies energéticas (y/o reactivas), se entienden en particular especies iónicas que tienen una energía que va de 1 a 300 eV, preferiblemente de 1 a 150 eV, mejor de 10 a 150 eV, y mejor aún de 40 a 150 eV. Las especies energéticas pueden ser especies químicas tales como iones, radicales, o especies tales como fotones o electrones.
- 10 El tratamiento de activación puede ser igualmente un tratamiento de superficie químico ácido, básico, de preferencia realizado por vía líquida, o bien un tratamiento por medio de un disolvente o mezcla de disolventes.
- El revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles es de preferencia una capa con un índice de refracción bajo a base de sílice (que comprende sílice), idealmente consiste en una capa de sílice (SiO₂), generalmente obtenida por depósito en fase vapor.
- 15 Dicha capa a base de SiO₂ puede comprender, además de sílice, uno o varios materiales diferentes convencionalmente utilizados para la fabricación de capas delgadas, por ejemplo uno o varios materiales elegidos entre los materiales dieléctricos descritos más adelante en la presente descripción. Esta capa a base de SiO₂ está preferiblemente exenta de Al₂O₃.
- Los inventores han constatado que no era indispensable efectuar un tratamiento de superficie cuando la capa es una capa a base de sílice, en particular cuando era obtenida por evaporación.
- 20 El revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles comprende de preferencia al menos el 70% en masa de SiO₂, mejor al menos el 80% en masa y mejor aún al menos el 90% en masa de SiO₂. Como se ha dicho, en una realización óptima, comprende el 100% en masa de sílice.
- El revestimiento que incluye en su superficie grupos de silanoles puede ser igualmente un revestimiento sol-gel a base de silanos tales como alcoxisilanos, por ejemplo el tetraetoxisilano u organosilanos tales como el γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano. Tal revestimiento es obtenido por depósito por vía líquida, utilizando una composición líquida que contiene un hidrolizado de silanos y eventualmente materiales coloidales de alto (> 1,55, preferentemente > 1,60, mejor > de 1,70) o de bajo (\leq 1,55) índice de refracción. Tal revestimiento cuyas capas comprenden una matriz híbrida orgánica/inorgánica a base de silanos en la que son dispersados materiales coloidales que permiten ajustar el índice de refracción de cada capa están descritos, por ejemplo, en la patente FR 2858420.
- 25 Según un modo de realización del invento, el revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles es una capa a base de sílice depositada sobre un revestimiento anti-abrasión, de preferencia depositada directamente sobre este revestimiento anti-abrasión.
- Dicha capa a base de sílice (que comprende sílice) es, preferiblemente, una capa de sílice, generalmente obtenida por depósito en fase vapor. Tiene de preferencia un grosor inferior o igual a 500 nm, mejor que varía de 5 a 20 nm, y aún mejor de 10 a 20 nm de grosor.
- 35 De preferencia, el depósito de dicha capa a base de sílice es realizado regulando la presión, mediante adición de gas en el recinto de depósito, estando el gas en forma no iónica, preferiblemente mediante adición de oxígeno, a una presión que va típicamente de $5 \cdot 10^{-5}$ a $5 \cdot 10^{-4}$ mbar.
- 40 Según otro modo de realización del invento, que constituye el modo de realización preferido, el artículo de óptica según el invento incluye un revestimiento antirreflectante. Cuando tal revestimiento está presente, constituye generalmente el revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles en el sentido del invento. Este revestimiento antirreflectante puede ser cualquier revestimiento antirreflectante utilizado convencionalmente en el campo de la óptica, en particular de la óptica oftálmica, siempre que tenga en su superficie grupos silanoles.
- Un revestimiento antirreflectante se define como un revestimiento, depositado en la superficie de un artículo de óptica, que mejora las propiedades antirreflectantes del artículo de óptica final. Permite reducir la reflexión de la luz en la interfaz artículo-aire sobre una parte relativamente grande del espectro visible.
- 45 Como es bien conocido igualmente, los revestimientos antirreflectantes incluyen clásicamente un apilamiento monocapa o multicapa de materiales dieléctricos. Estos son, preferiblemente, revestimientos multicapa, que comprenden capas de índice de refracción alto (HI) y capas de índice de refracción bajo (BI).
- 50 En la presente solicitud, una capa de revestimiento antirreflectante es llamada capa de índice de refracción alto cuando su índice de refracción es superior a 1,55, preferiblemente superior o igual a 1,6, mejor superior o igual a 1,8 y aun mejor superior o igual a 2,0. Una capa de un revestimiento antirreflectante es llamada capa de índice de refracción bajo cuando su índice de refracción es inferior o igual a 1,55, preferiblemente inferior o igual a 1,50, mejor inferior o igual a 1,45. A

menos que se indique lo contrario, los índices de refracción a los que se hace referencia en el presente invento se expresan a 25° C para una longitud de onda de 550 nm.

5 Las capas HI son capas clásicas de índice de refracción alto, bien conocidas en la técnica. Comprenden generalmente uno o varios óxidos minerales tales como, sin limitación, la zirconia (ZrO_2), el óxido de titanio (TiO_2), el pentóxido de tántalo (Ta_2O_5), el óxido de neodimio (Nd_2O_3), el óxido de praseodimio (Pr_2O_3), el titanato de praseodimio ($PrTiO_3$), La_2O_3 , Dy_2O_5 , Nb_2O_5 , Y_2O_3 .

Las capas BI son, igualmente, bien conocidas y pueden comprender, sin limitación, SiO_2 , MgF_2 , ZrF_4 , alúmina (Al_2O_3), AlF_3 , quiolita ($Na_3Al_3F_{14}$), criolita ($Na_3[AlF_6]$), y sus mezclas, de preferencia SiO_2 o SiO_2 dopado con alúmina. Pueden utilizarse, igualmente, capas SiOF (SiO_2 dopado con flúor).

10 Cuando la capa BI que comprende una mezcla de SiO_2 y de Al_2O_3 es utilizada, comprende preferiblemente de 1 a 10%, mejor de 1 a 8% y aún mejor de 1 a 5% en masa de Al_2O_3 con relación a la masa total de $SiO_2 + Al_2O_3$ en esta capa.

Generalmente, las capas HI tienen un grosor físico que varía de 10 a 120 nm, y las capas BI tienen un grosor físico que varía de 10 a 100 nm.

15 Preferentemente, el grosor total del revestimiento antirreflectante es inferior a 1 micrón, mejor inferior o igual a 800 nm y mejor aun inferior o igual a 500 nm. El grosor total del revestimiento antirreflectante es generalmente superior a 100 nm, preferiblemente superior a 150 nm.

Más preferiblemente, el revestimiento antirreflectante comprende al menos dos capas de índice de refracción bajo (BI) y al menos dos capas de índice de refracción alto (HI). Preferiblemente, el número total de capas del revestimiento antirreflectante es inferior o igual a 8, mejor inferior o igual a 6.

20 No es necesario que las capas HI y BI se alternen en el revestimiento antirreflectante, aunque pueden estarlo de acuerdo con un modo de realización del invento. Dos capas HI (o más) puede ser depositadas una sobre la otra, como dos capas BI (o más) puede ser depositadas una sobre la otra.

25 Las diferentes capas de revestimiento antirreflectante son, preferiblemente, depositadas por depósito en fase vapor, bajo vacío, según una de las siguientes técnicas: i) por evaporación, eventualmente asistida por haz iónico; ii) por pulverización por haz de iones; iii) por pulverización catódica; iv) por depósito químico en fase vapor asistida por plasma. Estas diferentes técnicas se describen en los libros "Thin Film Processes" y "Thin Film Processes II," Vossen & Kern, Ed., Academic Press, 1978 y 1991, respectivamente. Una técnica particularmente recomendada es la técnica de evaporación bajo vacío.

30 Cuando el revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles es un revestimiento antirreflectante, el factor de reflexión luminosa de un artículo revestido con tal revestimiento antirreflectante, indicado R_v , es inferior a 2,5% por cara, mejor inferior a 2% por cara y aun mejor inferior a 1% por cara del artículo. En un modo de realización óptimo, el artículo comprende un sustrato cuyas dos superficies principales están revestidas de un revestimiento antirreflectante según el invento y presentan un valor de R_v total (cúmulo de reflexión debido a las dos caras) inferior a 1,5%. Los medios para llegar a tales valores de R_v son bien conocidos por el experto en la técnica.

35 En la presente solicitud, el "factor de reflexión luminosa" es tal como se ha definido en la norma ISO 13666:1998, y medido conforme a la norma ISO 8980-4, es decir, que se trata de la media ponderada de la reflexión espectral del espectro visible entre 380 y 780 nm.

40 Antes de la formación del precursor del revestimiento anti-vaho sobre el revestimiento que tiene en su superficie grupos silanoles, por ejemplo un revestimiento antirreflectante, es común someter la superficie de este revestimiento a un tratamiento de activación física o química, destinado a aumentar la adhesión del precursor del revestimiento anti-vaho. Estos tratamientos pueden ser elegidos entre los descritos precedentemente para la activación del revestimiento que comprende en su superficie grupos silanoles.

Según el invento, el revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles está directamente en contacto con el revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho, que va a ser descrito ahora.

45 Por "precursor de un revestimiento anti-vaho", se entiende en la presente solicitud un revestimiento que, si se le aplica en su superficie una solución líquida que contiene un surfactante de manera que forme una película, constituye un revestimiento anti-vaho en el sentido del invento. El conjunto constituido por el revestimiento precursor y la película de solución a base de surfactante constituye el revestimiento anti-vaho propiamente dicho.

50 El revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho es un revestimiento que tiene un grosor inferior o igual a 5 nm, preferiblemente de 4 nm o menos, mejor de 3 nm o menos y aún mejor de 2 nm o menos, que posee un ángulo de contacto estático con el agua superior a 10° e inferior a 50°, que es obtenido por injerto permanente de al menos un compuesto organosilano que posee un grupo polioxialquileno y al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable.

