

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 386**

51 Int. Cl.:

C08K 5/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.11.2011 PCT/US2011/061122**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.05.2012 WO12071237**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.11.2011 E 11793911 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2643402**

54 Título: **Composiciones fotocromicas curables y artículos ópticos preparados a partir de las mismas**

30 Prioridad:

23.11.2010 US 416340 P
10.11.2011 US 201113293255

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.07.2017

73 Titular/es:

TRANSITIONS OPTICAL, INC. (100.0%)
9251 Belcher Road
Pinellas Park, FL 33782, US

72 Inventor/es:

BOWLES, STEVEN E.;
KUTCHKO, CYNTHIA;
LAMERS, PAUL H.;
LEWIS, JASON R.;
SARTORI, DAVE;
WALTERS, ROB y
WANG, FENG

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 622 386 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

Composiciones fotocromicas curables y artículos ópticos preparados a partir de las mismas

5 La presente invención se refiere a composiciones fotocromicas poliméricas orgánicas curables y a artículos fotocromicos que comprenden un sustrato rígido al que se aplica la composición polimérica fotocromica como revestimiento.

10 Los artículos ópticos que proporcionan buenas calidades de imagen mientras reducen la transmisión de la luz incidente al ojo son necesarios para diversas aplicaciones, tales como gafas de sol, lentes oftálmicas correctoras de la visión, lentes protectoras y lentes de moda, por ejemplo, lentes sin prescripción y con prescripción, máscaras deportivas, protectores faciales, anteojos, lentes de cámara de visores, ventanas, parabrisas de automóviles y partes transparentes de aeroplanos y de automoción, por ejemplo, techos en T, luces de posición y luces traseras. En respuesta a esa necesidad, se ha prestado una atención considerable a los artículos de plástico fotocromicos usados para aplicaciones ópticas. En particular, las lentes de plástico oftálmicas fotocromicas han sido de interés debido a la ventaja de peso que ofrecen con respecto a las lentes de vidrio.

15 Los artículos de plástico fotocromicos se han preparado por incorporación del material fotocromico al sustrato de plástico mediante técnicas de imbibición superficial. En este método, se incorporan colorantes fotocromicos a la región subsuperficial de un artículo de plástico, tal como una lente, aplicando en primer lugar uno o más colorantes/compuestos fotocromicos a la superficie del artículo de plástico, en forma del colorante/compuesto fotocromico puro o bien disuelto en un vehículo polimérico o un vehículo de disolvente orgánico, y a continuación aplicando calor a la superficie revestida para hacer que el colorante/compuesto o colorantes/compuestos fotocromicos se difundan en la región subsuperficial del artículo de plástico (un proceso denominado habitualmente "imbibición"). Se considera que los sustratos de plástico de tales artículos de plástico fotocromicos tienen suficiente volumen libre dentro de la matriz de polímero para permitir que los compuestos fotocromicos se transformen desde la forma incolora a la forma coloreada, y a continuación vuelvan a su forma incolora original.

20 Sin embargo, hay ciertas matrices de polímero que no tienen suficiente volumen libre para permitir que se produzca el mecanismo electrocíclico descrito anteriormente lo suficiente para permitir su uso como sustrato que embeba (o incorpore internamente) materiales fotocromicos para aplicaciones fotocromicas comercialmente aceptables. Algunos ejemplos no limitantes de tales sustratos incluyen matrices de polímeros termoestables, tales como las preparadas a partir de monómeros de diglicol carbonato de alilo, por ejemplo, dietilenglicol bis(carbonato de alilo), y copolímeros del mismo; los policarbonatos termoplásticos basados en bisfenol A conocidos habitualmente; y polímeros ópticos altamente reticulados.

25 Para permitir el uso de polímeros termoestables, policarbonatos termoplásticos, y materiales poliméricos ópticos altamente reticulados como sustratos de plástico para artículos fotocromicos, se ha propuesto aplicar revestimientos fotocromicos a la superficie de tales sustratos plásticos. Se ha convertido en un reto en desarrollo minimizar la cantidad de tiempo necesario para activar y desactivar los materiales fotocromicos contenidos en los revestimientos, en respuesta a las demandas del consumidor.

30 De acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición fotocromica polimérica orgánica curable que comprende: una cantidad fotocromica de al menos un material fotocromico; un polioliol polimérico que tiene grupos carbonato a lo largo de su cadena principal y que tiene un peso molecular promedio en número mayor de 5000 g/mol según se determina mediante GPC como se describe posteriormente en el presente documento; y un agente de curado que tiene grupos funcionales reactivos capaces de reaccionar con grupos hidroxilo del polioliol polimérico. Después del curado y después del Ensayo de Rendimiento Fotocromico, la composición demuestra una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 200 segundos (determinada como se describe con detalle posteriormente en el presente documento).

35 La presente invención también proporciona un artículo fotocromico que comprende un sustrato rígido y un revestimiento polimérico orgánico fotocromico aplicado a la superficie del sustrato. El revestimiento polimérico orgánico fotocromico comprende la composición descrita anteriormente.

40 Para los fines de la presente memoria descriptiva (a diferencia de los Ejemplos de operación), a menos que se indique otra cosa, todos los números que expresan cantidades e intervalos de ingredientes, condiciones de reacción, etc., tales como los que expresan índices de refracción y longitudes de onda, que se usan en la descripción y en las reivindicaciones siguientes, se ha de entender que están modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por lo tanto, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos que se exponen en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones anexas son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas buscadas por los artículos de la presente invención. Como mucho, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al ámbito de las reivindicaciones, cada parámetro numérico se debería interpretar al menos a la luz del número de cifras significativas informadas y mediante la aplicación de las técnicas de redondeo habituales. Además, como se usa en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones anexas, se pretende que las formas en singular "un", "uno", "una", "el", y "la"

incluyan la referencia en plural, a menos que se limite de forma expresa e inequívoca a una referencia.

A pesar de que los intervalos y parámetros numéricos que se exponen en el amplio ámbito de la invención son aproximaciones, los valores numéricos expuestos en los ejemplos específicos se informan de forma tan precisa como es posible. Sin embargo, cualquier valor numérico contiene inherentemente ciertos errores que resultan necesariamente de la desviación típica encontrada en sus respectivas mediciones de ensayo. Además, se ha de entender que se pretende que cualquier intervalo numérico indicado en el presente documento incluya todos los subintervalos subsumidos en el mismo. Por ejemplo, se pretende que un intervalo “de 1 a 10” incluya todos los intervalos entre e incluyendo el valor mínimo indicado de 1 y el valor máximo indicado de 10, en concreto, un intervalo que tenga un valor mínimo mayor o igual que 1 y un valor máximo menor o igual que 10. Debido a que los intervalos desvelados son continuos, incluyen cada valor entre los valores mínimo y máximo. A menos que se indique expresamente de otro modo, los valores numéricos especificados en la presente solicitud son, como se indica, aproximaciones.

Como se usa en la descripción y en las reivindicaciones siguientes, los siguientes términos tienen los significados indicados:

los términos “acrílico” y “acrilato” se usan de forma intercambiable (a menos que al hacerlo se alterara de ese modo el significado pretendido) e incluyen ácido acrílico, ácidos acrílicos sustituidos con alquilo inferior, por ejemplo, ácidos acrílicos sustituidos con C₁-C₅, tales como ácido metacrílico, ácido etacrílico, etc., y derivados de tales ácidos acrílicos, tales como sus ésteres de alquilo C₁-C₅, por ejemplo, acrilato de metilo, metacrilato de metilo, etc., a menos que se indique claramente de otro modo. Se pretende que los términos “(met)acrílico” o “(met)acrilato” incluyan las formas tanto acrílica/acrilato como metacrílica/metacrilato del material indicado, por ejemplo, un monómero (met)acrílico.

El término “curar”, “curado”, o los términos similares, como se usa con respecto a una composición curada o curable, por ejemplo, una “composición curada” de alguna descripción específica se pretende que signifique que al menos una parte de los componentes polimerizables y/o reticulables que forman la composición curable estén al menos parcialmente polimerizados y/o reticulados. En una realización no limitante, el grado de reticulación puede variar de un 5 % a un 100 % de la reticulación completa. En realizaciones no limitantes alternativas, el grado de reticulación puede variar de un 30 % a un 95 %, tal como de un 35 % a un 95 %, o de un 50 % a un 95 %, o de un 50 % a un 85 % de la reticulación completa. El grado de reticulación puede variar entre cualquier combinación de los valores indicados anteriormente, inclusive los valores enumerados.

El término “película”, como se usa con respecto al polihidroxi polímero reticulado sin estirar, significa e incluye una capa que se puede describir como una película o revestimiento. El revestimiento o película del polihidroxi polímero reticulado sin estirar tiene un espesor dentro del intervalo de espesores que se especifica en la memoria descriptiva. El revestimiento o la película también se denominan en el presente documento un revestimiento/película.

Los términos y expresiones “sobre”, “adjunto a”, “sujeto a”, “unido a”, “adherido a” o los términos y expresiones similares significan que el revestimiento, película o capa sujeto está conectado directamente a (superpuesto sobre y en contacto directo con) la superficie del objeto, o conectado indirectamente a la superficie del objeto a través de uno o más revestimientos, capas o películas distintas (que están superpuestos sobre y en contacto directo con la superficie del objeto).

El término “oftálmico” se refiere a elementos y artículos que están asociados al ojo y a la visión, tal como, pero no limitados a, lentes para gafas, por ejemplo, lentes correctoras y no correctoras, y lentes de aumento.

El término “rígido”, como se usa por ejemplo con respecto a un sustrato para un artículo fotocromico, significa que el elemento especificado es autoportable.

El término “óptico”, la expresión “ópticamente transparente”, o los términos y expresiones similares significan que el material especificado, por ejemplo, un sustrato, película, revestimiento, etc., exhibe un valor de transmisión de luz (transmite luz incidente) de al menos un 4 por ciento, y exhibe un valor de turbidez de menos de un 1 por ciento, por ejemplo, un valor de turbidez de menos de un 0,5 por ciento, cuando se mide a 550 nanómetros, por ejemplo, mediante un Instrumento Haze Gard Plus.

La expresión “material polarizante” significa un material que absorbe una de las dos componentes polarizadas planas ortogonales de la radiación transmitida más fuertemente que la otra. Algunas realizaciones no limitantes de materiales polarizantes incluyen yodo, yodatos, materiales dicroicos tales como indigoides, tioindigoides, merocianinas, indanos, colorantes azoicos y poli(azoicos), benzoquinonas, naftoquinonas, antraquinonas, (poli)antraquinonas, y antrapirimidinonas.

El término “sustrato”, como se usa por ejemplo con respecto a la expresión sustrato rígido, significa un artículo que tiene al menos una superficie que es capaz de acomodar un revestimiento fotocromico, por ejemplo, un revestimiento polimérico fotocromico; en concreto, el sustrato tiene una superficie a la que se puede aplicar un

revestimiento fotocromico. Algunas realizaciones no limitantes de la forma que puede tener la superficie del sustrato incluyen redonda, llana, cilíndrica, esférica, plana, básicamente plana, planocóncava y/o planoconvexa, curvada, que incluye, pero no se limita a, convexa y/o cóncava, como se muestra a modo de ejemplo mediante las diversas curvas de base usadas para las lentes oftálmicas.

5 El término "transparente", como se usa por ejemplo con respecto a un sustrato, película, material y/o revestimiento, significa que el sustrato, revestimiento, película y/o material indicado tiene la propiedad de transmitir la luz sin dispersión apreciable de un modo tal que los objetos que permanecen más allá del mismo se observan con claridad.

10 Las composiciones curables de la presente invención comprenden una cantidad fotocromica de al menos un material fotocromico. Los materiales fotocromicos, por ejemplo colorantes/compuestos o composiciones que contienen tales colorantes/compuestos, que se pueden utilizar para la composición fotocromica son compuestos y/o sustancias fotocromicos inorgánicos y/u orgánicos que contienen tales compuestos fotocromicos orgánicos que conocen en la actualidad los expertos en la materia.

15 El material o materiales fotocromicos particulares, por ejemplo, compuesto o compuestos, seleccionados dependerán de la aplicación final de la composición fotocromica y de color o tono deseado para esa aplicación. Cuando se usan dos o más compuestos fotocromicos en combinación, se seleccionan generalmente para complementarse entre sí y producir un color o tono deseado.

