

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 295**

51 Int. Cl.:

C09K 9/02	(2006.01)	C08G 18/28	(2006.01)
C08L 75/04	(2006.01)	C08G 18/32	(2006.01)
G02B 5/23	(2006.01)	C09J 175/06	(2006.01)
G02C 7/10	(2006.01)		
C09J 11/06	(2006.01)		
C09J 175/02	(2006.01)		
C09J 175/04	(2006.01)		
C03C 4/06	(2006.01)		
C08G 18/73	(2006.01)		
C08G 18/75	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.12.2012 PCT/JP2012/082393**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.07.2013 WO13099640**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.12.2012 E 12863685 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.08.2017 EP 2799514**

54 Título: **Composición fotocromica**

30 Prioridad:

26.12.2011 JP 2011283532

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

28.11.2017

73 Titular/es:

**TOKUYAMA CORPORATION (100.0%)
1-1, Mikage-cho
Shunan-shi, Yamaguchi 745-8648, JP**

72 Inventor/es:

**MORI, KATSUHIRO;
HIRAREN, TOSHIMITSU;
SHIMIZU, YASUTOMO y
TERANISHI, KAZUHIRO**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 644 295 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

Composición fotocromica

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una nueva composición fotocromica adecuadamente utilizada como agente adhesivo fotocromico, particularmente como un agente adhesivo fotocromico para unir entre sí láminas o películas ópticas hechas de resinas de policarbonato. Además, la presente invención se refiere a un artículo óptico que incluye una estructura multicapa hecha mediante la unión de las láminas o películas ópticas entre sí a través de la capa adhesiva que comprende la composición fotocromica.

Descripción del arte relacionado

10 Recientemente, especialmente en Estados Unidos, las necesidades aumentan rápidamente por materiales de base de plástico que utiliza un policarbonato de transparencia y que tiene una excelente resistencia al impacto, para el uso en gafas de sol con una propiedad antirreflejo. Además, con respecto a tales gafas de sol plásticas, las gafas de sol fotocromicas plásticas se están haciendo rápidamente populares al poder controlar la propiedad antirreflejo mediante el cambio de una transparencia dependiendo del brillo circundante, combinando con un pigmento fotocromico. Tales gafas de sol pueden ser producidas por el método siguiente.

15 Por ejemplo, como un método para producir gafas de sol fotocromicas hechas de plástico que tiene una alta resistencia al impacto, un método conocido es producir dichas gafas de sol dispersando un compuesto fotocromico en una resina de poliuretano-urea, véase Patente Japonesa abierta a inspección pública No. 2007-138186, Patente Japonesa abierta a inspección pública No. 2005-509704, Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional No. 2005-520034 y Publicación Nacional de Solicitud de Patente Internacional No. 2006-513276. Estos documentos describen un método en el que se usa una composición que incluye una resina de poliuretano-urea y un compuesto fotocromico para fabricar las gafas de sol (método de colada en el cuerpo), y un método en el que dicha composición se aplica sobre un material base formado a partir de otros materiales para hacer las gafas de sol (método de revestimiento). De acuerdo con estos métodos, dado que el compuesto fotocromico se dispersa en la resina de poliuretano-urea, se pueden producir gafas de sol que tienen una alta resistencia al impacto y excelentes características fotocromicas.

20 Sin embargo, puesto que estos métodos son métodos para producir directamente gafas de sol, estos métodos no han sido ampliamente utilizados para otras aplicaciones. Por ejemplo, puesto que en el método de moldeo corporal la composición se vierte en un molde de lente, no ha sido posible utilizar este método para otras formas. Además, para el método de recubrimiento, puesto que se forma una capa de recubrimiento recubriendo la composición sobre un material base de lente, tampoco ha sido posible utilizar este método para otras formas.

25 Con el fin de mejorar los puntos anteriores, se han hecho propuestas tales como las siguientes. Por ejemplo, una gran cantidad de investigación ha pasado a métodos que usan una capa adhesiva de poliuretano que incluye un compuesto fotocromico para impartir características fotocromicas a materiales de base con forma variada. Ejemplos específicos incluyen procedimientos de utilización de una "lámina multicapa que une la lámina de policarbonato con una capa adhesiva de resina de poliuretano que contiene un pigmento fotocromico", véase Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional No. 2003-519398 y Publicación de la Solicitud de Patente de Estados Unidos No. 2004-096666. El uso de tal lámina multicapa permite que las características fotocromicas sean impartidas a diversos materiales de base independientemente de su forma. Ejemplos específicos de un método para producir gafas de sol que utilizan esta lámina multicapa incluyen un método en el que dicha lámina multicapa se instala en un molde metálico y se moldea por inyección una resina de policarbonato.

30 Sin embargo, en estos métodos convencionales, la adhesión de la lámina de policarbonato en la lámina multicapa descrita anteriormente y la resistencia al calor de la propia capa adhesiva son insuficientes. Por consiguiente, cuando se produce un artículo óptico mediante la instalación de la lámina multicapa en un molde metálico y luego el moldeo por inyección de una resina de policarbonato en dicho molde metálico, existen problemas tales como pelado del artículo óptico obtenido y tensión óptica o similares.

35 Además, basándose en las investigaciones de los presentes inventores, en el método que utiliza la lámina multicapa descrita anteriormente, se supo que cuando la resina de poliuretano-urea descrita en la Patente Japonesa abierta a inspección pública No. 2007-138186, la Patente Japonesa abierta a inspección pública No. 2005-509704, la Publicación Nacional de Solicitud de Patente Internacional No. 2005-520034 y la Publicación Nacional de Solicitud de Patente Internacional No. 2006-513276, se utilizó para la capa adhesiva de resina de poliuretano, por ejemplo, la adhesión al policarbonato es insuficiente.

40 Además, dependiendo de cómo se utilicen, las gafas de sol fotocromicas pueden necesitar una "resistencia a la transpiración" (hay necesidad de gafas de sol que no experimenten un cambio de estado incluso cuando entran en contacto con la transpiración humana). Sin embargo, para las gafas de sol que utilizan una lámina multicapa convencional, se observa el pelado de la lámina de policarbonato y similares, de modo que tales gafas de sol no satisfacen suficientemente esta necesidad.

El documento US 2001/050356 A1 describe una composición de resina orgánica fotocromática que comprende poli(urea-uretano) y compuesto fotocromático orgánico. El Ejemplo 1 de este documento describe que el poli(urea-uretano) se obtiene haciendo reaccionar un prepolímero y un agente de curado de diamina, y que el prepolímero se obtiene haciendo reaccionar un compuesto de isocianato y diol como compuesto que contiene hidrógeno activo.

- 5 El documento US 2003/193044 A1 describe una composición fotocromática reticulable que comprende un polímero lineal de tipo poliuretano-urea y un compuesto orgánico fotocromático (véase la reivindicación 1). Además, este documento describe que el polímero lineal de tipo poliuretano-urea resulta de una reacción entre al menos un diol que lleva al menos un grupo insaturado, al menos un diisocianato y al menos una diamina (véase la reivindicación 6).

10 Divulgación de la invención

Problema por resolver mediante la invención

El objeto de la presente invención es, en primer lugar, proporcionar la composición fotocromática que tiene una excelente adhesión (resistencia a la transpiración) y resistencia al calor, y que exhibe también una excelente propiedad fotocromática cuando se usa como capa adhesiva para unir las láminas ópticas o las películas ópticas.

- 15 Además, el segundo objeto de la presente invención es proporcionar un artículo óptico que incluya la estructura multicapa en la que las láminas ópticas o las películas ópticas están unidas por la capa adhesiva que comprende la propiedad fotocromática; en el que dicho artículo óptico tiene excelente adherencia y resistencia al calor, y además tiene una excelente característica fotocromática en dicha estructura multicapa.

- 20 Además, el tercer objeto de la presente invención es proporcionar un método capaz de producir el artículo óptico sin dañar la apariencia incluso en el caso de que se utilice la resina termoplástica tal como policarbonato o similares como la lámina óptica o la película óptica.

Medios para resolver el problema

Los problemas antes mencionados se resuelven por las características de las reivindicaciones independientes.

- 25 Con el fin de resolver el problema mencionado anteriormente, los presentes inventores han llevado a cabo un examen detallado de la relación entre la estructura de la capa adhesiva de resina de poliuretano-urea fotocromática y la característica del artículo óptico obtenido. Por consiguiente, se descubrió que cuando se usa una capa adhesiva de resina poliuretano-urea fotocromática formada usando una resina de poliuretano-urea específica, la lámina multicapa obtenida tiene excelente adhesión, resistencia al calor, resistencia a la transpiración, características fotocromáticas, durabilidad y similares, con lo cual se completó la presente invención.

30 Efectos de la invención

- 35 La composición fotocromática de acuerdo con la reivindicación 1 funciona como el agente adhesivo o de pegamento, y cuando la lámina laminada que une las láminas ópticas o películas formadas de resina de policarbonato o por lo tanto utilizando la capa adhesiva formada de dicha composición, y característica fotocromática. Además, la lámina multicapa obtenida tiene alta resistencia a la transpiración. Es decir, la lámina multicapa presenta excelente adherencia incluso después de entrar en contacto con una transpiración abundante.

- 40 Además, como la capa adhesiva mencionada anteriormente muestra una excelente resistencia al calor, incluso cuando el artículo óptico se produce instalando la lámina laminada mencionada anteriormente en el molde metálico y moldeando por inyección la resina termoplástica tal como resina de policarbonato o similares en el molde metálico, la adhesión y la característica fotocromática apenas disminuye, y por lo tanto es poco probable se presente la tensión óptica.

Además, de acuerdo con el método de la presente invención, incluso cuando se utiliza la resina termoplástica tal como policarbonato o similares que tiene baja resistencia a los disolventes, como lámina o película óptica, se puede evitar la mala influencia causada por el disolvente; por lo tanto, la propiedad fotocromática no se reduce.

Breve descripción del dibujo

- 45 La Figura 1 es un gráfico GPC de la resina de poliuretano-urea (A)' soluble (U1) usada en el Ejemplo 1, y un gráfico GPC de la resina de poliuretano-urea (A) del Ejemplo 1 obtenida mediante entrecruzamiento (U1).

Descripción de las realizaciones

- 50 La composición fotocromática de la presente invención se define en la reivindicación 1. Comprende (A) una resina de poliuretano-urea que tiene un enlace urea en una cadena molecular, en la que un contenido insoluble en tetrahidrofurano es de 20.0 a 90.0% en peso (de aquí en adelante se puede denominar "Un componente A"), y (B) un compuesto fotocromático (de aquí en adelante se puede denominar "componente B"). A continuación, se describirán el componente A y el componente B.

Componente A: Resina de poliuretano-urea

Un componente de la composición fotocromica de la presente invención es una resina de poliuretano-urea que tiene un enlace urea (-R-NH-CO-NH-) en la cadena molecular, en la que un contenido insoluble en tetrahidrofurano es de 20.0 a 90.0% en peso. Este contenido insoluble en tetrahidrofurano es un valor medido con el extractor Soxhlet descrito en el siguiente método. El contenido soluble en tetrahidrofurano del componente A es de 10.0 a 80.0% en peso, y la masa total del contenido insoluble y el contenido soluble es del 100% en peso.

El contenido insoluble en tetrahidrofurano es un valor determinado basándose en el siguiente método. Específicamente, la medición se llevó a cabo colocando un filtro cilíndrico de fibra de vidrio (tamaño de partícula retenido 1 μm) cargado con aproximadamente 1 g de una muestra en forma de película (forma de muestra: espesor 40 a 50 μm , aproximadamente 10 cm x 15 cm) en un extractor Soxhlet, y sometiendo a reflujo alrededor de 100 ml de tetrahidrofurano durante 6 horas. Después de terminar el reflujo, el contenido insoluble que permanecía en el filtro se secó en todo el filtro y se midió su peso. La diferencia con el peso del filtro antes del inicio del ensayo se tomó como el peso del contenido insoluble. El contenido insoluble en tetrahidrofurano se calculó dividiendo este peso por el peso de la muestra cargada.

La presente invención exhibe mejores efectos usando el componente A. A saber, puesto que se utiliza una resina de poliuretano-urea que tiene un enlace de urea y un contenido insoluble en tetrahidrofurano de 20.0 a 90.0% en peso, pueden exhibirse excelentes efectos. La inclusión de un contenido insoluble en tetrahidrofurano significa que se incluye una sustancia de alto peso molecular y que se incluyen un gran número de enlaces urea. La sustancia de alto peso molecular (por ejemplo, un producto entrecruzado) tiende a ser insoluble en tetrahidrofurano. Además, una sustancia que tiene un alto peso molecular y un gran número de enlaces urea tiende a ser insoluble en tetrahidrofurano.

No se entiende claramente por qué se muestran mejores efectos utilizando dicho componente A, sin embargo los presentes inventores especulan con las siguientes razones. En primer lugar, al tener una unión de urea en el componente A, se aumenta la rigidez de la molécula, y también el enlace de hidrógeno entre las cadenas moleculares se vuelve más fuerte, por lo que se cree que la resistencia al calor se mejora. Además, puesto que está presente un contenido insoluble en tetrahidrofurano (debido a la inclusión de una gran cantidad de una sustancia de alto peso molecular que tiene una estructura entrecruzada), se cree que la resistencia al calor se mejora adicionalmente.

Además, se cree que la razón por la que se exhiben excelentes características fotocromicas es como sigue. En relación con la mejora de la durabilidad de los compuestos fotocromicos, el enlace de hidrógeno entre las cadenas moleculares se vuelve más fuerte debido a la presencia del enlace de urea, e incluye además el contenido insoluble en tetrahidrofurano (sustancia de alto peso molecular que tiene un enlace cruzado, estructura vinculada); por lo que el oxígeno en el aire se hace difícil de dispersar en dicha resina de poliuretano-urea (componente A), con lo que se cree que se suprime la degradación fotooxidada conocida como sistema general de degradación de compuestos fotocromicos.

Además, con respecto a la mejora de la resistencia adhesiva de la composición fotocromica que incluye un componente A con una lámina o película óptica, el enlace de hidrógeno entre las cadenas moleculares se vuelve más fuerte debido a la presencia del enlace de urea e incluye el tetrahidrofurano contenido insoluble (sustancia de alto peso molecular que tiene una estructura entrecruzada); por lo tanto, es menos probable que suceda el fracaso de cohesión de la resina. En particular, se piensa que la razón por la que la resistencia adhesiva con una lámina o película óptica puede mantenerse a un nivel alto incluso después de entrar en contacto con la transpiración artificial (sudoración de la población) se debe a que tiene el enlace urea y una cantidad específica de tetrahidrofurano insoluble contenido.

El componente A utilizado en la presente invención tiene un contenido insoluble en tetrahidrofurano de 20.0 a 90.0% en peso. El contenido insoluble en tetrahidrofurano es preferiblemente no más del 90.0% en peso, porque se deteriora la resistencia adhesiva con la lámina óptica y la película. Por otra parte, se prefiere que el contenido insoluble en tetrahidrofurano no sea inferior al 20.0% en peso, debido a que la resistencia adhesiva, especialmente la fuerza adhesiva, se deteriora después de entrar en contacto con la transpiración de la población (de aquí en adelante se puede denominar "resistencia a la transpiración"). Para mejorar la resistencia adhesiva y la resistencia a la transpiración en un estado normal, el contenido insoluble en tetrahidrofurano incluido en el componente A es preferiblemente de 25.0 a 80.0% en peso, y más preferiblemente de 30.0 a 70.0% en peso.

De acuerdo con la invención, el componente A incluye un producto de reacción de (A') una resina de poliuretano-urea que tiene un enlace de urea en la cadena molecular y que es soluble en tetrahidrofurano y (C) un compuesto de poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula, por la razón de que las características fotocromicas y adhesión son buenas.

En lo sucesivo, se describirán estos componentes.

Componente A': Resina soluble de poliuretano-urea

La resina soluble de poliuretano-urea (componente A') es 100% en peso soluble en tetrahidrofurano. Se puede determinar si el componente es soluble en tetrahidrofurano basándose en la extracción de Soxhlet descrita anteriormente usando tetrahidrofurano como se describe en los siguientes Ejemplos.

De acuerdo con la invención, el componente A' se obtiene haciendo reaccionar,

- 5 al menos un compuesto de polioliol (A1) seleccionado del grupo que consiste en polioliol policarbonato y policaprolactona polioliol (a partir de ahora se puede denominar "componente A1"),

un compuesto de diisocianato (A2) que tiene dos grupos isocianato en la molécula (de aquí en adelante se puede denominar "componente A2"),

- 10 un compuesto que contiene un grupo amino (A3) que tiene dos o más grupos amino en la molécula (de aquí en adelante se puede denominar "componente A3"), y

un compuesto de funcionalización (A4) que tiene uno o dos grupos capaces de reaccionar con los grupos isocianato en la molécula y que tiene una estructura de piperidina en la molécula. En una resina de poliuretano-urea soluble (componente A'), se introduce un enlace urea en la molécula cuando se usa el compuesto que contiene grupos amino como componente A3 que es un material fuente. En lo sucesivo, se describirán estos componentes.

- 15 Componente A1: Compuesto de polioliol

El compuesto de polioliol del componente A1 tiene preferiblemente de 2 a 6 grupos hidroxilo incluidos en la molécula, porque esto evita que la resina de poliuretano-urea soluble producida (componente A') sea demasiado entrecruzada. En consideración a la solubilidad del disolvente orgánico, el número de grupos hidroxilo incluidos en la molécula es preferiblemente de 2 a 3. Además, el compuesto de polioliol descrito anteriormente, tal como un polioliol policarbonato y un policaprolactona polioliol, se puede usar solo o puede ser utilizado combinando dos o más de ellos. Sin embargo, desde el punto de vista de la resistencia al calor, la adherencia, la resistencia a la intemperie, y la resistencia a la hidrólisis y similares, se prefiere particularmente usar un polioliol policarbonato.

- 20 un policaprolactona polioliol, se puede usar solo o puede ser utilizado combinando dos o más de ellos. Sin embargo, desde el punto de vista de la resistencia al calor, la adherencia, la resistencia a la intemperie, y la resistencia a la hidrólisis y similares, se prefiere particularmente usar un polioliol policarbonato.

A continuación, se describirán en detalle los diversos compuestos utilizados como componente A1.

Polioliol policarbonato:

- 25 En cuanto al polioliol policarbonato utilizado como componente A1; polioliol policarbonato obtenido por fosgenación de uno o más polioles de bajo peso molecular tales como etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 2-etil-4-butil-1,3-propanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol, neopentilglicol, ciclohexano-1,4-diol, ciclohexano-1,4-dimetanol, diol de ácido dímero, aducto de óxido de etileno o aducto de óxido de propileno de bisfenol A, bis(β -hidroxietil) benceno, xilenglicol, glicerina, trimetilolpropano, pentaeritritol; o polioliol policarbonato obtenido por transesterificación de los polioles de bajo peso molecular con carbonato de etileno, carbonato de dietilo y carbonato de difenilo o similares. Entre estos polioles de bajo peso molecular, desde el punto de vista de adhesión de la resina de poliuretano-urea finalmente obtenida (componente A) y la densidad óptica de color, se prefiere un polioliol de bajo peso molecular que tiene una cadena alquilo lineal. Un polioliol policarbonato sintetizado por un polioliol de bajo peso molecular que tiene un grupo alquilo en una cadena lateral tiende a presentar un deterioro de la adhesión y características fotocromáticas.

- 35 Para el polioliol policarbonato del componente A1, desde el punto de vista de la resistencia al calor y las características fotocromáticas (densidad óptica de color, velocidad de desvanecimiento del color, resistencia a la intemperie, etc.) de la resina de poliuretano-urea obtenida en último término (componente A), en particular desde el punto de vista de la resistencia a la intemperie del compuesto fotocromático, número de peso molecular medio es preferiblemente de 400 a 2000, más preferiblemente de 500 a 1500 y lo más preferiblemente es de 600 a 1200.

- 45 Estos polioliol policarbonatos se pueden obtener como reactivo u obtener industrialmente. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen la serie "DURANOL™" fabricada por Asahi Kasei Chemicals Corporation, la serie "Kuraray Polyol™" fabricada por Kuraray Co., Ltd., la serie "Pracel™" fabricada por Daicel Corporation, la serie "NIPPOLAN™" fabricado por Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd., la serie "ETERNACOLL™" fabricada por Ube Industries Ltd., y similares.

Policaprolactona polioliol:

- 50 Como policaprolactona polioliol utilizado para el componente A1, se puede utilizar el compuesto obtenido por polimerización de apertura de anillo de ϵ -caprolactona. Para el polioliol de policaprolactona como componente A1, por el mismo motivo que el polioliol policarbonato, número de peso molecular medio es preferentemente de 400 a 2000 y más preferiblemente de 500 a 1500 y lo más preferiblemente de 600 a 1200.

Tal policaprolactona polioliol puede obtenerse como un reactivo u obtenerse industrialmente. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen la serie "Pracel™" fabricada por Daicel Corporation y similares.

Además, como compuesto de polioli, además del componente A de la presente invención, se pueden usar también los siguientes polioli poliéteres, polioli poliésteres y similares.

Polioli poliéter:

5 Ejemplos del polioli poliéter pueden incluir compuestos de polioli poliéter obtenidos por una reacción entre un óxido de alquileo y un compuesto que tiene dos o más grupos que contienen hidrógeno activo en la molécula; y polímero polioli, polioli poliéter modificado con uretano y copolímero polioli polieteréster y similares, que son la modificación de dicho polioli poliéter.

10 Obsérvese que ejemplos del compuesto que tiene dos o más grupos que contienen hidrógeno activo en la molécula pueden incluir agua y compuestos de polioli tales como glicol o glicerina que tienen uno o más grupos hidroxilo en la molécula, tales como etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, glicerina, trimetilolpropano, hexanotriol, trietanolamina, diglicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano y hexanotriol. Estos pueden usarse solos o como una mezcla de dos tipos o más de los mismos.

15 Además, los ejemplos de dicho óxido de alquileo pueden incluir compuestos de éter cíclicos, tales como óxido de etileno, óxido de propileno y tetrahidrofurano. Estos pueden usarse solos o como una mezcla de dos tipos o más de los mismos.

Por las mismas razones que para el policarbonato-polioli, el polioli poliéter tiene preferiblemente un peso molecular medio numérico de 400 a 2000, más preferiblemente de 500 a 1500 y más preferiblemente de 600 a 1200.

20 Tal polioli poliéter puede obtenerse como un reactivo u obtenerse industrialmente. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen la serie "EXENOL™" y el "EMULSTAR™" fabricado por Asahi Glass Co., Ltd, y la serie "ADEKA POLYETHER" fabricada por ADEKA Corporation y similares.

Polioli poliéster:

25 Como polioli poliéster, se puede mencionar polioli poliéster obtenido por reacción de condensación entre un alcohol polivalente y ácido polibásico o similares. Aquí, como dicho alcohol polivalente, etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 3-metil-1,5-pentadiol, 1,6-hexanodiol, 3,3'-dimetil-olheptano, 1,4-ciclohexanodimetanol, neopentilglicol, 3,3-bis(hidroxilmetil)heptano, dietilenglicol, dipropilenglicol, glicerina, trimetilolpropano o similares; y éstos pueden usarse solos o combinando dos o más de ellos. También se pueden mencionar ácido polibásico, ácido succínico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido dodecanodicarboxílico, ácido ciclopentanodicarboxílico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido ortoftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftalenodicarboxílico; y éstos pueden usarse solos o combinando dos o más de ellos. Por las mismas razones que para el polioli policarbonato, el polioli poliéster preferiblemente tiene un peso molecular medio numérico de 400 a 2000, más preferiblemente de 500 a 1500 y lo más preferiblemente de 600 a 1200.

30 Este polioli poliéster puede obtenerse como un reactivo químico o como para uso industrial, y para el ejemplo comercialmente disponible; se puede mencionar la serie "POLYLITE™" fabricada por DIC Corporation, serie "NIPPOLAN™" fabricada por NIPPON POLYURETHANE INDUSTRY CO., LTD, serie "MAXIMOL™" fabricada por KAWASAKI KASEI CHEMICALS LTD o similares.

Componente A2: los compuestos de diisocianato

35 Como compuesto de diisocianato que tiene dos grupos isocianato en la molécula que se utiliza como componente A2 en la presente invención, se pueden usar compuestos de diisocianato alifático, un compuesto de diisocianato alicíclico, un compuesto de diisocianato aromático y la mezcla de los mismos. Entre estos, desde el punto de vista de resistencia a la intemperie, se utilizan preferiblemente el compuesto de diisocianato alifático y/o el compuesto de diisocianato alicíclico. Además, por la misma razón, el compuesto de diisocianato alifático es preferiblemente de 30 a 100% en peso, particularmente de 50 a 100% en peso del compuesto de diisocianato del componente A2.