Según uno de los modos de realización del invento, el revestimiento es depositado por aplicación de una composición que comprende un hidrolizado del compuesto organosilano que posee un grupo polioxialquileno y al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable.

5 Se recomienda evitar una condensación de los compuestos organosilano hidrolizados con el fin de que ellos puedan conservar un máximo de funciones silanoles libres de reaccionar con el fin de facilitar el injerto de estos compuestos en la superficie del artículo de óptica y limitar la formación de prepolímeros siloxanos antes del injerto. Esta es la razón por la que el grosor de compuesto organosilano depositado es tan pequeño.

10 Así se ha recomendado aplicar la composición con bastante rapidez después de la hidrólisis, típicamente menos de 2 horas, preferiblemente menos de 1 hora, mejor menos de 30 minutos después de haber procedido a la hidrólisis (mediante la adición de una solución acuosa ácida, típicamente de HCl).

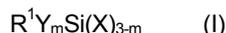
De manera óptima, se aplica la composición menos de 10 minutos, mejor aún menos de 5 minutos y preferiblemente menos de 1 minuto después de haber procedido a la hidrólisis.

Es preferible efectuar la hidrólisis sin calentamiento, es decir, típicamente a una temperatura de 20 a 25° C.

15 De una manera general, el depósito de capas de algunos nm de grosor necesita utilizar composiciones muy diluidas, con un contenido de extracto seco muy débil, lo que ralentiza las cinéticas de condensación.

El compuesto organosilano utilizado es capaz, gracias a su grupo reactivo que contiene silicio, de establecer una unión covalente con los grupos silanoles presentes en la superficie del revestimiento sobre el que es depositado.

20 El compuesto organosilano del invento comprende una cadena de polioxialquileno funcionalizada en una sola extremidad o en sus dos extremidades, preferiblemente en una sola extremidad, por un grupo que incluye al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable. Este compuesto organosilano comprende, preferiblemente, un átomo de silicio portador de al menos dos grupos hidrolizables, de preferencia tres grupos hidrolizables. Preferiblemente, no comprende grupo de uretano. Se trata, preferiblemente, de un compuesto de fórmula:



25 en la que los grupos Y, idénticos o diferentes, son grupos orgánicos monovalentes unidos al silicio por un átomo de carbono, los grupos X, idénticos o diferentes, son grupos hidrolizables, R¹ es un grupo que comprende una función polioxialquileno, m es un número entero igual a 0, 1 ó 2. Preferiblemente m = 0.

30 Los grupos X son preferentemente elegidos entre los grupos alcoxi -O-R³, en particular alcoxi en C₁-C₄, aciloxi -O-C(O)R⁴ donde R⁴ es un radical alquilo, preferentemente en C₁-C₆, de preferencia metilo o etilo, halógenos tales como Cl, Br y I o trimetilsiloxi (CH₃)₃SiO-, y las combinaciones de estos grupos. De preferencia, los grupos X son grupos alcoxi, y en particular metoxi o etoxi, y mejor etoxi.

El grupo Y, presente cuando m no es nulo, es de preferencia un grupo hidrocarbonado, saturado o no, de preferencia en C₁-C₁₀ y mejor en C₁-C₄, por ejemplo un grupo alquilo, tal como metilo o etilo, un grupo vinilo, un grupo arilo, por ejemplo fenilo, eventualmente sustituido, en particular por uno o varios grupos de alquilo en C₁-C₄. De preferencia Y representa el grupo metilo.

35 Según un modo de realización preferido, el compuesto de fórmula I comprende un grupo trialcóxisililo tal como un grupo trietóxisililo o trimetóxisililo.

El grupo polioxialquileno del compuesto organosilano (grupo R¹) comprende, de preferencia, menos de 80 átomos de carbono, mejor menos de 60 átomos de carbono, y aún mejor menos de 50 átomos de carbono. El grupo R¹ verifica de preferencia estas mismas condiciones.

40 El grupo R' tiene generalmente la fórmula -L-R², donde L es un grupo divalente unido al átomo de silicio de los compuestos de fórmula I o II por un átomo de carbono, y R² es un grupo que comprende un grupo polioxialquileno unido al grupo L por medio de un átomo de oxígeno, estando comprendido este átomo de oxígeno en el grupo R². Ejemplos no limitativos de grupos L son los grupos alquileno lineales o ramificados, eventualmente sustituidos, cicloalquileno, arileno, carbonilo, amido, o combinaciones de estos grupos como los grupos cicloalquilenoalquileno, biscicloalquilano, 45 biscicloalquilenoalquileno, arilenoalquileno, bisfenileno, bisfenilenoalquileno, amido alquileno, en los que un ejemplo es el grupo CONH(CH₂)₃, o bien los grupos -OCH₂CH(OH)CH₂- y -NHC(O)-. Los grupos L preferidos son los grupos alquileno, de preferencia lineal, que tiene de preferencia 10 átomos de carbono o menos, mejor 5 átomos de carbono o menos, por ejemplo el grupo etileno y propileno.

50 Los grupos R² preferidos comprenden un grupo polioxi-etileno -(CH₂CH₂O)_n-, polioxi-propileno, o combinaciones de estos grupos.

Los organosilanos de fórmula I preferidos son compuestos de la fórmula II siguiente:



donde R' es un átomo de hidrógeno, un grupo acilo o un grupo alquilo, lineal o ramificado, eventualmente sustituido por uno o varios grupos funcionales, y que puede incluir además uno o varios enlaces dobles, R es un grupo alquileo lineal o ramificado, de preferencia lineal, por ejemplo un grupo etileno o propileno, L' y L'' son grupos divalentes, X, Y y m son tales como se han definido anteriormente, n' es un número entero que va desde 1 a 10, de preferencia de 1 a 5, n es un número entero que va de 2 a 50, de preferencia de 5 a 30, mejor de 5 a 15, m' es igual a 0 ó 1, de preferencia 0, m'' es igual a 0 ó 1, de preferencia 0.

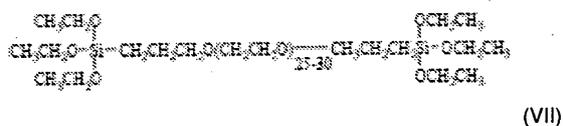
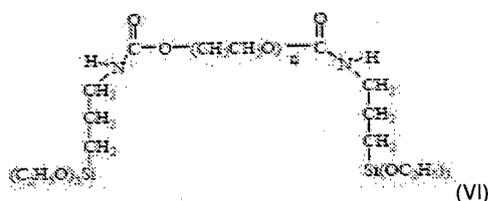
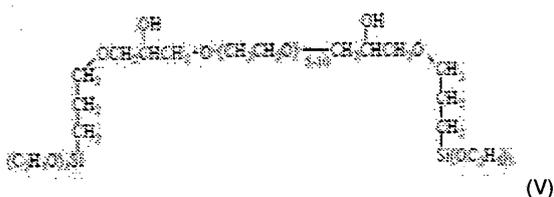
Los grupos L' y L'', cuando están presentes, pueden ser elegidos entre los grupos divalentes L precedentemente descritos y representan de preferencia el grupo -OCH₂CH(OH)CH₂- o el grupo -NHC(O)-. En este caso, los grupos -OCH₂CH(OH)CH₂- o -NHC(O)- están conectados a los grupos adyacentes (CH₂)_n (en el caso de un grupo L') y R' (en el caso de un grupo L'') por medio de su átomo de oxígeno (para el grupo -OCH₂CH(OH)CH₂-) o por medio de su átomo de nitrógeno (para el grupo -NHC(O)-).

Según un modo de realización, m = 0 y los grupos hidrolizables X designan grupos metoxi o etoxi, n' es de preferencia igual a 3. Según otro modo de realización, R' designa un grupo alquilo que posee menos de 5 átomos de carbono, de preferencia el grupo metilo. R' puede también designar un grupo acilo alifático o aromático, en particular el grupo acetilo.

Finalmente, R' puede designar un grupo trialcoxisilialquileo o trihalogenosilialquileo tal como el grupo -(CH₂)_n-Si(R⁵)₃ donde R⁵ es un grupo hidrolizable tal como los grupos X definidos precedentemente y n'' es un número entero tal como el grupo n' definido precedentemente. Un ejemplo de tal grupo R' es el grupo -(CH₂)₃Si(O₂CH₃)₃. En este modo de realización, el compuesto organosilano incluye dos átomos de silicio portadores de al menos un grupo hidrolizable.

Según modos de realización preferidos, n es igual a 3, o bien varía de 6 a 9, de 9 a 12, de 21 a 24, o de 25 a 30, de preferencia de 6 a 9.

Como ejemplos de compuestos de fórmula II, se pueden citar los 2-[metoxi(polietileno)propil]trimetoxisilano de fórmulas CH₃O-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃ (III) y CH₃O-(CH₂CH₂O)₉₋₁₂-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃ (IV), comercializados por Gelest Inc. o ABCR, el compuesto de fórmula CH₃O-(CH₂CH₂O)₃-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃ (VIII), los compuestos de fórmula CH₃O-(CH₂CH₂O)_n-(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃ donde n = 21-24, los 2-[metoxi(polietileno)propil] triclorosilanos, el 2-[acetoxi(polietileno)propil] trimetoxisilano de fórmula CH₃C(O)O-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃, el 2-[acetoxi(polietileno)propil] trietoxisilano de fórmula CH₃C(O)O-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃, el 2-[hidroxi(polietileno)propil]trimetoxisilano de fórmula HO-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃, el 2-[hidroxi(polietileno)propil]triethoxisilano de fórmula HO-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃, los compuestos de fórmulas HO-(CH₂CH₂O)₈₋₁₂-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃, y HO-(CH₂CH₂O)₈₋₁₂-(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃, el óxido de propilen-bis[(3-metildimetoxisilil)propil], y los compuestos de dos cabezas siloxanos tales como el óxido de polietilen-bis[(3-trietoxisililpropoxi)-2-hidroxi] de fórmula (V), el óxido de polietilen-bis[(N,N'-trietoxisililpropil)-aminocarbonil] de fórmula (VI) con n = 10-15 y el óxido de polietilen-bis(trietoxisililpropil) de fórmula (VII):



Los compuestos de fórmula II preferidos son los [alcoxi(polialquilenoxi)alquil]trialcoxisilanos o sus análogos trihalogenados (m = m' = m'' = 0, R' = alcoxi).