20 El material fotocromico inorgánico contiene por lo general cristalitas de haluro de plata, haluro de cadmio y/o haluro de cobre. Generalmente, el material de haluro es el cloruro y bromuro. Se pueden preparar otros materiales fotocromicos inorgánicos mediante la adición de europio (II) y/o cerio (III) a un vidrio mineral, tal como un vidrio de sosa-silíce.

25 Algunos ejemplos no limitantes de compuestos fotocromicos orgánicos que se pueden usar en la composición de polímero fotocromica incluyen benzopiranos, naftopiranos, por ejemplo, nafto[1,2-b]piranos, nafto[2,1-b]piranos, espiro-9-fluoreno[1.2-b]piranos, fenantropiranos, quinopiranos, y naftopiranos condensados con indeno, tales como los que se desvelan en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 5.645.767 de la columna 1, línea 10 a la columna 12, línea 57 y en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 5.658.501 de la columna 1, línea 64 a la columna 13, línea 36, cuyas divulgaciones se incorporan en el presente documento por referencia. Algunos ejemplos no limitantes adicionales de compuestos fotocromicos orgánicos que se pueden usar incluyen oxazinas, tales como benzoxazinas, naftoxazinas, y espiro(indolina)piridobenzoxazinas. Otros ejemplos no limitantes de sustancias fotocromicas que se pueden usar son ditizonatos metálicos fotocromicos, por ejemplo, ditizonatos de mercurio; fulgidas y fulgimidas, por ejemplo las 3-furil y 3-tienil fulgidas y fulgimidas, que se describen en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.931.220 de la columna 20, línea 5 a la columna 21, línea 38; diariletanos, que se describen en el documento de Solicitud de Patente de Estados Unidos 2003/0174560 del párrafo [0025] al [0086]; y mezclas de cualquiera de los materiales/compuestos fotocromicos mencionados anteriormente.

40 Algunos ejemplos no limitantes adicionales de compuestos fotocromicos orgánicos, compuestos fotocromicos polimerizables y compuestos fotocromicos complementarios se describen en los siguientes documentos de Patente de Estados Unidos:

45 5.166.345 de la columna 3, línea 36 a la columna 14, línea 3;
 5.236.958 de la columna 1, línea 45 a la columna 6, línea 65;
 5.252.742 de la columna 1, línea 45 a la columna 6, línea 65;
 5.359.085 de la columna 5, línea 25 a la columna 19, línea 55;
 5.488.119 de la columna 1, línea 29 a la columna 7, línea 65;
 5.821.287 de la columna 3, línea 5 a la columna 11, línea 39;
 50 6.113.814 de la columna 2, línea 23 a la columna 23, línea 29;
 6.153.126 de la columna 2, línea 18 a la columna 8, línea 60;
 6.296.785 de la columna 2, línea 47 a la columna 31, línea 5;
 6.348.604 de la columna 3, línea 26 a la columna 17, línea 15; y
 6.353.102 de la columna 1, línea 62 a la columna 11, línea 64.

55 La composición fotocromica puede contener un compuesto fotocromico o una mezcla de dos o más compuestos fotocromicos, según se desee. Se pueden usar mezclas de compuestos fotocromicos para conseguir ciertos colores activados, tales como un gris casi neutro o un pardo casi neutro. Véase, por ejemplo, el documento de Patente de Estados Unidos n.º 5.645.767, de la columna 12, línea 66 a la columna 13, línea 19.

60 El material o materiales fotocromicos que se describen en el presente documento se pueden incorporar a la composición curable por adición a la composición y/o por disolución del mismo en un disolvente antes de añadirlo a la composición curable.

65 La cantidad de material fotocromico presente en la composición es la cantidad que es suficiente para exhibir un cambio deseado en la densidad óptica (ΔOD) cuando la composición curada se expone a radiación ultravioleta (UV),

por ejemplo una cantidad fotocromática. Por lo general, se usa una cantidad suficiente para producir un efecto fotocromático discernible a simple vista después de activación. Generalmente, tal cantidad se puede describir como cantidad fotocromática. La cantidad particular usada depende a menudo de la intensidad de color deseada de la irradiación de la misma y el método usado para incorporar los materiales fotocromáticos. Cuanto más material fotocromático se incorpore, mayor es la intensidad de color hasta un cierto límite.

Por lo general, la cantidad de material fotocromático activo usada en la composición fotocromática puede variar de un 0,5 a un 40,0 por ciento en peso, basado en el peso total de la resina o resinas usadas para producir la composición. Las cantidades relativas del material o materiales fotocromáticos usadas pueden variar y dependerán en parte de las intensidades relativas del color de la forma activada del compuesto o compuestos fotocromáticos, el color final deseado, y la solubilidad o dispersabilidad del material o materiales fotocromáticos en la composición polimérica. En ciertas realizaciones, la concentración de material o materiales fotocromáticos activos en la composición fotocromática puede variar de un 1,0 a un 30 por ciento en peso, tal como de un 3 a un 20 por ciento en peso, o de un 3 a un 10 por ciento en peso (basado en el peso total de los sólidos de resina en la composición). La cantidad de material fotocromático en la composición puede variar entre cualquier combinación de estos valores, inclusive los valores enumerados.

La composición curable de la presente invención comprende además un poliol polimérico, por lo general un diol, que tiene grupos carbonato a lo largo de su cadena principal. La composición puede contener uno solo de tales polioles poliméricos o una mezcla de diferentes polioles poliméricos que tienen grupos carbonato a lo largo de sus cadenas principales. También se pueden producir otras uniones tales como éster, amida, éter, uretano, y similares, a lo largo de la cadena principal polimérica, algunos ejemplos de las cuales se describen posteriormente. El poliol polimérico tiene habitualmente un peso molecular promedio en número mayor de 5000 g/mol. Por lo general, el poliol polimérico tiene un peso molecular promedio en número mayor de 5000 g/mol, habitualmente mayor de 6000 g/mol o mayor de 8000 g/mol. Además, el poliol polimérico tiene por lo general un peso molecular promedio en número de 20.000 g/mol o menos, tal como 10.000 g/mol o menos, 8000 g/mol o menos, o 7000 g/mol o menos. El peso molecular promedio en número del poliol polimérico puede variar entre cualquiera de los intervalos enumerados. Para los fines de la presente invención, en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones, el peso molecular promedio en número del poliol polimérico se determina usando cromatografía de permeación en gel ("GPC") usando un patrón de poliestireno. En ciertas realizaciones, el poliol polimérico también tiene un índice de polidispersidad menor o igual que 2,0, o 1,50, a menudo menor o igual que 1,40, o menor o igual que 1,30. Un índice de polidispersidad menor de 1,5 es particularmente útil cuando el poliol polimérico es un policarbonato diol sin ninguna otra unión funcional a lo largo de la cadena principal polimérica.

Se pueden obtener dioles policarbonato funcionales adecuados, por ejemplo, por aislamiento de dioles policarbonato funcionales de mayor peso molecular a partir de mezclas de dioles policarbonato funcionales que tienen un alto índice de polidispersidad. En ciertas realizaciones de la presente invención, el diol policarbonato funcional se obtiene por aislamiento de dioles policarbonato funcionales de mayor peso molecular a partir de una mezcla de policarbonato dioles alifáticos disponibles en el mercado tales como PC-1122 de Stahl USA, ETERACOLL™ PH-200D, PH-200 y UH-200 todos de Ube Chemical. DURANOL™ T5652 de AsahiKASEL, o RAVECARB™ 107 de Enichem. El diol policarbonato funcional se purifica por lavado de la mezcla con metanol u otro disolvente adecuado y retirada de las fracciones de bajo peso molecular hasta que el índice de polidispersidad de la muestra remanente sea menor o igual que 1,50.

Como se ha indicado anteriormente, el poliol polimérico puede contener uniones uretano o bloques de uniones uretano además de los grupos carbonato. Estos copolímeros en bloque se pueden describir como polioles ABA donde A representa el bloque de policarbonato y B el bloque de uretano. Para producir tales polioles en bloque, se puede hacer reaccionar un diol (X) tal como 1,6-hexanodiol o TONE 0201 (un policaprolactona diol disponible en Union Carbide) con un exceso de un isocianato (Y) tal como diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno para formar un bloque de uretano que sea isocianato funcional. Por ejemplo, el producto la reacción de 2 moles de diol (X) con 3 moles de diisocianato (Y) se podría describir como un bloque Y-X-Y-X-Y. Se permite que reaccionen el diol y el diisocianato hasta que el peso equivalente de NCO sea constante.

El poliol en bloque ABA final se forma a continuación mediante la adición de un exceso molar (con respecto al bloque B) del policarbonato diol (A). Por ejemplo, cuando se añaden 2 moles del policarbonato diol a 1 mol del bloque de uretano (B) la estructura estadística media se puede describir como copolímero en bloque ABA. Si se hicieran reaccionar 3 moles del policarbonato diol (A) con 2 moles del bloque de uretano (B), la estructura estadística media se puede describir como copolímero en bloque A-B-A-B-A. Se ha descubierto que la incorporación de tales bloques de uretano al poliol que contiene policarbonato mejora la compatibilidad del perfil de robustez (turbidez reducida) del revestimiento óptico curado sin sacrificar otras propiedades de rendimiento crítico tales como la velocidad de desvanecimiento.

Algunos dioles (X) representativos incluyen, pero no se limitan a, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol, glicerol, 1,4-ciclohexanodimetanol, 2-metil-1,3-hexanodiol, politetrahidrofurano, bisfenol A etoxilado, esterdiol 204, trimetilolpropano, y pentaeritritol.

Algunos diisocianatos (Y) representativos incluyen, pero no se limitan a, diisocianato de hexametileno (HDI), diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno (TMDI), diisocianato de isoforona (IPDI), Desmodur W, diisocianato de tetrametilxilileno (TMXDI), diisocianato dimérico (DDI).

- 5 Se pueden añadir uniones éster a largo de la cadena principal del polioliol polimérico. La prolongación del policarbonato con la funcionalidad poliéster se puede realizar usando un catalizador de ácido de Lewis (tal como, pero no limitado a, etilhexanoato de estaño (II), trietil aluminio, triisopropóxido de aluminio, Borch Kat® 22, dilaurato de dibutilestaño (IV), etc.) o un catalizador de amina (tal como, pero no limitado a, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-2H-pirrimido[1,2-a]-pirimidina) por medio de polimerizaciones por apertura de anillo (ROP). La prolongación del peso molecular del policarbonato incluye el uso de ésteres y uretanos por reacción del policarbonato simultáneamente con lactona usando ROP e isocianato libre en presencia de dilaurato de dibutilestaño (IV).

15 Las composiciones fotocromáticas poliméricas orgánicas curables de la presente invención comprenden además un agente de curado, o reticulación, que tiene grupos funcionales reactivos capaces de reaccionar con los grupos hidroxilo del polioliol polimérico. Algunos ejemplos de agentes de curado adecuados incluyen aminoplastos, poliisocianatos, poliácidos, anhídridos y las mezclas de los mismos.

20 Se pueden obtener aminoplastos útiles, por ejemplo, a partir de la reacción de condensación de formaldehído con una amina o amida. Algunos ejemplos de aminas o amidas incluyen, pero no se limitan a, melamina, urea y benzoguanamina.

Aunque los productos de condensación obtenidos a partir de la reacción de alcoholes y formaldehído con melamina, urea o benzoguanamina son los más comunes, se pueden usar condensados con otras aminas o amidas. El formaldehído es el aldehído usado con la mayor frecuencia, pero también se pueden usar otros aldehídos tales como acetaldehído, crotonaldehído, y benzaldehído.

30 El aminoplasto puede contener grupos imino y metilol. En ciertos casos, al menos una parte de los grupos metilol pueden estar eterificados con un alcohol para modificar la respuesta de la cura. Se puede emplear para este fin cualquier alcohol monohídrico tal como metanol, etanol, alcohol n-butílico, isobutanol, y hexanol. Algunos ejemplos de resinas de aminoplasto adecuadas están disponibles en el mercado en Cytcc Industries, Inc. con el nombre comercial CYMEL® y en Solutia, Inc. con el nombre comercial RESIMENE®. Algunos aminoplastos particularmente útiles incluyen CYMEL® 385 (adecuado para composiciones basadas en agua), condensados de melamina formaldehído con funcionalidad imino CYMEL® 1158, y CAMEL® 303.