40 Para ejemplos de compuesto de diisocianato adecuadamente utilizado para el componente A2, pueden mencionarse los compuestos de diisocianato alifáticos tales como 1,4-diisocianato de tetrametileno, 1,6-diisocianato de hexametileno, 1,8-diisocianato de octametileno, 2,2,4-trimetilhexano-1,6-diisocianato o similares; el compuesto de diisocianato alicíclico tal como el ciclobutano-1,3-diisocianato, el ciclohexano-1,3-diisocianato, el ciclohexano-1,4-diisocianato, el 2,4-metilciclohexildiisocianato, el 2,6-metilciclohexildiisocianato, el isoforondiisocianato, el norbornendiisocianato, la mezcla de isómeros de 4,4'-metilenbis(ciclohexilisocianato), hexahidrotolueno-2,4-diisocianato, hexahidrotolueno-2,6-diisocianato, hexahidrofenileno-1,3-diisocianato, hexahidrofenileno-1,4-diisocianato, 1,9-diisocianato-5-metilonano, 1,1-bis(isocianatometil)ciclohexano, 2-isocianato-4-[(4-isocianatociclohexil)metil]-1-metilciclohexano, isocianato de 2-(3-isocianatopropil)ciclohexilo, diisocianato de norbornano; el compuesto de diisocianato aromático tal como fenilciclohexilmetanisocianato, mezcla de isómeros de 4,4'-metilenbis(fenilisocianato), tolueno-2,3-diisocianato, tolueno-2,4-diisocianato, tolueno-2,6-diisocianato, fenileno-1,3-diisocianato, fenileno-1,4-diisocianato, 1,3-bis(isocianatometil)benceno, xililendiisocianato, tetrametilxililendiisocianato, naftalenodiisocianato, difeniléterdiisocianato, 1,3-diisocianatometilbenceno, 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetoxi (1,1'-bifenilo), 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetilbifenilo, 1,2-diisocianatobenceno, 1,4-

bis(isocianatometil)-2,3,5,6-tetraclorobenceno, 2-dodecil-1,3-diisocianatobenceno, 1-isocianato-4-[(2-isocianatociclohexil)metil]-2-metilbenceno, 1-isocianato-3-[(4-isocianatofenil)metil]-2-metilbenceno, 4-[(2-isocianatofenil)oxi]fenilisocianato, diisocianato de difenilmetano, o similares.

5 Entre estos, desde el punto de vista de la resistencia a la intemperie de la resina de poliuretano-urea soluble obtenida (componente A'), así como de la resina de poliuretano-urea obtenida en último lugar (componente A), como se ha descrito anteriormente, se prefiere que de 30 a 100% en peso, y particularmente de 50 a 100% en peso, del compuesto de diisocianato de componente A2 es al menos un compuesto de diisocianato seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de diisocianato alifático y un compuesto de diisocianato alicíclico. Como ejemplos
10 específicos de compuestos preferibles, se pueden utilizar tetrametileno-1,4-diisocianato, hexametilen-1,6-diisocianato, octametilen-1,8-diisocianato, 2,2,4-trimetilhexano-1,6-diisocianato, ciclobutano-1,3-diisocianato, ciclohexano-1,3-diisocianato, ciclohexano-1,4-diisocianato, 2,4-metilciclohexidiisocianato, 2,6-metilciclohexidiisocianato, isoforondiisocianato, norbornanodiisocianato, isómero mezcla de 4,4'-metilbis (ciclohexilisocianato), hexahidrotolueno-2,4-diisocianato, hexahidrotolueno-2,6-diisocianato, hexahidrofeno-1,3-diisocianato, hexahidrofeno-1,4-diisocianato o similares. Estos compuestos de isocianato pueden usarse solos o
15 combinando dos o más de ellos.

Componente A3: Compuesto que contiene grupos amino

El compuesto que contiene grupos amino utilizado como componente A3 en la presente invención es un compuesto que contiene grupos amino que tiene dos o más grupos amino (-NH₂, o -NH(R), en donde R representa un grupo alquilo, particularmente un grupo alquilo con 1 a 5 átomos de carbono) en la molécula.

20 Dicho componente A3 funciona como un extensor de cadena cuando se sintetiza la resina soluble de poliuretano-urea (componente A'). Utilizando el componente A3 como prolongador de cadena, el enlace de urea se introduce en la resina de poliuretano, formando de este modo la resina de poliuretano-urea.

Para que la resina de poliuretano-urea soluble obtenida (componente A') tenga una dureza adecuada, y también para mantener la resistencia al calor, la adhesión y las características fotocromicas en buenas condiciones, el
25 compuesto que contiene grupos amino tiene preferiblemente un peso molecular de 50 a 300, más preferiblemente 50 a 250, y lo más preferiblemente 100 a 220.

Como compuesto que contiene grupos amino del componente A3, puede utilizarse preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en diamina y triamina. Ejemplos específicos de compuestos que se pueden usar preferiblemente como el compuesto que contiene grupos amino en la presente invención incluyen
30 isoforondiamina, etilendiamina, 1,2-diaminopropano, 1,3-diaminopropano, 1,2-diaminobutano, 1,3-diaminobutano, 1,4-diaminobutano, 1,5-diaminopentano, 1,6-diaminohexano, piperazina, N,N-bis-(2-aminoetil)piperazina, bis-(4-aminociclohexil)metano, bis-(4-amino-3-butilciclohexil)metano, 1,2-, 1,3- y 1,4-diaminociclohexano, norbornanodiamina, hidrazina, adipato de dihidrazina, fenildiamina, 4,4'-difenilmetanodiamina, N,N'-dietiletilendiamina, N,N'-dimetiletilendiamina, N,N'-dipropiletilendiamina, N,N'-dibutiletilendiamina, N-metiletilendiamina, N-etiletilendiamina, bis(hexametilen)triamina, 1,2,5-pentatriamina o similares.

En cuanto a los compuestos que contienen grupos amino, desde el punto de vista de la resistencia al calor, se utilizan preferentemente la adhesión y la durabilidad de los compuestos fotocromicos, en particular los compuestos de diamina. La razón de esto es porque utilizando el compuesto que contiene un grupo amino cuando se sintetiza el
40 componente A', la resina de poliuretano-urea soluble obtenida (componente A') tiene el enlace urea; con lo que la rigidez de la molécula aumenta y también el enlace de hidrógeno entre la cadena molecular se hace más fuerte, por lo que se especula que la resistencia al calor se refuerza. Además, con respecto a la mejora de la durabilidad de los compuestos fotocromicos, el enlace de hidrógeno entre la cadena molecular se vuelve más fuerte debido a la presencia del enlace de urea; por lo tanto, el oxígeno en el aire se hace difícil de dispersar en dicha resina soluble de poliuretano-urea (componente A'); por lo que se piensa que la degradación fotooxidada conocida como el sistema
45 general de degradación de compuestos fotocromicos se suprime. Además, con respecto a la mejora de la resistencia adhesiva, el enlace de hidrógeno entre la cadena molecular se vuelve más fuerte debido a la presencia del enlace de urea; por lo tanto, el fallo de cohesión de la resina es menos probable que suceda.

Además, desde el punto de vista de resistencia al agua y estabilidad en el ensayo de resistencia a la transpiración, entre los compuestos que contienen grupos amino descritos anteriormente, se prefiere utilizar isoforondiamina, bis-
50 (4-aminociclohexil)metano, o norbornanodiamina. De estos, es más preferido usar bis-(4-aminociclohexil)metano.

Componente A4: Compuesto de funcionalización

El componente A4 utilizado en la presente invención es un compuesto de funcionalización que tiene en la molécula uno o dos grupos capaces de reaccionar con los grupos isocianato y que tiene una estructura de piperidina en la molécula. El compuesto de funcionalización puede tener también una estructura de fenol impedida, una estructura
55 de triazina, o una estructura de benzotriazol en lugar de una estructura de piperidina. Sin embargo, un compuesto de funcionalización que tiene una estructura de piperidina exhibe los mejores efectos.

Usando tal compuesto de funcionalización, se puede introducir una estructura de piperidina en la resina soluble de

poliuretano-urea (componente A'). En consecuencia, se puede obtener una resina de poliuretano-urea (componente A) que tiene una excelente funcionalidad, tal como fotoestabilidad, propiedad antioxidante y propiedad de absorción de rayos ultravioleta, a partir de la resina de poliuretano-urea soluble (componente A') que tiene estas excelentes propiedades funcionales.

- 5 Compuesto de funcionalización que tiene uno o dos grupos en la molécula capaz de reaccionar con los grupos isocianato y que tiene una estructura de piperidina en la molécula.

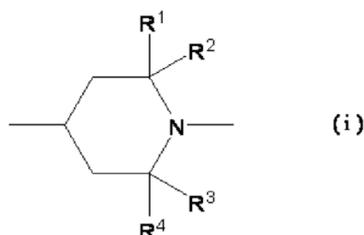
Como grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato, puede mencionarse el grupo amino (-NH₂ y -NH(R)), el grupo hidroxilo (-OH), el grupo mercapto (-SH: grupo tiol), el grupo carboxilo grupo (-C(=O)OH) o grupo cloruro (-C(=O)OCl) o similares. Particularmente, con el fin de obtener la resina de poliuretano-urea soluble (componente A') que exhibe un efecto excelente, el grupo capaz de reaccionar con este grupo isocianato es preferiblemente uno en la molécula. Esta razón no está clara, sin embargo se piensa que las razones siguientes son la razón. Al tener sólo uno de dichos grupos, el compuesto de funcionalización se introduce en la cadena lateral o en el extremo terminal de la resina soluble de poliuretano-urea (componente A'). Por lo tanto, se piensa que el compuesto de funcionalización actúa eficientemente sobre la sustancia lo cual baja la durabilidad del radical o similares.

- 15 Además, la estructura de piperidina descrita anteriormente exhibe especialmente un efecto de fotoestabilización. Mediante el uso de un compuesto que tiene tal estructura, se puede mejorar la durabilidad (fotoestabilidad) del componente A', o el componente A mismo, y del compuesto fotocromico. A continuación, se describirán en detalle diversos compuestos utilizados como componente A4.

El compuesto de funcionalización que tiene la estructura de piperidina

- 20 En cuanto al compuesto de funcionalización que tiene la estructura de piperidina utilizada como componente A4 en la presente invención, el compuesto que tiene la estructura mostrada en la siguiente fórmula general puede usarse adecuadamente.

[Fórmula química 1]



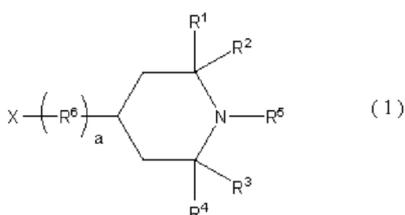
- 25 (en la fórmula anterior, R¹, R², R³ y R⁴ son preferiblemente un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 4, respectivamente, y particularmente es un grupo metilo).

El compuesto que tiene un átomo de nitrógeno del anillo de piperidina anterior o el grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato en el átomo de carbono de la cuarta posición corresponde al compuesto de funcionalización que tiene la estructura de piperidina.

- 30 A continuación, se describirá otro compuesto específico.

Entre el compuesto de funcionalización utilizado como componente A4 en la presente invención, en cuanto al compuesto que puede introducir la estructura de piperidina en el extremo terminal de la resina soluble de poliuretano-urea (componente A'), pueden mencionarse los compuestos mostrados por la siguiente fórmula general (1).

35 [Fórmula química 2]



(en la fórmula anterior R¹, R², R³ y R⁴ son los mismos que en dicha fórmula general (i), R⁵ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 10 o hidrógeno, R⁶ es un grupo alquileo que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20, a es 0 o 1, y X es el grupo capaz de reaccionar con el grupo

isocianato).

En la fórmula general (1) mencionada anteriormente, R¹, R², R³ y R⁴ son independientemente un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 4, respectivamente, sin embargo, es preferible que los cuatro grupos alquilo sean grupos metilo.

5 R⁵ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 10 o hidrógeno. Entre éstos, desde el punto de vista de facilidad de obtención, es preferiblemente un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 4, o hidrógeno. Obsérvese que, puesto que R¹, R², R³ y R⁴ son grupos alquilo que tienen átomos de carbono de 1 a 4, por tanto, incluso si R⁵ es un átomo de hidrógeno, el átomo de nitrógeno al que R⁵ está unido no reaccionará con el grupo isocianato debido al impedimento estérico.

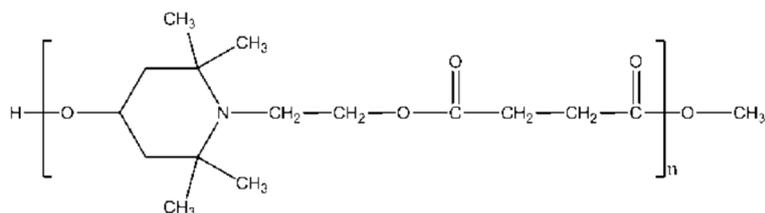
10 R⁶ es un grupo alquileo que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; aunque preferiblemente es un grupo alquileo que tiene átomos de carbono de 1 a 10, o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10. Obsérvese que cuando a es 0, indica que X está unido directamente al anillo de piperidina.

15 X es un grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato, y preferiblemente es el grupo amino, el grupo hidroxilo, el grupo carboxilo o el grupo tiol. Entre éstos, el grupo amino y el grupo hidroxilo son preferibles desde el punto de vista de la reactividad con el grupo isocianato y facilidad de obtención.

20 En cuanto a ejemplos específicos del compuesto de funcionalización mostrado por la fórmula (1) anterior, se pueden mencionar 1,2,2,6,6-pentametil-4-hidroxipiperidina, 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminopiperidina, 2,2,6,6-tetrametil-4-hidroxipiperidina, 2,2,6,6-tetrametil-4-aminopiperidina, 1,2,2,6,6-pentametil-4-amino-metilpiperidina y 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminobutilpiperidina o similares.

Igualmente, en cuanto al compuesto que puede introducir la estructura de piperidina en el extremo terminal de la resina de poliuretano-urea soluble (componente A'), puede usarse el siguiente compuesto que es el producto de reacción entre succinato de dimetil y 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-1-piperidinetanol.

[Fórmula química 3]

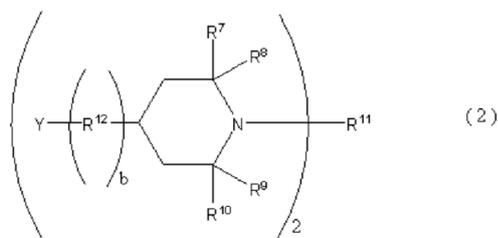


Nótese que, en el compuesto anterior, n satisface preferiblemente el intervalo de 5 a 20.

Entre el componente A4 utilizado en la presente invención, en cuanto al compuesto que puede introducir la estructura de piperidina en la cadena principal de la resina soluble de poliuretano-urea (componente A'), los compuestos mostrados por la siguiente fórmula general (2), (3), (4).

30 [Fórmula química 2]

Según la fórmula (2)



(en la fórmula anterior, R⁷, R⁸, R⁹ y R¹⁰ son grupos alquilo que tienen átomos de carbono de 1 a 4 respectivamente, R¹¹ es un grupo alquileo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20, R¹² es un grupo alquileo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20 e Y es el grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato).

El compuesto mostrado en lo anterior se puede usar adecuadamente también.

En la fórmula general (2) anterior, R⁷, R⁸, R⁹ y R¹⁰ son grupos alquilo que tienen átomos de carbono de 1 a 4, respectivamente; sin embargo es preferible que los cuatro grupos alquilo sean grupos metilo.

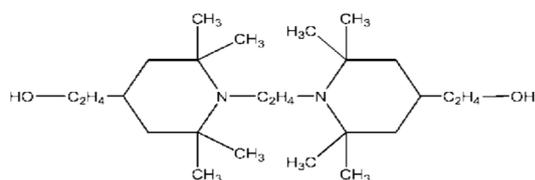
5 R¹¹ es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; y es preferiblemente un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 10, o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10.

R¹² es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; y es preferiblemente un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 10, o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10. Obsérvese que cuando b es 0, indica que Y está unido directamente al anillo de piperidina.

10 Y es el mismo que X mostrado en dicha fórmula general (1).

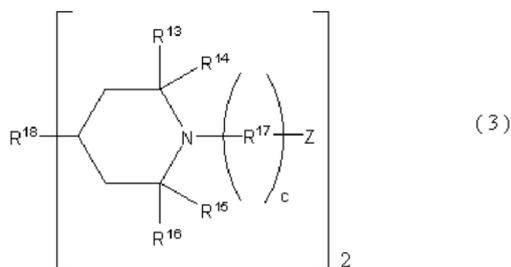
Como ejemplos del compuesto de funcionalización mostrado en la fórmula (2) anterior, pueden mencionarse los siguientes compuestos.

[Fórmula química 5]



15 Según la fórmula (3)

[Fórmula química 6]



20 (en la fórmula anterior, R¹³, R¹⁴, R¹⁵ y R¹⁶ son grupos alquilo independientes que tienen átomos de carbono de 1 a 4 respectivamente, R¹⁷ es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20, c es 0 o 1, R¹⁸ es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20, y Z es un grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato).

El compuesto mostrado en lo anterior puede ser utilizado adecuadamente.

25 En la fórmula general (3) mencionada anteriormente, R¹³, R¹⁴, R¹⁵ y R¹⁶ son grupos alquilo independientes que tienen átomos de carbono de 1 a 4, respectivamente; sin embargo es preferible que los cuatro grupos alquilo sean grupos metilo.

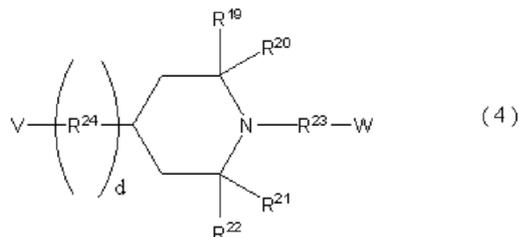
30 R¹⁷ es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; y preferiblemente es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 10 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10. Téngase en cuenta que, cuando c es 0, indica que Z está unido directamente al anillo de piperidina.

R¹⁸ es un grupo alquileno que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20.

Z es igual que X en dicha fórmula general (1).

35 Ejemplos de compuestos que contienen un anillo de piperidina representados por la fórmula general (3) anterior incluyen bis(2,2,6,6-tetrametil-1-metoxi-4-piperidinil)sebacato y similares.

[Fórmula química 7]



(en la fórmula anterior, R^{19} , R^{20} , R^{21} y R^{22} son grupos alquilo que tienen átomos de carbono de 1 a 4 respectivamente, R^{23} es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20, R^{24} es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 20, o un grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20 y V y W son respectivamente el grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato).

En la fórmula general (4) descrita anteriormente, R^{19} , R^{20} , R^{21} y R^{22} son grupos alquilo que tienen átomos de carbono de 1 a 4, respectivamente; sin embargo es preferible que los cuatro grupos alquilo sean grupos metilo.

R^{23} es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; y preferiblemente es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 10 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10, R^{24} es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 20 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 20; y preferiblemente es un grupo alquilenos que tiene átomos de carbono de 1 a 10 o grupo polimetileno que tiene átomos de carbono de 3 a 10. Obsérvese que d es 0 o 1 y cuando d es 0, indica que V está unido directamente al anillo de piperidina.

Además, V y W son iguales que X en dicha fórmula general (1), y puede ser el mismo grupo o grupo diferente.

Ejemplos de compuestos que contienen anillo de piperidina representados por la fórmula general (4) anterior incluyen 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-1-piperidina etanol y similares.

(Componente A4 preferido, y posición de introducción del mismo)

El componente A4 descrito anteriormente se puede introducir en cualquier posición, tal como un extremo terminal, la cadena principal o una cadena lateral, de la resina soluble de poliuretano-urea (componente A') con el fin de mejorar el tiempo resistencia de la resina de poliuretano-urea (componente A) y del compuesto fotocromico. Entre estas posiciones, desde el punto de vista de que no daña la resistencia al calor innata y la resistencia mecánica (resistencia adhesiva) de la resina de poliuretano-urea (A') soluble, se prefiere que el componente A4 se introduzca en un extremo terminal de la resina de poliuretano-urea (A') soluble. Al aumentar la resistencia al calor y la resistencia adhesiva de la resina de poliuretano-urea (A') soluble, el rendimiento de la resina de poliuretano-urea (A) que incluye un producto de reacción obtenido haciendo reaccionar (A') la resina de poliuretano-urea soluble y el componente (C), que se describe en detalle a continuación, se puede mejorar sustancialmente.

Ejemplos preferidos del componente A4 anteriormente descrito incluyen 1,2,2,6,6-pentametil-4-hidroxipiperidina, 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminopiperidina, 2,2,6,6-tetrametil-4-hidroxipiperidina, 2,2,6,6-tetrametil-4-amino-piperidina, 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminometilpiperidina y 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminobutilpiperidina.

El método de síntesis del componente A'

En el caso de obtener el componente A' haciendo reaccionar el componente A1, el componente A2, el componente A3 y el componente A4, antes descritos, se puede usar un método denominado método de un paso o método de un prepolímero. Por ejemplo, el componente A' se puede obtener preferiblemente mediante el siguiente método.

El método de síntesis 1 (componente A' que tiene un compuesto de funcionalización en un extremo terminal)

En primer lugar, se obtiene un prepolímero de uretano haciendo reaccionar el componente A1 y el componente A2. A continuación, dicho prepolímero de uretano se hace reaccionar con componente A3 para sintetizar una resina de poliuretano-urea que tiene un grupo isocianato en un extremo terminal. Por último, el componente A4 se añade para sintetizar el componente A' de la presente invención.

En el método anteriormente descrito, la reacción entre el componente A1 y el componente A2 puede llevarse a cabo bajo la presencia o ausencia de un disolvente y, en cualquier caso, bajo una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón a 25 hasta 120°C para 0.5 a 24 horas. Ejemplos de disolventes que se pueden usar incluyen disolventes orgánicos tales como metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfóxido (DMSO) y tetrahidrofurano (THF). Al llevar a cabo la reacción, para evitar una reacción entre el grupo isocianato en el compuesto de diisocianato y agua como impureza, se prefiere llevar a cabo el tratamiento de deshidratación a varios agentes de reacción y disolventes con antelación, y secar

suficientemente. Además, cuando se lleva a cabo la reacción anteriormente descrita, se puede utilizar un catalizador tal como laurilato de dibutilestano, dimetilimidazol, trietilendiamina, tetrametil-1,6-hexadiamina, tetrametil-1,2-etanodiamina y 1,4-diazabicyclo [2,2,2]octano. En cuanto a la cantidad añadida cuando se usa el catalizador, es preferiblemente 0.001 a 1 parte en peso con respecto a un total de 100 partes en peso de dicho componente A'.

5 La reacción entre el prepolímero de uretano así obtenido y el componente A3 puede llevarse a cabo bajo la presencia o ausencia de un disolvente y, en cualquier caso, bajo una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón a 0 hasta 100°C para 0.5 a 24 horas. Ejemplos de disolventes que se pueden usar incluyen metanol, etanol, alcohol isopropílico, t-butanol, 2-butanol, n-butanol, metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, DMF, DMSO, THF y similares.

10 La reacción entre la resina de poliuretano-urea así obtenida que tiene un grupo isocianato en un extremo terminal y componente A4 puede llevarse a cabo bajo la presencia o ausencia de un disolvente y, en cualquier caso, bajo una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón entre 0 y 120°C durante 0.5 a 24 horas. Ejemplos de disolventes que se pueden usar incluyen metanol, etanol, alcohol isopropílico, t-butanol, 2-butanol, n-butanol, metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, DMF, DMSO, THF y similares.

15 El método de síntesis 2 (componente A' que tiene el compuesto de funcionalización en la cadena principal)

El componente A1 y el componente A2 se hacen reaccionar para obtener el prepolímero de uretano, después se mezcla/hace reaccionar el componente A4 que tiene en la molécula el grupo capaz de reaccionar con dos grupos isocianato para obtener el prepolímero de uretano que comprende el compuesto de funcionalización. A continuación, haciendo reaccionar dicho prepolímero de uretano con componente A3, se puede producir el componente A' de la presente invención.

20

En el método anterior, la reacción entre el componente A1 y el componente A2, y además la reacción con el componente A4 puede llevarse a cabo bajo la presencia del disolvente o sin el disolvente, en la atmósfera del gas inerte tal como nitrógeno o argón o similar a 25 a 120°C durante 0.5 a 24 horas. En cuanto al disolvente, puede usarse el disolvente orgánico tal como metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfóxido (DMSO), tetrahidrofurano (THF). Al llevar a cabo la reacción, para evitar la reacción entre el grupo isocianato en el compuesto de poliisocianato y el agua como impureza, es preferible llevar a cabo previamente el tratamiento de deshidratación a varios agentes de reacción y disolventes, y secar suficientemente. También, al llevar a cabo la reacción, puede usarse el catalizador tal como laurilato de dibutilestano, dimetilimidazol, trietilendiamina, tetrametil-1,6-hexadiamina, tetrametil-1,2-etanodiamina, 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano o similares. En cuanto a la cantidad añadida cuando se usa el catalizador, preferiblemente es de 0.001 a 1 parte en peso con respecto al total de 100 partes en peso de dicho componente A.

25

La reacción entre el prepolímero de uretano obtenido como tal y el componente A3 se puede llevar a cabo en presencia de un disolvente o sin el disolvente, en la atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón, o similar, entre 0 y 100° C durante 0.5 a 24 horas. En cuanto al disolvente, se pueden utilizar metanol, etanol, alcohol isopropílico, t-butanol, 2-butanol, n-butanol, metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, DMF, DMSO, THF.

35

El método de síntesis 3 (componente A' que tiene el compuesto de funcionalización en la cadena lateral)

En primer lugar, se hace reaccionar un componente A4 que comprende en la molécula un grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato y el compuesto de triisocianato que comprende tres grupos isocianato para sintetizar el compuesto de diisocianato que tiene la estructura de funcionalización de la cadena lateral. El prepolímero de uretano se obtiene haciendo reaccionar este compuesto de diisocianato y compuesto A1 y compuesto A2; después haciendo reaccionar el componente A3, se puede producir el componente A de la presente invención.