De preferencia, el compuesto organosilano del invento no posee átomo de flúor. Típicamente, el índice de masa de flúor en el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho es inferior a 5%, de preferencia inferior a 1% en peso y mejor de 0%.

5 De preferencia la masa molar del compuesto organosilano según el invento va de 400 a 4000 g/mol, de preferencia de 400 a 1500 g/mol, mejor de 400 a 1200 g/mol, y aún mejor de 400 a 1000 g/mol.

Es naturalmente posible injertar una mezcla de compuestos de fórmula I o II, por ejemplo una mezcla de compuestos que difieren por la longitud de su cadena polioxiálquileo RO.

10 Según un modo de realización del invento, el precursor del revestimiento anti-vaho comprende más de 80% en masa de compuesto organosilano según el invento, con relación a la masa total del precursor del revestimiento anti-vaho, de preferencia más de 90%, mejor más de 95% e idealmente más de 98%. Según un modo de realización, el precursor de revestimiento anti-vaho consiste en una capa de dicho compuesto organosilano.

15 De preferencia, el precursor de revestimiento anti-vaho del invento contiene menos de 5% en masa de óxido metálico o de metaloide (por ejemplo de sílice o de alúmina) con relación a la masa total del revestimiento, mejor no comprende. Cuando el compuesto organosilano utilizado para la formación del revestimiento anti-vaho es depositado bajo vacío, de preferencia ningún óxido metálico es co- evaporado con él, según la técnica de la co- evaporación de al menos un compuesto orgánico y de al menos un compuesto inorgánico descrito en la solicitud EP 1324078.

De preferencia, el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho no contiene agente de reticulación, lo que significa que no es formado, de preferencia a partir de una composición que contiene un agente de reticulación, por ejemplo el tetraetoxisilano.

20 El precursor de revestimiento anti-vaho del invento posee un ángulo de contacto estático con el agua estrictamente superior a 10° y estrictamente inferior a 50°, de preferencia inferior o igual a 45°, mejor $\leq 40^\circ$, aún mejor $\leq 30^\circ$ e idealmente $\leq 25^\circ$. Este ángulo de contacto va, preferiblemente, de 15° a 40°, mejor de 20° a 30°.

25 El depósito del compuesto organosilano en la superficie del revestimiento que incluye grupos silanoles puede ser realizado según técnicas habituales, de preferencia por depósito en fase gaseosa o en fase líquida, idealmente en fase gaseosa, por evaporación bajo vacío.

30 Cuando se realiza el injerto en fase gaseosa, por ejemplo, por evaporación bajo vacío, puede ir seguido, si es necesario, por una etapa de eliminación del exceso del compuesto organosilano depositado de manera que no conserve más que el compuesto organosilano efectivamente injertado en la superficie del revestimiento que tiene grupos silanoles. Las moléculas no injertadas son así evacuadas. Tal etapa de eliminación debe ser realizada, en particular, cuando el espesor del precursor de revestimiento anti-vaho depositado inicialmente es superior a 5 nm.

Esta etapa de eliminación del exceso de compuesto organosilano es, sin embargo, en ciertos casos inexistente, en la medida en que es posible depositar el compuesto organosilano de manera que forme una capa injertada, es decir, cuando se cuida que el grosor depositado no sobrepasa unos pocos nanómetros. La regulación de los parámetros de depósito para alcanzar tales grosores está al alcance del experto en la técnica.

35 Sin embargo, es preferible formar el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho depositando un exceso de compuesto organosilano en la superficie del revestimiento que incluye grupos silanoles y eliminando el exceso de este compuesto depositado pero no injertado. En efecto, los inventores han constatado que cuando se forma directamente una capa de compuesto organosilano injertado que tiene un grosor inferior o igual a 5 nm, que no necesita una eliminación de un exceso de compuesto organosilano, puede obtenerse en ciertos casos un revestimiento precursor de
40 revestimiento anti-vaho cuya superficie no posee una afinidad suficiente frente a una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo, lo que conducirá a un revestimiento que no posee las propiedades anti-vaho buscadas.

De manera sorprendente, esto no es observado más que cuando el compuesto organosilano es depositado en exceso, como se ha indicado precedentemente, y que este exceso es eliminado. El grosor físico real de la capa de compuesto organosilano depositado en exceso es, preferiblemente, inferior o igual a 20 nm.

45 La eliminación del exceso de compuesto organosilano depositado puede ser realizada mediante aclarado (vía líquida) utilizando, por ejemplo, una solución de agua jabonosa y/o por secado (en seco). De preferencia, la etapa de eliminación comprende un aclarado seguido de un secado.

50 Preferentemente, el aclarado es realizado limpiando el artículo con el agua jabonosa (que contiene un tensioactivo) por medio de una esponja. A continuación, se procede a un aclarado con el agua desionizada, y opcionalmente, la lente es a continuación, sometida a un secado durante típicamente menos de 20 segundos, preferentemente de 5 a 20 segundos, por medio de un tejido CEMOI™ o Selvith™ impregnado de alcohol, típicamente de alcohol isopropílico. A continuación, puede efectuarse un nuevo aclarado con el agua desionizada y secar con un trapo. El conjunto de estas etapas puede realizarse manualmente o estar parcial o totalmente automatizado.

La etapa de eliminación del exceso de compuesto organosilano conduce a una capa de compuesto organosilano que tiene un grosor de 5 nm o menos. El compuesto organosilano depositado en la superficie del artículo de óptica forma por tanto una capa mono-molecular o casi mono-molecular.

5 El compuesto organosilano puede ser previamente disuelto en un disolvente antes de ser evaporado, para controlar mejor la velocidad de evaporación y de depósito. El grosor de la película puede ser controlado de esta manera gracias a esta disolución y ajustando la cantidad de solución a evaporar.

Cuando el injerto es realizado por vía líquida, por ejemplo, por remojo o centrifugación, no es generalmente necesario proceder a una etapa de eliminación del exceso de compuesto organosilano depositado.

10 El revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho según el invento posee una rugosidad débil. Típicamente, en el caso de un compuesto organosilano depositado por fase vapor, la rugosidad Ra es inferior a 2 nm, típicamente del orden de 1 nm.

Re (nm) es el valor de la rugosidad media de la superficie medida:

$$Ra = \frac{1}{LxLy} \cdot \int_0^{Ly} \int_0^{Lx} |f(x, y)| \cdot dx \cdot dy$$

Lx y Ly son las dimensiones de la superficie medida, f(x,y) es la superficie en el plano centrado.

15 Un revestimiento anti-vaho temporal según el invento es obtenido depositando una película de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo en la superficie del revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho.

Esta solución proporciona a los cristales una protección temporal contra el vaho creando una capa uniforme en su superficie que ayuda a dispersar las gotitas de agua sobre la superficie del cristal de manera que no formen vaho visible.

20 La aplicación de la solución de tensioactivo puede ser realizada mediante cualquier técnica conocida, principalmente por inmersión o centrifugación.

La solución de tensioactivo es aplicada preferentemente por depósito de una gota de esta solución a la superficie del precursor del revestimiento anti-vaho y luego extendiéndole de manera que cubra de preferencia la totalidad de dicho revestimiento precursor.

25 La solución de tensioactivo aplicada es generalmente una solución acuosa, que contiene de preferencia de 0,5 a 10%, mejor de 2 a 8% en masa de tensioactivo. Se utilizar ventajosamente una solución de mantenimiento comercial que contiene un tensioactivo, disponible en forma de pulverizador o de toallitas.

30 Puede ser empleada una gran variedad de tensioactivos. Estos pueden ser iónicos (catiónicos, aniónicos o anfóteros) o no iónicos, de preferencia no iónicos o aniónicos. Sin embargo, una mezcla de tensioactivos que pertenecen a estas diferentes categorías puede ser considerada. Estos agentes tensioactivos están en su mayor parte disponibles en el comercio.

De preferencia, se utiliza un agente tensioactivo que incluye grupos poli(oxialquilenos).

35 Como ejemplos de surfactantes no iónicos utilizables en el presente invento, se pueden citar los poli(alquilenoxi)alquil-éteres, en particular los poli(etilenoxi)alquil-éteres, comercializados por ejemplo por ICI bajo las denominaciones BRIJ®, las poli(alquilenoxi)alquil-aminas, las poli(alquilenoxi)alquil-amidas, los alcoholes grasos polietoxilados, polipropoxilados o poliglicerolados, los alfa-dioles grasos polietoxilados, polipropoxilados o poliglicerolados, los alquilfenoles grasos polietoxilados, polipropoxilados o poliglicerolados y los ácidos grasos polietoxilados, polipropoxilados o poliglicerolados, teniendo todos una cadena grasa que incluye por ejemplo de 8 a 18 átomos de carbono, pudiendo ir el número de agrupamientos óxido de etileno u óxido de propileno en particular de 2 a 50 y pudiendo ir el número de agrupamientos de glicerol en particular de 2 a 30, incluyendo los dioles acetilénicos etoxilados, los compuestos del tipo copolímeros de bloques a la vez bloques hidrófilos y bloques hidrófobos (por ejemplo bloques polioxi-etileno y polioxi-propileno, respectivamente), los copolímeros poli(oxi-etileno)-poli(dimetil-siloxano) y los surfactantes que incorporan un grupo sorbitano.