35 Otros agentes de reticulación adecuados para su uso incluyen agentes de reticulación de poliisocianato. Como se usa en el presente documento, el término "poliisocianato" pretende incluir poliisocianatos bloqueados (o protegidos) así como poliisocianatos sin bloquear. Los poliisocianatos pueden ser alifáticos, aromáticos, o una mezcla de los mismos. Aunque a menudo se usan poliisocianatos superiores tales como isocianuratos de diisocianatos, también se pueden usar diisocianatos. También se pueden usar prepolímeros de isocianato, por ejemplo productos de reacción de poliisocianatos con polioles. También se usan mezclas de agentes de reticulación de poliisocianato.

45 El poliisocianato que se utiliza como agente de reticulación se puede preparar a partir de diversos materiales que contienen isocianato. Algunos ejemplos de poliisocianatos adecuados incluyen trímeros preparados a partir de los siguientes diisocianatos: diisocianato de tolueno, 4,4'-metileno-bis(isocianato de ciclohexilo), diisocianato de isoforona, una mezcla isomérica de diisocianatos de 2,2,4- y 2,4,4-trimetilhexametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de tetrametilxilileno y diisocianato de 4,4'-difenilmetileno. Además, también se pueden usar prepolímeros de poliisocianato bloqueado de diversos polioles tales como poliéster polioles.

50 Los grupos isocianato pueden estar protegidos o sin proteger, según se desee. Si el poliisocianato se va a bloquear o proteger, se puede usar cualquier compuesto de alquil monoalcohol o fenólico alifático, cicloalifático, o aromático deseado conocido por los expertos en la materia como agente de protección para el poliisocianato. Algunos ejemplos de agentes de bloqueo adecuados incluyen los materiales que se podrían desbloquear a temperaturas elevadas tales como alcoholes alifáticos inferiores que incluyen metanol, etanol, y n-butanol; alcoholes cicloalifáticos tales como ciclohexanol; alcoholes aromáticos-alquilo tales como fenil carbinol y metilfenil carbinol; y compuestos fenólicos tales como el propio fenol y fenoles sustituidos en los que los sustituyentes no afectan a las operaciones de revestimiento, tales como cresol y nitrofenol. También se pueden usar glicol éteres como agentes de protección. Algunos glicol éteres adecuados incluyen etilenglicol butil éter, dietilenglicol butil éter, etilenglicol metil éter y propilenglicol metil éter. Otros agentes de protección adecuados incluyen oximas tales como metil etil cetoxima, acetona oxima y ciclohexanona oxima, lactamas tales como epsilon-caprolactama, pirazoles tales como dimetil pirazol, y aminas tales como dibutil amina.

65 Algunos ejemplos de ácidos policarboxílicos adecuados incluyen ácido adípico, succínico, sebácico, azelaico, y dodecanodioico. Otros agentes de reticulación de poliácido adecuados incluyen polímeros acrílicos que contienen grupos ácido preparados a partir de un monómero etilénicamente insaturado que contiene al menos un grupo ácido carboxílico y al menos un monómero etilénicamente insaturado que está exento de grupos ácido carboxílico. Tales polímeros acrílicos con funcionalidad ácido pueden tener un índice de ácido que varía de 30 a 150. También se

pueden usar poliésteres que contienen grupos funcionales ácido. Se pueden usar poliésteres y semiésteres de ácido de bajo peso molecular que se basan en la condensación de polioles alifáticos con ácidos policarboxílicos o anhídridos alifáticos y/o aromáticos. Algunos ejemplos de polioles alifáticos adecuados incluyen etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, 1,6-hexanodiol, trimetilolpropano, di-trimetilolpropano, neopentilglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, pentaeritritol, y similares. Los ácidos policarboxílicos y los anhídridos pueden incluir, entre otros, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, anhídrido ftálico, ácido tetrahidroftálico, anhídrido tetrahidroftálico, anhídrido hexahidroftálico, anhídrido metilhexahidroftálico, anhídrido cloréndico, y similares. También se pueden usar mezclas de ácidos y/o anhídridos. Los agentes de reticulación de poliácido descritos anteriormente se describen con mayor detalle en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.681.811 de la columna 6, línea 45 a la columna 9, línea 54.

Las composiciones curables de la presente invención pueden contener otras resinas diferentes de y además de los polioles poliméricos descritos anteriormente. Algunos ejemplos de polioles orgánicos que se pueden usar en la presente invención además de los policarbonato polioles descritos anteriormente incluyen (a) poliéster polioles; (b) poliéter polioles; (c) polioles que contienen amida; (d) polioles poliacrílicos; (e) epoxi polioles; (f) alcoholes polivinílicos polihídricos; (g) uretano polioles, y (h) mezclas de tales polioles. En una realización contemplada, los polioles orgánicos adicionales se selecciona entre el grupo que consiste en polioles poliacrílicos, poliéter polioles, poliéster polioles, uretano polioles y las mezclas de los mismos. En otra realización contemplada, los polioles orgánicos adicionales se seleccionan entre el grupo que consiste en polioles poliacrílicos, poliéter polioles, uretano polioles y las mezclas de los mismos.

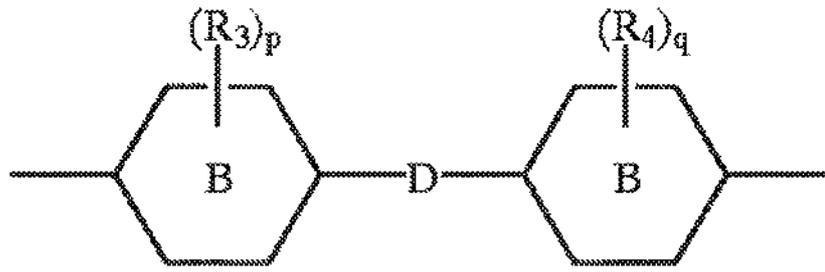
Los poliéster polioles se conocen generalmente pueden tener un peso molecular promedio en número en el intervalo de 500 a 10.000. Se preparan mediante técnicas convencionales usando dioles, trioles y alcoholes polihídricos conocidos en la técnica, que incluyen, pero no se limitan a, los polioles descritos anteriormente usados en la preparación de policarbonato polioles (opcionalmente en combinación con alcoholes monohídricos) con ácidos policarboxílicos. Algunos ejemplos de ácidos policarboxílicos adecuados incluyen: ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido trimelítico, ácido tetrahidroftálico, ácido adípico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido fumárico, y las mezclas de los mismos. También se pueden emplear anhídridos de los ácidos anteriores, cuando existan, y se incluyen en la expresión "ácido policarboxílicos". Además, también son útiles ciertos materiales que reaccionan de forma similar a los ácidos, para formar poliéster polioles. Tales materiales incluyen lactonas, por ejemplo, caprolactona, propiolactona y butirólactona, e hidroxiaácidos tales como ácido hidroxicaproico y ácido dimetilol propiónico. Si se usa un triol o alcohol polihídrico, se puede usar un ácido monocarboxílico, tal como ácido acético y/o ácido benzoico, en la preparación de los poliéster polioles y, para algunos fines, tal poliéster poliol puede ser deseable. Además, en el presente documento se entiende que los poliéster polioles incluyen poliéster polioles modificados con ácidos grasos o aceites de glicéridos de ácidos grasos (es decir, polioles alquídicos convencionales que contienen tal modificación). Otro poliéster poliol que se puede utilizar es el preparado haciendo reaccionar un óxido de alquileo, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, etc., y los ésteres de glicidilo de ácido versático con ácido metacrílico para formar el correspondiente éster.

Los poliéter polioles se conocen generalmente y pueden tener un peso molecular promedio en número en el intervalo de 500 a 10.000 gramos por mol. Algunos ejemplos de poliéter polioles incluyen diversos polioxialquileo polioles, polioles polialcoxilados que tienen un peso molecular mayor de 500 gramos por mol, por ejemplo, poli(oxitetrametilen)dioles, y las mezclas de los mismos. Los polioxialquileo polioles se pueden preparar, de acuerdo con métodos bien conocidos, por condensación de un óxido de alquileo, o una mezcla de óxidos de alquileo usando adición catalizada con ácido o base, con un iniciador polihídrico o una mezcla de iniciadores polihídricos tales como etilenglicol, propilenglicol, glicerol, sorbitol y similares. Algunos óxidos de alquileo ilustrativos incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de amileno, óxido de aralquileo, por ejemplo, óxido de estireno, y óxidos de alquileo halogenados tales como óxido de triclorobutileno, etc. Los óxidos de alquileo más preferentes incluyen óxido de propileno y óxido de etileno o una mezcla de los mismos usando oxialquilación aleatoria o por etapas. Algunos ejemplos de polioxialquileo polioles incluyen polioxi-etileno, es decir, polietilenglicol, polioxi-propileno, es decir, polipropilenglicol. El peso molecular de tales polioxialquileo polioles usados como el segmento blando es preferentemente mayor o igual que 600, más preferentemente, mayor o igual que 725, y lo más preferentemente, mayor o igual que 1000 gramos por mol.

Los polioles polialcoxilados que tienen un peso molecular promedio en número mayor de 500 gramos por mol se pueden representar mediante la siguiente fórmula general I

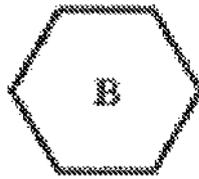


en la que m y n son cada uno un número positivo, siendo la suma de m y n de 5 a 70, R₁ y R₂ son cada uno hidrógeno, metilo o etilo, preferentemente hidrógeno o metilo y A es un grupo de unión divalente seleccionado entre el grupo que consiste en alquileo de cadena lineal o ramificado (que contiene habitualmente de 1 a 8 átomos de carbono), fenileno, fenileno sustituido con alquilo C₁-C₉ y un grupo representado por la siguiente fórmula general II



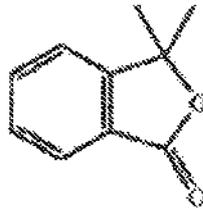
en la que R_3 y R_4 son cada uno alquilo C_1 - C_4 , cloro o bromo, p y q son cada uno un número entero de 0 a 4,

5



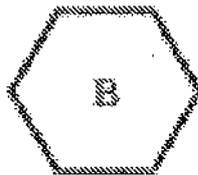
representa un grupo benceno divalente o un grupo ciclohexeno divalente, y D es O , S , $--S(O_2)--$, $--C(O)--$, $--CH_2--$, $--CH=CH--$, $--C(CH_3)_2--$, $--C(CH_3)(C_6H_5)-$ o

10



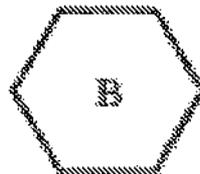
cuando

15

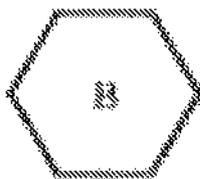


es el grupo benceno divalente, y D es O , S , $--CH_2--$, o $--C(CH_3)_2-$ cuando

20



es el grupo ciclohexeno divalente. En una realización contemplada, el polioli polialcoxilado es aquel en el que la suma de m y n es de 15 a 40, por ejemplo, de 25 a 35, R_1 y R_2 son cada uno hidrógeno, y A es un grupo de unión divalente de acuerdo con la fórmula general 11 en la que