40

En el método anterior, la reacción entre el compuesto de triisocianato y el componente A4 puede llevarse a cabo bajo la presencia del disolvente o sin el disolvente, en la atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón o similar a 25 a 120°C durante 0.5 a 24 horas. En cuanto al disolvente, puede usarse el disolvente orgánico tal como metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfóxido (DMSO), tetrahidrofurano (THF). Al llevar a cabo la reacción, para evitar la reacción entre el grupo isocianato en el compuesto de poliisocianato y agua como impureza, es preferible llevar a cabo el tratamiento de deshidratación para diversos agentes de reacción y disolventes, y secar suficientemente.

45

La reacción entre el grupo diisocianato que tiene el compuesto de funcionalización en la cadena lateral obtenida por el método anteriormente descrito, el componente A1 y el componente A2 puede llevarse a cabo bajo la presencia del disolvente o sin el disolvente, en la atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón o similar a 25 a 120°C durante 0.5 a 24 horas. En cuanto al disolvente, puede usarse el disolvente orgánico tal como metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfóxido (DMSO), tetrahidrofurano (THF) o similares. Al llevar a cabo la reacción, para evitar la reacción entre el grupo isocianato en el

50

55

compuesto de poliisocianato y el agua como impureza, es preferible llevar a cabo previamente el tratamiento de deshidratación para diversos agentes de reacción y disolventes, y secar suficientemente. También, al llevar a cabo la reacción, se puede añadir el catalizador tal como laurilato de dibutilestano, dimetilimidazol, trietilendiamina, tetrametil-1,6-hexadiamina, tetrametil-1,2-etanodiamina, 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano o similar. En cuanto a la cantidad añadida cuando se usa el catalizador, es preferiblemente de 0.001 a 1 parte en peso con respecto al total de 100 partes en peso de dicho componente A.

La reacción entre el prepolímero de uretano obtenido como tal y el componente A3 se puede llevar a cabo en presencia del disolvente o sin el disolvente, en la atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno o argón o similar a 0 a 100°C durante 0.5 a 24 horas. En cuanto al disolvente, se pueden utilizar metanol, etanol, alcohol isopropílico, t-butanol, 2-butanol, n-butanol, metiletilcetona, dietilcetona, tolueno, hexano, heptano, acetato de etilo, DMF, DMSO, THF o similar.

(Cantidad utilizada de componentes A1, A2, A3 y A4 en la síntesis del componente (A'))

La proporción de cantidad de componente A1, componente A2, componente A3, componente A4 utilizada para la reacción descrita anteriormente se puede determinar en consecuencia; sin embargo desde el punto de vista de equilibrio entre la resistencia al calor, la resistencia adhesiva y las características fotocromáticas (la densidad óptica del color, la velocidad de desvanecimiento del color, la resistencia a la intemperie, etc.) de la resina de poliuretano-urea soluble obtenida (componente A'), es preferible que sea la relación de cantidad siguiente. Es decir, cuando el número de moles totales del grupo hidroxilo incluido en el componente A1 es n1, el número de moles totales del grupo isocianato incluido en el componente A2 es n2, el número total de moles del grupo amino incluido en el componente A3 es n3 y el número total de moles de los grupos capaces de reaccionar con el grupo isocianato (específicamente, grupo amino, grupo hidroxilo, grupo mercapto y/o grupo carboxilo, etc.) es n4; entonces la relación en peso satisface n1: n2: n3: n4 = 0.30 a 0.89: 1: 0.10 a 0.20, particularmente n1: n2: n3: n4 = 0.40 a 0.83: 1: 0.15 a 0.58: 0.02 a 0.15 es preferible y n1: n2: n3: n4 = 0.55 a 0.78: 1: 0.20 a 0.43: 0.02 a 0.10 es lo más preferible. En este caso, los n1 a n4 anteriormente descritos se pueden obtener como el producto del número de moles usado del compuesto usado para cada componente y el número de cada grupo presente en una molécula de dicho compuesto.

Se prefiere que el componente A' usado en la presente invención no tenga un grupo reactivo en un extremo terminal. Se prefiere especialmente que el componente A' se desactive de modo que el grupo isocianato no permanezca en el extremo terminal. En consecuencia, durante la producción, se prefiere producir un componente A' en una relación de mezcla de $n2 = n1 + n3 + n4$. Si el número de moles totales de n1, n3 y n4 ($n1 + n3 + n4$) es mayor que n2, los componentes de A1, A3 y A4 que no han reaccionado pueden eliminarse por reprecipitación y similares. Además, si el número total de moles de n1, n3 y n4 es mayor que n2, se puede usar un terminador de reacción (componente A5), que se describe con detalle a continuación, para esa diferencia ($n2 - (n1 + n3 + n4)$).

Componente A5: Terminador de reacción

Cuando el grupo isocianato permanece en el extremo terminal de la resina de poliuretano-urea obtenida haciendo reaccionar componentes A1, A2, A3 y A4 basándose en el método descrito anteriormente descrito como el método de síntesis del componente A', el extremo terminal puede hacerse inactivo añadiendo un terminador de reacción que tiene un hidrógeno activo que reacciona con los grupos isocianato. Además, el extremo terminal también puede hacerse inactivo usando el componente A5 en lugar del componente A4. Aunque es aceptable que el grupo isocianato permanezca en el extremo terminal, en tal caso, puede producirse un deterioro en la calidad, tal como gelificación o cambios en las propiedades físicas, debido a que un componente de alto peso molecular, por ejemplo, se produce como un resultado de la contaminación por humedad y similares durante el almacenamiento. La determinación del grupo isocianato puede determinarse midiendo el espectro de absorción infrarroja.

El componente A5 de la presente invención es un terminador de reacción que tiene un grupo capaz de reaccionar con un grupo isocianato en la molécula (A5) con el fin de reaccionar con una resina de poliuretano-urea que tiene un grupo isocianato en un extremo terminal.

Como grupo capaz de reaccionar con dicho grupo isocianato, el grupo amino ($-NH_2$ y $NH(R)$), el grupo hidroxilo ($-OH$), el grupo mercapto ($-SH$: grupo tiol), el grupo carboxilo [$-C(=O)OH$], o grupo de cloruro de ácido [$-C(=O)OCl$].

Este terminador comprende, en la molécula, sólo un grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato. Si dos o más del grupo capaz de reaccionar con los grupos isocianato están presentes en la molécula, la resina de poliuretano-urea se convierte en alto peso molecular, y se convierte en obtener alta viscosidad cuando se diluye con el disolvente orgánico; por lo que se hace difícil formar la película. Mediante la introducción de dicho terminador en el extremo terminal de la resina de poliuretano-urea, se hace posible controlar número de peso molecular medio de la resina de poliuretano-urea, y la adhesión y la resistencia al calor pueden controlarse fácilmente a las propiedades físicas del objeto.

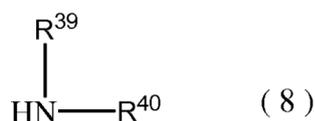
En cuanto al terminador, pueden usarse amina, alcohol, tiol y ácido carboxílico. Específicamente, pueden mencionarse butil amina normal, sec-butilamina, tert-butilamina, dibutilamina, diisopropilamina, metanol, etanol, isopropanol, butanol normal, sec-butanol, tert-butanol, ácido acético o similares.

También, utilizando el compuesto de funcionalización que es el componente A4 mencionado anteriormente como terminador, el compuesto de funcionalización puede introducirse en la resina de poliuretano-urea y también al mismo tiempo, el extremo terminal del grupo isocianato puede ser hecho inactivo.

A continuación, se describirá el terminador que se puede utilizar adecuadamente en la presente invención.

- 5 El compuesto preferible como terminador se puede indicar por la siguiente fórmula general (8) y (9).

[Fórmula química 8]



(en la fórmula anterior, R³⁹ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, un grupo arilo, un grupo aralquilo, un grupo alquiloxicarbonilo o un átomo de hidrógeno,

- 10 R⁴⁰ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, un grupo arilo, un grupo aralquilo o un grupo éster).

En el caso de que R³⁹ utilice el compuesto que es el átomo de hidrógeno como componente A5, el extremo terminal de la resina de poliuretano-urea se convierte en -NH(R⁴⁰), sin embargo este -NH(R⁴⁰) no reacciona sustancialmente con otros polímeros y otros compuestos isocianato. Por lo tanto, -NH(R⁴⁰) no se considera como el grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato.

- 15 En la fórmula general (8) anterior, R³⁹ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, grupo arilo, grupo aralquilo, grupo alquiloxicarbonilo o átomo de hidrógeno. Entre estos, R³⁹ es preferiblemente un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 10, un grupo arilo, un grupo aralquilo, un grupo alquiloxicarbonilo o un átomo de hidrógeno. Dicho grupo arilo y grupo aralquilo pueden tener un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 5, átomo de halógeno como grupo sustituyente.

- 20 Como ejemplos de R³⁹ adecuado, pueden mencionarse grupo metilo, grupo etilo, grupo propilo normal, grupo isopropilo, grupo butilo normal, grupo tert-butilo, grupo pentilo, grupo hexilo, grupo heptilo, grupo octilo, grupo 1,1,3,3-tetrametilbutilo, grupo fenilo, grupo bencilo, grupo 1,1-dimetilbencilo, grupo carboximetilo, grupo carboxietilo, grupo carboxipropilo, o átomo de hidrógeno o similares.

- 25 Además, R⁴⁰ es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 20, grupo arilo, grupo aralquilo o grupo alquiloxicarbonilo. Entre estos, R⁴⁰ es preferiblemente un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 10, un grupo arilo, un grupo aralquilo o un grupo alquiloxicarbonilo. Dicho grupo arilo puede comprender el grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 5 y átomo de halógeno como grupo sustituyente.

- 30 Como ejemplos de R⁴⁰ adecuado, se pueden mencionar grupo metilo, grupo etilo, grupo propilo normal, grupo isopropilo, grupo butilo normal, grupo tert-butilo, grupo pentilo, grupo hexilo, grupo heptilo, grupo octilo, 1,1,3,3-tetrametilbutilo, grupo fenilo, grupo bencilo, grupo 1,1-dimetilbencilo, grupo carboximetilo, grupo carboxietilo, grupo carboxipropilo o similares.

Según la fórmula general (9).

[Fórmula química 9] Z-R⁴¹ (9)

- 35 (en la fórmula anterior, R⁴¹ es un grupo alquilo de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo aralquilo o un grupo alquiloxicarbonilo, Z es un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo o un grupo tiol).

El compuesto mostrado anteriormente también se puede usar adecuadamente como terminador.

- 40 En la fórmula general (9) anterior, R⁴¹ es un grupo alquilo de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo aralquilo o un grupo alquiloxicarbonilo; y preferiblemente es un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 10, un grupo arilo, un grupo aralquilo o un grupo alquiloxicarbonilo. Este grupo arilo y grupo aralquilo pueden tener un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 5, y un átomo de halógeno como grupo sustituyente. En cuanto a los grupos preferibles, se puede mencionar un grupo alquilo que tiene átomos de carbono de 1 a 5, grupo fenilo y grupo fenilo que tiene átomos de halógeno. Como ejemplos de R⁴¹, se pueden mencionar grupo metilo, grupo etilo, grupo propilo normal, grupo isopropilo, grupo butilo normal, grupo tert-butilo, grupo pentilo, grupo hexilo, grupo heptilo, grupo octilo, grupo 1,1,3,3-tetrametilbutilo, grupo fenilo, grupo bencilo, grupo 1,1-dimetilbencilo, grupo carboximetilo, grupo carboxietilo, grupo carboxipropilo o similares.

- 45 Z en la fórmula general (9) anterior es el grupo capaz de reaccionar con el grupo isocianato presente en el extremo terminal de la resina de poliuretano-urea, y específicamente es grupo hidroxilo, grupo carboxilo o grupo tiol; y preferiblemente es un grupo hidroxilo.

Como compuestos específicos mostrados por la fórmula general (8) y (9) anteriormente descrita; se pueden mencionar aminas tales como metilamina, etilamina, propilamina, isopropilamina, n-butilamina, tert-butilamina, pentilamina, hexilamina, heptilamina, 4-heptilamina, octilamina, 1,1-dipropilbutilamina, fenilamina, bencilamina, dimetilamina, dietilamina, dipropilamina, diisopropilamina, dibutilamina, di-tert-butilamina, dipentilamina, dihexilamina, diheptilamina, dioctilamina, metiletilamina, metilbutilamina, metilheptilamina, metilhexilamina, metilheptilamina, metiloctilamina, etilpropilamina, etilbutilamina, etilptilamina, etilhexilamina, etilheptilamina, etiloctilamina, propilbutilamina, isopropilbutilamina, propilpentilamina, propilhexilamina, propilheptilamina, propiloctilamina más o menos; alcoholes tales como metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, 2-butanol, alcohol tert-butílico, alcohol pentílico, alcohol hexílico, alcohol heptílico, alcohol octílico, alcohol nonílico, decanol, 2-decanol o similares; tioles tales como metanotiol, etanotiol, 1-propanotiol, 2-propanotiol, 1-butanotiol, 2-butanotiol, propanotiol, hexanotiol, heptanotiol, octanotiol, dodecanotiol, 2-metil-1-butano tiol, 2-metilpropanotiol, 3-metil-2-buteno tiol, 1,1-dimetilheptano tiol, ciclohexano tiol, ciclopentano tiol, benceno tiol, benceno metano tiol, 2,6-dimetilbenceno tiol o similares; grupos ácido carboxílico tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido láctico, ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanóico, ácido decanoico, ácido dodecanoico o similares.

El terminador mencionado anteriormente se puede usar solo o combinando dos o más de los mismos.

La relación de mezcla del componente A5

El componente A5 se puede introducir en un extremo terminal de la resina de poliuretano-urea (A)' soluble haciéndolo reaccionar sobre la base del mismo método que para el componente A4 en el método de síntesis 1 anteriormente descrito (componente A' que tiene un compuesto de funcionalización en un extremo terminal). Por consiguiente, en el método de síntesis 1, la cantidad total de componente A4 puede reemplazarse con componente A5, o componente A4 y componente A5 pueden usarse juntos.

Además, en los métodos de síntesis 2 y 3, si $n_2 > n_1 + n_3 + n_4$, se prefiere utilizar la siguiente relación de mezcla. Es decir, se prefiere fijar de modo que $n_2 = n_1 + n_3 + n_4 + n_5$, en el que n_5 indica el número de moles total de los grupos capaces de reaccionar con el grupo isocianato incluido en el componente A5. Sin embargo, también se puede usar una cantidad en la que $n_5 > n_2 - (n_1 + n_3 + n_4)$. En este caso, mientras una cantidad en exceso de componente A5 no tenga un impacto adverso, dicha cantidad puede usarse tal cual, o el componente A5 en exceso puede eliminarse por purificación, tal como por reprecipitación, secado y similares.

Aunque la proporción de cantidad de componente A1, componente A2, componente A3, componente A4 y componente A5 puede determinarse apropiadamente, desde el punto de vista de equilibrio entre la resistencia al calor, la fuerza adhesiva y similares del componente A' obtenido, y el componente A obtenido en última instancia, se prefiere una relación de cantidad como la siguiente. Cuando la suma del número de moles totales n_4 de los grupos capaces de reaccionar con los isocianatos incluidos en el componente A4 y el número de moles total n_5 de los grupos capaces de reaccionar con los isocianatos incluidos en el componente A5 se define como n_6 ($n_6 = n_4 + n_5$), una relación de cantidad preferida es $n_1: n_2: n_3: n_6 = 0.30$ a $0.89/1/0.10$ a $0.69/0.01$ a 0.20 , especialmente preferida es una relación de cantidad de $n_1: n_2: n_3: n_6 = 0.40$ a $0.83/1/0.15$ a $0.58/0.02$ a 0.15 , y lo más preferido es una relación de cantidad de $n_1: n_2: n_3: n_6 = 0.55$ a $0.78/1/0.20$ a $0.43/0.02$ a 0.10 . Si sólo se utiliza el componente A4 en el método de síntesis 1 descrito anteriormente, $n_6 = n_4$, mientras que si sólo se utiliza el componente A5, $n_6 = n_5$.

(Purificación del componente A')

La resina de poliuretano-urea soluble (componente A') obtenida por reacción sobre la base de tal método de síntesis y proporción de mezcla se puede usar como componente A' se lleva a cabo con el tratamiento posterior, tal como la destilación del disolvente si es necesario o haciendo gotear el disolvente pobre tal como agua o por lo tanto precipitar/filtrar la resina de poliuretano-urea soluble (componente A'), luego realizar el secado o similar, y luego se puede usar como componente A', o puede usarse como la composición fotocrómica de la presente invención manteniéndola disuelta en el disolvente de reacción. Si se produce la resina soluble de poliuretano-urea (componente A') bajo condiciones de $n_2 < n_1 + n_3 + n_4$, $n_2 < n_1 + n_3 + n_5$, $n_2 < n_1 + n_3 + n_6$, se prefiere eliminar componentes de monómero sin reaccionar por reprecipitación.

(Propiedades de los componentes A' preferidos)

Para que la resina de poliuretano-urea (A) obtenida por reacción con el componente C descrito a continuación exhiba efectos excelentes, (A') una resina de poliuretano-urea soluble que tiene la siguiente estructura es la más preferida.

Es decir, se prefiere que la resina de poliuretano-urea (A') soluble descrita anteriormente sea la resina de poliuretano-urea soluble que tiene un componente A4 introducido en un extremo terminal descrito en el método de síntesis 1. Además, se prefiere que el componente A4 introducido en un extremo terminal sea un compuesto de funcionalización que tiene una estructura de piperidina. Además, es más preferido que el componente que se introduce en el extremo terminal sea sólo un componente A4 (no incluye el componente A5).

Además, desde el punto de vista de permitir que la reacción con el componente C avance eficientemente, así como

la resistencia al calor, la fuerza de adhesión, las características fotocromicas (densidad óptica del color, velocidad de desvanecimiento del color, resistencia a la intemperie, etc.) del poliuretano obtenido (componente A'), el peso molecular del componente (A') es preferiblemente de 5000 a 100000, especialmente preferiblemente de 8000 a 50000 y lo más preferiblemente de 10000 a 40000. El peso molecular de la resina de poliuretano-urea (A') soluble se midió en las condiciones descritas en el Ejemplo 1, que se describe en detalle a continuación.

A continuación, se describirá el compuesto de poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula que sirve como componente C de la presente invención.

Componente C: Compuesto de poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula

Al incluir en un componente de la presente invención un producto obtenido haciendo reaccionar la resina de poliuretano-urea (A') soluble descrita anteriormente y el compuesto de poliisocianato (C) que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula, el adhesivo (adherencia cercana) del artículo óptico descrito a continuación puede mejorarse adicionalmente. Especialmente, se puede mejorar la resistencia a la transpiración.

El compuesto de poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula de la presente invención no está particularmente limitado, siempre y cuando pueda aumentar el peso molecular de la resina de poliuretano-urea (A') soluble descrita anteriormente, de manera que el contenido insoluble en tetrahidrofurano de la resina de poliuretano-urea obtenida (A) es 20.0 a 90.0% en peso, los compuestos conocidos se pueden usar para este compuesto de poliisocianato. Entre ellos, se prefiere utilizar un compuesto que tiene un grupo isocianato unido a un carbono secundario. Estos pueden usarse solos o en combinación de dos o más de ellos.

Ejemplos específicos incluyen una mezcla de isómeros de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilisocianato), ciclobutano-1,3-diisocianato, ciclohexano-1,3-diisocianato, ciclohexano-1,4-diisocianato, hexahidrotolueno-2,4-diisocianato, hexahidrotolueno-2,6-diisocianato, hexahidrofenileno-1,3-diisocianato, hexahidrofenileno-1,4-diisocianato, compuestos isocianato de estos, un trímero de diisocianato de isoforona (un compuesto isocianurato) y similares.

El grupo isocianato incluido en dicho componente C puede usarse en la condición de estar protegido por un agente bloqueante. Ejemplos de agentes bloqueantes que pueden usarse incluyen amidas de ácido, lactamas, imidas de ácido, imidazoles, ureas, compuestos de oxima y similares. Ejemplos específicos incluyen acetanilida, acetato de amida, ϵ -caprolactama, imida succínica, imida maleica, dimetilpirazol, tiourea, acetaldoxima, acetoxima, metiletilcetoxima y similares.

El número de grupos isocianato incluidos en el componente C es dos o más. Una resina de poliuretano-urea (componente A) que tiene una estructura entrecruzada se puede producir haciendo reaccionar con el componente A' al formar la capa adhesiva fotocromica teniendo dos o más grupos isocianato en la molécula del componente C. La formación de esta estructura entrecruzada en el componente A permite mejorar la resistencia al calor de la resina de poliuretano-urea (componente A) y hace más difícil que se produzca una falla cohesiva, lo que se cree aumenta el efecto de una mejora de la adhesión. Sin embargo, considerando la capacidad de procesamiento, y la viscosidad, estabilidad al almacenamiento y similares de la composición fotocromica obtenida, el número de grupos isocianato es preferiblemente de 2 a 3.

En la presente invención, aunque el peso molecular de dicho componente C no esté particularmente limitado, es preferiblemente inferior a 1000. Si el peso molecular de dicho componente C es 1000 o más, la resistencia al calor de la capa adhesiva fotocromica obtenida y la película fuerza tienden a deteriorarse. Se cree que esto se debe al número de enlaces entre el grupo isocianato que tiende a aumentar cuando se utiliza un componente C que tiene un peso molecular grande. En consecuencia, por ejemplo, incluso si se forma una estructura entrecruzada, la distancia entre los puntos de entrecruzamiento se alarga, y la resistencia al calor no mejora mucho, de modo que la adhesión no se mejora suficientemente. Por lo tanto, el peso molecular del componente C es preferiblemente menor que 1000, más preferiblemente 800 o menos y lo más preferiblemente 500 o menos. Como se ha descrito anteriormente, se prefiere que este componente C no sea un polímero. En consecuencia, el peso molecular de dicho componente C se refiere al peso molecular del propio componente C. El límite inferior del peso molecular del componente C es el peso molecular de dicho compuesto monomérico. Aunque el límite inferior no está particularmente limitado, puede ser 100.

La cantidad de mezcla del componente C

La cantidad de mezcla del componente C en la composición fotocromica de la presente invención es, desde el punto de vista de adhesión, resistencia al calor y características fotocromicas, preferiblemente de 4.0 a 20.0 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de componente A'. Si la cantidad de mezcla del componente C satisface este intervalo, es más fácil de preparar de modo que el contenido insoluble en tetrahidrofurano del componente A obtenido sea de 20.0 a 90.0% en peso, de modo que la composición fotocromica obtenida presenta excelentes efectos. En el caso de que la cantidad de mezcla anterior sea demasiado pequeña, el efecto de la adhesión mejorada y la resistencia al calor no se pueden obtener suficientemente. En el caso de que sea demasiado, la capa adhesiva obtenida a partir de dicha composición fotocromica tiende a cambiar de opacidad, disminuye la adhesión y disminuye la durabilidad del compuesto fotocromico y similares. Con el fin de mejorar la adhesión entre el material de base óptica tal como una película de plástico, mientras se mantienen las características fotocromicas tales como

la densidad óptica de color o la durabilidad, se prefiere fijar la cantidad de mezcla de componente C en 6.0 a 17.5 partes en peso, y especialmente preferiblemente de 7.0 a 15.0 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de componente A'. En esta etapa, la relación del grupo isocianato del componente C es preferiblemente de 1.0 a 10.0 partes en peso, más preferiblemente de 1.5 a 6.0 partes en peso, y lo más preferiblemente de 2.0 a 5.0 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de A' componente. En este caso, la cantidad del grupo isocianato puede obtenerse a partir del peso molecular del componente C, el número del grupo isocianato por molécula y el peso molecular del grupo isocianato.

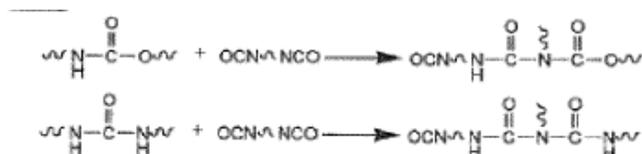
(Un componente obtenido del componente A' y del componente C)

Se piensa que la razón por la que se exhibe una excelente adhesión utilizando un componente A que incluye componente C y el componente A' descrito anteriormente es como sigue. Una parte de los grupos isocianato reacciona con el enlace uretano o el enlace urea del componente A', con lo que se forma una estructura entrecruzada que tiene un enlace alofanato o un enlace biuret y similares. Mediante la reacción del componente A' y el componente C, se obtiene una resina de poliuretano-urea (componente A) (componente que tiene un peso molecular incrementado y es insoluble en tetrahidrofurano) que tiene una estructura entrecruzada, por lo que se piensa que se mejora la fuerza de agregación de una capa adhesiva fotocromática formada por laminación de dicho componente A y se mejora la adhesión y la resistencia al calor. Especialmente, se puede mantener una adherencia alta (adhesión entre una lámina óptica y dicha capa adhesiva) incluso después de entrar en contacto con agua caliente, e incluso después de que se realiza la prueba de resistencia a la transpiración descrita a continuación. Este efecto es mejor que el de cuando se usa la resina de poliuretano típica de tipo 2 líquida.