45 Los surfactantes aniónicos preferidos son los que comprenden un grupo ácido sulfónico, se pueden citar a los alquilsulfosuccinatos, los alquilétersulfosuccinatos, los alquilamidassulfosuccinatos, los alquilsulfosuccinatos, las sales débicas de ácido polioxi-etileno alquil sulfosuccínico, las sales débicas de ácido alquil sulfosuccínico, los alquilsulfacetatos, las sales de hemi-ésteres de ácido sulfosuccínico, los alquilsulfatos y aril sulfatos tales como el dodecibenceno sulfonato de sodio y el dodecilsulfato de sodio, los sulfatos de alcohol graso etoxilados, los alquilétersulfatos, alquilamidoétersulfatos, alquilarilpoliétersulfatos, los alquilsulfonatos, alquilsulfatos, los alquiléterfosfatos, alquilamidassulfonatos, alquilarilsulfonatos, α -olefina-sulfonatos, los etoxisulfatos de alcoholes secundarios, los ácidos éteres carboxílicos polioxi-alquilenados, los sulfatos de monoglicérido, las sales de polioxi-etileno alquil éter del ácido

- 5 sulfúrico, las sales de ésteres del ácido sulfúrico, los N-aciltauratos tales como las sales de N-acilmetiltaurina, las sales de ácidos monosulfónico hidroxialcanos o los monosulfonatos de alcenos, incluyendo el radical alquilo o acilo de todos estos compuestos de preferencia de 12 a 20 átomos de carbono e incluyendo el eventual grupo oxialquileno de estos compuestos de preferencia de 2 a 50 unidades monómeras. Estos tensioactivos aniónicos, y muchos otros, utilizables en la presente solicitud, están descritos en la solicitud EP 1418211 y en la patente Norteamericana US 5.997.621.
- Como agentes tensioactivos catiónicos utilizables en el presente invento, se pueden citar las sales de aminas grasas primarias, secundarias o terciarias, eventualmente polioxialquilenadas, las sales de amonio cuaternario tales como los cloruros o los bromuros de tetraalquilamonio, de alquilamidoalquiltrialquilamonio, de trialquilbencilamonio, de trialquilhidroxialquil-amonio o de alquilpiridinio, los derivados de imidazolina o los óxidos de aminas de carácter catiónico.
- 10 Según un modo de realización, el tensioactivo utilizado comprende un tensioactivo fluorado. En este caso, se utilizarán de preferencia los que incluyen al menos un grupo fluoroalquilo o polifluoroalquilo y mejorar los que incluyen al menos un grupo perfluoroalquilo.
- Una solución de surfactante disponible en el comercio para conferir una propiedad anti-vaho es la solución Carity Defog It® de la sociedad Nanofilm.
- 15 En lugar de una solución de tensioactivo, es posible utilizar compuestos hidrófilos, más particularmente compuestos sin propiedades tensioactivas que incluyen al menos un grupo hidrófilo, de preferencia un grupo poli(oxialquileno), pero las soluciones de tensioactivos son preferidas y dan mejores resultados anti-vaho que soluciones a base de compuestos hidrófilos no tensioactivos. El revestimiento anti-vaho del invento presenta de preferencia un ángulo de contacto estático con el agua inferior o igual a 10°, mejor inferior o igual a 5°.
- 20 Un revestimiento anti-vaho inmediatamente operacional es obtenido a partir de la aplicación de la solución de tensioactivo, lo que constituye una de las principales ventajas del invento. Así, no es necesario aplicar varias veces una solución de tensioactivo para ver manifestarse el efecto anti-vaho, como sucede con ciertos productos de la técnica anterior.
- Además, el efecto anti-vaho ejercido por el revestimiento anti-vaho es duradero en el tiempo, ya que se ejerce durante un periodo que puede ir desde varios días a varias semanas con lo que es una neta mejora con relación a los revestimientos anti-vaho conocidos. Esta durabilidad es ensayada durante solicitudes mecánicas correspondientes a secados repetidos, en un procedimiento descrito en la parte experimental.
- 25 El revestimiento anti-vaho es temporal pero fácilmente renovable, en la medida en que basta proceder a una nueva aplicación de tensioactivo cuando no quedan ya suficientes moléculas de agente tensioactivo adsorbidas en la superficie del precursor del revestimiento anti-vaho. Este último queda por tanto "activable" en cualesquiera circunstancias.
- 30 El artículo de óptica según el invento no posee revestimiento antimanchas, en particular revestimiento antimanchas a base de silanos fluorados, pero se revela que posee sin embargo una actitud a la limpieza satisfactoria. Su facilidad de limpieza de trazas de sebo es menos buena que la de un revestimiento antimanchas fluorado, pero mejor que la de un revestimiento antirreflectante desnudo, es decir desprovisto de revestimiento antimanchas.
- 35 Sin embargo, la facilidad de aplicación de productos anti-vaho temporales sobre el precursor de revestimiento anti-vaho según el invento, es mayor que sobre los revestimientos antimanchas fluorados generalmente utilizados. Además, la durabilidad del efecto anti-vaho obtenido gracias a un producto anti-vaho temporal es mejor en el marco del invento que cuando este producto anti-vaho es aplicado sobre un revestimiento antimanchas.
- 40 El invento se refiere igualmente a un procedimiento de preparación de un artículo de óptica, de preferencia de un cristal de gafas, tal como se ha definido anteriormente, que comprende:
- a) proporcionar un sustrato revestido de un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles
 - b) depositar sobre dicho revestimiento, de preferencia por evaporación bajo vacío, al menos un compuesto organosilano que posee un grupo polioxialquileno y al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable, de manera que obtenga una capa de compuesto organosilano injertado que tiene un grosor inferior o igual a 5 nm, eliminando eventualmente el exceso de compuesto organosilano depositado pero no injertado
- 45 en la superficie del revestimiento que incluye grupos silanoles, de manera que obtenga un ángulo de contacto estático con el agua superior a 10° e inferior a 50°.
- Este procedimiento puede además comprender una etapa suplementaria de depósito de una película de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo en la superficie de la capa formada en la etapa b), dando así acceso a un
- 50 revestimiento anti-vaho.
- De preferencia, el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho no es sometido a un calentamiento prolongado antes de la aplicación de dicha solución ácida que contiene al menos un tensioactivo. Un calentamiento del revestimiento precursor a 50-60° C durante varias horas correría el riesgo de dañar el artículo de óptica. Por otra parte, durante el

depósito del precursor del revestimiento anti-vaho, no hay necesidad de calentar el artículo de óptica.

5 El invento se refiere finalmente a un artículo de óptica, de preferencia un cristal de gafas, que comprende un sustrato revestido de un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles, incluyendo una parte de la superficie de dicho revestimiento en su superficie grupos silanoles que están en contacto directo con un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho tal como se ha definido precedentemente, e incluyendo otra parte de la superficie de dicho revestimiento en su superficie grupos silanoles, de preferencia estando el resto de su superficie en contacto directo con un revestimiento hidrófobo y/o oleófobo y adhiriéndose al mismo. Estas partes puede ser continuas o discontinuas.

10 Tal artículo de óptica es utilizable en particular como artículo de demostración de propiedades anti-vaho, después de aplicación en su superficie de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo y/o un compuesto hidrófilo sin propiedades tensioactivas tal como se ha definido precedentemente, y luego exponiendo el artículo condiciones generadoras de vaho (aliento, refrigerador, vapor de agua hirviente...) o sometiendo su superficie a uno o varios secados antes de una exposición a las condiciones generadoras de vaho.

El artículo de óptica se empaña sobre la parte de la superficie recubierta de revestimiento hidrófobo y/o oleófobo y queda transparente en la zona que incluye el revestimiento anti-vaho.

15 Los revestimientos hidrófobos y/o oleófobos, o capas superiores antimanchas, utilizables en este artículo de óptica están descritos en particular en la solicitud WO 2010/055261. Son naturalmente diferentes de los revestimientos anti-vaho del invento.

20 Los revestimientos hidrófobos y/o oleófobos utilizados tienen de preferencia una energía superficial inferior o igual a 14 mJ/m², de preferencia inferior o igual a 12 mJ/m², conforme al método Owens Wendt descrito en el artículo referenciado en la solicitud WO 2010/055261.

25 Tal artículo de óptica puede ser formado, sin que el invento esté limitado a tal procedimiento, habiendo recurrido a un artículo de óptica revestido de un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles, estando revestida al menos una parte de la superficie de dicho revestimiento directamente de un revestimiento hidrófobo y/o oleófobo, sometiendo al menos una parte de este revestimiento hidrófobo y/o oleófobo a un tratamiento que permite eliminar, de manera que desnude el revestimiento subyacente que incluye en su superficie grupos silanoles, y luego depositando sobre la superficie así desnudada al menos un compuesto organosilano según el invento, de manera que forme un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho tal como se ha descrito precedentemente.

30 Cualquier medio químico o físico que permita eliminar una parte de un revestimiento hidrófobo y/o oleófobo puede ser utilizado. Se preferirá emplear un bombardeo del revestimiento por iones de argón con ayuda de un cañón de iones, pero se puede citar igualmente un tratamiento por plasma bajo vacío, por descarga de corona, un bombardeo por un haz de electrones, o un tratamiento UV, en condiciones fácilmente determinables por el experto en la materia. Si el artículo de óptica comprende una capa electro-conductora, en particular una capa conductora que confiere propiedades antiestáticas en un revestimiento antirreflectante, se utiliza preferentemente un bombardeo iónicos para evitar un daño del artículo. A fin de limitar el tratamiento de eliminación en una parte solamente del revestimiento hidrófobo y/o oleófobo, se podrá utilizar un medio de protección tal como una máscara o cualquier otra técnica apropiada, dispuesta sobre la superficie del artículo a tratar o eventualmente interpuesta entre la fuente y la superficie a tratar en el caso de un tratamiento por especies energéticas tales como iones, fotones o electrones.

35 La utilización de máscaras en óptica es clásica, y está descrita particularmente en la patente Norteamericana US 5.792.537.

40 Como alternativa, el artículo de óptica ya citado puede ser fabricado a partir de una lente recubierta de un revestimiento según el invento, del que se desnuda parcialmente la superficie que incluye grupos silanoles según el procedimiento descrito precedentemente, y luego se viene a depositar sobre la superficie desnudada un revestimiento hidrófobo y/o oleófobo.