- representa un grupo benceno divalente, p y q son cada uno 0, y D es $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$. En otra realización contemplada, la suma de m y n es de 25 a 35, por ejemplo, 30. Tales materiales se pueden preparar mediante métodos que se conocen bien en la técnica. Uno de tales métodos usados habitualmente implica hacer reaccionar un poliol, por ejemplo, 4,4'-isopropilidendifenol, con una sustancia que contiene oxirano, por ejemplo óxido de etileno, óxido de propileno, alfa-óxido de butileno o beta-óxido de butileno, para formar lo que se denomina habitualmente un poliol etoxilado, propoxilado o butoxilado que tiene funcionalidad hidroxilo.
- 5
- 10 Algunos ejemplos de polioles que se pueden usar en la preparación de polioles polialcoxilados incluyen los polioles usados en la preparación de los policarbonato polioles que se describen en el presente documento, por ejemplo, trimetilolpropano y pentaeritritol; fenilendioles tales como orto, meta y para dihidroxibenceno; fenilendioles sustituidos con alquilo tales como 2,6-dihidroxitolueno, 3-metilcatecol, 4-metilcatecol, alcohol 2-hidroxibencílico, alcohol 3-hidroxibencílico, y alcohol 4-hidroxibencílico; dihidroxibifenilos tales como 4,4'-dihidroxibifenilo y 2,2'-dihidroxibifenilo;
- 15 bisfenoles tales como 4,4'-isopropilidendifenol; 4,4'-oxibisfenol; 4,4'-dihidroxibencenofenona; 4,4'-tiobisfenol; fenoltaleína; bis(4-hidroxifenil)metano; 4,4'-(1,2-etenodiol)bisfenol; y 4,4'-sulfonilbisfenol; bisfenoles halogenados tales como 4,4'-isopropilidenedis(2,6-dibromofenol), 4,4'-isopropilidenedis(2,6-diclorofenol) y 4,4'-isopropilidenedis(2,3,5,6-tetraclorofenol); y bisciclohexanoles, que se pueden preparar por hidrogenación de los correspondientes bisfenoles, tales como 4,4'-isopropilidenedisbisciclohexanol; 4,4'-oxibisciclohexanol; 4,4'-tiobisciclohexanol; y bis(4-hidroxibisciclohexanol)etano.
- 20
- Los poliéter polioles también incluyen los poli(oxitetrametilen)dioles conocidos generalmente preparados mediante la polimerización de tetrahidrofurano en presencia de catalizadores de ácido de Lewis tales como trifluoruro de boro, cloruro de estaño(IV) y cloruro de sulfonilo. El peso molecular promedio en número de los poli(oxitetrametilen)dioles usados como segmento blando varía de 500 a 5000. En una realización contemplada, el peso molecular promedio en número varía de 650 a 2900, en otra de 1000 a 2000, y en una realización contemplada adicional 1000 gramos por mol.
- 25
- En una realización contemplada, los poliéter polioles se seleccionan entre el grupo que consiste en polioxiálquilo polioles, polioles polialcoxilados, poli(oxitetrametilen)dioles y las mezclas de los mismos. En otra realización contemplada, los poliéter polioles se seleccionan entre el grupo que consiste en polioxiálquilo polioles que tienen un peso molecular promedio en número mayor o igual que 1000 gramos por mol, bisfenol A etoxilado que tiene aproximadamente 30 grupos etoxi, poli(oxitetrametilen)dioles que tienen un peso molecular promedio en número de 1000 gramos por mol y las mezclas de los mismos.
- 30
- 35 Los polioles que contienen amida se conocen generalmente y por lo general se preparan a partir de la reacción de diácidos o lactonas y polioles usados en la preparación de los policarbonato polioles descritos en el presente documento con diaminas o aminoalcoholes que se describen en lo sucesivo en el presente documento. Por ejemplo, se pueden preparar polioles que contienen amida mediante la reacción de neopentilglicol, ácido adípico y hexametildiamina. Los polioles que contienen amida también se pueden preparar a través de aminólisis mediante la reacción, por ejemplo, de carboxilatos, ácidos carboxílicos, o lactonas con aminoalcoholes. Algunos ejemplos de diaminas y aminoalcoholes incluyen hexametildiaminas, etilendiaminas, fenilendiamina, monoetanolamina, dietanolamina, isoforona diamina y similares.
- 40
- 45 Los epoxi polioles se conocen generalmente y se pueden preparar, por ejemplo, mediante la reacción de glicidil éteres de polifenoles tales como diglicidil éter de 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, con polifenoles tales como 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano. Se pueden preparar epoxi polioles de pesos moleculares y funcionalidad hidroxilo promedio variables dependiendo de la proporción de los materiales de partida usados.
- 50
- 55 Los alcoholes polivinílicos polihídricos se conocen generalmente y se pueden preparar, por ejemplo, mediante la polimerización de acetato de vinilo en presencia de iniciadores adecuados seguido de hidrólisis de al menos una parte de los restos de acetato. En el proceso de hidrólisis, se forman grupos hidroxilo que se unen directamente a la cadena principal de polímero. Además de homopolímeros, se pueden preparar copolímeros de acetato de vinilo y monómeros tales como cloruro de vinilo e hidrolizarse de una forma similar para formar copolímeros de alcohol polivinílico polihídrico-cloruro de polivinilo.
- Los uretano polioles se conocen generalmente y se pueden preparar, por ejemplo, por reacción de un poliisocianato con un exceso de poliol orgánico para formar un producto con funcionalidad hidroxilo. Algunos ejemplos de poliisocianatos útiles en la preparación de uretano polioles incluyen los que se describen en el presente documento.
- 60 Algunos ejemplos de polioles orgánicos útiles en la preparación de uretano polioles incluyen otros polioles que se

describen en el presente documento, por ejemplo, polioles de bajo peso molecular, poliéster polioles, poliéter polioles, polioles que contienen amida, polioles poliacrílicos, epoxi polioles, alcoholes polivinílicos polihídricos y las mezclas de los mismos.

- 5 Los polioles poliacrílicos se conocen generalmente y se pueden preparar mediante técnicas de polimerización por adición de radicales libres de monómeros que se describen en lo sucesivo en el presente documento. En una realización contemplada, los polioles poliacrílicos tienen un peso molecular promedio en peso de 500 a 50.000 y un índice de hidroxilo de 20 a 270. En otra realización contemplada, el peso molecular promedio en peso es de 1000 a 30.000 y el índice de hidroxilo es de 80 a 250. En otra realización contemplada más, el peso molecular promedio en peso es de 3000 a 20.000 y el índice de hidroxilo es de 100 a 225.

- 15 Los polioles poliacrílicos incluyen, pero no se limitan a, los polímeros y copolímeros de adición con funcionalidad hidroxilo conocidos de ácidos acrílicos y metacrílicos; sus derivados de éster que incluyen, pero no se limitan a, sus derivados de éster con funcionalidad hidroxilo. Algunos ejemplos de monómeros etilénicamente insaturados con funcionalidad hidroxilo que se usan en la preparación de polímeros de adición con funcionalidad hidroxilo incluyen (met)acrilato de hidroxietilo, es decir, acrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxietilo, (met)acrilato de hidroxipropilo, (met)acrilato de hidroxibutilo, acrilato de hidroximetiletilo, acrilato de hidroximetilpropilo y las mezclas de los mismos.

- 20 En una realización contemplada, el poliol poliacrílico es un copolímero de monómeros (met)acrílicos etilénicamente insaturados con funcionalidad hidroxilo y otros monómeros etilénicamente insaturados seleccionados entre el grupo que consiste en monómeros aromáticos de vinilo, por ejemplo, estireno, alfa-metil estireno, t-butil estireno y vinil tolueno; monómeros alifáticos de vinilo tales como etileno, propileno y 1,3-butadieno; (met)acrilamida, (met)acrilonitrilo; haluros de vinilo y vinilideno, por ejemplo, cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno, ésteres de vinilo, por ejemplo, acetato de vinilo; ésteres de alquilo de ácidos acrílicos y metacrílicos, es decir, ésteres de alquilo de ácidos (met)acrílicos, que tienen de 1 a 17 átomos de carbono en el grupo alquilo, incluyendo (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de isobornilo, y (met)acrilato de laurilo; monómeros etilénicamente insaturados con funcionalidad epoxi tales como (met)acrilato de glicidilo; monómeros etilénicamente insaturados con funcionalidad carboxi tales como ácidos acrílicos y metacrílicos y mezclas de tales monómeros etilénicamente insaturados.

- 35 El monómero o monómeros metacrílicos etilénicamente insaturados con funcionalidad hidroxilo pueden comprender hasta un 95 por ciento en peso del copolímero de poliol poliacrílico. En una realización contemplada, se compone de hasta un 70 por ciento en peso, y en otra, el monómero o monómeros (met)acrílicos etilénicamente insaturados con funcionalidad hidroxilo comprenden hasta un 45 por ciento en peso del copolímero total.

- 40 Los polioles poliacrílicos que se describen en el presente documento se pueden preparar mediante polimerización por adición iniciada por radicales libres del monómero o monómeros, y mediante técnicas de polimerización en solución orgánica. Los monómeros se disuelven por lo general en un disolvente orgánico o una mezcla de disolventes que incluyen cetonas tales como metil etil cetona, ésteres tales como acetato de butilo, acetato de propilenglicol, y acetato de hexilo, alcoholes tales como etanol y butanol, éteres tales como propilenglicol monopropil éter y 3-etoxipropionato de etilo, y disolventes aromáticos tales como xileno y SOLVESSO 100, una mezcla de disolventes de hidrocarburo de alto punto de ebullición disponible en Exxon Chemical Co. En primer lugar, el disolvente se calienta a reflujo, habitualmente de 70 a 160 °C, y el monómero o la mezcla de monómeros y el iniciador de radicales libres se añaden lentamente al disolvente a reflujo, durante un período de aproximadamente 1 a 7 horas. Añadir los monómeros demasiado rápido puede causar una mala conversión o una reacción altamente exotérmica y rápida, que es un riesgo para la seguridad. Algunos iniciadores de radicales libres adecuados incluyen peroxiacetato de t-amilo, peroxiacetato de di-t-amilo y 2,2'-azobis (2-metilbutanonitrilo). El iniciador de radicales libres está presente por lo general en la mezcla de reacción de un 1 a un 10 por ciento, basado en el peso total de los monómeros. El polímero preparado mediante los procedimientos que se describen en el presente documento no está gelificado y tiene preferentemente un peso molecular de 500 a 50.000 gramos por mol.

- 55 Las composiciones curables de la presente invención pueden contener adyuvantes convencionales adicionales que imparten propiedades o características deseadas a la composición, o que se requieren por el proceso usado para aplicar y curar la composición de polímero fotocromática en forma de un revestimiento sobre la superficie de un sustrato, o que mejoran el rendimiento del revestimiento. Tales adyuvantes incluyen, pero no se limitan a, absorbentes de luz ultravioleta, estabilizadores de luz, tales como estabilizadores de luz de amina impedida (HALS), compuestos de diariloxalamida asimétrica (oxanilida), inactivadores de oxígeno singlete, por ejemplo, un complejo de ion de níquel con un ligando orgánico, antioxidantes, por ejemplo, antioxidantes polifenólicos, estabilizadores térmicos, agentes de control de la reología, agentes de nivelado, por ejemplo, tensioactivos, secuestradores de radicales libres, agentes de tinción, por ejemplo, colorantes, y agentes promotores de la adhesión, tales como trialcóxisilanos, por ejemplo, silanos que tienen un radical alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono, incluyendo γ -glicidioxipropil trimetoxi silano, γ -aminopropil trimetoxisilano, 3,4-epoxi ciclohexiletil trimetoxisilano, dimetildietoxisilano, aminoetil trimetoxisilano, y metacrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo. Se pueden usar mezclas de tales materiales adyuvantes que mejoran el rendimiento fotocromático/revestimiento. También se pueden incorporar catalizadores a la composición según sea necesario para efectuar las reacciones químicas necesarias de curado.

Después de curar la composición de la presente invención y realizar el Ensayo de Rendimiento Fotocrómico que se describe en el presente documento, la composición demostró una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 200 segundos, o menos de 100 segundos, o menos de 90 segundos, haciéndola particularmente adecuada como revestimiento fotocrómico en un artículo fotocrómico tal como una lente. Para los fines de la presente invención, el ensayo de respuesta para determinar la velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ se determinó usando un banco óptico como se describe inmediatamente a continuación y con mayor especificidad en el presente documento posteriormente en los Ejemplos.

Ensayo de Rendimiento Fotocrómico:

El Ensayo de Rendimiento Fotocrómico se llevó a cabo en el banco óptico "Bench for Measuring Photochromics" ("BMP") fabricado por Essilor, Ltd. Francia. El banco óptico se mantuvo a una temperatura constante de 73,4 °F (23 °C) durante el ensayo.

Antes del ensayo en el banco óptico, cada una de las lentes revestidas se expuso a luz ultravioleta de 365 nanómetros durante aproximadamente 10 minutos a una distancia de aproximadamente 14 centímetros para activar los materiales fotocrómicos. La irradiancia de UVA (315 a 380 nm) en las lentes se midió con un espectrorradiómetro LICOR® modelo Li-1800. Los niveles de irradiancia habituales son aproximadamente 22,2 vatios por metro cuadrado. La lente se coloca bajo una lámpara halógena de alta intensidad de 500 vatios durante aproximadamente 10 minutos a una distancia de aproximadamente 36 centímetros para decolorar (inactivar) los materiales fotocrómicos. La iluminancia en la lente se mide con el espectrorradiómetro LICOR®. Los niveles de iluminancia habituales son aproximadamente 21,9 klux. Las lentes se mantienen en un entorno oscuro a temperatura ambiente (de 70 a 75 °F, o de 21 a 24 °C) durante al menos 1 hora antes de someterse a ensayo en el banco óptico. Antes de la medición en el banco óptico, se mide en las lentes la absorbancia ultravioleta a 390 nanómetros.