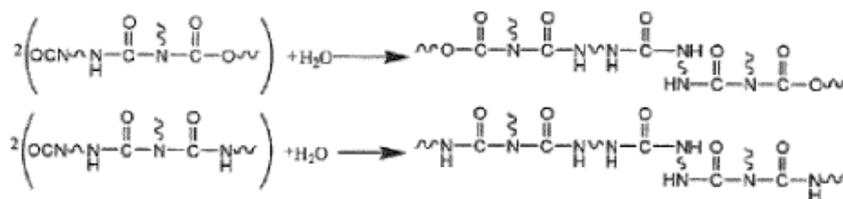
Con el fin de producir un componente A que tiene tal estructura entrecruzada, se prefiere utilizar un compuesto de poliisocianato que tiene un grupo isocianato unido a un carbono secundario. Los autores de la presente invención consideran que las ventajas de utilizar un compuesto de poliisocianato que tiene un grupo isocianato unido a un carbono secundario son las siguientes. Se cree que la entrecruzamiento del componente A' por el componente C de la presente invención continúa en dos etapas, una reacción de calentamiento y una reacción húmeda. En la reacción de calentamiento, uno de los grupos isocianato de una parte del compuesto poliisocianato reacciona con el enlace uretano o con el enlace urea del componente A'. A continuación, en la reacción húmeda (reacción en presencia de agua), el grupo isocianato restante del compuesto de poliisocianato unido al componente A' y una parte del grupo isocianato del compuesto de poliisocianato que permanecen libres se hidrolizan por humedad para producir una amina, por lo que se cree que la reacción de entrecruzamiento continúa.

Fórmula 10

1ª Etapa



2ª Etapa



Además, en las fórmulas de reacción anteriores, las unidades estructurales indicadas por una línea ondulada representan una cadena polimérica.

Se piensa que dado que el grupo isocianato unido a un carbono secundario tiene una velocidad comparativamente lenta de reacción, la cantidad unida al componente A' y la cantidad que permanece libre son apropiadamente controladas, y como resultado, tiende a formarse una estructura entrecruzada.

Con respecto a la reacción entre el componente A' y el componente C, se cree que las reacciones como las descritas anteriormente proceden basándose en las siguientes razones. En primer lugar, no se observa un pico del grupo isocianato para el componente A' en la medición del espectro de absorción de infrarrojos. A continuación, se puede confirmar un contenido insoluble en tetrahidrofurano con un peso molecular incrementado en un producto obtenido mezclando el componente A' y el componente C y manteniéndolo en un estado calentado en presencia de

humedad (presencia de agua). Basándose en estas razones, se piensa que el componente A' y el componente C están reaccionando.

5 Cuando se hace reaccionar el componente A' y el componente C, se produce un contenido insoluble en tetrahidrofurano. El componente A' es soluble en tetrahidrofurano. Por lo tanto, se piensa que este contenido insoluble en tetrahidrofurano corresponde al producto de reacción del componente A' y el componente C. Esto es respaldado por la medición por cromatografía de permeación en gel (GPC) usando dimetilformamida como disolvente. Se prefiere que el componente A se disuelva en dimetilformamida. Cuando se midió este componente A disuelto por GPC, se confirmó que el componente A incluía una sustancia de peso molecular más alto que el componente A'. Basándose en una comparación de las cumbres de los picos del cromatógrafo de GPC, mientras que un peso molecular superior del componente A' preferido era 100000 o menos, por ejemplo, se confirmó que el componente A obtenido a partir de dicho componente A' era una sustancia de alto peso molecular que tenía un pico de peso molecular superior en el lado de alto peso molecular, por ejemplo, de 200000 o más. La proporción de este componente de alto peso molecular es de 5.0 a 50% en peso, y más preferiblemente de 10.0 a 40.0% en peso. El término componente de alto peso molecular referido aquí significa todas las regiones que se ven nuevamente en la región polimérica en el componente A en comparación con los resultados de medición de GPC del componente A'. La cantidad de producción del componente de alto peso molecular es la relación del componente de alto peso molecular absorbido por el componente A en todas las regiones en los resultados de medición de GPC.

10 Además, se confirmó en la cromatografía de GPC del componente A que el componente de bajo peso molecular era menor que en el componente A'. Aunque esto no proporciona una prueba completa, se piensa que el contenido soluble en tetrahidrofurano también incluye un producto de reacción del componente A' y del componente C. Un componente A especialmente preferido tiene un peso molecular superior en punta del componente de alto peso molecular en la medición GPC de 200000 a 500000 y un peso molecular superior en punta del componente de bajo peso molecular de 10000 a 100000. Además, en la presente invención, la medición de GPC se llevó a cabo basándose en las condiciones descritas en el Ejemplo 1, que se describe en detalle a continuación.

25 Además, si se produce una reacción sólo entre componentes C, el producto obtenido es insoluble en tetrahidrofurano y dimetilformamida. Por consiguiente, también se confirmó que el contenido insoluble en tetrahidrofurano en el componente A no era un producto obtenido únicamente a partir de componentes C.

30 Como se ha descrito anteriormente, se cree que el contenido insoluble en tetrahidrofurano (componente de alto peso molecular) como el descrito anteriormente sugiere que una estructura entrecruzada de enlace alofanato o enlace biuret y similares está formada por el grupo isocianato incluido en el componente C que reacciona con el enlace uretano o el enlace urea incluido en el componente A'. La Figura 1 es un gráfico GPC del componente A' utilizado en el Ejemplo 1 y el componente A del Ejemplo 1 obtenido mediante entrecruzamiento de dicho componente A'.

35 Desde el punto de vista de las propiedades de la lámina multicapa obtenida mediante la adhesión de las láminas o películas ópticas entre sí usando la composición fotocromática de la presente invención, el punto de estabilidad de procesamiento cuando se produce un artículo óptico realizando un proceso de curvado o un moldeo por inyección utilizando la lámina multicapa obtenida, el punto de adherencia de dicha lámina multicapa y el punto de procesabilidad cuando se recubre o endurece un líquido de revestimiento duro en el caso de formar la capa de revestimiento duro sobre la superficie de dicha lámina multicapa o artículo óptico, se prefiere que el componente A, que incluye un producto de reacción del componente A' y del componente C, tenga una resistencia al calor de usualmente de 60 a 200°C, y especialmente de 80 a 150°C. El término "resistencia al calor" referido aquí significa el punto de reblandecimiento medido en las siguientes condiciones usando un aparato de medición termomecánico (TMA120C, fabricado por Seiko Instruments, Inc.).

(Condiciones de medición) Velocidad de elevación de la temperatura: 10°C/min; rango de temperatura de medición: 30 a 200°C; sonda: sonda con aguja de diámetro de punta de 0.5 mm.

45 Componente B: Compuesto fotocromático

El compuesto fotocromático utilizado como componente B en la composición fotocromática de la presente invención puede ser cualquier compuesto fotocromático conocido, sin restricción, tal como un compuesto de cromeno, un compuesto de fulgimida, un compuesto de espirooxazina y un compuesto de espiropirano. Estos pueden usarse solos o en combinación de dos o más de ellos.

50 Ejemplos del compuesto de fulgimida, compuesto de espirooxazina, compuesto de espiropirano y compuesto de cromeno antes mencionados, incluyen los compuestos descritos, por ejemplo, en la Patente Japonesa Abierta a Examen Público No. 2-28154, la Patente Japonesa Abierta a Examen Público No. 62-288830, WO94/22850, WO96/14596 y similares.

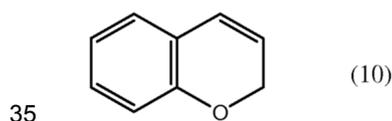
55 Particularmente, en cuanto a los compuestos de cromeno distintos de los descritos en los artículos de patente enumerados anteriormente, se conocen compuestos de cromeno que tienen excelentes características fotocromáticas y tales compuestos de cromeno pueden utilizarse adecuadamente como componente B. Como tales compuestos de cromeno, la Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2001-031670, la Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2001-011067, la Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público

No.2001-011066, la Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2000-344761, JP Solicitud de Patente Abierta 2000-327675, Solicitud de Patente JP Abierta a Consulta Abierta a Examen Público No. 2000-256347, Solicitud de Patente JP Abierta a Consulta No.2000-229976, Solicitud de Patente JP Abierta a Consulta Abierta a Examen Público No. 2000-229975, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No. 2000-229974, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2000-229973, Solicitud de Patente JP presentada Abierta a Examen Público No.2000-229972, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Solicitud de Patente Japonesa No.2000-219678, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2000-219686, Patente JP Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No. H11-322739, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No. H11-286484, Solicitud de Patente JP Abierta a Consulta Abierta a Examen Público No.H11-279171, Solicitud de Patente JP Abierta a Consulta Abierta a Examen Público No.H09-218301, Solicitud de Patente JP Abierta a Revisión No.H09 -124645, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.H08-295690, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Consulta No. 08-176139, Solicitud de Patente Japonesa Abierta No H08-157467, Patente de Estados Unidos No. 5645767, Patente de Estados Unidos No. 5658501, Patente de Estados Unidos No. 5961892, Patente de Estados Unidos No.6296785, Patente JP No 4424981, Patente JP No 4424962, Folleto WO2009/136668, Folleto WO2008/023828, Patente JP No 4369754, Patente JP No 4301621, Patente JP No 4256985, Folleto WO2007/086532, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2009-120536, Solicitud de Patente JP Publicada Abierta a Examen Público No.2009-67754, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2009-67680, Solicitud de Patente JP Publicada Abierta a Examen Público No.2009-57300, Patente JP No.4195615, Patente JP No.4158881, Patente JP No.4157245, Patente JP No.4157239, Patente JP No. 4157227, Patente JP No.4118458, Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Examen Público No.2008-74832, Patente JP No.3982770, Patente JP No.3801386, Folleto WO2005/028465, Folleto WO2003/042203, Solicitud de Patente JP Publicada Abierta a Examen Público No.2005- 289812, Solicitud de Patente JP presentada Abierta a Examen Público No.2005-289807, Solicitud de Patente JP presentada Abierta a Examen Público No.2005-112772, Patente JP No.3522189, Folleto WO2002/090342, Patente JP No.3471073, Solicitud de Patente JP Publicada Abierta a Examen Público No.2003-277381, folio WO2001/060811, folio WO00/71544 o similares.

Entre estos otros compuestos fotocromicos, desde el punto de vista de las características fotocromicas tales como la densidad óptica de color, el coloreado inicial, la durabilidad, la velocidad de desvanecimiento del color, es preferible utilizar uno o más de los compuestos de cromeno que comprende la estructura de indeno (2,1-f)nafto-(2,1-b)pirano. Además, entre estos compuestos de cromeno, los compuestos que tienen el peso molecular de 540 o más son adecuados ya que exhiben una excelente densidad óptica de color y una velocidad de desvanecimiento del color.

Tales compuestos de cromeno pueden mostrarse mediante la siguiente fórmula general.

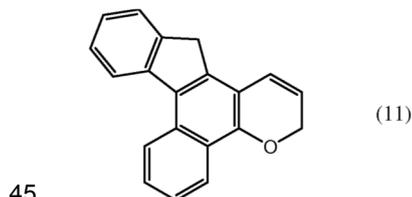
[Fórmula química 11]



Los compuestos de cromeno que tienen la estructura mostrada por dicha fórmula general (10) no están particularmente limitados para el grupo sustituyente de los mismos, y pueden tener un grupo sustituyente conocido.

40 Como se menciona anteriormente, entre estos compuestos de cromeno, desde el punto de vista de las características fotocromicas tales como la densidad óptica de color, el colorante inicial, la durabilidad, la velocidad de desvanecimiento del color o similar, se prefiere además compuestos de cromeno que comprenden indeno (2,1-f)-nafto-(2,1-b)pirano como se muestra por la siguiente fórmula general (11).

[Fórmula química 12]

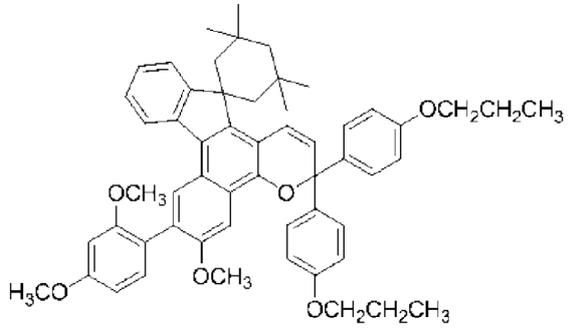


Los compuestos de cromeno que comprenden la estructura mostrada por dicha fórmula general (11) no están particularmente limitados para el grupo sustituyente de los mismos, y pueden comprender un grupo sustituyente

conocido.

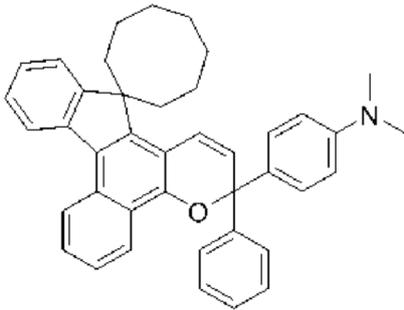
[Fórmula química 13]

(1)

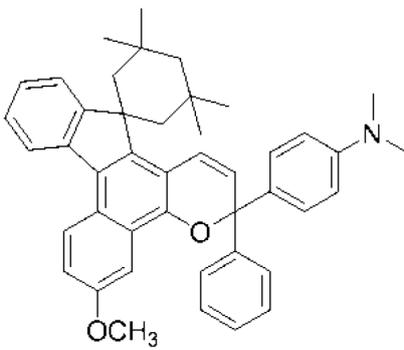


5

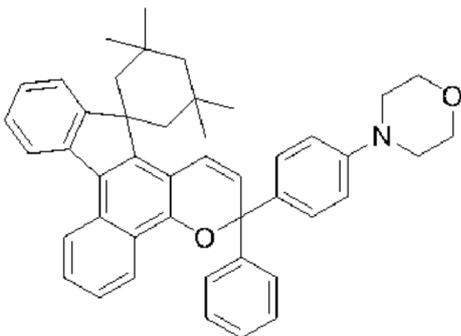
(2)



(3)

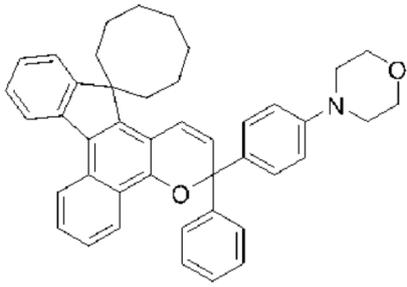


(4)

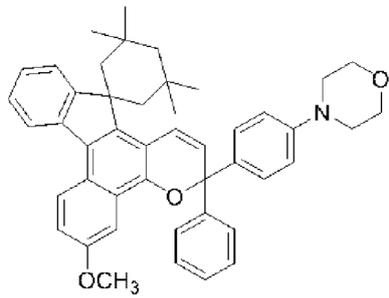


10

(5)

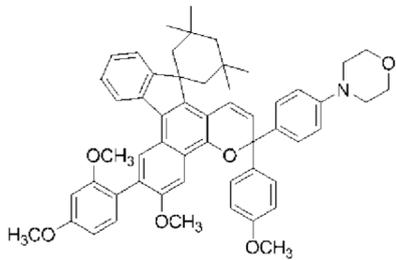


(6)

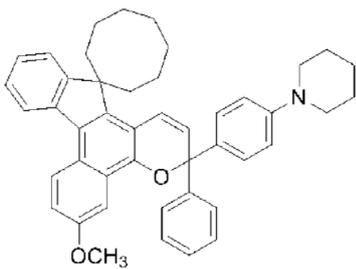


5

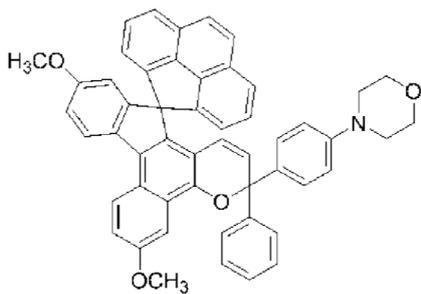
(7)



(8)



(9)



10

La cantidad de mezcla del componente B en la composición fotocrómica de la presente invención es adecuadamente de 0.1 a 20.0 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de componente A desde el punto

de vista de la característica fotocromica. En el caso de que la cantidad de mezcla antes mencionada sea demasiado pequeña, la densidad óptica o durabilidad del color suficiente tiende a ser difícil de obtener, y cuando es demasiado, aunque depende del tipo del compuesto fotocromico, las composiciones fotocromicas se vuelven difíciles de disolver lo que no sólo hace que la uniformidad de la composición disminuya, sino que también la fuerza de unión (la fuerza adhesiva) tiende a disminuir. Con el fin de mantener las características fotocromicas tales como la densidad óptica de color o la durabilidad o similares, mientras se mantiene suficientemente la adhesión entre el material de base

5 óptica tal como una película de plástico, la cantidad añadida de componente B es preferiblemente de 0.5 a 10.0 partes en peso y más preferiblemente 1.0 a 7.0 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de componente A.

10 Sin embargo, cuando se produce un componente A haciendo reaccionar el componente A' y el componente C, en lugar de mezclar el componente B en el componente A obtenido, se prefiere mezclar el componente B durante la producción del componente A. Por consiguiente, al producir un componente A haciendo reaccionar el componente A' y el componente C, se prefiere ajustar la cantidad de mezcla del componente B a 0.1 a 20.0 partes en peso, más preferiblemente 0.5 a 10.0 partes en peso, e incluso más preferiblemente 1.0 a 7.0 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de componente A'.

15 Los otros componentes

Además, en la composición fotocromica utilizada para la presente invención, para mejorar la durabilidad del compuesto fotocromico, la mejora de la densidad óptica de color, la mejora de la velocidad de desvanecimiento del color o la propiedad de formación de película; un disolvente que puede disolver un componente A, el agente tensioactivo, el antioxidante, el agente de captura de radicales, el estabilizador ultravioleta, el agente absorbente del ultravioleta, el agente liberador, el inhibidor de la coloración, el agente antiestático, el colorante fluorescente, el colorante, el pigmento, el agente aromático, el plastificante o similares. En cuanto a estos aditivos que se añaden, los compuestos conocidos se usan sin limitaciones.

20 Ejemplos de disolventes que pueden disolver un componente A incluye dimetilformamida, dimetilsulfóxido y similares.

25 Por ejemplo, como agente tensioactivo, se puede usar cualquiera de los catiónicos no iónicos, aniónicos, sin embargo es preferible usar tensioactivos no iónicos desde el punto de vista de la solubilidad a las composiciones fotocromicas. Como tensioactivo no iónico específico que puede utilizarse adecuadamente, éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de glicerina, éster de ácido graso de decaglicerina, éster de ácido graso de propilenglicol/pentaeritritol, éster de ácido graso de polioxietilensorbitano, éster de ácido graso de polioxietilensorbitano, éster de ácido graso de polioxietilenglicerina, éster de ácido graso de polietilenglicol, éter de polioxietilen-alquiléter, polioxietilenofitosterol/fitositol, polioxietilenpolioxipropilenalquiléter, polioxietilenalquilfenil-éter, aceite de emulsión de polioxietileno/aceite de ricino curable, derivados de alcohol de polioxietilenoelano/lanolina/cera de abejas, polioxietilenoalquilamina/amina de ácido graso, producto de condensación de polioxietilenalquilfenilformaldehído, polioxietilenciléter de cadena sencilla y además se puede mencionar el

35 tensioactivo de siliconas o flúor.

Para el uso del tensioactivo, se puede usar mezclando dos o más de los mismos. La cantidad añadida del tensioactivo está preferiblemente dentro del intervalo de 0.001 a 5 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de componente A.

40 También como antioxidante, el agente de captura de radicales, el estabilizador ultravioleta, y el agente absorbente de ultravioleta, el fotoestabilizador de amina impedida, el antioxidante de fenol impedido, el agente de captura de radical fenol, el antioxidante de azufre, el antioxidante de azufre, el antioxidante de fósforo, compuestos de triazina, los compuestos de benzotriazol, los compuestos de benzofenona o así pueden ser utilizados adecuadamente. Estos antioxidantes, agentes de captura de radicales, estabilizadores ultravioleta, agente absorbente de ultravioleta, pueden ser utilizados combinando dos o más de ellos. Además, para el uso de estos aditivos, el antioxidante, el agente de captura de radicales, el estabilizador ultravioleta y el agente absorbente de ultravioleta, y el tensioactivo pueden usarse juntos. La cantidad añadida de estos antioxidantes, agente de captura de radicales, estabilizante ultravioleta, agente absorbente de ultravioleta está preferiblemente dentro del intervalo de 0.001 a 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de componente A. Obsérvese que, si se utilizan demasiado estos aditivos, disminuye la adhesión de la composición fotocromica a la lámina o película óptica hecha de resina de policarbonato, de manera que la cantidad añadida es preferiblemente 7 partes en peso o menos, más preferiblemente 3 partes en peso o menos, y lo más preferiblemente 1 parte en peso o menos.

45 El método de producción de la composición fotocromica

La composición fotocromica de la presente invención puede producirse mezclando el componente A, componente B mencionado anteriormente y otro componente. El orden de mezcla de cada componente no está particularmente limitado.

55 Por ejemplo, cada componente puede ser amasado en estado fundido y la composición fotocromica puede hacerse en un gránulo, y también puede ser moldeada en lámina. Además, en el caso de utilizar el disolvente orgánico tal como dimetilformamida, la composición fotocromica se puede obtener disolviendo cada componente en el disolvente

orgánico.

La composición fotocromica de la presente invención obtenida como tal puede utilizarse adecuadamente como agente adhesivo fotocromico para adherir la lámina o película óptica hecha de agente adhesivo fotocromico, particularmente hecha de resina de policarbonato. Además, al unir las láminas o películas ópticas entre sí a través de la capa adhesiva que consiste en la composición fotocromica de la presente invención, se puede obtener el artículo óptico.

Entre los métodos de producción descritos anteriormente, dado que la composición fotocromica de la presente invención incluye un componente que no se disuelve en disolventes orgánicos comunes, por ejemplo, tetrahidrofurano, se prefiere producir la composición fotocromica de la invención basada en un método tal como lo siguiente.

A saber, un método de producción de una composición fotocromica que incluye dicha resina de poliuretano-urea (A) y dicho compuesto fotocromico (B) mezclando

100 partes en peso de dicha resina de poliuretano-urea soluble que tiene un enlace de urea en la cadena molecular y que es soluble en tetrahidrofurano, (A')

0.1 a 20 partes en peso de dicho compuesto fotocromico (B),

4.0 a 20.0 partes en peso de dicho compuesto de poliisocianato (C), y

100 a 900 partes en peso de un disolvente orgánico (D), y después

secar para eliminar el disolvente orgánico, mientras se hace reaccionar dicha resina de poliuretano-urea (A') soluble y dicho compuesto de poliisocianato (C).

La composición que comprende el componente A', el componente B, el componente C y un disolvente orgánico (D) (de aquí en adelante se puede denominar "componente D") se puede usar como una composición precursora de acuerdo con la reivindicación 15. Esta composición precursora puede ser producida mezclando el componente A, el componente B, el componente C y el componente D. Esta composición precursora también puede mezclar los "otros componentes" antes descritos.

En dicho método, la composición fotocromica de la presente invención puede producirse haciendo reaccionar el componente A' y el componente C para producir el componente A. Para producir la composición fotocromica a partir de la composición precursora, por ejemplo, se prefiere hacer reaccionar dicha resina (A') de poliuretano-urea soluble y dicho compuesto de poliisocianato (C) cuando se recubre la composición precursora sobre el material base y luego se seca a eliminar el disolvente orgánico. En primer lugar, se describirá el disolvente orgánico (componente D).

Componente D: Disolvente orgánico

Utilizando un disolvente orgánico, la resina de poliuretano-urea soluble (componente A'), el compuesto de poliisocianato (componente C), el compuesto fotocromico (componente B) e incluso los otros componentes opcionalmente añadidos se pueden mezclar más fácilmente, y se puede mejorar la uniformidad de la composición precursora. Además, la viscosidad de la composición precursora puede ajustarse apropiadamente, y la capacidad de procesamiento y la uniformidad del espesor de la capa revestida cuando se recubre la composición precursora sobre una lámina o película óptica pueden mejorarse adicionalmente. Téngase en cuenta que cuando se utiliza un material que es fácilmente afectado por disolventes orgánicos como lámina o película óptica, el aspecto puede verse dañado, o las características fotocromicas pueden deteriorarse. Sin embargo, tales problemas se pueden evitar empleando el método siguiente. Además, en la composición precursora, tal como se describe a continuación, ya que pueden usarse diversos tipos de disolvente, los problemas anteriores pueden evitarse seleccionando y utilizando un disolvente que tiende a no afectar a la lámina o película óptica.

Ejemplos de disolventes orgánicos que se pueden usar preferiblemente como componente D incluyen alcoholes tales como metanol, etanol, n-propanol, i-propanol, 2-pentanol, 3-pentanol, 3-metil-2-butanol, 4-metil-2-pentanol, n-butanol, t-butanol, 2-butanol y alcohol t-pentílico 2,2,2-trifluoroetanol; derivados de alcohol polivalente tales como éter monometílico de etilenglicol, éter monoisopropílico de etilenglicol, éter monoetilico de etilenglicol, éter mono-n-propílico de etilenglicol, éter mono-n-butílico de etilenglicol, éter mono-t-butílico de etilenglicol, éter monoetilico de propilenglicol, éter propilenglicol-n-butílico y éter dimetilico de etilenglicol; diacetona alcohol; cetonas tales como metiletacetona, dietilcetona, n-propilmetilcetona, metilisobutilcetona, diisopropilcetona y n-butilmetilcetona; tolueno; hexano; heptano; acetatos tales como acetato de etilo, acetato-2-metoxietilo y acetato-2-etoxietilo; dimetilformamida (DMF); dimetilsulfóxido (DMSO); tetrahidrofurano (THF); ciclohexano; cloroformo; diciclotmetano y combinaciones de los mismos.