Los ejemplos siguientes ilustran el invento de manera más detallada pero no limitativa.

45 EJEMPLOS

1. Materiales y artículos de óptica utilizados

50 La sílice es utilizada en forma de granulados proporcionados por la sociedad Optron Inc. El compuesto organosilano utilizado en los ejemplos para formar el precursor del revestimiento anti-vaho es el 2-[metoxi(polietilenoxi)propil]trimetoxisilano que posee de 6 a 9 unidades de óxido de etileno (ejemplos 1-4, 6, 7), de fórmula (III) y de masa molar 450-600 g/mol (CAS N°: 65994-07-2, Ref: SIM6492.7, proporcionado por la sociedad Gelest, Inc.), o el 2-[metoxi(polietilenoxi)propil]trimetoxisilano que posee 3 unidades de óxido de etileno (ejemplo 5), de fórmula (VIII).

Los compuestos organosilanos comparativos utilizados en los ejemplos comparativos C4 a C7 son el 2-

[metoxi(poli(etileno)oxi)propil]trimetoxisilano que posee 45 unidades de óxido de etileno, de fórmula $\text{CH}_3\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{45}-$
 $(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ (IX), proporcionado por Interchim, o el compuesto $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{45}\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ (X),
 proporcionado por ABCR (CAS N°: 37251-86-8). El compuesto de fórmula (X) es el compuesto utilizado en el ejemplo
 comparativo 3 de la solicitud JP 2005-281143.

- 5 Salvo indicación en sentido contrario, los cristales utilizados en los ejemplos según el invento comprenden un sustrato de lente de poliuretano plano (PTU termoendurecible comercializado por Mitsui Toatsu Chemicals), de índice de refracción igual a 1,60 de 65 mm de diámetro, de potencia -2,00 dioptrías y de grosor 1,2 mm.

Estos cristales son tratados sobre las dos caras según los procedimientos descritos a continuación, siendo tratada la cara cóncava antes que la cara convexa.

- 10 Este sustrato es revestido de un revestimiento anti-abrasión y anti-rayado de índice de refracción igual a 1,60, así como de un revestimiento antirreflectante monocapa de aproximadamente 100 nm de grosor y de índice de refracción igual a 1,40, obtenido por un procedimiento sol-gel (indicado como revestimiento antirreflectante X) (obtenido por depósito de una composición a base de alcoxisilano que comprende partículas coloidales huecas, calentado después del depósito durante 3 horas a 100° C), o a un de un revestimiento antirreflectante comercial de cuatro capas $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$
 15 (indicado como revestimiento antirreflectante Z) depositado sobre el revestimiento anti-abrasión por evaporación bajo vacío de materiales en el orden en que han sido citados (grosos respectivos de las capas: 27, 21, 80 y 81 nm).

Antes del depósito del precursor del revestimiento anti-vaho, los cristales que incluyen el revestimiento antirreflectante X son sometidos a un tratamiento de activación de superficie por plasma (0,2 mbar, 200 ml O_2 /min, 2 min a 500 W y luego 5 min a 0 W).

- 20 Los cristales que incluye el revestimiento antirreflectante Z no sufren ningún tratamiento de activación.

En los ejemplos 4-6, el cristal utilizado comprende un sustrato de lente de material ORMA®, que incluye una imprimación antichoque de poliuretano de un grosor del orden de 1 micrón, revestido a su vez de un revestimiento anti-abrasión de un grosor del orden de 3 micrones depositando y endureciendo una composición tal como se ha definido en el ejemplo 3 de la patente EP 614957, revestido a su vez (salvo en el ejemplo 4) de un revestimiento antirreflectante de cinco capas $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2/\text{ITO}/\text{SiO}_2$ (indicado como revestimiento antirreflectante Y) depositado sobre el revestimiento anti-abrasión por evaporación bajo vacío de los materiales en el orden en que has sido citados (grosos respectivos de las capas: 29, 23, 68, 7 y 85 nm). Una capa de ITO es una capa eléctricamente conductora de óxido de indio dopado con estaño ($\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$).

- 30 Antes del depósito del precursor del revestimiento anti-vaho, los cristales que incluyen el revestimiento anti-abrasión son sometidos a un tratamiento de activación de superficie que consiste en efectuar un bombardeo iónico con un gas raro o con oxígeno, por ejemplo un gas raro que es el argón, bajo vacío, a una presión típicamente de $3,5 \cdot 10^{-5}$ mbar.

En los ejemplos, el revestimiento antirreflectante no es sometido a ningún tratamiento de activación antes del depósito del precursor del revestimiento anti-vaho.

El precursor del revestimiento anti-vaho ha sido depositado según dos métodos diferentes:

- 35 2. Preparación de precursores de revestimientos anti-vaho

a) Depósito del precursor del revestimiento anti-vaho por vía líquida (Ejemplo 1)

- 1 g de compuesto siloxano de fórmula III es diluido en 9 g de isopropanol. 4 g de la solución resultante son a continuación diluidos en 145 g de isopropanol. La solución es agitada 2 minutos a temperatura ambiente y luego ligeramente acidificada por 0,2 g de HCl 0,1 N y finalmente depositada por depósito centrífugo (3000 rpm / 30 s /
 40 aceleración: 2000 rpm/s; 50% de humedad) sobre el revestimiento antirreflectante X de una lente cuya superficie ha sido activada como se ha indicado anteriormente. El precursor del revestimiento anti-vaho es a continuación calentado durante 15 minutos a 75° C y luego 3 h a 100° C. A la salida de esta etapa, su grosor, evaluado por medida elipsométrica, es de 3 a 5 nm. Al no haber sido depositado en exceso el compuesto siloxano de fórmula III, no se ha realizado ninguna etapa de eliminación por secado o lavado.

- 45 b) Depósito del precursor del revestimiento anti-vaho en fase vapor (Ejemplos 2-6)

En el ejemplo 2, el depósito es realizado sobre el revestimiento antirreflectante Z de una lente por evaporación bajo vacío utilizando una fuente térmica de efecto Joule. 150 μl de compuesto siloxano de fórmula III son embebidos en una espuma de níquel en el seno de una cápsula de cobre (grosor depositado: 10 nm, velocidad de depósito: 0,25 nm/s, presión en el comienzo del depósito: $2 \cdot 10^{-5}$ mbar).

- 50 Al final de la evaporación, la superficie de cada lente es secada con un tejido Cémoi seco hasta que el exceso de compuesto de siloxano de fórmula III depositado sea evacuado. Se observa entonces una superficie homogénea. El revestimiento anti-vaho del ejemplo 2 tiene un grosor de 1-3 mm.

El tejido Cémoi™ designa un tejido proporcionado por el suministrador Facol bajo la referencia Microfibre M8405 30x40.

5 En el ejemplo 4, el depósito es realizado sobre el revestimiento anti-abrasión de una lente por evaporación bajo vacío utilizando una fuente térmica de efecto Joule. El compuesto siloxano de fórmula III es vertido en una cápsula de cobre (en ausencia de material poroso), y esta cápsula es depositada sobre un soporte calentador de tantalio conductor. El dispositivo de evaporación es una máquina SATIS 1200 DLF. La presión de evaporación del compuesto siloxano de fórmula III varía generalmente de $5 \cdot 10^{-6}$ a $8 \cdot 10^{-6}$ mbar. Al final de la evaporación, la superficie de cada lente es aclarada con agua jabonosa, eventualmente alcohol isopropílico, y luego agua desionizada y secada con un tejido Cémoi™ seco a fin de que el exceso de compuesto de siloxano de fórmula III depositado sea evacuado.

10 En los ejemplos 5-6, el depósito es realizado sobre el revestimiento antirreflectante Y de una lente por evaporación bajo vacío según un protocolo similar al del ejemplo 4, utilizando un organosilano de fórmula III u VIII, con una velocidad de evaporación programada de 0,3 nm/s. Se obtiene una capa de aproximadamente 12 nm de grosor (antes de la eliminación del exceso de compuesto de siloxano), que es eventualmente calentada durante 1 h a 60° C (solamente para los ejemplos C6 y C7). El exceso de compuesto siloxano es a continuación eliminado de la manera descrita para el ejemplo 4.

15 c) Ejemplos comparativos

Los cristales del ejemplo comparativo C1 difieren de los del ejemplo 1 porque no comprenden precursor de revestimiento anti-vaho.

Los cristales del ejemplo comparativo C2 difieren de los del ejemplo 2 porque no comprenden precursor de revestimiento anti-vaho.

20 Los cristales del ejemplo comparativo C3 difieren de los del ejemplo comparativo C2 por que un revestimiento antimanchas de 2-3 nm de grosor es formado sobre el revestimiento antirreflectante por evaporación bajo vacío a partir de la composición OPTOOL DSX®, comercializada por Daikin Industries (resina fluorada que comprende grupos perfluoropropileno que responden a la fórmula de la patente Norteamericana US 6,183,872).

25 Los cristales de los ejemplos comparativos C4 a C7 poseen un revestimiento precursor de revestimiento anti-vaho formado a partir de un compuesto organosilano no conforme al invento, en razón de un grupo polioxialquileno que comprende más de 80 átomos de carbono.

d) Aplicación de una solución líquida que contiene un surfactante (solución anti-vaho temporal)

30 Los artículos de los ejemplos 1A, 2A, C1A-C7A, 4A, 5A y 6A han sido obtenidos aplicando respectivamente a la superficie de los ejemplos 1, 2, C1-C3 y 4 una sola vez la solución Clarity® Defog It, que contiene tensioactivos (polietilenglicoles, en solución en isopropanol), comercializada por la sociedad Nanofilm, denominados simplemente "Defog It" a continuación. Puede ser aplicada sobre lentes por medio de una toallita de marca "Defog It" que contiene esta solución, o extendiendo directamente el líquido anti-vaho de la marca "Defog It":

e) Ensayos y resultados

35 Las prestaciones de los artículos de óptica preparados y el recuerdo de su constitución están indicados en las tablas 1, 2 y en los párrafos siguientes.