El banco óptico BMP se equipa con dos lámparas de arco de xenón de 150 vatios ORIEL® Modelo n.º 66057 en ángulos rectos entre sí. La trayectoria luminosa de la Lámpara 1 se dirige a través de un filtro de paso de banda de 3 mm SCHOTT® KG-2 y filtros de densidad neutra apropiados que contribuyen al nivel de irradiancia requerido de UV y parcial de luz visible. La trayectoria luminosa de la Lámpara 2 se dirige a través de un filtro de paso de banda de 3 mm SCHOTT® KG-2, un filtro de corte de 400 nm de banda corta SCHOTT® y los filtros de densidad neutra apropiados con el fin de proporcionar iluminancia de luz visible complementaria. Se usa un divisor de haz Polka Dot del 50 % de 2 pulgadas x 2 pulgadas (5 cm x 5 cm), a 45° de cada lámpara para mezclar los dos haces. La combinación de los filtros de densidad neutra y el control de tensión de la lámpara de arco de xenón se usan para ajustar la intensidad de la irradiancia. Se usa software propietario, es decir, BMPSoft versión 2.1e, en el BMP para controlar la programación, irradiancia, temperatura de la celda de aire y de la muestra, obturación, selección de filtros y medición de respuesta. Se usa un espectrofotómetro ZEISS® Modelo MCS 501, con cables de fibra óptica para el suministro de luz a través de la lente para la medición de respuesta y de color. Se recogen mediciones de respuesta fotópica en cada lente.

La potencia del banco óptico, es decir, la dosificación de luz a la que se expone por lo general la lente durante el ensayo, se ajusta a 6,7 vatios por metro cuadrado (W/m^2) UVA, integrada de 315-380 nm e iluminancia de 50 klux, integrada de 380-780 nm. La medición de este ajuste de potencia se realiza usando una sonda de irradiancia y el espectrofotómetro Zeiss calibrado. La celda de muestra de lente se equipa con una ventana de cuarzo y un portamuestras con autocentrado. La temperatura de la celda de muestra se controla por lo general a 23 °C, a través del software con un simulador de entorno Facis modificado, modelo FX-10. La medición de la respuesta fotocrómica dinámica de la muestra y las mediciones de color se realizan usando el mismo espectrofotómetro Zeiss, con cables de fibra óptica para el suministro de luz desde una lámpara halógena de tungsteno y a través de la muestra. El haz de luz de monitorización colimado del cable de fibra óptica se mantiene perpendicular a la muestra de ensayo mientras se hace pasar a través de la muestra y se dirige a un montaje del cable de fibra óptica receptor unido al espectrofotómetro. El punto exacto de ubicación de la muestra en la celda de muestra es donde el haz del arco de xenón activante y el haz de luz de monitorización intersecan para formar dos círculos concéntricos de luz. El ángulo de incidencia del haz del arco de xenón en el punto de ubicación de la muestra está aproximadamente a 30° de la perpendicular.

Las mediciones de respuesta, en términos de cambio de densidad óptica (ΔOD) del estado inactivado o decolorado al estado activado o coloreado se determinan estableciendo la transmitancia sin activar inicial, abriendo el obturador de la lámpara o lámparas de xenón y midiendo la transmitancia a través de la activación en intervalos seleccionados de tiempo. El cambio de la densidad óptica se determina de acuerdo con la fórmula: $\Delta OD = \log(10)(\%T_b/\%T_a)$, donde $\%T_b$ es el porcentaje de transmitancia en el estado decolorado, $\%T_a$ es el porcentaje de transmitancia en el estado activado. Las mediciones de densidad óptica se basan en la densidad óptica fotópica, en la que el ΔOD en la saturación es después de 15 minutos de activación y el valor de la Vida Media de Desvanecimiento (" $T_{1/2}$ ") es el intervalo de tiempo en segundos para el ΔOD de la forma activada del material fotocrómico en el revestimiento para alcanzar la mitad del ΔOD de quince minutos a 73,4 °F (23 °C), después de la retirada de la fuente de luz activante.

La presente invención proporciona además un artículo fotocrómico que comprende un sustrato rígido y un revestimiento polimérico orgánico fotocrómico aplicado a una superficie del sustrato. El revestimiento polimérico

orgánico fotocromico comprende la composición descrita anteriormente.

Los sustratos rígidos a los que se aplica el revestimiento polimérico fotocromico pueden variar e incluir cualquier sustrato rígido que tenga al menos una superficie que soporte un revestimiento polimérico fotocromico. Algunos ejemplos de tales sustratos rígidos incluyen: papel, vidrio, cerámica, madera, mampostería, textiles, metales y materiales poliméricos orgánicos. El sustrato particular usado dependerá de que la aplicación particular requiera tanto un sustrato rígido como un revestimiento fotocromico, revestimiento fotocromico que requiere además la protección de una película de polihidroxi polímero reticulado adyacente al revestimiento fotocromico. El sustrato rígido también puede ser transparente.

Los sustratos poliméricos que se pueden usar en la preparación de artículos fotocromicos de la presente invención incluyen materiales poliméricos orgánicos y materiales inorgánicos, tales como vidrio. Como se usa en el presente documento, el término "vidrio" se define como una sustancia polimérica, por ejemplo, un silicato polimérico. Los sustratos de vidrio pueden ser de cualquier tipo adecuado para el fin pretendido. En una realización no limitante, el sustrato de vidrio es un vidrio claro, poco coloreado, transparente tal como el vidrio de tipo sílice bien conocido, particularmente vidrio de sosa-caliza-sílice. La naturaleza y composición de los diversos vidrios de sílice se conoce en la técnica. El vidrio se puede reforzar mediante templado térmico o químico.

Los sustratos orgánicos poliméricos que se pueden usar en la preparación de los artículos fotocromicos de la presente invención son cualquiera de los materiales plásticos conocidos en la actualidad (o descubiertos posteriormente) que sean químicamente compatibles con el revestimiento polimérico fotocromico superpuesto sobre, por ejemplo, aplicado a, la superficie del sustrato. En una realización no limitante, el sustrato orgánico polimérico se puede preparar a partir de polímeros reconocidos en la técnica que son útiles como sustratos ópticos, por ejemplo, resinas ópticas orgánicas que se usan para preparar piezas ópticamente claras para aplicaciones ópticas, tales como lentes oftálmicas

Algunos ejemplos de sustratos orgánicos que se pueden usar como sustratos orgánicos poliméricos son polímeros, por ejemplo, homopolímeros, oligómeros y copolímeros que incluyen, pero no se limitan a, sustratos preparados a partir de monómeros y mezclas de monómeros tales como los que se desvelan de la columna 15, línea 28 a la columna 16, línea 17 del documento de Patente de Estados Unidos n.º 5.658.501. Tales sustratos orgánicos pueden ser sustratos poliméricos termoplásticos o termoestables, por ejemplo, transparentes, más particularmente, ópticamente claros, sustratos que tienen un índice de refracción que varía de forma deseable de 1,48 a 1,74, por ejemplo, de 1,50 a 1,67.

Algunos ejemplos no limitantes de tales monómeros y polímeros desvelados incluyen: monómeros de poliol(carbonato de alilo), por ejemplo, diglicol carbonatos de alilo tales como dietilenglicol bis(carbonato de arilo), monómero que se comercializa con el nombre comercial **CR-39** por PPG Industries, Inc; polímeros de poliurea-poliuretano (poliurea uretano) tales como los polímeros que se describen en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 6.127.505 (de la columna 2, línea 26 a la columna 6, línea 5, cuya divulgación se incorpora en el presente documento por referencia), preparándose tales polímeros de poliurea-uretano, por ejemplo, por reacción de un prepolímero de poliuretano y un agente de curado de diamina, comercializándose una composición para tal polímero con el nombre comercial **TRIVEX** por PPG Industries, Inc; monómeros con funcionalidad acrílica, tales como, pero sin limitarse a, monómeros de carbonato terminado en poliol(met)acrilol; monómeros de dimetacrilato de dietilenglicol; monómeros de metacrilato de fenol etoxilado; monómeros de diisopropenil benceno; monómeros de triacrilato de trimetilol propano etoxilado; monómeros de bismetacrilato de etilenglicol; monómeros de bismetacrilato de poli(etilenglicol); monómeros de acrilato de uretano; poli(dimetacrilato de bisfenol A etoxilado); poli(acetato de vinilo); poli(alcohol vinílico); poli(cloruro de vinilo); poli(cloruro de vinilideno); polietileno; polipropileno; poliuretanos; poliuretanos, que incluyen, pero no se limitan a, materiales tales como las resinas ópticas MR-6, MR-7 y MR-8 de Mitsui Chemicals; policarbonatos termoplásticos, tales como la resina unida a carbonato obtenida a partir de bisfenol A y fosgeno, comercializándose tal material con el nombre comercial **LEXAN**; poliésteres, tales como el material comercializado con el nombre comercial **MYLAR**; poli(tereftalato de etileno); polivinil butiral; poli(metacrilato de metilo), tal como el material comercializado con el nombre comercial **PLEXIGLAS**; y polímeros preparados por reacción de un isocianato o isocianatos y/o un isotiocianato o isotiocianatos polifuncionales con un politol o politioles o monómeros de poliepisulfuro, ya sea homopolimerizados o co y/o terpolimerizados con politioles, poliisocianatos, poliisotiocianatos y opcionalmente monómeros etilénicamente insaturados o monómeros de vinilo aromáticos halogenados. También se contemplan copolímeros de tales monómeros y mezclas de los polímeros y copolímeros descritos con otros polímeros, por ejemplo, para formar productos de redes interpenetradas. El sustrato polimérico orgánico debería ser químicamente compatible con el revestimiento polimérico fotocromico superpuesto sobre, por ejemplo, aplicado a, la superficie del sustrato. Para aplicaciones ópticas, el sustrato debería ser transparente.

A menudo, el sustrato rígido es un sustrato polimérico orgánico seleccionado entre materiales termoestables o termoplásticos que tienen un índice de refracción de 1,48 a 1,74. Algunos materiales que demuestran tales propiedades incluyen composiciones polimerizables que comprenden un monómero o monómeros de diglicol carbonato de alilo, policarbonatos termoplásticos, poliurea uretanos o composiciones que comprenden el producto de reacción de un isocianato o isocianatos y/o un isotiocianato o isotiocianatos polifuncionales con un politol o politioles o monómeros de poliepisulfuro.

El sustrato orgánico polimérico usado para preparar los artículos fotocromicos de la presente invención puede tener un revestimiento protector, por ejemplo, un revestimiento resistente a la abrasión, en su superficie. Por ejemplo, las lentes ópticas de policarbonatos termoplásticos disponibles en el mercado se comercializan por lo general con un revestimiento resistente a la abrasión, por ejemplo, un revestimiento duro, ya aplicado a su superficie o superficies

5 debido a que la superficie tiende a rayarse, sufrir rasguños o arañarse fácilmente. Un ejemplo no limitante de tal artículo es una lente de policarbonato (disponible en Gentex Optics) que se comercializa con un revestimiento duro ya aplicado a la superficie de policarbonato. Como se usa en la presente divulgación y en las reivindicaciones, la expresión "sustrato orgánico polimérico" (o las expresiones similares) o el término "superficie" de tal sustrato, pretende indicar e incluir el propio sustrato orgánico polimérico o tal sustrato con un revestimiento, por ejemplo, un

10 revestimiento protector y/o una imprimación, sobre el sustrato. De ese modo, cuando en la presente divulgación o en las reivindicaciones se hace referencia a aplicar un revestimiento de imprimación o un revestimiento polimérico a la superficie del sustrato, tal referencia incluye a aplicar tal revestimiento al sustrato orgánico polimérico en sí mismo o a un revestimiento, por ejemplo, un revestimiento resistente a la abrasión, sobre la superficie del sustrato. Por lo tanto, el término "sustrato" incluye sustratos que tienen un revestimiento sobre su superficie. El revestimiento puede ser cualquier revestimiento (distinto de un revestimiento fotocromico) y no se limita a un revestimiento resistente a la abrasión (revestimiento duro), por ejemplo, cualquier revestimiento protector u otro revestimiento que proporcione una o más propiedades funcionales adicionales al artículo del que es parte el sustrato.