De entre estos, aunque el disolvente orgánico puede seleccionarse apropiadamente con base en el tipo de componente A' que se utiliza y las propiedades de la película o lámina óptica, ya que el compuesto poliisocianato (componente C) está incluido en la composición precursora, es más preferido utilizar un disolvente orgánico que no

incluye un grupo que reacciona con el grupo isocianato. Por lo tanto, los ejemplos de disolventes orgánicos más adecuados incluyen, desde el punto de vista de solubilidad del componente A' y que no reaccionan con el componente C, cetonas tales como metiletilcetona, dietilcetona, n-propilmetilcetona, metilisobutilcetona, diisopropilcetona y n-butil metil cetona, acetatos tales como acetato de etilo, acetato de 2-metoxietilo y acetato de 2-etoxietilo; DMF; DMSO; THF; ciclopentanona y ciclohexanona; cloroformo; diclorometano y similares.

Además, para revestir el pozo exterior y para volatilizar el disolvente orgánico en un corto período de tiempo, es importante aumentar la concentración de contenido de sólidos así como reducir la viscosidad. Con el fin de mejorar la solubilidad, se prefiere utilizar un disolvente orgánico como los descritos anteriormente. Sin embargo, para reducir la viscosidad, se prefiere utilizar un disolvente orgánico prótico, tal como un alcohol. Entre ellos, considerando la reactividad con el grupo isocianato del compuesto poliisocianato (componente C), se prefiere un alcohol secundario o terciario, y un alcohol terciario es más preferido. Ejemplos de alcoholes secundarios preferidos incluyen i-propanol, 2-butanol, 2-pentanol, 3-pentanol, 3-metil-2-butanol, 4-metil-2-pentanol, propilenglicol monometil éter, propilenglicol monoetil éter y propileno glicol-n-butyl éter. Ejemplos de alcoholes terciarios preferidos incluyen t-butanol y alcohol t-pentílico. Estos alcoholes secundarios o terciarios se pueden usar solos o como una mezcla de dos o más de ellos.

Sin embargo, en algunos casos la resina de poliuretano-urea soluble (componente A') de la presente invención no se puede disolver fácilmente en los alcoholes secundarios o terciarios descritos anteriormente. Por lo tanto, se prefiere combinar el alcohol secundario o terciario con un buen disolvente tal como las cetonas descritas anteriormente. El uso de cetonas que son buenos disolventes en combinación con el alcohol secundario o terciario permite reducir la viscosidad de la composición precursora mientras se mantiene la solubilidad del componente A'. Además, cuando se combinan dos o más clases de estos disolventes orgánicos, se prefiere combinar de manera que el punto de ebullición del buen disolvente sea una temperatura más alta que el punto de ebullición del alcohol secundario o terciario.

La relación de mezcla del alcohol secundario o terciario en el componente D se ajusta preferiblemente para tener una relación de masa ((masa del alcohol secundario o terciario)/(masa de las cetonas)) con respecto a las cetonas que son buenos disolventes de 0.10 a 1.50, más preferiblemente de 0.15 a 1.00, y lo más preferiblemente de 0.20 a 0.70. Si se utilizan una pluralidad de tipos de alcohol, la relación de mezcla anterior se calcula en base a la cantidad total de los alcoholes. Si la proporción de mezcla del alcohol secundario o terciario satisface el intervalo de 0.10 a 1.50, la solubilidad del componente A' es alta, las reacciones entre el disolvente orgánico y el grupo isocianato del componente C se suprimen, y la viscosidad de la composición precursora puede ser reducida.

Además, por las razones de que queda menos disolvente orgánico y la velocidad de secado se puede aumentar mientras se mantiene la suavidad de la capa recubierta cuando la composición precursora se recubre sobre un material base tal como una lámina o película óptica o del material fotocrómico adhesiva producida cuando se emplea el siguiente método, se prefiere utilizar como componente D una mezcla de un disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición inferior a 90°C y un disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición de 90°C o más. La proporción de mezcla del disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición inferior a 90°C y un disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición de 90°C o más se puede determinar apropiadamente basándose en el otro componente que se utiliza. Entre éstos, para exhibir excelentes efectos, basados en una cantidad de disolvente orgánico total del 100% en peso, se prefiere establecer la relación del disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición inferior a 90°C a 20 a 80% en peso, y la relación del disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición de 90°C o más a 80 a 20% en peso.

Además, desde el punto de vista de los efectos obtenidos por la mezcla de tal componente D, la cantidad de mezcla del componente D es preferiblemente de 100 a 900 partes en peso, más preferiblemente de 120 a 900 partes en peso, y más preferiblemente de 150 a 700 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de componente A'.

En la presente invención, se prefiere producir la composición fotocrómica a partir de dicha composición precursora. Por consiguiente, para hacer reaccionar eficazmente el componente A' y el componente C, el agua puede mezclarse con la composición precursora.

A continuación, se describirá el agua.

Agua

La composición precursora se puede mezclar con agua. Particularmente, mezclando la composición precursora que incluye el componente C, que es un compuesto de poliisocianato, con agua, el grupo isocianato incluido en el componente C puede hidrolizarse (reaccionar) de manera eficiente. Esta agua se puede mezclar con la composición precursora desde el principio. Sin embargo, considerando la estabilidad en almacenamiento de la composición precursora, se prefiere mezclarla cuando se usa la composición precursora, es decir, cuando se va a formar una película revestida con dicha composición y se adhiere una lámina óptica. Además, aunque se describe con más detalle a continuación, al formar una lámina adhesiva fotocrómica, esta agua puede estar sustituida con la humedad que está presente en la atmósfera. La hidrólisis del grupo isocianato incluido en el componente C también procede debido a que el grupo isocianato entra en contacto con el agua (humedad) en el entorno después de que se forma la película recubierta recubriendo la composición precursora en la lámina óptica.

La cantidad de agua de mezcla no está particularmente limitada, y puede ajustarse de acuerdo con la humedad en el entorno, que se describirá en detalle a continuación. Una cantidad de mezcla preferida está en el intervalo de 0.01 veces a 5 veces, más preferiblemente de 0.05 a 3 veces, e incluso más preferiblemente de 0.1 veces a 2 veces el número de moles de los grupos isocianato incluidos en el componente C.

- 5 La composición fotocromática de la presente invención se puede producir preparando dicha composición precursora, recubriendo dicha composición precursora sobre un material base, retirando el disolvente orgánico, mientras se hace reaccionar el componente A' y el componente C.

- 10 La composición fotocromática de la presente invención obtenida por un método como el descrito anteriormente, así como un método en el que se usa la composición precursora, se puede utilizar preferiblemente como un adhesivo fotocromático, especialmente como adhesivo fotocromático para unir entre sí las láminas o películas ópticas hechas de una resina de policarbonato. Además, mediante la unión de láminas o películas ópticas a través de una capa adhesiva formada a partir de la composición fotocromática de la presente invención, se puede obtener una lámina multicapa, e incluso un artículo óptico. A continuación, se describirá el artículo óptico y su método de producción.

Artículo óptico

- 15 El artículo óptico tiene la estructura multicapa en la que dos láminas ópticas o películas opuestas entre sí están unidas a través de la capa adhesiva que consiste en la composición fotocromática de la presente invención. En cuanto a dicho artículo óptico; la lámina o película multicapa formada solamente por la estructura multicapa mencionada anteriormente (de aquí en adelante, se puede designar simplemente como la lámina multicapa); la lámina o película multicapa en la que dos láminas o películas ópticas están unidas a través de otra lámina adhesiva a ambos lados de la capa adhesiva que consiste en la composición fotocromática al formar la estructura multicapa mencionada anteriormente; la lámina o película multicapa en la cual la lámina o película óptica está laminada adicionalmente o la capa de recubrimiento tal como capa de revestimiento duro o así se forman en la lámina o película multicapa mencionada anteriormente; el artículo óptico en el que el material de base óptica tal como el cuerpo de la lente de plástico o así se hacen un cuerpo con la lámina o película multicapa mencionada anteriormente o la lámina multicapa compleja (de aquí en adelante, se puede referir simplemente, en conjunto, la lámina multicapa o por lo tanto, de la presente invención).

- 20 En la lámina multicapa de la presente invención, es posible producir la lámina o película multicapa laminando otras capas adhesivas (en lo sucesivo, se pueden referir como las segundas capas adhesivas) en ambos lados de la capa adhesiva (en lo sucesivo, se puede referir como la primera capa adhesiva) que consiste en la composición fotocromática como se ha mencionado anteriormente; a continuación, unir dos láminas o películas ópticas a través de dichas segundas capas adhesivas.

Al laminar la segunda capa adhesiva, puede mejorarse adicionalmente la adhesión de la lámina multicapa de la presente invención. En cuanto a la razón de la mejora de la adherencia de la lámina multicapa de la presente invención laminando la segunda capa adhesiva, pueden mencionarse los dos puntos siguientes.

- 35 En primer lugar, se impide que la capa que comprende el compuesto de la degradación fotooxidativa, tal como la composición fotocromática, directamente en contacto con la lámina o película óptica. La razón de esto no es necesariamente clara, sin embargo se cree que la composición fotocromática que se hizo a bajo peso molecular al ser degradada de la degradación fotooxidativa entra en la interfase entre la capa adhesiva y la lámina o película óptica; por lo que se cree que la adhesión de los dos se reduce.

- 40 En segundo lugar, aunque exhibe el efecto particularmente contra la lámina o película óptica que consiste en resina termoplástica, recubriendo directamente el agente adhesivo que tiene una fluidez en el estado líquido tal como antes de curar o disolverse en el disolvente orgánico, a la lámina óptica o la película óptica; la lámina óptica o la película óptica pueden sumergirse en el agente adhesivo y permear de nuevo; por lo que se cree que la resistencia adhesiva se mejora.

- 45 Por lo tanto, la segunda capa adhesiva usada en la presente invención preferiblemente no tiene el compuesto fotocromático y, además, preferiblemente se recubre directamente a la lámina óptica o la película óptica en la condición de que el agente adhesivo tenga fluidez bajo el estado líquido.

- 50 Se prefiere utilizar una resina de poliuretano-urea similar al componente A' para el componente usado para la segunda capa adhesiva de la presente invención. Especialmente, mediante el uso de una resina de poliuretano-urea en la que se ha controlado el punto de reblandecimiento, la energía libre superficial, el parámetro de solubilidad y similares, se ha descrito una fuerza de adhesión más fuerte con la primera capa adhesiva que tiene el compuesto fotocromático de la presente invención, y la lámina o película óptica. A continuación se describirá la resina de poliuretano-urea (componente E) utilizada en la segunda capa adhesiva.

Componente E: Resina de poliuretano-urea utilizada para la segunda capa adhesiva

- 55 El componente E de la presente invención es una resina de poliuretano-urea similar al componente A'. Los componentes A1, A2, A3, A4 y opcionalmente A5 descritos como los elementos constituyentes del componente A'

pueden usarse como tales. También el procedimiento de síntesis puede realizarse también de la misma manera que para el componente A'. Además, el componente A5 también se puede usar en lugar de, junto con, el componente A4.

5 Especialmente cuando la lámina o película de isocianato de la presente invención es policarbonato, se prefiere que el componente E tenga las siguientes propiedades.

Desde la perspectiva de adhesión a la película o lámina óptica y adherencia a la primera capa adhesiva, se prefiere que la resina de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva (componente E) tenga una energía libre superficial en el intervalo de 40.0 a 65.0 mJ/m². Aunque la fuerza adhesiva mejora cuanto mayor es la energía libre superficial, si la energía libre superficial es superior a 65.0 mJ/m², la diferencia con la energía libre superficial del policarbonato de 46.4 mJ/m² resulta demasiado grande, lo que tiende a provocar tensión superficial para aumentar y la adherencia a deteriorarse. Además, si la energía libre superficial es menor que 40.0 mJ/m², debido a que la propia energía libre superficial es demasiado pequeña, la fuerza adhesiva tiende a deteriorarse. Desde la perspectiva de la adhesión, un intervalo de energía libre de superficie más preferido es de 50.0 a 58.0 mJ/m². El término "energía libre de superficie" a que se hace referencia aquí es el resultado de un análisis basado en la teoría de Kitazaki-Hata realizando mediciones de ángulo de contacto usando un medidor de ángulo de contacto automático (DM500, fabricado por Kyowa Interface Science Co., Ltd.). Además, se usaron tres tipos de solución de sonda en la medición del ángulo de contacto, agua, etilenglicol y diyodometano.

La energía libre de superficie descrita anteriormente puede ajustarse controlando el tipo y la relación del componente A1, el componente A2, el componente A3, el componente A4 y el componente A5 usados al sintetizar el componente E.

Además, desde la perspectiva de adhesión a la película o lámina óptica y adherencia a la primera capa adhesiva, se prefiere que el componente E tenga un parámetro de solubilidad (valor SP) en el intervalo de 7.0 a 12.0 y más preferiblemente 8.0 a 10.7. Si el parámetro de solubilidad no está dentro de este intervalo de parámetros de solubilidad, la diferencia con el valor de SP del policarbonato de 9.2 resulta demasiado grande, lo que tiende a deteriorar las propiedades de revestimiento y la adhesión. Este parámetro de solubilidad se puede ajustar controlando el tipo y la relación del componente A1, componente A2, componente A3, componente A4 y componente A5 utilizado al producir el componente E.

El parámetro de solubilidad al que se hace referencia aquí es un valor calculado por la siguiente ecuación, en la que la constante de atracción molar y el volumen molar de los grupos atómicos se tomaron del Adhesion Handbook (Third Ed., Publicado en 1996, P. 332, Tabla 4.3).

$$\text{Parámetro de solubilidad (valor SP)} = \frac{\sum \Delta F}{\sum \Delta v}$$

AF: Constante de atracción molar del grupo atómico

Δv : Volumen molar del grupo atómico

Aunque se prefiere utilizar dicho componente E, este componente E se puede producir usando los mismos componentes (componente A1, componente A2, componente A3, componente A4 y componente A5) y método como para el componente A' descrito anteriormente.

Composición preferida del componente E, cantidad de mezcla, y propiedades

El componente E puede producirse a partir del componente A1, componente A2, componente A3, componente A4 y componente A5 descrito para el componente A'.

40 Ejemplos de un componente preferido A1 usado para el componente E incluyen un policarbonato que tiene un peso molecular promedio en número de 600 a 1.200 que utiliza un polioliol de bajo peso molecular, tal como 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, y 1,8-octanodiol, como material de partida.

Como componente preferido A2 usado para el componente E, se prefiere usar un compuesto de diisocianato alicíclico. Ejemplos específicos incluyen una mezcla de isómeros de diisocianato de isoforona, diisocianato de norbornano, y 4,4'-metilenbis(ciclohexilisocianato).

Como componente A3 preferido utilizado para el componente E, se prefiere una diamina. Ejemplos específicos incluyen isoforona diamina, bis-(4-aminociclohexil) metano y norbornano diamina.

Como componente A4 preferido utilizado para el componente E, se prefiere utilizar un compuesto representado por la anterior fórmula 1. Ejemplos específicos incluyen 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminometilpiperidina.

50 Como componente A5 preferido utilizado para el componente E, se prefiere utilizar un compuesto representado por la anterior fórmula 9. Ejemplos específicos incluyen una alquilamina tal como la n-butilamina.

Aunque la relación de mezcla de cada componente se puede determinar según sea apropiado, desde la perspectiva de un equilibrio entre la resistencia al calor, la fuerza adhesiva, la energía libre superficial, el parámetro de solubilidad y similares del componente E obtenido, una relación de mezcla como la siguiente. Aquí, la definición de $n1: n2: n3: n6$ ($n6 = n4 + n5$) es como se ha descrito anteriormente. Un intervalo de relación de mezcla preferido es $n1: n2: n3: n6 = 0.30$ a $0.89/1/0.10$ a $0.69/0.00$ a 0.20 . Además, para que el componente E obtenido exhiba aún mejores propiedades de adhesión cercana, se prefiere más $n1: n2: n3: n6 = 0.40$ a $0.80/1/0.15$ a $0.58/0.00$ a 0.15 , y lo más preferido es $n1: n2: n3: n6 = 0.51$ a $0.68/1/0.30$ a $0.48/0.01$ a 0.10 . Entre estos, se prefiere fijar de modo que $n2 = n1 + n3 + n6$. Teniendo en cuenta la estabilidad a largo plazo, se prefiere hacer inactivos los extremos. Además, si se utiliza componente E cuyos extremos se han hecho inactivos, considerando la durabilidad, se prefiere utilizar el componente A4. Por otra parte, considerando la adhesión, se prefiere utilizar sólo el componente A5.

El componente E se puede producir basándose en el método de síntesis del componente A' usando una relación de mezcla como la descrita anteriormente. En dicho método, se prefiere que el componente A4 y/o el componente A5 estén presentes en los extremos. También se prefiere emplear el método de síntesis 1.

Además, con respecto a las otras características del componente E, desde las perspectivas de resistencia al calor, resistencia adhesiva y similares, se prefiere que el componente E tenga un peso molecular de 5.000 a 100.000, especialmente preferiblemente de 8.000 a 50.000, y lo más preferiblemente 10.000 a 40.000. Este peso molecular es un valor medido en las condiciones descritas en el Ejemplo 1, que se describe en detalle a continuación.

Además, desde la perspectiva de las propiedades de la lámina multicapa obtenida mediante el pegado de láminas ópticas o películas juntas, la perspectiva de la estabilidad de procesamiento cuando se produce un artículo óptico mediante curvado o moldeo por inyección utilizando la lámina multicapa obtenida, adhesión de dicha lámina multicapa y la perspectiva de la capacidad de procesamiento cuando se recubre o endurece un líquido de revestimiento duro cuando se forma una capa de recubrimiento duro sobre la superficie de dicha lámina multicapa o artículo óptico, se prefiere que el componente E tenga una resistencia al calor de 60 a 200°C, y especialmente de 100 a 150°C. El término "resistencia al calor" a que se hace referencia aquí significa un valor obtenido basado en el mismo método que se describe en la sección anterior "Componente A obtenido del componente A' y el componente C".

Espesor de la segunda capa adhesiva y el método para formar la misma

La segunda capa adhesiva preferiblemente tiene un espesor en el intervalo de 2 a 40 μm , y más preferiblemente de 5 a 15 μm . Si el grosor es inferior a 2 μm , la adhesión tiende a deteriorarse y si el espesor es superior a 40 μm , el disolvente orgánico tiende a permanecer. Además, la resistencia a la intemperie (durabilidad) de la composición fotocromática también tiende a deteriorarse.

El adhesivo (composición que incluye el componente E) para formar la segunda capa adhesiva puede incluir opcionalmente un disolvente orgánico como el usado para la primera capa adhesiva (composición fotocromática descrita anteriormente). Sin embargo, si se usa una resina termoplástica tal como policarbonato para la lámina o película óptica, se prefiere que el disolvente orgánico usado para el adhesivo que forma la segunda capa adhesiva tenga una pobre solubilidad con la resina termoplástica. Si la solubilidad con la resina termoplástica es alta, la resina termoplástica puede disolverse excesivamente, causando defectos de apariencia (turbidez), deterioro del adhesivo y deterioro de las características fotocromáticas al laminar la primera capa adhesiva. Además, si la solubilidad con la resina termoplástica es demasiado baja, la lámina o película óptica no se disuelve, de modo que la adhesión con la segunda capa adhesiva no está suficientemente expuesta. Por lo tanto, como disolvente orgánico usado en la segunda capa adhesiva, se prefiere usar como disolvente principal un alcohol, tal como metanol, etanol, n-propanol, i-propanol, n-butanol, t-butanol y 2-butanol; un derivado de alcohol polivalente, tal como éter monometílico de etilenglicol, éter monoisopropílico de etilenglicol, éter monoetilico de etilenglicol, éter mono-n-propílico de etilenglicol, éter mono-n-butílico de etilenglicol, éter mono-t-butílico de etilenglicol, propileno éter monometílico de glicol, éter monoetilico de propilenglicol, éter propilenglicol-n-butílico y éter dimetilico de etilenglicol; o diacetolalcohol.

Además, para mejorar adicionalmente la resistencia del adhesivo (adherencia cercana) del artículo óptico, también se puede incluir el componente C descrito anteriormente usado en la primera capa adhesiva. Además, para mejorar las propiedades de formación de película y resistencia a la intemperie, también se pueden incluir el agente tensoactivo, antioxidante, agente de captura de radicales, estabilizador de rayos ultravioleta, agente absorbente de rayos ultravioleta, colorante y similares usados en la primera capa adhesiva.

A continuación, se describirán los materiales o partes que forman el artículo óptico de la presente invención.

Lámina o película óptica

En la presente invención, cualquier lámina o película que tenga transparencia óptica puede utilizarse sin limitación particular como lámina o película óptica. Sin embargo, se prefiere utilizar una lámina o película hecha de resina, ya que tales materiales son fáciles de obtener y fáciles de procesar. Ejemplos de resinas preferidas como material de partida de la lámina o película óptica incluyen resina de policarbonato, resina de poli tereftalato de etileno, resina de nylon, resina de triacetil celulosa, resina acrílica, resina de uretano, resina de alilo, resina de epoxi, resina de polivinilo y similares. Entre estos, la resina de policarbonato es especialmente preferible ya que tiene buena

adhesión y alta aplicabilidad en el moldeo por inyección. Además, también se puede usar una lámina polarizante (una película polarizante de alcohol polivinílico intercalada entre películas de resina de triacetilcelulosa), una lámina polarizante (una película polarizante de alcohol polivinílico intercalada entre láminas de policarbonato), una película teñida y una lámina teñida o película teñida también se pueden usar como lámina o película óptica de la presente invención. Cuando se utiliza una lámina o lámina teñida, se puede usar un producto ya teñido o se puede producir primero la lámina multicapa de la presente invención y luego se puede teñir la lámina o película óptica sobre la superficie.

Cuando se obtiene el artículo óptico utilizando la película polarizante, la lámina polarizante, la película teñida y la lámina teñida descritas anteriormente, se prefiere laminar la primera capa adhesiva sobre una capa que está por encima (en el lado irradiado con luz solar o rayos UV) de tal película polarizante y similares.

Un espesor preferido de la lámina o película óptica utilizada en la presente invención es de 100 a 1.500 μm , y más preferiblemente de 200 a 1.000 μm . Además, dicha lámina o película óptica también se puede usar en una combinación de diferentes espesores.

Además, una película revestida como las descritas a continuación puede formarse sobre la superficie (cara superior e inferior) de la lámina óptica y la película de la presente invención. La película revestida puede estar formada a partir de resinas, productos entrecruzados y composiciones, tales como polímeros dispersables en agua tales como una resina de poliuretano dispersable en agua, una resina de poliéster dispersable en agua, una resina acrílica dispersable en agua, poliuretano-resina acrílica dispersable; entre los polímeros dispersables en agua, un producto entrecruzado de un polímero que tiene un grupo carbonilo y un compuesto de hidrazida; un producto entrecruzado de un polímero dispersable en agua tal como un alcohol polivinílico; una composición de un compuesto de organosilicio hidrolizable que tiene un grupo seleccionado entre un monómero polimerizable que tiene un grupo (met)acrílico y/o un grupo epoxi, un grupo (met)acrilo, un grupo vinilo, un grupo amino y un grupo mercapto; una composición de una resina de poliuretano-urea que tiene un grupo polimerizable seleccionado de un grupo silanol o un grupo capaz de formar por un grupo silanol por hidrólisis, un grupo (met)acrilato, grupos epoxi y un grupo vinilo; una composición eno/tiol que incluye un compuesto que contiene un grupo éter propenílico, un compuesto polieno y un compuesto tiol, una composición fotocurable que incluye un compuesto oxetano y similares. Mediante la formación de la capa recubierta especialmente en la superficie superior (el lado en el que no está presente la lámina fotocromica adhesiva), la lámina multicapa de la presente invención puede incrustarse completamente en una composición monomérica que forma la resina termoendurecible (material base óptico), tal como una composición de monómero de (met)acrilato, una composición de monómero de alilo, una composición de monómero de tiouretano, una composición de monómero de uretano y una composición de monómero de tioepoxi. Por consiguiente, se puede obtener un artículo óptico en el que la lámina multicapa está embebida en dicha resina termoestable (material de base óptica) que tiene buenas propiedades de adhesión cercana entre la resina termoendurecible (material de base óptica) y la lámina multicapa.

El método de producción de la lámina multicapa de la presente invención

La lámina multicapa de la presente invención se produce uniendo dos láminas o películas ópticas enfrentadas entre sí a través de la capa adhesiva que consiste en la composición fotocromica de la presente invención. Obsérvese que el espesor de la primera capa adhesiva mencionada anteriormente es de 5 a 100 μm ; más preferiblemente 10 a 50 μm desde el punto de vista de la densidad óptica de color, la resistencia a la intemperie y la resistencia adhesiva del compuesto fotocromico. Además, en el caso de usar la segunda capa adhesiva, el espesor de la misma está preferiblemente dentro del intervalo de 2 a 40 μm , y más preferiblemente de 5 a 15 μm , como se menciona anteriormente. Desde las perspectivas de facilidad de producción de la lámina multicapa y de procesabilidad durante el proceso descrito a continuación, el espesor de la lámina multicapa obtenida es preferiblemente de 500 a 3.000 μm .