Ejemplo	1/1A	2/2A	C1/C1A	C2/C2A	C3/C3A
Revestimiento antirreflectante	X	Z	X	Z	Z
Revestimiento precursor anti-vaho	Si	Si	No	No	No
Técnica de depósito del revestimiento precursor anti-vaho	Vía líquida	Evaporación	-	-	-
Revestimiento antimanchas	No	No	No	No	Si
Ángulo de contacto estático con el agua (*) antes de aplicación de Defog It	25 (ej. 1)	25 (ej. 2)	102 (C1)	42 (C2)	118 (C3)
Facilidad de limpieza (nota/10) Antes de aplicación de Defog It	5 (ej. 1)	3 (ej. 2)	0 (C1)	2 (C2)	9 (C3)
Ensayo del aliento	N (ej. 1, 1A)	N (ej. 2, 2A)	Si (C1) N(C1A)	Si (C2) N(C2A)	Si (C3) N(C3A)
Durabilidad en el tiempo del efecto anti-vaho después de aplicación de la solución Defog It	> 15 días	> 15 días	< 3 días	< 24 h	< 24 h
Eficacia de aplicación de la toallita Defog It (número de aplicaciones*)	1	1	3	> 5	5
Eficacia de aplicación de la solución Defog It (número de aplicaciones*)	1	1	> 3	> 3	> 3

Ensayo del refrigerador	1A(0)	2A(0)		C2(2)	
Ensayo de vapor caliente	2A(0)	2A(0)	C1(2) C1A(2)	C2(2) C2A(2)	

* A partir del cristal que incluye el revestimiento precursor anti-vaho (sin que éste haya recibido ninguna aplicación anterior de Defog It.

Las lentes del ejemplo 4A presentan propiedades anti-vaho comparables a las de los ejemplos 1A y 2A.

e1) Evaluación de las propiedades anti-vaho

5 Las propiedades anti-vaho pueden ser evaluadas de tres maneras: por el ensayo del "aliento" (ensayo cualitativo que no recurre a una medida de agudeza visual) por el ensayo del "vapor caliente" y por el ensayo del "refrigerador". Los ensayos del aliento y del refrigerador son considerados como que generan una pequeña sollicitación al vaho. El ensayo del vapor caliente es considerado como que genera una fuerte sollicitación al vaho.

Ensayo del aliento

10 Para este ensayo, la persona que ensaya coloca el cristal a evaluar a aproximadamente 2 cm de su boca. La persona que ensaya sopla durante 3 segundos su aliento sobre la cara expuesta del vidrio. La persona que ensaya comprueba visualmente la presencia no o de un velo de condensación/distorsión.

Si. Presencia de vaho

15 No. No hay vaho: tal cristal es considerado como que presenta propiedades anti vaho a la terminación del ensayo del aliento, es decir que suprime el efecto de velo debido al vaho (pero no constituye necesariamente un cristal anti-vaho en el sentido del invento, pues puede presentar una distorsión visual que no permita más que una agudeza visual < 6/10).

Ensayo del vapor caliente

Antes del ensayo, los cristales son colocados 24 horas en un ambiente regulado en temperatura (20-25° C) y con humedad del 50%.

20 Para el ensayo, los cristales son colocados 15 segundos por encima de un recipiente calentado que contiene agua a 55° C. Inmediatamente después, una escala de agudeza visual situada a 5 m es observada a través del cristal ensayado. El observador evalúa la agudeza visual en función del tiempo y según los criterios siguientes:

0. No hay vaho, no hay distorsión visual (agudeza visual = 10/10)

1. Vaho y/o distorsión visual que permiten una agudeza visual > 6/10

25 2. Vaho y/o distorsión visual que permiten una agudeza visual < 6/10

Concretamente, para obtener la nota 0 ó 1, un portador o usuario que tiene una visión de 10/10 y que tiene el cristal colocado delante de su ojo debe ser capaz de distinguir la orientación de las letras "E" sobre la línea 6/10 de la tabla Optotipo de Snellen colocada a 5 metros.

30 Este ensayo permite simular las condiciones de vida normales en que un portador coloca su cara por encima de su té, café o de una cacerola de agua hirviendo.

Ensayo del refrigerador

35 Para este ensayo, los cristales son colocados en una caja cerrada herméticamente y que contiene un desecante (gel de sílice). Las cajas son su vez colocadas al menos 24 h en un refrigerador a 4° C. Después de este lapso de tiempo, las cajas son retiradas del refrigerador y los cristales son inmediatamente ensayados. Estos últimos son colocados en una atmósfera a 45-50% de humedad y a 20-25° C. Una escala de agudeza visual situada a 4 m es observada a través del cristal. El observador evalúa la agudeza visual en función del tiempo y según los mismos criterios que en el ensayo del vapor caliente (notas 0, 1 y 2).

Este ensayo permite simular las condiciones de vida normal en que un portador sale de un lugar frío y seco y entra en un lugar caliente y húmedo.

40 Resultados de los ensayos de evaluación de las propiedades anti-vaho

Los resultados del ensayo del vapor caliente están presentados en la fig. 1. Se comprueba que sólo los cristales de los ejemplos 1A y 2A constituyen cristales anti-vaho en el sentido del invento. Son además inmediatamente operativos. Los cristales desprovistos de revestimiento de superficie hidrófila (ejemplos C2 y C3) y los cristales equipados de un revestimiento precursor de revestimiento anti-vaho no constituyen cristales anti-vaho en el sentido del invento, pues

presentan una distorsión visual que no permite una agudeza visual > 6/10 después de exposición al vapor caliente. Sin embargo, los cristales de los ejemplos 1 y 2 presentan propiedades anti-vaho en el marco del ensayo del aliento.

Todos los cristales no anti-vaho terminan por conducir, al cabo de cierto tiempo, a una agudeza visual de 10/10, por el hecho de la evaporación del vapor de agua.

5 e2) Evaluación de las propiedades de facilidad de limpieza (aptitud a la limpieza)

La facilidad de limpieza (aptitud a la limpieza) de la superficie de un cristal, sin depósito de solución líquida que contiene el surfactante ha sido evaluada depositando en la superficie del cristal una traza de dedo con ayuda de una plantilla y secando esta traza con un tejido TWILLX 1622. Los cristales son observados sobre un fondo negro y clasificados por la persona que ensaya de más fáciles de limpiar a menos fáciles de limpiar. Se añade a esta clasificación una nota dada por la persona que ensaya que va de 0, difícil de limpiar a 10, muy fácil de limpiar. Este ensayo permite simular las condiciones de vida normal en que un portador limpia las trazas de dedo presentadas sobre sus cristales con un trapo.

Los cristales ensayados y los resultados están presentados en la tabla 1 y hacen aparecer que el cristal más fácil de limpiar es naturalmente el que posee un revestimiento antimanchas fluorado (ejemplo C3). Los cristales que incluyen un precursor de revestimiento anti-vaho según el invento (ejemplos 1 y 2) son más fáciles de limpiar que los que no lo incluyen, o equivalentes a aquellos (ejemplos C1 y C2), que poseen un revestimiento antirreflectante no revestido.

e3) Evaluación de la eficacia de la aplicación de los productos anti-vaho temporales

Depósitos sucesivos del producto anti-vaho temporal (solución o toallita) son realizados sobre los cristales ensayados (Ej 1, 2, 4, C1, C2, C3) hasta que no aparece ningún vaho ni distorsión con el ensayo del vapor caliente descrito anteriormente (efecto anti-vaho perfecto). El efecto buscado es un nivel de rendimiento que conduce a un cristal que no presentan ni vaho ni distorsión. El número de aplicaciones necesarias para llegar a este nivel del rendimiento está indicado en la tabla 1.

Utilización de la toallita Defog It: Los cristales son secados con la toallita efectuando un movimiento en espiral desde el centro hacia el borde con la toallita Defog it sobre cada cara. Esto corresponde a una aplicación. El número de aplicaciones ha sido limitado a 5.

Utilización de la solución Defog It: Dos gotas de solución Defog It son depositadas sobre cada cara del cristal y son secadas efectuando un movimiento en espiral desde el centro hacia el borde con un trapo Cémoi. Esto corresponde a una aplicación. El número de aplicaciones ha sido limitado a 3.

Los resultados son presentados en la tabla 1 y permiten constatar que una sola aplicación del producto anti-vaho temporal es necesaria sobre un revestimiento precursor de revestimiento anti-vaho según el invento para obtener un revestimiento anti-vaho, lo que simplifica la utilización de las soluciones anti-vaho temporales. Las otras superficies necesitan varias aplicaciones de solución anti-vaho para esperar eventualmente a llegar al mismo nivel de rendimiento anti-vaho. Gracias al invento, la superficie del revestimiento que incluye grupos silanos ha sido hecha de alguna forma compatible con un tensioactivo gracias al injerto de un compuesto organosilano según el invento.

Los inventores piensan que esta facilidad de aplicación no se explica únicamente por las propiedades hidrófilas de las superficies de los precursores de los revestimientos anti-vaho, sino igualmente gracias a la naturaleza química del compuesto organosilano de fórmula III.

e4) Durabilidad del efecto anti-vaho después de sollicitación mecánica (después de aplicación de la solución Defog It)

La durabilidad bajo sollicitaciones mecánicas (secado) del efecto anti-vaho aportado por una solución anti-vaho temporal aplicada por medio de una toallita Defog It ha sido evaluada de la siguiente manera.

El depósito de la solución anti-vaho temporal es realizado tantas veces como sea necesario para que en el instante inicial, todos los cristales sean considerados como anti-vaho a la salida del ensayo del vapor caliente descrito anteriormente. Los cristales son a continuación secados con un trapo Cémoi y del nuevo sometidos al ensayo del vapor caliente. (Los cristales son secados cuando la película de agua debida al vaho ha desaparecido. Si se secan los cristales mientras la película de agua está aún presente, se retira parcialmente la solución anti-vaho).