Antes de aplicar el revestimiento de polímero fotocromico a la superficie del sustrato que se va a cubrir, es habitual limpiar y tratar esa superficie para que se mejore la adición del revestimiento fotocromico al sustrato. Algunos ejemplos de métodos de limpieza incluyen lavado ultrasónico, lavado con un detergente/solución detergente acuoso (o lavado con jabón y agua) seguido de aclarado, y limpieza con una mezcla acuosa de disolvente orgánico, por ejemplo, una mezcla 50:50 de isopropanol/agua o etanol/agua. Algunos ejemplos de tratamientos adicionales incluyen tratamiento con UV, tratamiento con gas activado, por ejemplo, tratamiento con plasma a baja temperatura o descarga de corona (usando un gas inerte tal como argón o un gas reactivo tal como oxígeno), y tratamiento químico que da como resultado la hidroxilación de la superficie del sustrato, por ejemplo, grabado de la superficie con una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino, por ejemplo, hidróxido sódico o potásico, solución que también puede contener un fluorotensioactivo. La solución de hidróxido de metal alcalino puede ser una solución acuosa diluida, por ejemplo, de un 5 a un 40 por ciento en peso de hidróxido de metal alcalino. La concentración de la solución de hidróxido de metal alcalino puede variar de un 10 a un 15 por ciento en peso, por ejemplo, un 12 por ciento en peso. Véanse, por ejemplo, el documento de Patente de Estados Unidos n.º 3.971.872, columna 3, líneas 13 a 25; el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.904.525, columna 6, líneas 10 a 48; y el documento de Patente de Estados Unidos n.º 5.104.692, columna 13, líneas 10 a 59, que describen tratamientos superficiales de materiales orgánicos poliméricos.

En ciertas realizaciones, se aplica un revestimiento de imprimación a la superficie del sustrato de plástico antes de la aplicación del revestimiento fotocromico. La imprimación se puede aplicar al sustrato rígido mediante cualquiera de los métodos usados para aplicar el revestimiento fotocromico, por ejemplo, revestimiento por pulverización, rotación, extensión, cortina, rodillo o inmersión; y se puede aplicar a una superficie del sustrato limpia y sin tratar o limpia y tratada, por ejemplo, tratada químicamente. Los expertos en la materia conocen bien los revestimientos de imprimación. El espesor del revestimiento de imprimación puede variar de una a varias capas monomoleculares. El espesor del revestimiento de imprimación puede variar de 0,1 a 10 micrómetros, por ejemplo, de 0,1 a 2 o 3 micrómetros. El espesor del revestimiento de imprimación puede variar entre cualquier combinación de los valores mencionados anteriormente, inclusive los valores enumerados. Algunos ejemplos de revestimientos de imprimación incluyen revestimientos que comprenden un silano organofuncional, tal como metacriloxipropil trimetoxisilano, y revestimientos que comprenden una composición que está básicamente exenta de organosiloxanos y que comprende anhídridos orgánicos que tienen al menos una unión etilénica y un material que contiene isocianato.

Por lo general, el revestimiento fotocromico aplicado a la superficie del sustrato rígido tendrá un espesor de al menos 3 micrómetros. En realizaciones alternativas no limitantes, el espesor del revestimiento fotocromico es al menos 5 micrómetros, tal como al menos 10 micrómetros, por ejemplo, 20 o 30 micrómetros. Habitualmente, el revestimiento fotocromico aplicado tendrá un espesor de no más de 200 micrómetros, o no más de 100 micrómetros, tal como no más de 50 micrómetros, por ejemplo, 40 micrómetros. El espesor del revestimiento fotocromico puede variar entre cualquier combinación de estos valores, inclusive los valores enumerados. Por ejemplo, el espesor del revestimiento fotocromico puede variar de 10 a 50 micrómetros, por ejemplo, de 20 a 40 micrómetros. El revestimiento fotocromico aplicado está preferentemente exento de defectos cosméticos, tales como arañazos, fisuras, manchas, grietas, inclusiones, etc.

En el lenguaje del revestimiento, el término "revestimiento" se considera que es una capa que tiene un espesor de no más de 4 mil (aproximadamente 100 micrómetros). Sin embargo, como se usa en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones con respecto al revestimiento fotocromico, el término "revestimiento" se usa en el presente documento para indicar un revestimiento que tiene un espesor dentro del intervalo de espesores indicado anteriormente en el presente documento.

Además, como se usa en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones, se pretende que la expresión "superficie del sustrato polimérico", o las expresiones similares, por ejemplo, la superficie a la que se aplica el

revestimiento polimérico fotocromico, incluya realizaciones en las que se reviste solo una parte de la superficie del sustrato. Por lo tanto, el revestimiento fotocromico (y la capa de polimero organico adicional que se puede aplicar al revestimiento fotocromico) puede cubrir solo una parte de al menos una superficie del sustrato.

5 El revestimiento de polimero fotocromico curado es lo suficientemente duro para que se manipule fisicamente/mecanicamente sin causar imperfecciones, por ejemplo, rayaduras, en el revestimiento. La dureza de los revestimientos o las peliculas se puede cuantificar mediante ensayos conocidos por el experto en la materia, por ejemplo, microdureza de Fischer, dureza de lapiz o dureza de Knoop.

10 La composicion de revestimiento de polimero fotocromico se aplica a la superficie del sustrato rigido y a continuacion se cura mediante metodos bien conocidos por los expertos en la materia. Tales metodos de aplicacion incluyen los metodos reconocidos en la tecnica de revestimiento por rotacion, revestimiento de cortina, revestimiento por inmersion, revestimiento por pulverizacion o mediante metodos usados en la preparacion de revestimientos. Tales metodos se describen en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.873.029.

15 Despues de que se aplique la formulacion de revestimiento de polimero fotocromico a la superficie del sustrato de plastico, se cura a temperatura ambiente o mediante la aplicacion de calor. Las condiciones de curado especificas usadas dependeran del sustrato de plastico, los componentes funcionales de la formulacion y el tipo de catalizador usado. El curado termico puede implicar calentar desde la temperatura ambiente hasta temperaturas inferiores a las
20 que el sustrato de plastico o el material fotocromico no se dañe debido a tal calentamiento. Se han informado temperaturas de hasta 200 °C. Tales condiciones de curado se conocen bien en la tecnica. Por ejemplo, un ciclo de curado termico habitual implica calentar la formulacion de la temperatura ambiente (22 °C) hasta de 85 a 140 °C durante un periodo de 2 a 90 minutos. Cuando las condiciones de curado producen un revestimiento que se puede manipular fisicamente pero no esta completamente curado, tambien se puede emplear una etapa de curado termico
25 posterior adicional para curar completamente el revestimiento fotocromico.

Los articulos fotocromaticos de la presente invencion pueden tener capas adicionales aplicadas sobre la parte superior del revestimiento polimérico fotocromico. Tales capas incluyen capas de union, revestimientos duros resistentes a la abrasion, revestimientos antirreflectantes, y similares. Algunos ejemplos no limitantes de revestimientos
30 antirreflectantes se describen en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 6.175.450 y el documento de Publicacion de Patente Internacional WO 00/33111.

Los articulos fotocromaticos de la presente invencion se pueden usar en diversas aplicaciones. En realizaciones alternativas no limitantes, los articulos fotocromaticos se pueden disenar para su uso sobre sustratos transparentes, por ejemplo, opticos, de plastico, destinados a aplicaciones oftalmicas, tales como lentes protectoras y correctoras de la vision, lentes de sol y anteojos, ventanas comerciales y residenciales, elementos transparentes de automocion y aeroplanos, cascos, peliculas transparentes, etc. Ademàs, los articulos fotocromaticos de la presente invencion se pueden usar junto con peliculas y laminas de plastico, dispositivos opticos, por ejemplo, interruptores opticos, dispositivos de visualizacion de imagen y dispositivos de almacenamiento de memoria, tales como los que se describen en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 6.589.452, y elementos de seguridad, tales como
40 medios de datos legibles opticamente, por ejemplo, los que se describen en el documento de Solicitud de Patente de Estados Unidos 2002/0142248, elementos de seguridad en forma de hilos o cintas, como se describe en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 6.474.695, y elementos de seguridad en forma de marcas de verificacion que se pueden ubicar en documentos de seguridad y articulos de fabricacion.

45 En ciertas realizaciones de la presente invencion, se superpone un revestimiento resistente a la abrasion, por ejemplo, superpuesto, sobre la capa polimerica organica transparente adicional. En tal realizacion, se puede posponer el curado termico posterior (si se usa) hasta despues de la aplicacion del revestimiento resistente a la abrasion si no hubiera ninguna manipulacion fisica significativa del producto hasta despues de la aplicacion del
50 revestimiento resistente a la abrasion. Si se requiriera tal manipulacion considerable, se puede llevar a cabo un curado termico posterior antes de la aplicacion del revestimiento resistente a la abrasion.

La resistencia al rayado de las capas de polimero se puede medir mediante ensayos de rayado de lana de acero convencionales conocidos por los expertos en la materia. Este ensayo mide la ganancia de turbidez media de una superficie sometida a la abrasion mediante lana de acero muy fina. De acuerdo con una realizacion no limitante de la presente invencion, la ganancia de turbidez media de una capa de polimero que proporciona resistencia al rayado puede ser menos de 20. En realizaciones alternativas no limitantes, la ganancia de turbidez media de un polimero que proporciona resistencia al rayado puede ser menos de 15, tal como menos de 10, por ejemplo, menos de 8. Se puede usar un Ensayo de Abrasion de Lana de Acero de Eberbach para determinar la resistencia al rayado superficial. Tambien se puede usar un Ensayo de Abrasion de Bayer para determinar la resistencia a la abrasion
60 superficial.

El revestimiento resistente a la abrasion (revestimiento duro) se puede superponer sobre, por ejemplo, aplicar a, una capa de union de polimero transparente usando las mismas tecnicas de aplicacion descritas con respecto al revestimiento fotocromico, por ejemplo, revestimiento por rotacion. El espesor de la pelicula resistente a la abrasion puede variar de 0,5 a 10 micrometros.

La presente invención se describe más particularmente en los siguientes ejemplos, que se pretende que sean únicamente ilustrativos, dado que serán evidentes para los expertos en la materia numerosas modificaciones y variaciones en los mismos.

- 5 La invención se describe adicionalmente junto con los siguientes ejemplos, que se han de considerar como ilustrativos en lugar de limitantes, y en los que todas las partes son partes en peso y todos los porcentajes son porcentajes en peso, basados en el peso total de la composición, a menos que se especifique otra cosa. En la Parte 1, se describe la preparación de los policarbonato polioles A, B y C. En la Parte 2, se describen la preparación de las composiciones y los artículos de la presente invención así como ejemplos comparativos. En la Parte 3, se describen los resultados de microdureza y el Ensayo de Rendimiento Fotocrómico de los Ejemplos 1-3 y los Ejemplos Comparativos 1 y 2.

Ejemplos

- 15 Parte 1 - Preparación de policarbonato polioles

El Policarbonato Polioliol A (PP-A) se preparó como sigue a continuación: en un matraz de 5 litros se añadieron 1000 gramos (g) de policarbonato polioliol RAVECARB® 107 disponible en Enichem y 2220 g de metanol y se aplicó una manta de nitrógeno. La mezcla resultante se agitó y se calentó hasta alcanzar 61 °C, temperatura a la cual se mantuvo durante 15 minutos. La mezcla resultante se transfirió a un embudo de separación y se mantuvo a temperatura ambiente durante 15 minutos. Después de la separación, la fase inferior se recogió en un matraz de 5 litros. El proceso se repitió tres veces más usando 1900 g de metanol cada vez. El metanol de la fase inferior final recogido se retiró por destilación dando como resultado 590 g de un líquido viscoso. El nivel de metanol remanente en el material recuperado fue de un 0,16 % y el índice de hidroxilo fue de 31,3 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 6450 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 8590 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,33.

El Policarbonato Polioliol B (PP-B) se preparó siguiendo el procedimiento usado para preparar PP-A excepto en que se usaron un matraz de 1 litro, 250 gramos (g) de policarbonato polioliol ETERNACOLL® PH200D disponible en UBE Americas Inc. y 600 ml de metanol; se usaron 600 ml de metanol para cada una de las tres separaciones adicionales y la cantidad de producto recuperado fue de 150 g. El producto tenía un nivel de metanol de menos de un 0,03 % y el índice de hidroxilo fue de 30,3 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 6560 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 9760 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,49.