La primera capa adhesiva mencionada anteriormente puede obtenerse a partir del método siguiente dependiendo de la propiedad de la composición fotocromica utilizada. Es decir, en el caso de que la composición fotocromica de la presente invención se controla a una viscosidad adecuada mezclando el disolvente o similares, con la de la lámina o película óptica se recubre la composición fotocromica (o la composición precursora) de la presente invención, y después de llevar a cabo el secado (calentamiento) si es necesario, otra lámina o película óptica puede ser adherida (con calor). Una viscosidad preferida de la composición fotocromica (o composición precursora) de la presente invención es, a 25°C, de 2.000 a 60.000 cP, más preferiblemente de 5.000 a 50.000 cP, e incluso más preferiblemente de 10.000 a 40.000 cP. Si la viscosidad de la composición fotocromica (o composición precursora) es de 2.000 a 60.000 cP, se puede aumentar la suavidad de la lámina adhesiva fotocromica y, mediante recubrimiento de rodillo a rodillo, la aparición de defectos de aspecto tales como rayas verticales o rayas horizontales puede ser suprimido.

En este caso, en cuanto al método de recubrimiento de la composición fotocromica (o la composición precursora), los métodos conocidos tales como un método de revestimiento por centrifugación, un método de revestimiento por inmersión, un método de recubrimiento por inmersión, un laminado en seco método puede ser utilizado sin ninguna limitación. También, la lámina o película óptica usada en la presente invención puede ser lavada/desengrasada por el disolvente orgánico tal como metanol o similares con anticipación. Además, se puede llevar a cabo también un

tratamiento de descarga de corona, un tratamiento de descarga de plasma, un tratamiento con ozono UV o similares.

Además, como máquina de recubrimiento utilizada en el recubrimiento, cualquier máquina común de revestimiento puede usarse sin restricción, tal como un recubridor de cuchillas, un recubridor de colorante, un recubridor de huecograbado, un recubridor de rodillo inverso, un recubridor de barras y similares. Entre estos, se puede usar preferiblemente un recubridor de cuchillas y un recubridor de colorante debido al intervalo de viscosidad de revestimiento comparativamente amplio que permiten.

Además, en el caso de usar la composición fotocromática (o la composición precursora) de la presente invención incluyendo el disolvente orgánico, el disolvente orgánico (D) se elimina por secado (I) después de moldear la composición fotocromática (o la composición precursora) del presente invención sobre el material de base plano y liso, a continuación la lámina adhesiva fotocromática que incluye componente A (componente A' y componente C) y componente B disperso en dicho componente A (o componente A' y componente C) se forma retirando el material base, seguido por adherir (II) dos láminas ópticas o películas colocando la lámina adhesiva fotocromática mencionada anteriormente entre dos láminas o películas ópticas enfrentadas entre sí; con lo que se puede producir la lámina multicapa de la presente invención. Obsérvese que cuando se usa una composición precursora, esto significa que la composición fotocromática (lámina adhesiva fotocromática: primera capa adhesiva) se forma durante el proceso de producción de esta lámina multicapa.

En cuanto al material del material de base plano y liso, son preferibles los que tienen la resistencia al disolvente usado en la presente invención, o los que la composición fotocromática (o la composición del precursor) pueden liberarse fácilmente, y para los materiales específicos por ejemplo, vidrio, acero inoxidable, teflón, polietilenoftalato, polipropileno y la película de plástico laminada con la capa de revestimiento que mejora la capacidad de liberación tal como siliconas o flúor.

En el caso de emplear dicho método, independientemente del tipo de disolvente y del tipo de lámina o película óptica, se puede eliminar el efecto adverso causado por el uso del disolvente.

El revestimiento y el secado de la composición fotocromática mencionada anteriormente (o la composición precursora) se lleva a cabo preferiblemente a la temperatura de la temperatura ambiente a 130°C, la humedad de 10 a 100% de HR. Dado que el disolvente orgánico permanece en la lámina adhesiva fotocromática seca, esto puede tener un impacto adverso sobre las características fotocromáticas. Por lo tanto, se prefiere que la masa del disolvente orgánico después del secado sea 0.1% o menos basada en la lámina adhesiva fotocromática. Además, cuando se utiliza una composición precursora, puesto que se añade a esta composición precursora un compuesto de poliisocianato como componente C, si se llevan a cabo operaciones tales como recubrimiento y secado en un ambiente en el que está presente humedad, se promueve una reacción de hidrólisis del componente C, de manera que se obtiene una fuerza de adherencia más fuerte. Al llevar a cabo el secado bajo la humedad antes mencionada (bajo la presencia de la humedad), se puede obtener la lámina adhesiva fotocromática que presenta una excelente propiedad sin mezclar el agua en la composición precursora. Además, en el caso de mezclar el agua, dicha lámina puede formarse bajo la condición de secado.

La lámina multicapa obtenida en la etapa de unión de dichas láminas ópticas o películas ópticas, puede utilizarse tal como es, sin embargo puede utilizarse estabilizando su condición mediante el método siguiente. Específicamente, es preferible dejar la lámina multicapa a la temperatura de 20°C o más y 60°C o menos durante 4 horas o más y desairear. El límite superior para el tiempo de salida no está particularmente limitado, sin embargo, 50 horas o así es suficiente. También se puede dejar a presión normal, o puede dejarse bajo condiciones de vacío. Además, esta lámina multicapa que se deja se deja preferiblemente a la temperatura de 60°C o superior y 130°C o menos durante 30 minutos a 3 horas (en lo sucesivo denominado "tratamiento térmico"). Mediante la realización de este tratamiento térmico, se cree que una parte de los grupos isocianato del componente C participa en la reacción. Por consiguiente, estos grupos isocianato se unen a los enlaces uretano o los enlaces urea del componente A', por lo que se cree que se promueve la formación de enlaces alofanato o enlaces biuret. Además, la lámina multicapa obtenida por este tratamiento térmico está en un estado muy estable.

Además, cuando se usa la composición precursora mezclada con el componente C, se prefiere que se lleve a cabo un tratamiento de humidificación a una temperatura desde la temperatura ambiente hasta 100°C en un entorno de HR de 30 a 100%. La realización de este tratamiento de humidificación no sólo permite que una estructura entrecruzada entre los componentes A' sea completada por el componente C, sino que se pueden eliminar todos los grupos isocianato derivados del componente C que están presentes en la lámina multicapa, de modo que las características fotocromáticas y la adherencia se puede hacer más estable.

Además, después del tratamiento de humidificación, dejando reposar a presión ordinaria, o bajo vacío, a 40 a 130°C, se puede eliminar el exceso de humedad presente en la lámina multicapa. Por lo tanto, para obtener el componente A de la presente invención a partir de la composición precursora, después de producir la lámina multicapa fotocromática, se prefiere realizar postratamientos en el orden de 1) desgasificación, 2) un tratamiento térmico, 3) un tratamiento de humidificación, y 4) eliminación de humedad. Se prefiere formar un componente A haciendo reaccionar el componente A' y el componente C en la primera capa adhesiva revestida.

Además, como método para producir la lámina multicapa que comprende la mencionada segunda capa adhesiva, el método de producción de la misma no está particularmente limitado mientras la realización tenga la laminación de la segunda capa adhesiva entre la primera capa adhesiva y la lámina óptica o la película óptica.

En cuanto al método de producción,

5 1) el método para laminar la segunda capa adhesiva sobre la lámina óptica o la película óptica de antemano y intercalar la primera capa adhesiva con dos láminas ópticas o las películas ópticas que tienen esta segunda capa adhesiva;

2) el método de recubrimiento de las segundas capas adhesivas en ambos lados de la primera capa adhesiva que luego une la lámina óptica o la película óptica en ambos lados de la misma;

10 3) el método de laminación secuencial sobre la lámina óptica o la película óptica, de modo que está en el orden de la primera capa adhesiva, de la segunda capa adhesiva, de la primera capa adhesiva y después de la lámina óptica o de la película óptica; o así puede ser mencionado; sin embargo desde el punto de vista de la eficiencia de producción, es más preferible usar el método 1).

15 En cuanto al método de recubrimiento y al método de secado de la segunda capa adhesiva de la presente invención, puede llevarse a cabo como el mismo método que la primera capa adhesiva.

Además, si no se incluye un disolvente, se puede procesar una mezcla de la composición precursora y el compuesto de poliisocianato (componente C) en una lámina multicapa por moldeo por coextrusión y similares. Además, dependiendo de la cantidad del contenido insoluble en tetrahidrofurano, una composición fotocromática que no incluye un disolvente también puede procesarse en una lámina multicapa por moldeo por coextrusión y similares.

20 (Método para integrar el material base óptico y la lámina multicapa)

En la presente invención, también se puede integrar la lámina multicapa fotocromática descrita anteriormente y un material de base óptica, tal como un cuerpo de lente de plástico. Ejemplos del material de partida de este material de base óptica pueden incluir los mismos materiales que los mencionados como ejemplos del material de partida de la lámina óptica o película óptica descrita anteriormente. Un material de partida preferido es una resina de policarbonato.

25 Ejemplos del método de integración incluyen un método en el que la lámina multicapa y similares de la presente invención se colocan en un molde, entonces la resina termoplástica para formar el material base óptico (por ejemplo, el cuerpo de la lente), tal como resina de policarbonato, es moldeado por inyección en el molde (de aquí en adelante a veces también denominado simplemente "método de moldeo por inyección") y un método para pegar la lámina multicapa y similares de la presente invención con un adhesivo a la superficie del material base óptico. Además, la integración también puede llevarse a cabo sumergiendo la lámina multicapa (lámina multicapa compuesta) descrita anteriormente en un monómero polimerizable capaz de formar el material base óptico, y después curando el monómero polimerizable para incrustar la lámina multicapa en el material base óptico. Por consiguiente, el artículo óptico puede ser un artículo formado laminando la lámina multicapa descrita anteriormente (que puede ser una lámina multicapa compuesta) sobre un material de base óptica de plástico formado a partir de una resina termoplástica o una resina termoendurecible, o un artículo formado insertando la (que puede ser una lámina multicapa compleja) en dicho material de base óptica de plástico. Ejemplos del material de base de isocianato de plástico pueden incluir, además de la resina de policarbonato descrita anteriormente, resinas conocidas tales como una resina de (met) acrilato, una resina alilo, una resina (tio)uretano y una resina (tio)epoxi.

40 La lámina multicapa de la presente invención también se puede procesar en una forma esférica similar a una lente realizando un proceso de curvado antes de integrarse con el material base óptico. Ejemplos del método para doblar la lámina multicapa en una forma esférica incluyen el proceso de prensado en caliente, el procesamiento por presión, el procesamiento por succión al vacío y similares.

45 El proceso de prensado en caliente se lleva a cabo, en primer lugar, montando un molde convexo y un molde cóncavo que tiene una forma esférica deseada en una máquina de prensado en caliente, presionando la lámina multicapa con una plantilla fija entre los dos moldes y calentando el molde convexo y cóncavo molde. A continuación, la lámina multicapa puede doblarse hasta la forma esférica deseada presionando con estos moldes calentados desde ambos lados de la lámina multicapa. Además, en el caso del prensado en caliente, el tratamiento de curvado también puede llevarse a cabo utilizando únicamente el molde convexo, sin utilizar el molde cóncavo.

50 Cuando se realiza un proceso de prensado en caliente, el prensado en caliente también puede llevarse a cabo calentando toda la atmósfera incluyendo la lámina multicapa, no sólo los moldes.

55 El proceso de presión utiliza un aparato que tiene un molde cóncavo con una forma esférica deseada. La lámina multicapa de la presente invención se fija mediante una plantilla fija a este molde cóncavo, un lado de cara inferior de la lámina multicapa se cubre con un molde capaz de inyectar aire comprimido y toda la configuración se calienta con un calentador. A continuación, se inyecta aire comprimido desde el lado de cara inferior de la lámina multicapa para cambiar la forma de la lámina multicapa en la forma de molde cóncava.

El proceso de succión por vacío utiliza un aparato que tiene un molde cóncavo con una forma esférica deseada similar al procesado de presión. La lámina multicapa de la presente invención se coloca o se fija mediante una plantilla fija a este molde cóncavo y toda la configuración se calienta con un calentador. A continuación, la forma de la lámina multicapa se cambia a la forma de molde cóncava realizando succión de vacío desde el interior del molde cóncavo.

Además, la forma de la lámina multicapa de la presente invención también se puede cambiar combinando el procesamiento de presión y el procesamiento por succión al vacío.

Aunque la temperatura durante el procesado de curvado puede determinarse apropiadamente en base al tipo de lámina o película óptica utilizada para la lámina multicapa de la presente invención, se prefiere realizar el proceso de curvado a una temperatura de más de 120°C a 200°C o menos.

Además, como pretratamiento antes del procesado de curvado, se prefiere realizar un tratamiento de precalentamiento en la lámina multicapa de la presente invención. Si la lámina multicapa se somete al proceso de curvado en un estado en el que incluye agua o aire de la atmósfera, el agua o aire dentro de la lámina multicapa puede expandirse y producir defectos tales como burbujas de aire. Por consiguiente, realizando el proceso de curvado después de un tratamiento de precalentamiento, puede suprimirse la formación de burbujas de aire y similares. El tratamiento de precalentamiento puede llevarse a cabo dejando a una temperatura de 40°C a 120°C durante 5 minutos a 24 horas. Además, si se realiza este tratamiento a presión reducida, el tratamiento de precalentamiento puede llevarse a cabo dejando, por ejemplo, en el caso de una presión reducida de aproximadamente 1 a 10 kPa, a una temperatura de 40 a 60°C durante 10 minutos a 1 hora. Además, bajo presión ordinaria, se prefiere dejar a una temperatura de 50 a 120°C durante 5 minutos a 3 horas, y más preferiblemente a una temperatura de 70 a 110°C durante 10 minutos a 60 minutos.

La lámina multicapa sometida al proceso de curvado puede integrarse con el material base óptico colocándola en el molde de una máquina de moldeo por inyección y realizando el moldeo por inyección. Para el moldeo por inyección, puede usarse una máquina de moldeo por inyección común, una máquina de moldeo por compresión por inyección y similares. Las condiciones de moldeo para el moldeo por inyección se pueden determinar apropiadamente en base al tipo y propiedades de la resina que forma el material base óptico. Normalmente, la temperatura de la resina en la máquina de moldeo es de 180 a 330°C, y preferiblemente es de 200 a 320°C. Además, la presión de inyección es de 50 a 1.700 kg/cm², y preferiblemente de 70 kg/cm² a 1.500 kg/cm².

No se observaron problemas tales como distorsión superficial y pelado de la cara lateral de la lámina multicapa debido a la fusión de la capa adhesiva incluso cuando el moldeo por inyección se llevó a cabo a una temperatura mayor que cuando una resina de uretano que no tenía urea para la capa adhesiva. Se cree que esto se debe a la excelente resistencia al calor de la lámina multicapa de la presente invención. La viscoelasticidad dinámica se midió como un índice de la resistencia al calor del componente A de la presente invención. La medición se llevó a cabo a una frecuencia de 1.0 Hz, un intervalo de temperatura de -100 a 200°C, una velocidad de aumento de la temperatura de 3°C/minuto y un desplazamiento dinámico del 0.2%, utilizando un espesor de 1 mm muestra. Desde la perspectiva de los efectos anteriormente descritos, el valor del módulo de almacenamiento dinámico E' a 150°C del componente A es preferiblemente de 1 a 20 MPa.

Ejemplos

A continuación, la presente invención se describirá con más detalle, utilizando los ejemplos. Estos ejemplos son simplemente para describir la presente invención, y el alcance y el espíritu de la presente invención no se limitan a estos ejemplos.

A continuación, se enumeran las abreviaturas de los compuestos utilizados de manera similar a cada componente en los ejemplos y en los ejemplos comparativos.

Componente A1: Compuesto de poliol

PL1: DURANOL fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corporation (policarbonato diol que tiene 1,5-pentanodiol y hexanodiol como material, número de peso molecular medio 500).

PL2: DURANOL fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corporation (policarbonato diol que tiene 1,5-pentanodiol y hexanodiol como material, número de peso molecular medio 800).

PL3: DURANOL fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corporation (policarbonato diol con 1,5-pentanodiol y hexanodiol como material, número de peso molecular medio 1000).

PL4: DURANOL fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corporation (policarbonato diol que tiene 1,5-pentanodiol y hexanodiol como material, número de peso molecular medio 2000).

PL5: PRACCEL fabricado por DAICEL CORPORATION (policaprolactonadiol, número de peso molecular medio 830).

PL6: PRACCEL fabricado por DAICEL CORPORATION (policaprolactonadiol, número de peso molecular medio 1000).

PL7: PRACCEL fabricado por DAICEL CORPORATION (policaprolactonadiol, número de peso molecular medio 3000).

- 5 PL8: DURANOL, fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corporation (policarbonato diol que tiene 2-metil-1,3-propanodiol y 1,4-butanodiol como material, número de peso molecular medio 800).

Componente A2: compuesto de diisocianato

NCO1: diisocianato de isoforona.

NCO2: mezcla de isómeros de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato).

- 10 NCO3: hexametilen-1,6-diisocianato.

NCO4: diisocianato de norbornano.

Componente A3: el compuesto que contiene grupos amino (el extensor de cadena)

CE1: isoforona diamina.

CE2: 1,6-diaminohexano.

- 15 CE3: N,N'-dietilendiamina.

CE4: bis-(4-aminociclohexil)metano.

Componente A4: el compuesto de funcionalización

HA1: 1,2,2,6,6-pentametil-4-hidroxipiperidina.

HA2: 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminopiperidina.

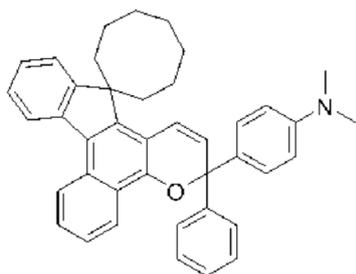
- 20 Componente A5: el terminador

HA3: butilamina normal.

Componente B: el compuesto fotocromático

PC1: el compuesto mostrado en la siguiente fórmula.

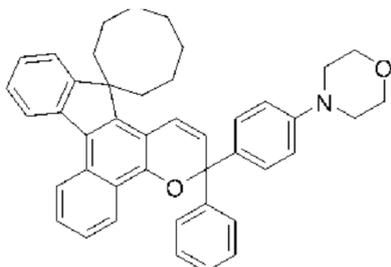
[Fórmula química 14]



25

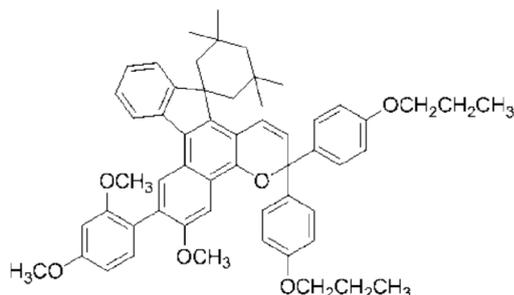
PC2: el compuesto mostrado por la siguiente fórmula.

[Fórmula química 15]



PC3: el compuesto mostrado por la siguiente fórmula.

[Fórmula química 16]



Componente C; compuesto de poliisocianato

5 C1: una mezcla de isómeros de un 4,4'-metileno-bis(ciclohexilisocianato) (peso molecular 262).

C2: Un trímero de diisocianato de isoforona (fabricado por Perstorp Holding AB, nombre comercial "Tolonate IDT70B", 30% de mezcla de acetato de butilo, el peso molecular 666).

Componente D: el disolvente orgánico

D1: alcohol isopropílico.

10 D2: propilenglicol-monometiléter.

D3: tolueno.

D4: acetato de etilo.

D5: ciclohexanona.

D6: THF (tetrahidrofurano).

15 D7: dietilcetona.

D8: alcohol t-butílico.

D9: metanol.

Los otros componentes

20 - L1: etilenobis(oxietileno)bis[3-(5-tert-butil-4-hidroxi-m-tolil)propionato] (fabricado por Ciba Specialty Chemicals Inc., Irganox 245).

- L2: DOW CORNING TORAY L-7001 (fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd., tensioactivo).

(Síntesis del componente A')

Síntesis de resina soluble de poliuretano-urea (U1)

25 En un matraz de tres cuellos que tiene una cuchilla de agitación, un tubo de refrigeración, un termómetro y una tubería de introducción de gas nitrógeno, se añadieron 251.9 g de policarbonato diol que tenía número de peso molecular medio de 800 y 100 g de diisocianato de isoforona y se hizo reaccionar bajo nitrógeno a 110°C durante 7 horas para sintetizar un prepolímero. El punto final de la reacción se confirmó con el método de titulación retroactiva de un grupo isocianato. Una vez completada la reacción, el líquido de reacción se enfrió a aproximadamente 30°C y se disolvió en 1515 g de THF. A continuación, se dejó caer 19.2 g de isoforona diamina como extensor de cadena y se hizo reaccionar a 25°C durante 1 hora. A continuación, se dejó caer 7.7 g de 1,2,2,6,6-pentametil-4-aminopiperidina y se hizo reaccionar a 25°C durante 1 hora para obtener una solución de resina de poliuretano-urea soluble (U1) en THF. El peso molecular de la resina de poliuretano-urea soluble obtenida fue de 18.000 (valor teórico: 17.000) en términos de polioxietileno, y la resistencia térmica fue de 100°C. El valor teórico del peso molecular mencionado aquí se refiere al peso molecular en el caso de que el componente A1, el componente A2, el componente A3 y el componente A4 que se usaron como material fuente, formen teóricamente la resina recta de poliuretano-urea sin hacer entrecruzamiento. Por otra parte, el peso molecular en polioxietileno es un valor calculado bajo la condición de medida de GPC descrita en el ejemplo 1. La cantidad total de la resina de poliuretano-urea soluble (U1) obtenida se disolvió en la medición de contenido insoluble en tetrahidrofurano descrita en el ejemplo siguiente 1.

Síntesis de resina soluble de poliuretano-urea (U2) a (U21)

- 5 U2 a U21 se sintetizaron por el mismo método que el método sintético de U1, excepto por el uso de un compuesto de poliol (componente A1), un compuesto de diisocianato (componente A2), un compuesto que contiene grupos amino (componente A3), un compuesto de funcionalización (componente A4), que se muestran en la Tabla 1, y un disolvente de reacción; y la condición de reacción mostrada en la Tabla 1. La cantidad total de las resinas solubles de poliuretano-urea (U2) a (U21) se disolvió en la medición del contenido insoluble en tetrahidrofurano descrita en el siguiente ejemplo 1.

Tabla 1

Resina de poliuretano-urea soluble (componente A')	La condición de síntesis del prepolimero de uretano						Componente D disolvente orgánico				La condición de reacción del compuesto que contiene grupos amino				La condición de reacción del compuesto de funcionalización							
	A1		A2		Condición de reacción		Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem p. (°C)	Tiem po (hora)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	A3		Condición de reacción		Compuesto	Cantidad añadida (g)	A4		Condición de reacción	
	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem p. (°C)	Tiem po (hora)							Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem p. (°C)	Tiem po (hora)			Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem p. (°C)	Tiem po (hora)
U1	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1515	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U2	PL1	157.4	NCO1	100.0	110	7	D6	1137	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U3	PL3	314.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1767	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U4	PL4	629.8	NCO1	100.0	110	7	D6	3026	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U5	PL5	261.4	NCO1	100.0	110	7	D6	1553	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U6	PL6	314.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1767	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U7	PL7	944.7	NCO1	100.0	110	7	D6	4286	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U8	PL8	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1515	CE1	19.2	25	1	HA2	7.7	25	1						
U9	PL2	213.4	NCO2	100.0	110	7	D6	1345	CE1	16.2	25	1	HA2	6.5	25	1						
U10	PL2	332.9	NCO3	100.0	110	7	D6	1873	CE1	25.3	25	1	HA2	10.1	25	1						
U11	PL2	314.3	NCO4	100.0	110	7	D6	1791	CE1	23.9	25	1	HA2	9.6	25	1						
U12	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1491	CE2	13.1	25	1	HA1	7.7	120	5						
U13	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1478	CE3	9.9	25	1	HA2	7.7	25	1						
U14	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1533	CE4	23.7	25	1	HA2	7.7	25	1						

Resina de poliuretano-urea soluble (componente A')	La condición de síntesis del prepolímero de uretano				Componente D disolvente orgánico		La condición de reacción del compuesto que contiene grupos amino				La condición de reacción del compuesto de funcionalización				
	A1		A2		Condición de reacción		A3		Condición de reacción		A4		Condición de reacción		
	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Compuesto	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)
U15	PL2	305.9	NCO1	100.0	110	10	D6	1692	CE4	9.5	25	HA2	7.7	25	1
U16	PL2	287.9	NCO1	100.0	110	8	D6	1639	CE4	14.2	25	HA2	7.7	25	1
U17	PL2	215.9	NCO1	100.0	110	5	D6	1427	CE4	33.1	25	HA2	7.7	25	1
U18	PL2	179.9	NCO1	100.0	110	4	D6	1321	CE4	42.6	25	HA2	7.7	25	1
U19	PL2	126.0	NCO1	100.0	110	3	D6	1060	CE2	31.4	25	HA1	7.7	120	5
U20	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1540	CE4	20.8	25	HA2	12.3	25	1
U21	PL2	251.9	NCO1	100.0	110	7	D6	1527	CE4	26.0	25	HA2	3.8	25	1

ES 2 644 295 T3

Los resultados de una relación mol de mezcla, un peso molecular y resistente al calor de componentes A1, A2, A3 y A4 de las resinas solubles de poliuretano-urea U2 a U21 se enumeran en la Tabla 2.