Un secado corresponde a dos rotaciones muy apoyadas de un trapo Cémoi sobre la superficie del cristal. Las notas (0, 1 ó 2) corresponden al nivel de vaho a la salida del segundo ensayo al vapor caliente, después del número correspondiente de secados.

Los resultados de los ensayos de durabilidad están presentados en la tabla 2.

Número de secados	Ejemplo 1 Nota anti-vaho	Ejemplo C1 Nota anti-vaho	Ejemplo C3 Nota anti-vaho
1	0	0	2
2	0	0	
3	0	0	
4	0	0	
5	0	1	
6	0	2	
10	1		

Sobre superficie hidrófoba (ejemplo C3), basta un secado para deteriorar completamente las propiedades anti-vaho aportadas por la solución temporal Defog It.

5 Sobre superficie más hidrófila (superficie del revestimiento antirreflectante del ejemplo C1), son necesarios 5 secados para comenzar a observar un deterioro de las propiedades anti-vaho aportadas por la solución temporal Defog It.

Sobre la superficie de un revestimiento anti-vaho conforme al invento, son necesarios 10 secados para comenzar a observar un deterioro de las propiedades anti-vaho aportadas por la solución temporal Defog It.

Un revestimiento anti-vaho según el invento permite por tanto mejorar significativamente la durabilidad de la propiedad anti-vaho aportada por una solución anti-vaho temporal frente a un secado mecánico.

10 e5) Durabilidad en el tiempo del efecto anti-vaho (después de aplicación de la solución Defog It)

15 La durabilidad en el tiempo del efecto anti-vaho después del depósito de la solución temporal Defog It ha sido evaluada, esta vez sin sollicitación mecánica sobre el cristal después del depósito. El cristal es conservado a temperatura y humedad ambientes (~20-25° C, humedad relativa ~30%). El depósito de la solución anti-vaho es realizado tantas veces como sea necesario para que en el instante inicial, todos los cristales sean considerados como anti-vaho a la salida del ensayo del aliento. La evolución del efecto anti-vaho es entonces ensayada regularmente por el ensayo del aliento. La tabla 1 indica la duración después de aplicación de la solución anti-vaho a partir de la cual el cristal ya no es considerado como que presenta propiedades anti-vaho a la salida del ensayo del aliento. Los ensayos han sido detenidos al cabo de 15 días.

20 Se constata que las superficies de los precursores de revestimientos anti-vaho según el invento conducen a una durabilidad del efecto anti-vaho aportado por la solución temporal superior a 15 días, lo que es mucho mejor que las otras superficies ensayadas. Los inventores piensan que esta durabilidad no se explica únicamente por las propiedades hidrófilas de las superficies de los precursores de los revestimientos anti-vaho, sino igualmente gracias a la naturaleza química del compuesto organosilano de fórmula III.

e6) Ángulo de contacto del revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho (Tablas 1 y 4)

25 Las medidas son efectuadas sobre un goniómetro Digidrop de la sociedad GBX, a partir de muestras sobre las que el exceso de compuesto de organosilano depositado ha sido eliminado. 4 µl de agua son depositados automáticamente sobre la superficie de la muestra a estudiar, y luego se mide el ángulo de contacto. Los resultados son presentados en la tabla 1.

e7) Propiedades antirreflectantes

30 Los espectros de reflexión de cristales han sido realizados antes y después del depósito de la solución temporal Defog It. Cada uno de los cristales presenta propiedades anti-vaho a la salida del ensayo del aliento después de aplicación de esta solución.

La tabla 3 siguiente presenta las variaciones observadas sobre los espectros de reflexión después del depósito de la solución temporal Defog It.

Ejemplo	Rv% Antes de depósito de la solución Defog It	Rv% Después de depósito de la solución Defog It	ΔRv%
1/1A	1,45	1,92	0,47
2/2A	0,72	0,44	-0,28
C2/C2A	0,77	0,48	-0,29
C3/C3A	0,50	0,46	-0,04

35 Los artículos resultantes de una modificación de su superficie por injerto del organosilano de fórmula III (antes del depósito de la solución tensioactiva) conservan propiedades antirreflectantes correspondientes a los criterios de la

industria oftálmica.

Además, todos los cristales ensayados conservan sus propiedades antirreflectantes después del depósito de la solución anti-vaho temporal.

4. Ejemplo 3

5 En este ejemplo, se ha utilizado un sustrato de silicio (oblea) en vez de una lente a fin de poder en el con una mayor precisión los grosores de las capas depositadas.

10 El artículo de óptica utilizado en este ejemplo comprende un sustrato de silicio recubierto de una capa de sílice de 50 nm de grosor depositada en fase vapor (grosor programado: 140 nm, velocidad de depósito programada: 3 nm/s). Esta capa de sílice posee después de 3 días de su depósito un ángulo de contacto estático con el agua de 33°, evolucionando hasta 43° en 2-3 meses.

El precursor del revestimiento anti-vaho es depositado sobre esta capa de sílice por depósito en fase vapor del compuesto siloxano de fórmula III en las mismas condiciones que el ejemplo 2, lo que conduce, después de la eliminación del exceso de compuesto de organosilano, a una capa de 10 nm de grosor que presenta a t = 3 días un ángulo de contacto estático con el agua de 10°.

15 Al final de la evaporación, la superficie del artículo es lavada con agua jabonosa y secada con un tejido Cémoi seco. Se obtiene entonces un revestimiento que tiene un grosor de 1-3 nm y una superficie homogénea, y que presenta un ángulo de contacto estático con el agua de 39°.

Después de aplicación de una solución temporal "Defog It" que contiene un surfactante, se obtiene un revestimiento anti-vaho que presenta un ángulo de contacto estático con el agua inferior a 5°.

20 La durabilidad del revestimiento anti-vaho ha sido evaluada realizando 50 secados en seco de la superficie del artículo de óptica por medio de un trapo Cémoi (50 idas y vueltas). Después de esta operación, el artículo presenta un ángulo de contacto estático con el agua inferior a 3°, lo que demuestra que la solución temporal "Defog It" está aún presente en su superficie.

25 En este ejemplo, los grosores han sido determinados por elipsometría de monolongitud de onda considerando que el índice de refracción global de la bicapa sílice/precursor del revestimiento anti-vaho es igual a 1,45.

5. Ejemplos 5-6 y ejemplos comparativos C4-C7: Ensayos y resultados

Los rendimientos de los artículos de óptica preparados en estos ejemplos y el recuerdo de su constitución están indicados en la tabla 4 y en los párrafos siguientes.

Tabla 4

Ejemplo	5/5A	6/6A	C4/C4A	C5/C5A	C6/C6A	C7/C7A
Revestimiento antirreflectante	Y	Y	Y	Y	Y	Y
Revestimiento precursor anti-vaho	Si Compuesto VIII	Si Compuesto III	Si Compuesto IX	Si Compuesto X	Si Compuesto IX	Si Compuesto X
Técnica de depósito del revestimiento precursor anti-vaho	Evaporación	Evaporación	Evaporación	Evaporación	Evaporación	Evaporación
Secado 1 h a 60° C del revestimiento precursor anti-vaho	No	No	No	No	Si	Si
Revestimiento antimanchas	No	No	No	No	No	No
Ángulo de contacto estático con el agua (°) antes de aplicación de Defog It	41 (ej. 5)	36 (ej. 6)	34 (ej. C4)	31 (ej. C5)	32 (ej. C6)	29 (ej. C7)
Nota anti-vaho después de 0 secados*	A	A	A	A	A	A
Nota anti-vaho después de 2	A	A	A	C	C	B

secados*						
Nota anti-vaho después de 5 secados*	A	A	B	C	C	B o C
Nota anti-vaho después de 10 secados	A o C	A	C	C	C	C
Nota anti-vaho después de 20 secados	C	B	C	C	C	C

* A partir del cristal que incluye el revestimiento anti-vaho (después de aplicación del surfactante). El número de secados indicado es un número acumulado.

Durabilidad del efecto anti-vaho después de sollicitación mecánica (después de aplicación de la solución Defog It)

5 Este ensayo permite evaluar la resistencia al secado de la solución anti-vaho temporal en la superficie de los cristales. Es realizado sobre dos muestras de cada cristal.

El depósito de la solución anti-vaho temporal ha sido realizado de manera que en el instante inicial, todos los cristales sean considerados como anti-vaho a la salida del ensayo del vapor caliente descrito anteriormente.

10 Después de cada ensayo del vapor caliente, los cristales deben ser secados a temperatura ambiente, para que la película de agua debida al vaho haya desaparecido. En efecto, si se secan los cristales mientras la película de agua está aún presente, se retira parcialmente la solución anti-vaho.

Los cristales son a continuación secados manualmente en seco con un trapo Cémoi (2 secados) y sometidos una segunda vez al ensayo del vapor caliente, y luego secados como se ha descrito precedentemente. Un secado corresponde a dos rotaciones muy apoyadas de un trapo Cémoi sobre la superficie del cristal.

15 Los cristales son a continuación secados manualmente en seco con un trapo Cémoi (3 secados suplementarios) y sometidos una tercera vez al ensayo del vapor caliente, lo que permite la atribución de la nota anti-vaho después de 5 secados, y luego secados como se ha descrito precedentemente. Este ciclo es repetido de manera que pueda atribuirse una nota anti-vaho después de 10 y 20 secados acumulados, realizándose una serie de 5 y luego una serie de 10 secados suplementarios, separados por una etapa de secado.

20 Las notas anti-vaho (A, B, C o D) corresponden al nivel de vaho a la salida de cada ensayo al vapor caliente, después del número correspondiente de secados (número acumulado):

- A: Película de agua homogénea (agudeza 10/10)
- B: Distorsión visual aceptable por el portador
- C: Distorsión visual inaceptable por el portador (película de agua heterogénea)
- D: Velo blanco totalmente difuso, finas gotas de agua.