El Policarbonato Polioliol C se preparó siguiendo el procedimiento usado para preparar PP-A excepto en que se usó el policarbonato polioliol ETERNAC-OLL® PH200D en lugar del policarbonato polioliol RAVECARB® 107 y se obtuvieron 605 g de líquido viscoso que tenían un índice de metanol de un 0,15 % y el índice hidroxilo fue de 30,1 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 6610 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 8690 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,32.

El Policarbonato Polioliol D (PP-D) se prepara como sigue a continuación:

45 Etapa 1 - a un matraz de 2 litros se añadieron policarbonato polioliol ETERNACOLL® PH200D (400 g) y acetonitrilo (400 ml) y la mezcla resultante se agitó hasta homogeneidad; se añadió lentamente metanol (800 ml) y la mezcla se agitó durante 30 minutos; la mezcla se transfirió a un embudo de separación y después de 30 minutos se recogió la fase inferior de aproximadamente 550 g.

50 Etapa 2 - el material recogido de la Etapa 1 se añadió a un matraz de 2 litros con acetonitrilo (350 ml) y se añadió metanol (600 ml) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, se transfirió a un embudo de separación y después de 30 minutos se recogió la fase inferior.

Etapa 3 - se repitió el procedimiento de la Etapa 2 con el material recogido de la Etapa 2 excepto en que se usaron 200 ml de acetonitrilo y 400 ml de metanol.

55 Etapa 4 - se repitió el procedimiento de la Etapa 3 con el material recogido de la Etapa 3 y después de la retirada del disolvente, se recuperaron 65 g de un material viscoso transparente como el producto deseado. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 10100 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 12600 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,25.

60 El Poli(carbonate-*r*-uretano-*r*-éster) Polioliol E (PP-E) se preparó como sigue a continuación: a un matraz de 500 mililitros con embudo de adición, agitador mecánico, y tubo condensador, se añadieron 101,5 gramos (g) de ETERNACOLL® PH200D, 0,39 g de etilhexanoato de estaño (II), y 16 g de DOWANOL® DPMA. Se aplicó una manta de nitrógeno, la mezcla resultante se agitó y se calentó a 117 °C. Se añadió una solución de 40,4 g caprolactona, 13,5 g de valerolactona, y 5,15 g de diisocianato de trimetil hexametileno (TMDI) durante un intervalo de 20 minutos mediante el embudo de adición. La reacción se calentó durante 8 horas a 117 °C. La reacción se usó sin purificación

adicional. El nivel de sólidos en el material resultante se midió en un 89,2 % y el índice de hidroxilo fue de 21,9 mg KOH/g. El nivel de sólidos informado en el presente documento se determinó pesando la muestra, calentándola a 120 °C durante una hora, pesándola de nuevo y determinando el porcentaje de sólidos remanente después de la etapa de calentamiento. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 9010 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 14600 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,62.

El Poli(carbonato-éster) Polioli F (PP-F) se preparó como sigue a continuación: a un matraz de 1 litro con agitador mecánico y tubo condensador, se añadieron 395 gramos (g) de ETERNACOLL® PH200D, 300,0 g de caprolactona, y 100 g de valerolactona. Se aplicó una manta de nitrógeno. La mezcla resultante se agitó, se calentó a 117 °C, y se añadieron 0,4 g de etilhexanoato de estaño (II) mediante una jeringa. La reacción se calentó durante 18 horas a 117 °C. La reacción se usó sin purificación adicional. El nivel de sólidos en el material resultante se midió en un 99,2 % y el índice hidroxilo fue de 33,6 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 5430 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 9020 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,66.

El copolímero en bloque de Policarbonato uretano Polioli G (PP-G) se preparó como sigue a continuación: a un matraz de 100 ml se añadieron 8,2 g de diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno, 3,1 g de 1,6-hexanodiol, 0,08 g de dilaurato de dibutilestano, 0,04 g de fosfito de trifenilo y 21 g de DOWANOL® DPMA. La mezcla se calentó a 80 °C y se mantuvo durante 5 horas. A continuación la mezcla se enfrió y se añadieron a la mezcla 52,3 g de ETERNACOLL® PH200D y 21 g de DOWANOL® DPMA. La temperatura se aumentó a 80 °C y se mantuvo hasta que no se observó isocianato mediante espectroscopia infrarroja. La mezcla de reacción se enfrió para proporcionar un líquido viscoso transparente con un contenido de sólidos de un 62 %. El índice de hidroxilo basado en un 100 % de sólidos de resina fue de 28 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 7170 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 13930 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,94. El bloque de uretano en este material tenía un Mn teórico ~ 538.

El copolímero en bloque de Policarbonato uretano Polioli H (PP-H) se preparó como sigue a continuación: a un matraz de 500 ml se añadieron 25,2 g de diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno, 31,8 g de polioli TONE 0201 de Dow, 0,36 g de dilaurato de dibutilestano, 0,18 g de fosfito de trifenilo y 99,4 g de DOWANOL® DPMA. La mezcla se calentó a 80 °C y se mantuvo durante 5 horas. A continuación la mezcla se enfrió y se añadieron a la mezcla 241,3 g de ETERNACOLL® PH200D y 99 g de DOWANOL® DPMA. La temperatura se aumentó a 80 °C y se mantuvo hasta que no se observó isocianato mediante IR. La mezcla de reacción se enfrió para proporcionar un líquido viscoso transparente con un contenido de sólidos de un 60 %. El índice de hidroxilo basado en un 100 % de sólidos de resina fue de 26 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 7470 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 14300 g/mol. El índice de polidispersidad fue 1,91. El bloque de uretano en este material tenía un Mn teórico ~ 950.

El copolímero en bloque de Policarbonato uretano Polioli I (PP-I) se preparó como sigue a continuación: a un matraz de 100 ml se añadieron 4,4 g de diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno, 7,4 g de polioli TONE 0201, 0,06 g de dilaurato de dibutilestano, 0,03 g de fosfito de trifenilo y 18 g de DOWANOL® DPMA. La mezcla se calentó a 80 °C y se mantuvo durante 5 horas. A continuación la mezcla se enfrió y se añadieron a la mezcla 42 g de ETERNACOLL® PH200D y 26 g de DOWANOL® DPMA. La temperatura se aumentó a 80 °C y se mantuvo hasta que no se observó isocianato mediante IR. La mezcla de reacción se enfrió para proporcionar un líquido viscoso transparente con un contenido de sólidos de un 50 %. El índice de hidroxilo basado en un 100 % de sólidos de resina fue de 20 mg KOH/g. El peso molecular promedio en número que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel usando patrones de poliestireno fue de 10400 g/mol y el peso molecular promedio en peso fue de 21300 g/mol. El índice de polidispersidad fue 2,05. El bloque de uretano en este material tenía un Mn teórico ~ 1690.

Parte 2 Preparación de los Ejemplos 1-3 y los Ejemplos Comparativos 1 y 2

En los siguientes ejemplos, los materiales, tales como colorantes, polioles, catalizadores, tensioactivos, etc., que se identifican en un ejemplo mediante una letra minúscula entre paréntesis se usan en los ejemplos comparativos posteriores con el mismo número en minúscula. La combinación de PC-1, PC-2, PC-3 y PC-4 dio como resultado un color gris activado.

Parte 2-A Preparación de formulaciones de revestimiento

Se añadieron los siguientes materiales en el orden descrito a un vaso adecuado equipado con un agitador.

Carga 1- Se enumera el porcentaje en peso de cada componente

Material	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
DPMA ⁽¹⁾	33,3636	34,1871	31,6369
PC-1 ⁽²⁾	0,7830	0,7809	0,7743

ES 2 622 386 T3

PC-2 ⁽³⁾	0,3601	0,3592	0,3561
PC-3 ⁽⁴⁾	0,6250	0,6234	0,6181
PC-4 ⁽⁵⁾	0,2888	0,2880	0,2855
IRGANOX [®] 245 ⁽⁶⁾	0,6856	0,6838	0,6780
TINUVIN [®] 144 ⁽⁷⁾	0,6856	0,6838	0,6780

(1) DOWANOL[®] DPMA se informa que es acetato de dipropilenglicol metil éter disponible en Dow.
 (2) Un indenonaftopirano fotocromico colorante verde.
 (3) Un indenonaftopirano fotocromico colorante púrpura.
 (4) Un indenonaftopirano fotocromico colorante azul.
 (5) Un indenonaftopirano fotocromico colorante púrpura.
 (6) IRGANOX[®] 245 - antioxidante/estabilizador disponible en Ciba Specialty Chemicals Corp.
 (7) TINUVIN[®]-144 es un estabilizador de luz del tipo amina impedida que se informa que tiene n.º CAS 63843-89-0 y está disponible en Ciba Specialty Chemicals.

Carga 2- Se enumera el porcentaje en peso de cada componente			
<u>Material</u>	<u>Ejemplo 1</u>	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo 3</u>
A-187 ⁽⁸⁾	2,2853	2,2792	2,2597
K-KAT [®] 348 ⁽⁹⁾	2,2853	2,2792	2,2597
BYK [®] 333 ⁽¹⁰⁾	0,03428	0,03419	0,03390

(8) SILQUEST[®] A-187 es A gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano, que está disponible en Osi Specities de Paris, Francia.
 (9) K-KAT[®]348 es un catalizador de uretano que se informa que es un carboxilato de bismuto disponible en King Industries Inc.
 (10) BYK[®] 333 es un copolímero de dimetilpolisiloxano modificado con poliéter, que está disponible en BYK-Chemie de Wallingford, Connecticut.

Carga 3 - Se enumera el porcentaje en peso de cada componente			
<u>Material</u>	<u>Ejemplo 1</u>	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo 3</u>
PMAP ⁽¹¹⁾	10,1873	9,6362	12,0717
Policarbonato Poliol ⁽¹²⁾	17,3491 (PP-A)	18,7619 (PP-B)	11,5882 (PP-C)
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹³⁾	30,7585	29,0955	36,4548

(11) PMAP - un polioli poli(met)acrílico producido siguiendo el procedimiento de la Composición D del Ejemplo 1 en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 6.187.444, procedimiento que se incorpora en el presente documento por referencia, excepto en que en la Carga 2, el estireno se reemplazó con metacrilato de metilo y se añadió un 0,5 % en peso, basado en el peso total de monómero, de fosfito de trifenilo.
 (12) Policarbonato polioles preparados en la Parte 1 o el producto comercial usado en los Ejemplos Comparativos.
 (13) Un diisocianato de hexametileno bloqueado disponible en Baxenden Chemical Co. de Lancashire, Inglaterra.

- 5 Se añadió la Carga 1 al vaso con mezcla y se calentó a 60 °C durante aproximadamente 30 minutos para disolver los sólidos. Se añadió la Carga 2 a la solución y la mezcla resultante se agitó durante aproximadamente 5 minutos. Los materiales de la Carga 3 se añadieron en el orden enumerado a un recipiente separado y se mezclaron antes de añadirlos al vaso que contenía las Cargas 1 y 2. La mezcla resultante se colocó en un recipiente de 120 ml y se colocó en una mezcladora U.S. Stoneware Roll con un ajuste de dial de 40 durante 2 horas.
- 10 Los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se prepararon siguiendo los procedimientos enumerados anteriormente para los Ejemplos 1-3 excepto por el uso de los materiales enumerados a continuación en cada una de las Cargas 1, 2 y 3.

<u>Material</u>	<u>Ejemplo Comparativo 1</u>	<u>Ejemplo Comparativo 2</u>
<u>Carga 1</u>		
DPMA ⁽¹⁾	31,5898	31,6369
PC-1 ⁽²⁾	0,7731	0,7743
PC-2 ⁽³⁾	0,3556	0,3561
PC-3 ⁽⁴⁾	0,6172	0,6181
PC-4 ⁽⁵⁾	0,2851	0,2855
IRGANOX [®] 245 ⁽⁶⁾	0,6770	0,6780

TINUVIN® 144 ⁽⁷⁾	0,6770	0,6780
<u>Carga 2</u>		
A-187 ⁽⁸⁾	2,2563	2,2597
K-KAT® 348 ⁽⁹⁾	2,2563	2,2597
BYK® 333 ⁽¹⁰⁾	0,03384	0,03390
<u>Carga 3</u>		
PMAP ⁽¹¹⁾	12,1756	12,0717
Polycarbonato Poliol ⁽¹²⁾	11,2324 (polycarbonato poliol RAVECARB® 107)	11,5882 (polycarbonato poliol ETERNACOLL® PH200D)
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹³⁾	36,7661	36,4548

Parte 2-B - Preparación de artículos revestidos

5 Se usaron lentes de polycarbonato de visión individual acabadas que tenían un diámetro de 70 mm obtenidas en Gentex Optics. Las lentes de ensayo se trataron con una descarga de corona de una unidad de Tantec EST-Tratamiento de Servicio Eléctrico que operaba a 500 vatios y 54 kVA durante 45 segundos. Los revestimientos de los Ejemplos 1-3 y los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se aplicaron cada uno mediante revestimiento por rotación separadamente a las lentes tratadas con corona y se curaron a 125 °C durante 60 minutos. Los revestimientos curados resultantes tenían aproximadamente 20 micrómetros de espesor. Un conjunto de lentes con el revestimiento
10 aplicado se sometieron al ensayo de Microdureza que se describe en la Parte 3-A.