Tabla 2

Resina de poliuretano-urea soluble (componente A')	La relación molar de mezcla de A1, A2, A3, A4 (n1/n2/n3/n4)	Peso molecular		Resistencia al calor (°C)
		en términos de polioxietileno	Valor teórico	
U1	0.7/1/0.25/0.05	18.000	17.000	100
U2	0.7/1/0.25/0.05	14.000	13.000	120
U3	0.7/1/0.25/0.05	22.000	20.000	95
U4	0.7/1/0.25/0.05	37.000	34.000	80
U5	0.7/1/0.25/0.05	19.000	17.000	100
U6	0.7/1/0.25/0.05	21.000	20.000	95
U7	0.7/1/0.25/0.05	50.000	48.000	70
U8	0.7/1/0.25/0.05	20.000	17.000	120
U9	0.7/1/0.25/0.05	20.000	18.000	110
U10	0.7/1/0.25/0.05	17.000	16.000	85
U11	0.7/1/0.25/0.05	17.000	16.000	110
U12	0.7/1/0.25/0.05	19.000	17.000	80
U13	0.7/1/0.25/0.05	19.000	16.000	90
U14	0.7/1/0.25/0.05	19.000	17.000	110
U15	0.85/1/0.10/0.05	20.000	19.000	90
U16	0.8/1/0.15/0.05	19.000	18.000	100
U17	0.6/1/0.35/0.05	19.000	16.000	120
U18	0.5/1/0.45/0.05	16.000	15.000	125
U19	0.35/1/0.60/0.05	13.000	12.000	160
U20	0.7/1/0.25/0.05	12.000	11.000	100
U21	0.7/1/0.25/0.05	36.000	34.000	115

Síntesis de resina de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva (W1) a (W13)

- 5 W1 a W13 se sintetizaron por el mismo método que el método sintético de U1, excepto por el uso de un compuesto de polioliol (componente A1), un compuesto de diisocianato (componente A2), un compuesto que contiene grupos amino (componente A3), un compuesto de funcionalización (componente A4), un terminador (componente A5), que se muestran en la Tabla 3, y un disolvente de reacción; y la condición de reacción mostrada en la Tabla 3.

Tabla 3

Resina de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva (componente E)	La condición de síntesis del prepolímero de uretano						Componente D disolvente orgánico		La condición de reacción del compuesto que contiene grupos amino				La condición de reacción del compuesto de funcionalización, terminador			
	A1		A2		Condición de reacción		Compuesto	Cantidad añadida (g)	A3		Condición de reacción		A4 o A5		Condición de reacción	
	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)			Compuesto	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)	Compuesto	Cantidad añadida (g)	Tem. p. (°C)	Tiempo (hora)	
W1	PL1	135.0	NCO1	100.0	110	7	D2	1060.2	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W2	PL2	215.9	NCO1	100.0	110	7	D2	1384.1	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W3	PL3	269.9	NCO1	100.0	110	7	D2	1600.0	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W4	PL4	539.8	NCO1	100.0	110	7	D2	2679.6	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W5	PL5	224.0	NCO1	100.0	110	7	D2	1416.5	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W6	PL6	269.9	NCO1	100.0	110	7	D2	1600.0	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W7	PL7	809.7	NCO1	100.0	110	7	D2	3759.3	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W8	PL8	215.9	NCO1	100.0	110	7	D2	1384.1	CE1	26.8	25	1	HA3	3.3	25	1
W9	PL3	382.4	NCO1	100.0	110	10	D2	1973.3	CE1	7.7	25	1	HA3	3.3	25	1
W10	PL3	337.4	NCO1	100.0	110	8	D2	1839.3	CE1	19.2	25	1	HA3	3.3	25	1
W11	PL3	247.4	NCO1	100.0	110	5	D2	1525.4	CE1	30.6	25	1	HA3	3.3	25	1
W12	PL3	224.9	NCO1	100.0	110	4	D2	1450.7	CE1	34.5	25	1	HA3	3.3	25	1
W13	PL3	157.4	NCO1	100.0	110	3	D2	1226.8	CE1	46.0	25	1	HA3	3.3	25	1

Los resultados de una relación de mezcla mol, un peso molecular, y resistentes al calor de los componentes A1, A2, A3, A4 y A5 de las resinas de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva W1 a W13, se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4

Resina de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva (componente E)	La relación molar de mol de A1, A2, A3, A4 (n1/n2/n3/n4)	Peso molecular		La resistencia al calor (°C)	La energía libre superficial (mJ/m ²)	Parámetro de solubilidad (valor SP)
		En términos de polioxietileno	El valor teórico			
W1	0.6/1/0.35/0.05	13.000	12.000	125	58.8	10.1
W2	0.6/1/0.35/0.05	17.000	15.000	110	57.0	10.3
W3	0.6/1/0.35/0.05	22.000	18.000	105	55.0	10.4
W4	0.6/1/0.35/0.05	33.000	30.000	90	57.5	10.8
W5	0.6/1/0.35/0.05	17.000	16.000	115	53.8	9.4
W6	0.6/1/0.35/0.05	20.000	18.000	105	54.5	9.5
W7	0.6/1/0.35/0.05	45.000	42.000	85	59.1	10.5
W8	0.6/1/0.35/0.05	18.000	15.000	130	60.3	11.0
W9	0.85/1/0.10/0.05	23.000	22.000	90	59.2	10.9
W10	0.75/1/0.20/0.05	25.000	20.000	100	58.3	10.7
W11	0.55/1/0.40/0.05	18.000	17.000	120	54.7	10.3
W12	0.50/1/0.45/0.05	19.000	16.000	130	54.3	10.2
W13	0.35/1/0.60/0.05	17.000	14.000	160	53.4	9.8

5 Ejemplo 1

Preparación de la composición precursora

Se añadieron los siguientes y se mezclaron con agitación a temperatura ambiente para obtener una composición precursora: 25 g de una solución de THF de la resina de poliuretano-urea soluble (U1), 0.162 g del compuesto fotocromico (PC1), 0.4 g de una mezcla de isómeros de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilisocianato), adicionalmente 20 mg de etileno-bis(oxietileno)-bis[3-(5-tert-butil-4-hidroxi-m-tolil)propionato] como antioxidante y 2.5 mg de DOW CORNING TORAY L-7001 como tensioactivo.

Producción de láminas multicapa

La composición precursora antes mencionada se aplicó sobre una película hecha de PET (tereftalato de polietileno) (película PUREX, fabricada por Teijin DuPont Films Japan Limited, con una película recubierta de silicio). Después de secar durante 10 minutos a 110°C, se retiró la película de PET para obtener una lámina adhesiva fotocromica que tenía aproximadamente 40 µm de espesor. Posteriormente, la lámina adhesiva fotocromica obtenida se intercaló entre dos láminas de policarbonato de 400 µm de espesor. Después de permanecer a 40°C bajo vacío durante 24 horas, se realizó el tratamiento de calentamiento a 110°C durante 60 minutos y después se realizó el tratamiento de humidificación a 60°C y HR al 100% durante 24 horas, y finalmente se dejó a 40°C Bajo vacío durante 24 horas para obtener una lámina multicapa que tenga la característica fotocromica deseada. La lámina adhesiva fotocromica finalmente obtenida se liberó de la lámina de policarbonato. Cuando se comprobó el espectro de absorción infrarroja, no se detectó un pico del grupo isocianato en la lámina adhesiva fotocromica.

La lámina adhesiva fotocromica (composición fotocromica) se liberó de la lámina multicapa obtenida, y después se realizó la evaluación. Como resultado, un contenido insoluble en tetrahidrofurano era 34.8% en masa, y la cantidad del componente de alto peso molecular era 15.4% en masa. Además, el peso molecular máximo del pico (Mp) del componente de alto peso molecular era 350.000. La densidad óptica de color fue 1.0, la velocidad de desvanecimiento del color fue de 45 segundos, y la durabilidad fue del 93% como la característica fotocromica. La

resistencia adhesiva inicial fue de 140 N/25 mm, la resistencia adhesiva después de un ensayo de ebullición fue de 110 N/25 mm y la resistencia adhesiva después de un ensayo de resistencia a la intemperie fue de 110 N/25 mm. El tiempo estable de adhesión en una prueba de prueba de sudor fue de 120 horas. Estas evaluaciones se realizaron de la siguiente manera.

5 Contenido insoluble en tetrahidrofurano

En cuanto a una muestra utilizada para la medición de un contenido insoluble en tetrahidrofurano, se retiraron las dos láminas de policarbonato de la lámina multicapa mencionada anteriormente y se separó la lámina adhesiva fotocromica (composición fotocromica) para que fuera una muestra.

10 Se instaló un filtro de cilindro de fibra de vidrio (diámetro de partícula de suspensión: 1 μm) en el que se añadió aproximadamente 1 g de la muestra (forma de muestra: aproximadamente 45 μm de espesor de película, aproximadamente 10 cm x 15 cm) en un extractor Soxhlet, y aproximadamente 100 ml de tetrahidrofurano se calentó a reflujo durante 6 horas. Después del reflujo, un contenido insoluble que permanecía en el filtro se secó junto con el filtro y se pesó, y la diferencia con respecto al peso del filtro antes del ensayo se definió como un peso del contenido insoluble. Este peso se dividió por el peso de la muestra añadido para calcular el contenido insoluble en tetrahidrofurano de la presente invención. El compuesto fotocromico (componente B) es soluble en tetrahidrofurano y, por lo tanto, no está incluido en el contenido insoluble en tetrahidrofurano. El valor del contenido insoluble en tetrahidrofurano es un valor calculado excluyendo la masa de este compuesto fotocromico (componente B).

Componente de alto peso molecular

20 Se utilizó la muestra utilizada para la medición del contenido insoluble de tetrahidrofurano antes mencionada, y se realizó la medición de GPC por el método descrito aquí para calcular una relación del componente de alto peso molecular. Además, se midió un peso molecular. Para las condiciones específicas, la medición se realizó usando GPC: WATERS 2695 fabricado por Waters Corporation, detector: refractómetro diferencial WATERS 2414, columna: Shodex KD-806M fabricado por Showa Denko K.K., eluido: 10 mmol/L de LiBr (bromuro de litio)/DMF (dimetilformamida), a temperatura de columna: 40°C, velocidad de flujo: 1 ml/min, y concentración de la muestra: 25 0.5%. Se utilizó como muestra estándar el óxido de polietileno estándar de gel TSK fabricado por Tosoh Corporation.

La característica fotocromica

30 Utilizando la lámina multicapa obtenida como muestra, se irradió la luz a dicha muestra durante 120 segundos usando Lámpara Xenon L-2480(300W) SHL-100 fabricada por Hamamatsu Photonics K.K. a través de un filtro de Aeromass (fabricado por Corning Incorporated) a 23°C y la intensidad del haz de 365 nm=2.4 mW/cm², 245 nm=24 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ en la superficie de la lámina multicapa durante 120 segundos para el desarrollo del color y midió la característica fotocromica del lámina multicapa.

1) La longitud máxima de onda de absorción (λ_{max}): es la longitud máxima de onda de absorción obtenida del espectrofotómetro (Multichannel Photo Detector-MCPD1000) fabricado por OTSUKA ELECTRONICS CO., LTD. Dicha longitud de onda de absorción máxima se refiere al tono de color durante el desarrollo del color.

35 2) La densidad óptica de color $\{\varepsilon(120)-\varepsilon(0)\}$: la diferencia entre la absorbancia $\varepsilon(120)$ después de irradiar durante 120 segundos a dicha longitud de onda de absorción máxima y la absorbancia $\varepsilon(0)$ sin irradiación en la longitud máxima de onda de absorción. Como este valor es más alto, indica que la propiedad fotocromica es aún más excelente.

40 3) La velocidad de desvanecimiento del color $\{t_{1/2}(\text{seg.})\}$: El tiempo requerido para reducir la absorbancia a dicha longitud de onda de absorción máxima de la muestra a 1/2 cuando la irradiación de luz se detiene después de 120 segundos de irradiación. Dado que este tiempo es más corto, indica que la propiedad fotocromica es además excelente.

45 4) La durabilidad (%) = $\{(A96/A0) \times 100\}$: se realizó el ensayo de deterioro acelerado para evaluar la durabilidad del desarrollo del color debido a la irradiación de luz. Es decir, la lámina multicapa obtenida se llevó a cabo con el deterioro acelerado durante 48 horas mediante Xenon Weather Meter X25 fabricado por Suga Test Instrument Co., Ltd. Entonces, la evaluación de dicha densidad óptica en color se llevó a cabo antes y después del ensayo, y midió la densidad óptica de color antes de la prueba (A0) y la densidad óptica de color después de la prueba (A96). El valor obtenido por $\{(A96)/A0\} \times 100$ se determinó como la proporción restante (%), y se definió como el estándar de durabilidad del desarrollo del color. Como la proporción restante es mayor, indica que la durabilidad es mayor.

Fuerza adhesiva

50 La lámina multicapa obtenida se hizo en una pieza de muestra que tenía la porción de adhesivo de 25 x 100 mm y se instaló en la máquina de ensayo (Autograph AGS-5000NX, fabricada por Shimadzu Corporation). El ensayo de tracción se llevó a cabo a una velocidad de cruce de 100 mm/min, y se midió la resistencia adhesiva de cada uno de los siguientes 1) a 3).

1) La resistencia adhesiva inicial se examinó como se ha descrito anteriormente.

2) La resistencia adhesiva después de un ensayo de ebullición se midió como se ha descrito anteriormente después de sumergir la pieza de muestra cortada hasta el tamaño anterior en agua destilada en ebullición durante 1 hora.

3) La resistencia a la adhesión después de un ensayo de resistencia a la intemperie se midió como se ha descrito anteriormente después de someter la pieza de muestra cortada al tamaño anterior a un ensayo de deterioro acelerado durante 96 horas como con la "durabilidad" descrita en el ítem de la característica fotocromática antes mencionado.

Ensayo de resistencia al sudor

La lámina multicapa obtenida se cortó en un círculo de 50 mm de diámetro, y esta pieza de muestra se unió firmemente con una plantilla hecha de acero inoxidable. Por separado, se proveyó transpiración abundante (agua destilada a la que se añadieron 10% de sal y 5% de ácido láctico) en un recipiente de plástico con tapa, y la pieza de muestra antes mencionada se sumergió en este sudor artificial.

El recipiente de plástico que contenía esta pieza de muestra y sudor artificial se mantuvo a 70°C y se realizó una evaluación visual de la presencia o ausencia de pelado al final de la muestra cada 24 horas. El valor numérico del resultado de la evaluación es el tiempo durante el cual se mostró la propiedad adhesiva estable (tiempo hasta la aparición del pelado).

Ejemplo 2

Preparación de la composición precursora

La misma composición precursora se obtuvo por el mismo método que la preparación de la composición precursora en el ejemplo 1.

Ajuste del agente adhesivo para la segunda capa adhesiva

Se añadieron 2.5 mg de DOW CORNING TORAY L-7001 como tensioactivo a 25 g de solución de propilenglicol monometil éter de resina de poliuretano-urea para la segunda capa adhesiva (W1) y se mezcló con agitación a temperatura ambiente para obtener un adhesivo para la segunda capa adhesiva.

Producción de láminas multicapa

El agente adhesivo para la segunda capa adhesiva se aplicó sobre una lámina de policarbonato de 400 µm de espesor y se secó a 110°C durante 10 minutos para obtener una lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva de 5 µm de espesor.

La composición precursora antes mencionada se aplicó sobre una película hecha de PET (película PUREX fabricada por Teijin DuPont Films Japan Limited, con una película recubierta de silicio). Después de secar a 110°C durante 10 minutos, se retiró la película de PET para obtener una lámina adhesiva fotocromática que tenía un espesor de aproximadamente 40 µm. Posteriormente, la lámina adhesiva fotocromática obtenida se intercaló entre dos láminas de policarbonato que tenían la segunda capa adhesiva mencionada anteriormente. Después de permanecer a 40°C bajo vacío durante 24 horas, se realizó el tratamiento de calentamiento a 110°C durante 60 minutos y después se realizó el tratamiento de humidificación a 60°C y HR al 100% durante 24 horas, y finalmente se dejó a 40 bajo vacío durante 24 horas para obtener una lámina multicapa que tenga la característica fotocromática deseada. La lámina adhesiva fotocromática finalmente obtenida se liberó de la lámina de policarbonato. Cuando se comprobó el espectro de absorción infrarroja, no se detectó un pico del grupo isocianato en la lámina adhesiva fotocromática.

Cuando se evaluó un componente contenido en la lámina multicapa obtenida, un contenido insoluble en tetrahidrofurano era 34.8% en masa, y la cantidad del componente de alto peso molecular era 15.5% en masa. La densidad óptica de color fue 1.0, la velocidad de desvanecimiento del color fue de 45 segundos, y la durabilidad fue del 93% como la característica fotocromática. Además, la resistencia adhesiva inicial fue de 200 N/25 mm, la resistencia adhesiva después de un ensayo de ebullición fue de 180 N/25 mm y la resistencia adhesiva después de un ensayo de resistencia a la intemperie fue de 190 N/25 mm. Tiempo de adhesión estable en la prueba de sudor prueba fue de 336 horas. El contenido insoluble en tetrahidrofurano se evaluó mediante el siguiente método de evaluación, y se realizaron las otras evaluaciones como se describe en el ejemplo 1.

Contenido insoluble en tetrahidrofurano, componente de alto peso molecular

Cuando se produjo una lámina multicapa utilizando la segunda capa adhesiva, era difícil liberar sólo la lámina adhesiva fotocromática, y por lo tanto se produjo una muestra con los siguientes métodos.

Aparte de la lámina multicapa mencionada anteriormente, la muestra utilizada para la medición del contenido insoluble en tetrahidrofurano y el componente de alto peso molecular se sometió al mismo postratamiento y similares, como en el caso de obtener la multicapa mencionada anteriormente lámina después de aplicar la misma composición precursora entre dos láminas de película de PET. A continuación, se retiró la película de PET para obtener la lámina adhesiva fotocromática (muestra: componente A).

5 Se instaló un filtro de cilindro de fibra de vidrio en el que se añadió aproximadamente 1 g de la muestra en un extractor de Soxhlet y se sometieron a reflujo durante aproximadamente 3 horas aproximadamente 100 ml de tetrahidrofurano. Después del reflujo, un contenido insoluble que permanecía en el filtro se secó junto con el filtro y se pesó. La diferencia con respecto al peso del filtro antes de la prueba se definió como un peso del contenido insoluble. Este peso se dividió por el peso de la muestra añadido para calcular el contenido insoluble en tetrahidrofurano de la presente invención.

Además, se midió el componente de alto peso molecular por el mismo método que en el ejemplo 1.

10 Como se desprende de la comparación del ejemplo 1 y el ejemplo 2, se confirmó que la lámina fotocromática adhesiva (composición fotocromática) producida entre dos láminas de policarbonato tiene las mismas cantidades del contenido insoluble en tetrahidrofurano y del componente de alto peso molecular que las de la lámina adhesiva fotocromática (composición fotocromática) producida con la misma operación entre dos láminas de la película de PET. Por lo tanto, cuando se usó la segunda capa adhesiva, se evaluó la lámina adhesiva fotocromática (composición fotocromática) producida con la misma operación entre dos láminas de la película de PET.

Ejemplos 3 a 41

15 La composición del precursor se ajustó mediante el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que se utilizó la resina de poliuretano-urea (A') soluble, el compuesto fotocromático (B) y el compuesto de poliisocianato (C) mostrado en las Tablas 5 y 6.

20 Además, se produjo la lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva de acuerdo con la mezcla mostrada en la Tabla 7 por el mismo método que en el ejemplo 2 (el grosor de la segunda capa adhesiva se muestra en la Tabla 7.).

25 Con el uso de la composición precursora mostrada en las Tablas 5 y 6 y la lámina de policarbonato que tiene la segunda capa adhesiva mostrada en la Tabla 7, la lámina multicapa se produjo por el mismo método que en el ejemplo 2 (la primera capa adhesiva: el espesor de una lámina adhesiva fotocromática, el contenido insoluble en tetrahidrofurano y el componente de alto peso molecular se muestran en las Tablas 5 y 6). Los resultados de la evaluación de las láminas multicapa obtenidas se muestran en la Tabla 8.

Ejemplos comparativos 1 a 3, 3a

La composición del precursor se ajustó mediante el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que se usó la resina de poliuretano-urea (A') soluble, el compuesto fotocromático (B) y el compuesto de poliisocianato (C) mostrado en la Tabla 6.

30 Además, se produjo la lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva de acuerdo con la mezcla mostrada en la Tabla 7 por el mismo método que en el ejemplo 2 (el grosor de la segunda capa adhesiva se muestra en la Tabla 7).

35 Con la utilización de la composición precursora mostrada en la Tabla 6 y la lámina de policarbonato que tiene la segunda capa adhesiva mostrada en la Tabla 7, la lámina multicapa se produjo por el mismo método que en el ejemplo 2 (la primera capa adhesiva: el grosor de una lámina adhesiva fotocromática, el contenido insoluble en tetrahidrofurano y el componente de alto peso molecular se muestran en la Tabla 6). Los resultados de la evaluación de las láminas multicapa obtenidas se muestran en la Tabla 8.

Tabla 5

Primera capa adhesiva (composición precursora) y composición fotocromica														
Ejemplo No.	Componente A				Componente D		Componente B		Otros		Espesor de las películas (µm)	Contenido insoluble en THF (% en masa)	Componente de alto peso molecular	
	Componente A'		Componente C		Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)			%	Peso molecular en la cima del pico
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)										
Ej. 1	U1	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.8	15.4	350000
Ej. 2	U1	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.8	15.5	350000
Ej. 3	U1	5	C2	0.6	D6	20	PC1	0.168	L1/L2	20/2.5	40	27.3	13.8	280000
Ej. 4	U2	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	33.7	15.2	250000
Ej. 5	U3	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.7	15.4	380000
Ej. 6	U4	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	33.8	15.7	420000
Ej. 7	U5	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.9	15.1	230000
Ej. 8	U6	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	35.6	14.8	250000
Ej. 9	U7	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.6	15.3	300000
Ej. 10	U8	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	42	35.8	15.2	340000
Ej. 11	U9	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	42	36.2	15.9	330000
Ej. 12	U10	5	C1	0.4	D3/D6	5/15	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	35.4	14.8	350000
Ej. 13	U11	5	C1	0.4	D4/D6	5/15	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.6	14.7	330000
Ej. 14	U12	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	35.2	15.3	350000

Primera capa adhesiva (composición precursora) y composición fotocromica														
Ejemplo No.	Componente A				Componente D		Componente B		Otros		Espesor de las películas (µm)	Contenido insoluble en THF (% en masa)	Componente de alto peso molecular	
	Componente A'		Componente C		Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)			(% masa)	Peso molecular en la cima del pico
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)										
Ej. 15	U13	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.2	15.4	350000
Ej. 16	U14	5	C1	0.3	D6/D7	10/10	PC1	0.159	L1/L2	20/2.5	40	26.4	11.2	270000
Ej. 17	U14	5	C1	0.4	D6/D7	10/10	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	330000
Ej. 18	U14	5	C1	0.75	D6/D7	10/10	PC1	0.173	L1/L2	20/2.5	41	63.2	28.8	350000
Ej. 19	U14	5	C1	1.0	D6/D7	10/10	PC1	0.180	L1/L2	20/2.5	42	75.0	35.5	340000
Ej. 20	U15	5	C1	0.4	D5/D6/D7	2/8/10	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.5	15.5	330000
Ej. 21	U16	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	35.2	15.6	300000
Ej. 22	U17	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	35.4	15.3	320000
Ej. 23	U18	5	C1	0.4	D6	20	PC1	0.162	L1/L2	20/2.5	40	34.6	15.1	360000
Ej. 24	U19	5	C2	1.0	D6	20	PC1	0.180	L1/L2	20/2.5	40	41.5	20.7	360000
Ej. 25	U20	5	C2	0.75	D6	20	PC1	0.180	L1/L2	20/2.5	43	32.5	15.8	360000
Ej. 26	U21	5	C2	0.75	D6	20	PC1	0.180	L1/L2	20/2.5	40	33.2	16.1	350000

Tabla 6

Ejemplo No.	Primera capa adhesiva (composición precursora) y composición fotocromica													
	Componente A				Componente D		Componente B		Otros		Espesor de las películas (µm)	Contenido insoluble en THF (% en masa)	Componente de alto peso molecular	
	Componente A'		Componente C		Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)			(% masa)	Peso molecular en la cima del pico
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)										
Ej. 27	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	42	37.5	19.7	350000
Ej. 28	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	360000
Ej. 29	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 30	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 31	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	42	37.5	19.7	360000
Ej. 32	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 33	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 34	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 35	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	360000
Ej. 36	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	42	37.5	19.7	350000
Ej. 37	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	41	37.5	19.7	350000
Ej. 38	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	42	37.5	19.7	360000
Ej. 39	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000
Ej. 40	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	350000

Ejemplo No.	Primera capa adhesiva (composición precursora) y composición fotocrómica														
	Componente A			Componente C		Componente D		Componente B		Otros		Espesor de las películas (µm)	Contenido insoluble en THF (% en masa)	Componente de alto peso molecular	
	Componente A'		Componente C	Tipo	Cantidad añadida (g)			(%) masa	Peso molecular en la cima del pico						
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)			
Ej. 41	U14	5	C1	0.4	D6	20	PC1/PC2/PC3	0.02/0.02/0.11	L1/L2	20/2.5	40	37.5	19.7	360000	
Ej. Comp. 1	U14	5	C2	0	D6/D7	10/10	PC1	0.150	L1/L2	20/2.5	40	0.0	0.0	-	
Ej. Comp. 2	U14	5	C2	0.1	D6/D7	10/10	PC1	0.153	L1/L2	20/2.5	40	8.4	3.9	320000	
Ej. Comp. 3	U14	5	C2	1.5	D6/D7	10/10	PC1	0.195	L1/L2	20/2.5	40	99.0	55.0	370000	
Ej. Comp. 3a	U14	5	C1	0.18	D6/D7	10/10	PC1	0.154	L1/L2	20/2.5	40	16.2	9.2	350000	