25 Los cristales son considerados como que han pasado con éxito el ensayo de durabilidad si obtienen la nota A o B.

Resultados

30 Aparece claramente que los compuestos de organosilanos según el invento, de fórmulas III y VIII, permiten formar revestimientos anti-vaho con mayor rendimiento que los compuestos comparativos de fórmulas IX y X utilizados en la técnica anterior, que poseen una cadena de polioxialquileo demasiado larga. Este resultado es sorprendente, en la medida en que los compuestos IX y X permiten formar revestimientos más hidrófilos que los compuestos III y VIII, y que se espera generalmente obtener mejores propiedades anti-vaho aumentando la hidrofilia de un revestimiento. El compuesto III es por otra parte sensiblemente de mayor rendimiento que el compuesto VIII.

35 Además, el post-tratamiento térmico de una hora a 60° C tal como se ha realizado en los ejemplos comparativos C6 y C7, conforme a la enseñanza de la solicitud JP 2005-281143, tiene poca influencia sobre los rendimientos del revestimiento anti-vaho.

6. Ejemplo 7

40 Un cristal de material ORMA® que incluye sobre sus caras cóncava y convexa los mismos revestimientos funcionales que los de los ejemplos 5-6, a saber una imprimación antichoque de poliuretano, un revestimiento anti-abrasión y el revestimiento antirreflectante Y (ZrO₂/SiO₂/ZrO₂/ITO/SiO₂) es revestido por evaporación bajo vacío sobre sus dos caras de una capa revestimiento antimanchas de 2 nm de grosor a base del material Optool DSX® de la sociedad Daikin

Industries.

5 Una máscara, realizada por corte láser de una película de plástico de manera que forme un motivo, es entonces dispuesta sobre su cara convexa. La cara convexa parcialmente protegida por la máscara es a continuación expuesta a un bombardeo por iones de argón con ayuda de un cañón de iones, que tiene por efecto eliminar el revestimiento antimanchas en la zona no protegida por la máscara, que tiene la forma del motivo, y desnudar en esta zona la capa externa del revestimiento antirreflectante Y, que es una capa de sílice.

10 Se procede a continuación en la zona desnudada al depósito del precursor del revestimiento anti-vaho en fase vapor de la misma manera que para los ejemplos 5-6, utilizando el organosilano de fórmula III, y manteniendo la máscara sobre la superficie de cristal durante el depósito, de manera que se forme una capa injertada de revestimiento precursor de revestimiento anti-vaho de 2 a 3 nm de grosor.

A fin de proceder a la demostración de las propiedades anti-vaho del cristal, se aplican sobre su superficie convexa algunas gotas de la solución Clarity® Defog It, luego se seca esta superficie con un trapo Cémoi. Al cabo de algunos secados, la solución de tensioactivo ha sido completamente eliminada de la superficie del cristal recubierta del revestimiento antimanchas, mientras esta aún presente en la zona correspondiente al motivo.

15 Esto puede ser verificado visualmente sometiendo el cristal así preparado al ensayo del aliento, al ensayo del refrigerador o al ensayo del vapor caliente, formándose el vaho sobre la totalidad de la superficie del cristal a excepción de la zona correspondiente al motivo, que está revestida de un revestimiento anti-vaho según el invento.

REIVINDICACIONES

5 1. Cristal de gafas, que comprende un sustrato revestido con un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles y, en contacto directo con este revestimiento, un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho, siendo obtenido el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho por injerto de al menos un compuesto organosilano que posee:

- un grupo polioxialquileno, que comprende menos de 80 átomos de carbono, y
- al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable,

caracterizado por que el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho:

- posee un ángulo de contacto estático con el agua superior a 10° e inferior a 50° ,
- 10 - tiene un grosor inferior o igual a 5 nm.

2. Cristal de gafas según la reivindicación 1, caracterizado por que el revestimiento precursor del revestimiento anti-vaho es revestido de una película de una solución líquida que contiene al menos un tensioactivo y/o un compuesto hidrófilo sin propiedades tensioactivas, de preferencia un tensioactivo que incluye grupos poli(oxialquileno).

15 3. Cristal de gafas según la reivindicación 2, caracterizado por que presenta un ángulo de contacto estático con el agua inferior o igual a 10°, mejor inferior o igual a 5°.

4. Cristal de gafas según una cualquiera de las dos reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles es un revestimiento antirreflectante o una capa a base de sílice depositada sobre un revestimiento anti-abrasión.

20 5. Cristal de gafas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el compuesto organosilano es un compuesto de fórmula:



en la que los grupos Y, idénticos o diferentes, son grupos orgánicos monovalentes unidos al silicio por un átomo de carbono, los grupos X, idénticos o diferentes, son grupos hidrolizables, R' es un grupo que comprende una función polioxialquileno, m es un número entero igual a 0, 1 ó 2.

25 6. Cristal de gafas según la reivindicación 5, caracterizado por que el compuesto organosilano es un compuesto de fórmula:



30 donde R' es un átomo de hidrógeno, un grupo acilo o un grupo alquilo, lineal o ramificado, eventualmente sustituido por uno o varios grupos funcionales, y que incluye opcionalmente uno o varios enlaces dobles, (OR)_n es un grupo polioxialquileno tal que R es un grupo alquileno lineal o ramificado, de preferencia lineal, L' y L'' son grupos divalentes, X, Y y m son tales como se han definido en la reivindicación 5, n' es un número entero que va de 1 a 10, n es un número entero que va de 2 a 30, m' es igual a 0 ó 1, de preferencia 0, m'' es igual a 0 ó 1.

7. Cristal de gafas según la reivindicación 6, caracterizado por que R' es un grupo alquilo, y de preferencia m'' = 0.

35 8. Cristal de gafas según una cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, caracterizado por que el compuesto organosilano es un compuesto de fórmula (II) en el que n = 5-30, de preferencia n = 5-15, mejor n = 6-9.

9. Cristal de gafas según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el compuesto organosilano es un [alcoxi(polialquilenoxi)alquil]trialcoxisilano, de preferencia un 2-[metoxi(polietilenoxi)propil]trimetoxisilano, mejor un compuesto de fórmula CH₃O-(CH₂CH₂O)₆₋₉-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃ o CH₃O-(CH₂CH₂O)₉₋₁₂-(CH₂)₃Si(OCH₃)₃.

40 10. Cristal de gafas según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el compuesto organosilano no posee átomo de flúor.

11. Cristal de gafas según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el grupo polioxialquileno del compuesto organosilano comprende menos de 60 átomos de carbono, de preferencia menos de 50 átomos de carbono.

45 12. Procedimiento de preparación del cristal de gafas según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende:

- proporcionar un sustrato revestido de un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles,

- depositar sobre dicho revestimiento al menos un compuesto organosilano que posee un grupo polioxilalquileo que comprende menos de 80 átomos de carbono y al menos un átomo de silicio portador de al menos un grupo hidrolizable, de manera que obtenga una capa de compuesto organosilano injertado que tiene un grosor inferior a 5 nm, cuya superficie posee un ángulo de contacto estático con el agua superior a 10° e inferior a 50°.

- 5 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por que una capa de compuesto organosilano injertado que tiene un grosor inferior o igual a 5 nm es obtenida eliminando el exceso de compuesto organosilano depositado pero no injertado en la superficie del revestimiento que incluye grupos silanoles.
14. Procedimiento según la reivindicación 12 ó 13, caracterizado por que dicho compuesto organosilano es depositado por evaporación bajo vacío sobre dicho revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles.
- 10 15. Artículo de óptica que comprende un sustrato revestido de un revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles, incluyendo una parte de la superficie de dicho revestimiento en su superficie grupos silanoles que están en contacto directo con un revestimiento hidrófobo y/o oleófobo y que se adhieren al mismo, caracterizado por que otra parte de la superficie de dicho revestimiento que incluye en su superficie grupos silanoles está en contacto directo con un revestimiento precursor de un revestimiento anti-vaho como ha sido definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1
- 15 a 11.

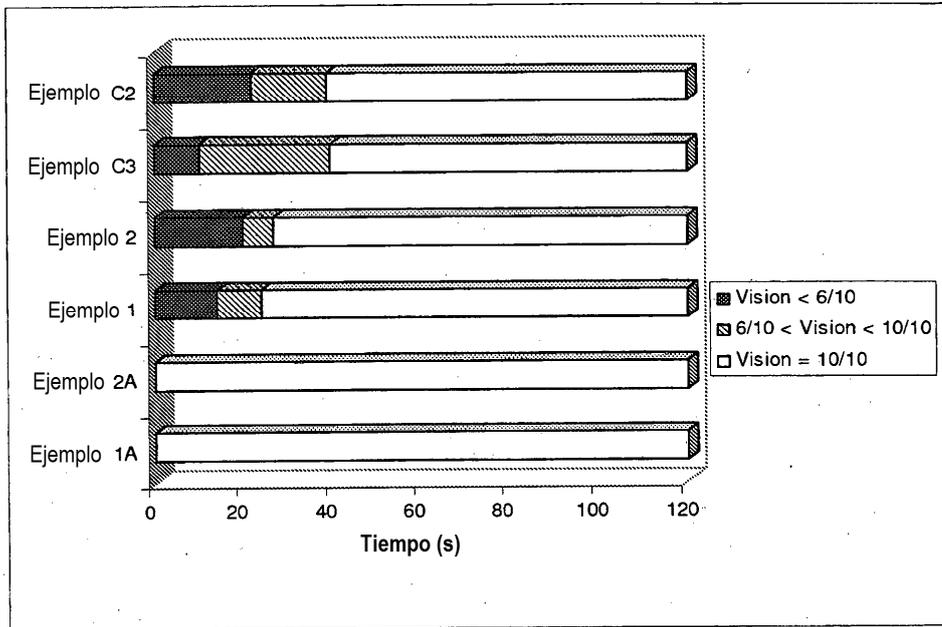


Figura 1