Otro conjunto de lentes revestidas se trataron mediante descarga de corona de una unidad Tantec que operaba a 20 hercios y 0,70 kilovatios durante 9 segundos. Se aplicó una formulación basada en acrilato del tipo descrito en los Ejemplos 1 y 2 del documento de Patente de Estados Unidos n.º 7.410.691 a las lentes de ensayo mediante
15 revestimiento por rotación y se curaron para dar como resultado revestimientos que tenían aproximadamente 8 micrómetros de espesor. Las lentes que tenían los dos revestimientos se sometieron al rendimiento fotocromático que se describe en la Parte 3-B.

Parte 3-A - Ensayo de microdureza

20 Las lentes revestidas preparadas en la Parte 2-B se sometieron a ensayo de microdureza usando un instrumento FISCHERSCOPE® HCV, modelo H-100 disponible en Fischer Technology Inc. La microdureza se mide en Newtons por mm². Cada lente se midió de 2 a 5 veces y se promediaron los datos resultantes. Las mediciones de dureza se tomaron como la dureza a una profundidad de penetración de 2 micrómetros después de una carga de 100 Newton
25 durante 15 segundos. La media aritmética de los resultados de cada lente sometida a ensayo se enumera en la Tabla 1.

Tabla 1 Resultados de microdureza de Fischer

Ejemplo n.º	Microdureza (Newton/mm ²)
1	13
2	9
3	36
CE-1	33
CE-2	34

30 PARTE 3-B - Ensayo de rendimiento fotocromático

El rendimiento fotocromático de cada una de las composiciones de revestimiento mencionadas anteriormente se llevó a cabo como sigue a continuación. Las lentes revestidas preparadas anteriormente se sometieron a ensayo en el Ensayo de Rendimiento Fotocromático en el banco óptico "Bench for Measuring Photochromics" ("BMP") fabricado por
35 Essilor, Ltd. Francia. El banco óptico se mantuvo a una temperatura constante de 73,4 °F (23 °C) durante el ensayo.

Antes del ensayo en el banco óptico, cada una de las lentes revestidas se expuso a luz ultravioleta de 365 nanómetros durante aproximadamente 10 minutos a una distancia de aproximadamente 14 centímetros para activar los materiales fotocromáticos. La irradiancia de UVA (315 a 380 nm) en las lentes se midió con un espectrorradiómetro

LICOR® modelo Li-1800 y se descubrió que era 22,2 vatios por metro cuadrado. La lente se coloca a continuación bajo una lámpara halógena de alta intensidad de 500 vatios durante aproximadamente 10 minutos a una distancia de aproximadamente 36 centímetros para decolorar (inactivar) los materiales fotocromicos. La iluminancia en la lente se mide con el espectrorradiómetro LICOR® y se descubrió que era 21,9 klux. Las lentes se mantienen a continuación en un entorno oscuro a temperatura ambiente (de 70 a 75 °F, o de 21 a 24 °C) durante al menos 1 hora antes de someterse a ensayo en el banco óptico. Antes de la medición en el banco óptico, se mide en las lentes la absorbancia ultravioleta a 390 nanómetros.

El banco óptico BMP se equipó con dos lámparas de arco de xenón de 150 vatios ORIEL® modelo n.º 66057 en ángulos rectos entre sí. La trayectoria luminosa de la Lámpara 1 se dirigió a través de un filtro de paso de banda de 3 mm SCHOTT® KG-2 y filtros de densidad neutra apropiados que contribuyeron al nivel de irradiancia requerido de UV y parcial de luz visible. La trayectoria luminosa de la Lámpara 2 se dirigió a través de un filtro de paso de banda de 3 mm SCHOTT® KG-2, un filtro de corte de 400 nm de banda corta SCHOTT® y los filtros de densidad neutra apropiados con el fin de proporcionar iluminancia de luz visible complementaria. Se usa un divisor de haz Polka Dot del 50 % de 2 pulgadas x 2 pulgadas (5 cm x 5 cm), a 45° de cada lámpara para mezclar los dos haces. La combinación de los filtros de densidad neutra y el control de tensión de la lámpara de arco de xenón se usaron para ajustar la intensidad de la irradiancia. Se usó software propietario, es decir, BMPSoft versión 2.1e, en el BMP para controlar la programación, irradiancia, temperatura de la celda de aire y de la muestra, obturación, selección de filtros y medición de respuesta. Se usó un espectrofotómetro ZEISS® modelo MCS 501, con cables de fibra óptica para el suministro de luz a través de la lente para la medición de respuesta y de color. Se recogieron mediciones de respuesta fotópica en cada lente.

La potencia del banco óptico, es decir, la dosificación de luz a la que se expuso la lente, se ajustó a 6,7 vatios por metro cuadrado (W/m²) UVA, integrada de 315-380 nm e iluminancia de 50 klux, integrada de 380-780 nm. La medición de este ajuste de potencia se realizó usando una sonda de irradiancia y el espectrofotómetro Zeiss calibrado. La celda de muestra de lente se equipó con una ventana de cuarzo y un portamuestras con autocentrado. La temperatura de la celda de muestra se controló a 23 °C, a través del software con un simulador de entorno Facis modificado, modelo FX-10. La medición de la respuesta fotocromica dinámica de la muestra y las mediciones de color se realizaron usando el mismo espectrofotómetro Zeiss, con cables de fibra óptica para el suministro de luz desde una lámpara halógena de tungsteno y a través de la muestra. El haz de luz de monitorización colimado del cable de fibra óptica se mantuvo perpendicular a la muestra de ensayo mientras se hizo pasar a través de la muestra y se dirigió a un montaje del cable de fibra óptica receptor unido al espectrofotómetro. El punto exacto de ubicación de la muestra en la celda de muestra fue donde el haz del arco de xenón activante y el haz de luz de monitorización se intersecaron para formar dos círculos concéntricos de luz. El ángulo de incidencia del haz del arco de xenón en el punto de ubicación de la muestra fue ≈30° de la perpendicular.

Las mediciones de respuesta, en términos de cambio de densidad óptica (ΔOD) del estado inactivado o decolorado al estado activado o coloreado se determinaron estableciendo la transmitancia sin activar inicial, abriendo el obturador de la lámpara o lámparas de xenón y midiendo la transmitancia a través de la activación en intervalos seleccionados de tiempo. El cambio de la densidad óptica se determinó de acuerdo con la fórmula: $\Delta OD = \log(10)(\%T_b/\%T_a)$, donde %T_b es el porcentaje de transmitancia en el estado decolorado, %T_a es el porcentaje de transmitancia en el estado activado. Las mediciones de densidad óptica se basaron en la densidad óptica fotópica.

Los resultados de este ensayo se presentan a continuación en la Tabla 2, en la que el ΔOD en la saturación es después de 15 minutos de activación y el valor de la Vida Media de Desvanecimiento ("T1/2") es el intervalo de tiempo en segundos para el ΔOD de la forma activada del material fotocromico en el revestimiento para alcanzar la mitad del ΔOD de quince minutos a 73,4 °F (23 °C), después de la retirada de la fuente de luz activante.

Tabla 2 - Resultados de rendimiento fotocromico

Ejemplo n.º	ΔOD después de 15 minutos	Vida Media de Desvanecimiento (s)
1	0,93	82
2	0,92	79
3	0,86	96
CE-1	0,82	123
CE-2	0,82	125

REIVINDICACIONES

1. Composición fotocromática polimérica orgánica curable que comprende:
- 5 a) una cantidad fotocromática de al menos un material fotocromático;
 b) un poliol polimérico que tiene grupos carbonato a lo largo de su cadena principal y que tiene un peso molecular promedio en número mayor de 5000 g/mol determinado usando cromatografía de permeación en gel ("GPS") usando un patrón de poliestireno; y
 10 c) un agente de curado que tiene grupos funcionales reactivos capaces de reaccionar con los grupos hidroxilo en el poliol polimérico b); en donde después del curado y el Ensayo de Rendimiento Fotocromático, la composición demuestra una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 200 segundos.
2. La composición de la reivindicación 1, en la que el poliol polimérico tiene un peso molecular promedio en número mayor de 6000 g/mol hasta e incluyendo 20.000 g/mol.
- 15 3. La composición de la reivindicación 1, en la que el poliol polimérico tiene un índice de polidispersidad menor de o igual a 1,50.
4. La composición de la reivindicación 1, en la que después del curado y después del Ensayo de Rendimiento Fotocromático, la composición demuestra una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 90 segundos.
- 20 5. Artículo fotocromático que comprende:
- (a) un sustrato rígido,
 25 (b) un revestimiento polimérico orgánico fotocromático aplicado a una superficie de dicho sustrato, comprendiendo dicho revestimiento fotocromático:
- i) una cantidad fotocromática de al menos un material fotocromático;
 ii) un poliol polimérico que tiene grupos carbonato a lo largo de su cadena principal y que tiene un peso molecular promedio en número mayor de 5000 g/mol determinado usando cromatografía de permeación en gel ("GPS") usando un patrón de poliestireno; y
 30 iii) un agente de curado que tiene grupos funcionales reactivos capaces de reaccionar con los grupos hidroxilo en el poliol polimérico b); en donde después de la aplicación del revestimiento al sustrato, después del curado y después del Ensayo de Rendimiento Fotocromático, la composición demuestra una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 200 segundos.
- 35 6. El artículo de la reivindicación 5, en el que el poliol polimérico tiene un peso molecular promedio en número mayor de 6000 g/mol hasta e incluyendo 20.000 g/mol.
- 40 7. El artículo de la reivindicación 5, en el que el poliol polimérico tiene un índice de polidispersidad menor de o igual a 1,50.
8. El artículo de la reivindicación 5, en el que después de la aplicación del revestimiento al sustrato, después del curado y después del Ensayo de Rendimiento Fotocromático, la composición demuestra una velocidad de desvanecimiento $T_{1/2}$ de menos de 90 segundos.
- 45 9. El artículo de la reivindicación 5, en el que el sustrato rígido es un sustrato polimérico orgánico seleccionado entre materiales termoestables o termoplásticos que tienen un índice de refracción de al menos 1,48.
- 50 10. El artículo de la reivindicación 9, en el que el sustrato polimérico orgánico comprende un sustrato termoestable preparado a partir de composiciones polimerizables que comprenden un monómero o monómeros de diglicol carbonato de alilo, un sustrato preparado a partir de policarbonatos termoplásticos, un sustrato preparado a partir de poliurea uretanos o un sustrato preparado a partir de composiciones que comprenden el producto de reacción de isocianato o isocianatos y/o isotiocianato o isotiocianatos polifuncionales con un monómero o monómeros de poliol o polioles o poliepisulfuro.
- 55 11. El artículo de la reivindicación 10, en el que el sustrato termoestable se prepara a partir de dietilenglicol bis(carbonato de alilo).
- 60 12. El artículo de la reivindicación 5, en el que el material fotocromático es un material fotocromático orgánico que comprende espirooxazinas, benzopiranos, naftopiranos, fulgidas, ditizonatos metálicos, diariletanos fotocromáticos o las mezclas de tales materiales fotocromáticos.
- 65 13. El artículo de la reivindicación 12, en el que el material fotocromático es un naftopirano que comprende nafto[1,2-b]piranos, nafto[2,1-b]piranos, espiro-9-fluoreno[1,2-b]piranos, fenantropiranos, quinopiranos y/o naftopiranos condensados con indeno.

14. El artículo de la reivindicación 12, en el que el material fotocromico es una espirooxazina que comprende naftoxazinas y/o espiro(indolina)piridobenzoxazinas.

15. El artículo de la reivindicación 5, en el que el artículo es una lente.