Tabla 7

Ej. No.	Segunda capa adhesiva						
	Componente E		Componente D		Otros		Espesor de las películas (µm)
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (mg)	
Ej. 1	-	-	-	-	-	-	-
Ej. 2	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 3	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 4	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 5	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 6	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 7	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 8	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 9	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 10	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 11	W12	5	D2	20	L2	2.5	6
Ej. 12	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 13	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 14	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 15	W12	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 16	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 17	W12	5	D2	20	L2	2.5	6
Ej. 18	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 19	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 20	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 21	W12	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 22	W12	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 23	W12	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 24	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 25	W12	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 26	W12	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 27	W1	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 28	W2	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 29	W3	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 30	W4	5	D1/D2	5/15	L2	2.5	7

ES 2 644 295 T3

Ej. No.	Segunda capa adhesiva						
	Componente E		Componente D		Otros		Espesor de las películas (µm)
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (mg)	
Ej. 31	W5	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 32	W6	5	D2	20	L2	2.5	8
Ej. 33	W7	5	D1/D2	5/15	L2	2.5	7
Ej. 34	W8	5	D2	20	L2	2.5	6
Ej. 35	W9	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 36	W10	5	D2	20	L2	2.5	7
Ej. 37	W11	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 38	W13	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. 39	W12	5	D2	20	L2	2.5	1
Ej. 40	W12	5	D2	20	L2	2.5	3
Ej. 41	W12	5	D2	20	L2	2.5	45
Ej. Comp. 1	W12	5	D2	20	L2	2.5	6
Ej. Comp. 2	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. Comp. 3	W12	5	D2	20	L2	2.5	5
Ej. Comp. 3a	W12	5	D2	20	L2	2.5	6

Tabla 8

Ej. No.	Características fotocromáticas				Fuerza adhesiva (N/25 mm)			Prueba de sudor (horas)
	λ max	Densidad óptica del color	Velocidad de desvanecimiento del color	Durabilidad	Inicial	Después de la prueba de ebullición	Después de la prueba de resistencia al clima	
Ej. 1	585	1.0	45	93	140	110	110	120
Ej. 2	585	1.0	45	93	200	180	190	336
Ej. 3	585	1.0	45	93	200	180	180	288
Ej. 4	585	1.0	90	92	170	140	130	288
Ej. 5	585	1.0	40	90	200	180	190	336
Ej. 6	585	1.1	35	80	180	150	150	288
Ej. 7	585	1.0	45	93	200	180	180	336

ES 2 644 295 T3

Ej. No.	Características fotocromicas				Fuerza adhesiva (N/25 mm)			Prueba de sudor (horas)
	λ max	Densidad óptica del color	Velocidad de desvanecimiento del color	Durabilidad	Inicial	Después de la prueba de ebullición	Después de la prueba de resistencia al clima	
Ej. 8	585	1.0	40	90	200	170	180	336
Ej. 9	585	1.1	35	70	170	130	140	240
Ej. 10	585	1.0	110	90	140	120	120	168
Ej. 11	585	1.0	45	93	200	180	180	360
Ej. 12	585	1.1	40	93	170	140	150	240
Ej. 13	585	1.0	45	93	200	180	180	360
Ej. 14	585	1.0	45	92	170	140	140	240
Ej. 15	585	1.0	80	90	160	140	140	240
Ej. 16	585	1.0	45	92	220	190	200	288
Ej. 17	585	1.0	45	93	220	190	200	408
Ej. 18	585	1.0	45	93	230	190	200	408
Ej. 19	585	0.9	50	92	200	170	160	240
Ej. 20	585	1.1	40	90	190	160	160	288
Ej. 21	585	1.0	45	92	200	180	190	360
Ej. 22	585	1.0	45	93	210	180	190	360
Ej. 23	585	1.0	45	93	200	180	180	312
Ej. 24	585	0.9	50	91	180	160	170	240
Ej. 25	585	1.0	40	93	210	180	180	384
Ej. 26	585	1.0	45	90	230	200	200	408
Ej. 27	570	1.0	50	92	160	130	140	216
Ej. 28	570	1.0	50	92	200	170	180	360
Ej. 29	570	1.0	50	92	220	190	190	384
Ej. 30	570	1.0	50	85	190	140	140	216
Ej. 31	570	1.0	50	92	200	170	180	360
Ej. 32	570	1.0	50	91	220	180	180	360
Ej. 33	570	1.0	50	85	190	140	140	216
Ej. 34	570	1.0	50	88	140	110	120	168
Ej. 35	570	1.0	50	92	190	140	140	216
Ej. 36	570	1.0	50	92	200	160	170	240
Ej. 37	570	1.0	50	92	220	190	190	408
Ej. 38	570	1.0	50	92	190	150	150	216

Ej. No.	Características fotocromicas				Fuerza adhesiva (N/25 mm)			Prueba de sudor (horas)
	λ max	Densidad óptica del color	Velocidad de desvanecimiento del color	Durabilidad	Inicial	Después de la prueba de ebullición	Después de la prueba de resistencia al clima	
Ej. 39	570	1.0	50	92	170	140	150	264
Ej. 40	570	1.0	50	92	190	170	170	384
Ej. 41	570	1.0	50	80	220	180	190	408
Ej. Comp. 1	585	1.0	45	93	140	100	110	48
Ej. Comp. 2	585	1.0	45	93	180	120	120	96
Ej. Comp. 3	585	1.0	50	91	120	80	90	96
Ej. Comp. 3a	585	1.0	46	93	190	120	120	96

Ejemplos comparativos 4, 5

5 La resina de poliuretano (I) que comprende el grupo isocianato en el extremo terminal de la cadena molecular y la resina de poliuretano (II) que comprende el grupo hidroxilo en el extremo terminal de la cadena molecular se sintetizaron como se describe más adelante.

(La síntesis de la resina de poliuretano (I))

10 Se añadieron 100 g de policaprolactona polioliol (Praccel fabricado por DAICEL CORPORATION) que tenía número de peso molecular medio de 1.000, y 39.5 g de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilisocianato) en el matraz de tres cuellos que tenía una cuchilla de agitación, un tubo de refrigeración, un termómetro y una tubería de introducción de gas nitrógeno; y se hizo reaccionar durante 6 horas a 90°C bajo atmósfera de nitrógeno, obteniéndose así el prepolímero (la resina de poliuretano (I)) que tenía el grupo isocianato en el extremo terminal. El peso molecular del prepolímero obtenido (la resina de poliuretano (I)) era 2500 en términos de polioxietileno (el valor teórico: 2800).

(La síntesis de la resina de poliuretano (II))

15 En un matraz de tres cuellos que tiene una cuchilla de agitación, una tubería de enfriamiento, un termómetro y una tubería de introducción de gas nitrógeno, se agregaron 100 g de polioliol de policaprolactona (PLACCEL fabricado por Daicel Corporation) que tiene el número de peso molecular promedio de 1.000 y 61.3 g de diisocianato de difenilmetano hidrogenado y se hicieron reaccionar en atmósfera de nitrógeno a 90°C durante 6 horas para obtener un prepolímero que tenía un grupo isocianato en su extremo. Después de añadir 200 ml de DMF, se añadieron gota a gota 12.7 g de 1,4-butanodiol en atmósfera de nitrógeno. Después de que se terminó el goteo, se llevó a cabo la reacción a 90°C durante 24 horas para sintetizar resina de poliuretano (II) que tenía un grupo hidroxilo al final de su cadena molecular. El peso molecular de la resina de poliuretano obtenida (II) fue 20.000 (valor teórico: 18.000) en términos de polioxietileno.

25 Se utilizaron resina de poliuretano (I) y resina de poliuretano (II) obtenida como se mencionó anteriormente, y THF como disolvente orgánico en la cantidad de mezcla mostrada en la Tabla 9, y se utilizaron 0.15 g de compuesto fotocromico (PC1). Además, se añadieron 20 mg de etileno-bis(oxietileno)-bis[3-(5-tert-butil-4-hidroxi-m-tolil) propionato] como antioxidante y 2.5 mg de DOW CORNING TORAY L-7001 como tensioactivo, y se mezcló con agitación a temperatura ambiente para obtener una composición fotocromica.

30 La composición fotocromica anterior se preparó como una primera capa adhesiva y la lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva mostrada en la Tabla 10 se usó para producir una lámina multicapa por el mismo método que en el ejemplo 2 (la primera capa adhesiva: el espesor de una lámina adhesiva fotocromica, el contenido insoluble en tetrahidrofurano y el componente de alto peso molecular se muestran en la Tabla 9). Los resultados de la evaluación de las láminas multicapa obtenidas se muestran en la Tabla 11.

Ejemplo comparativo 6

Con el uso del método siguiente, se ensayó la síntesis de resina de poliuretano-urea (III).

(Síntesis de resina de poliuretano (III))

5 En un matraz de tres cuellos que tiene una cuchilla de agitación, un tubo de refrigeración, un termómetro y un tubo de introducción de gas nitrógeno, se agregaron 46.0 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilisocianato), 32.8 g de polietilenglicol que tiene el número medio peso molecular de 400 y 2.7 g de trimetilolpropano etoxilado y se hicieron reaccionar en atmósfera de nitrógeno a 90°C durante 6 horas para obtener un prepolímero que tenía un grupo isocianato en su extremo. El punto final de la reacción se confirmó mediante un método de titulación retroactiva del grupo isocianato. Una vez completada la reacción, el líquido de reacción se enfrió a aproximadamente 30°C y después se disolvió en 900 g de THF. A continuación, se mezcló con el compuesto fotocromático PC1 (2.85 g), 380 mg de etilenbis(oxietilen)bis[3-(5-tert-butil-4-hidroxi-m-tolil)propionato] como antioxidante y 50 mg de DOW CORNING TORAY L-7001 como tensioactivo. Después, una vez que hicieron gotear 13.4 g de 2,4-diamino-3,5-dietiltolueno como un extensor de cadena, se produjo gelificación. La sustancia gelificada obtenida (composición fotocromática) que sirve como primera capa adhesiva se intercaló entre dos láminas de policarbonato que tienen la segunda capa adhesiva que son las mismas que las utilizadas en el ejemplo 2 y se produjo una lámina multicapa por el mismo método que el ejemplo 2. La cantidad del contenido insoluble en tetrahidrofurano fue 100% en masa. Además, puesto que se trataba de una sustancia gelificada, la medición de GPC no era posible. El resultado de la evaluación de la lámina multicapa obtenida se muestra en la Tabla 11.

Tabla 9

Ej. Comp. No.	Primera capa adhesiva (composición precursora) y composición fotocromica														
	Resina de poliuretano		Resina de poliuretano		Componente D		Componente B		Componente C		Otros		Espesor de las películas (μM)	Contenido insoluble en THF (% en masa)	Componente de alto peso molecular (%)
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (mg)			
Ej. Comp. 4	(I)	2,5	(II)	2,5	D6	20	PC1	0,15	-	-	L1/L2	202,5	40	0	0
Ej. Comp. 5	(I)	2,5	(II)	2,5	D6	20	PC1	0,15	-	-	L1/L2	202,5	40	0	0
Ej. Comp. 6	(III)	94,9	-	-	D6	900	PC1	2,85	-	-	L1/L2	380/50	40	-	-

Tabla 10

Ej. No.	Segunda capa adhesiva						
	Componente E		Componente D		Otros		Espesor de las películas (µM)
	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	
Ej. Comp. 4	-	-	-	-	-	-	
Ej. Comp. 5	W12	5	D2	20	L2	2.5	6
Ej. Comp. 6	W12	5	D2	20	L2	2.5	6

Tabla 11

Ej. No.	Características fotocromicas				Fuerza adhesiva			Prueba de sudor (hora)
	λ max	Densidad óptica del color	Velocidad de desvanecimiento del color	Durabilidad	Inicial	Después de la prueba de ebullición	Después de la prueba de resistencia al clima	
Ej. Comp. 4	585	1.0	50	60	80	40	50	48
Ej. Comp. 5	585	1.0	50	60	130	100	100	96
Ej. Comp. 6	585	0.9	120	80	130	100	100	72

5 Como se desprende de los ejemplos 1 a 41 anteriormente mencionados, la lámina multicapa, que se obtiene utilizando la composición fotocromica que contiene una resina de poliuretano-urea en la que un contenido insoluble en tetrahidrofurano es de 20.0 a 90.0% en masa, tiene excelentes características fotocromicas, fuerza adhesiva, resistencia al calor y resistencia al sudor.

10 Por otra parte, con respecto a la lámina multicapa (ejemplos comparativos 1 a 6) usando la composición fotocromica que contiene una resina de poliuretano-urea en la que un contenido insoluble en tetrahidrofurano es menor que 20.0% en masa o más de 90.0% en masa, la resistencia adhesiva disminuyó y todas las propiedades físicas no se cumplieron al mismo tiempo.

Ejemplo 42

Preparación de la composición precursora

15 Se añadieron 1.000 g de una solución de THF de la resina soluble de poliuretano-urea (U1) a un matraz en forma de berenjena y se destiló THF por destilación a presión reducida para obtener 200 g de un sólido de U1. Después, se añadieron 260 g de dietilcetona y 111 g de alcohol t-butílico al sólido obtenido de U1, y se disolvió con agitación a 50°C para proporcionar una solución de U1. Se añadieron a la solución 6.5 g del compuesto fotocromico (PC1), 16 g de la mezcla de isómeros de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) (C1), adicionalmente 0.8 g de

20 etilénbis(oxietilén)bis[3-(5-tert-butil-4-hidroximetil)propionato] como antioxidante, y 0.1 g de DOW CORNING TORAY L-7001 como un tensioactivo. A continuación, se realizó la mezcla con agitación a temperatura ambiente para obtener una composición precursora. La viscosidad de la composición precursora obtenida fue de 20.000 cP. La estabilidad del grupo isocianato de la mezcla de isómeros de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) (C1) fue de 99% a 25°C durante 50 horas, y el contenido insoluble en tetrahidrofurano fue de 34.8% en masa. A continuación se

25 muestran los métodos de medición de la viscosidad y estabilidad del grupo isocianato.

Viscosidad

La composición del precursor obtenida se midió a 25°C usando un viscosímetro Cannon-Fenske.

Estabilidad del grupo isocianato

5 La composición precursora obtenida se aplicó a una película hecha de PET y se secó durante 5 minutos a 110°C para obtener una lámina de la capa adhesiva fotocromica. La capa adhesiva fotocromica obtenida se observó con un espectrómetro de absorción infrarroja y se identificó la estabilidad del grupo isocianato con base en la relación de un valor de área de pico de 2.150 cm⁻¹ a 2.400 cm⁻¹ derivado del grupo isocianato y una zona de pico valor de 2.700 cm⁻¹ a 3.100 cm⁻¹ derivado de metileno.

Ajuste del agente adhesivo para la segunda capa adhesiva

La misma composición de precursor se obtuvo por el mismo método que la preparación del agente adhesivo para la segunda capa adhesiva en el ejemplo 2.

10 Producción de láminas multicapa

Se produjo una lámina multicapa usando un recubridor (fabricado por Tester Sangyo Co., Ltd.). El agente adhesivo para la segunda capa adhesiva se revistió sobre una lámina de policarbonato de 400 µm de espesor a una velocidad de recubrimiento de 0.5 m/min y se secó a una temperatura de secado de 110°C durante 3 minutos para obtener una lámina de policarbonato que tenía el segundo adhesivo que tiene un espesor de película de 5 µm.

15 La composición precursora antes mencionada se recubrió sobre una película hecha de PET (película PUREX, fabricada por Teijin-DuPont Films Japan Limited, con una película recubierta de silicio) a una velocidad de recubrimiento de 0.3 m/min, y se secó a una temperatura de secado de 100°C durante 5 minutos para obtener una capa adhesiva fotocromica que tiene un espesor de aproximadamente 40 µm. A continuación, se pegó una lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva a una presión de 0.1 MPa. Posteriormente, se retiró la película de PET del laminado en la que la película de PET que tenía la composición precursora antes mencionada aplicada sobre la misma se pegaba a la lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva. A continuación, se pegó una lámina de policarbonato que tenía la segunda capa adhesiva a la superficie liberada a una presión de 0.1 MPa para obtener una lámina multicapa. Después de que la lámina multicapa obtenida se dejó a 40°C bajo vacío durante 24 horas, se llevó a cabo el tratamiento de calentamiento a 110°C durante 60 minutos y después se realizó el tratamiento de humidificación a 60°C y HR al 100% durante 24 horas. Finalmente, la lámina multicapa se dejó a 40°C bajo vacío durante 24 horas para obtener una lámina multicapa que tenía la característica fotocromica deseada. Cuando se evaluó el aspecto de la lámina multicapa obtenida, no se observó apariencia defectuosa. Cuando se midió la cantidad de disolvente residual, fue 0.01%. Tiempo de adhesión estable en la prueba de sudor fue de 360 horas. La evaluación del aspecto y la medición de la cantidad del disolvente residual se realizaron con los siguientes métodos.

Evaluación de la apariencia

35 Para la evaluación de la apariencia, se irradió con una lámpara de mercurio de alta presión (fabricada por Ushio Inc.) sobre la superficie de la lámina multicapa de 1.000 cm² y se observó visualmente su proyección para comprobar si se produjo una apariencia defectuosa en forma de arrugas y distorsión en la superficie de la lámina multicapa. Los criterios de valuación fueron los siguientes.

- a: No se observó el defecto.
- b: Una porción defectuosa era 10% o menos del área.
- c: Una parte defectuosa era más del 10% del área.

Cantidad de disolvente residual

40 La composición precursora se revistió sobre una película hecha de PET a una velocidad de recubrimiento de 0.3 m/min. Después de secar a una temperatura de secado de 100°C durante 5 minutos, se liberó la capa adhesiva fotocromica de la película de PET y se midió la cantidad de disolvente residual usando un cromatógrafo de gases de espacio de cabeza (GC-2010 Plus/TurboMatrix HS-40, fabricado por Shimadzu Corporation).

Ejemplos 43 a 58

45 La composición del precursor se ajustó mediante el mismo método que en el ejemplo 42 excepto para el disolvente orgánico (D) mostrado en la Tabla 12. Además, la lámina multicapa se produjo por el mismo método que en el ejemplo 42. Los resultados de la evaluación de las láminas multicapa obtenidas se muestran en la Tabla 13.

Tabla 12

Ej. No.	Componente A		Componente D	Viscosidad (cP)	Estabilidad del isocianato	Contenido insoluble en THF
	Componente A'	Componente C				

ES 2 644 295 T3

	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)	Tipo	Cantidad añadida (g)		(%)	(% en masa)
Ej. 42	U1	200	C1	16	D7/D8	260/111	20000	99	34.6
Ej. 43	U1	200	C1	16	D7/D8	420/180	4000	100	34.8
Ej. 44	U1	200	C1	16	D7/D8	327/140	11000	99	34.5
Ej. 45	U1	200	C1	16	D7/D8	228/98	27000	98	34.5
Ej. 46	U1	200	C1	16	D7/D8	193/83	46000	95	34.2
Ej. 47	U1	200	C1	16	D7/D8	334/37	55000	100	34.8
Ej. 48	U1	200	C1	16	D7/D8	297/74	33000	100	34.8
Ej. 49	U1	200	C1	16	D7/D8	204/167	31000	95	33.0
Ej. 50	U1	200	C1	16	D7/D8	167/204	53000	93	32.6
Ej. 51	U1	200	C1	16	D7/D1	260/111	19000	90	31.2
Ej. 52	U1	200	C1	16	D7/D1	228/98	25000	86	29.3
Ej. 53	U1	200	C1	16	D7/D1	204/167	30000	78	27.2
Ej. 54	U1	200	C1	16	D7	800	4200	100	34.8
Ej. 55	U1	200	C1	16	D6	800	4000	100	34.8
Ej. 56	U1	200	C1	16	D6	600	8000	100	34.8
Ej. 57	U1	200	C1	16	D6	467	32000	100	34.8
Ej. 58	U1	200	C1	16	D7/D9	297/74	30000	70	23.5

En los Ejs. 42 a 58, la cantidad añadida de PC1 (componente B): 6.5 g, los otros componentes (L1/L2), cantidad añadida: 0.8 g/0.1 g

Tabla 13

Ej. No.	Grosor de la película (µm)	Evaluación de la apariencia	Cantidad de disolvente residual (%)	Prueba de sudor (hora)
Ej. 42	40	a	0.01	432
Ej. 43	41	a	0.03	408
Ej. 44	40	a	0	432
Ej. 45	40	b	0.07	408
Ej. 46	43	b	0	408
Ej. 47	40	c	0.03	408
Ej. 48	41	a	0.02	408
Ej. 49	40	a	0.01	408
Ej. 50	40	b	0.01	408
Ej. 51	40	a	0.01	384

Ej. No.	Grosor de la película (µm)	Evaluación de la apariencia	Cantidad de disolvente residual (%)	Prueba de sudor (hora)
Ej. 52	42	a	0	336
Ej. 53	41	a	0	288
Ej. 54	40	b	0.09	408
Ej. 55	40	b	0.03	384
Ej. 56	41	a	0	408
Ej. 57	42	a	0	408
Ej. 58	42	a	0	240

Ejemplo 59

La lámina multicapa obtenida en el ejemplo 42 se curvó tratada en forma de superficie esférica mediante moldeo por prensado térmico. Se instaló un par esférico en forma de superficie de molde convexo y molde cóncavo con un diámetro de 8 cm en una máquina de prensado térmico. La lámina multicapa de 10 cm cuadrados se montó en el molde cóncavo con una plantilla de fijación y los moldes convexos y cóncavos se calentaron a 150°C durante 15 minutos. La lámina multicapa se prensó térmicamente con el molde convexo calentado a una presión de 25 cm²/kg, y se dejó durante 5 minutos y se enfrió a 50°C o menos. A continuación, la lámina se separó del molde para obtener una lámina multicapa procesada en una forma de superficie esférica. Diez láminas de la lámina multicapa se produjeron por el mismo método. Cuando se comprobó el rendimiento de las diez láminas con los siguientes métodos de evaluación, estaba en 70% (se observaron burbujas de aire en tres de las láminas multicapa).

Método de evaluación del rendimiento

Se irradió con una lámpara de mercurio de alta presión sobre la superficie de la lámina multicapa tratada por flexión como con el método de evaluación de aspecto del ejemplo 42 y se observó visualmente su proyección para comprobar si se generaron burbujas de aire en la lámina multicapa. Una lámina en la que las burbujas de aire no fueron confirmadas se consideró como un buen producto, y una lámina que tenía burbujas de aire se consideró como un producto defectuoso. El rendimiento se evaluó a partir de una proporción del buen producto obtenido.

Ejemplo 60

Después de que la lámina multicapa obtenida en el ejemplo 42 se sometió a tratamiento de precalentamiento bajo presión ordinaria a 80°C durante 1 hora, la lámina multicapa se procesó en una forma de superficie esférica por el mismo método que en el ejemplo 59. El rendimiento de la lámina multicapa procesada fue 90%. El rendimiento se calculó por el mismo método que el ejemplo 59.

Ejemplos 61 a 67

El tratamiento de curvado se llevó a cabo por el mismo método que en el ejemplo 60, excepto por la temperatura de tratamiento de curvado y la condición de precalentamiento mostrada en la Tabla 14. Todos se llevaron a cabo bajo presión ordinaria. Los resultados de evaluación de las láminas multicapa obtenidas se muestran también en la Tabla 14.

Tabla 14.

Ej. No.	Temperatura de tratamiento de curvatura. (°C)	Condición de tratamiento precalentamiento		Evaluación del rendimiento (%)
		Temp. (°c)	Tiempo (min.)	
Ej. 59	150	-	-	70
Ej. 60	150	80	60	90
Ej. 61	130	80	60	80
Ej. 62	170	-	-	50
Ej. 63	170	80	60	90

Ej. No.	Temperatura de tratamiento de curvatura. (°C)	Condición de tratamiento precalentamiento		Evaluación del rendimiento (%)
		Temp. (°c)	Tiempo (min.)	
Ej. 64	150	80	10	70
Ej. 65	150	80	30	90
Ej. 66	150	100	5	70
Ej. 67	150	100	10	90

Ejemplo 68

5 La lámina multicapa tratada por curvado obtenida en el ejemplo 60 se montó sobre un molde en forma de superficie esférica y se calentó a 100°C. Se cargaron pastillas de resina de policarbonato (PANLITE, fabricadas por Teijin Limited) sometidas a precalentamiento a 120°C durante 5 horas en una máquina de moldeo por inyección, y los gránulos se fundieron por calentamiento a 300°C y 60 rpm. La masa fundida se inyectó a una presión de inyección de 1.400 kg/cm² al molde sobre el que se montó la lámina multicapa. De este modo, la lámina multicapa se unió con la resina de policarbonato para producir una lente de cristales fotocromicos compuesta de policarbonato.

REIVINDICACIONES

1. Una composición fotocromática que comprende:
- una resina de poliuretano-urea (A) que tiene un enlace de urea en una cadena molecular, en la que un contenido insoluble en tetrahidrofurano es 20.0 a 90.0% en masa, medido con el método de extracción de Soxhlet; y
- 5 un compuesto fotocromático (B),
- en la que
- la resina de poliuretano-urea (A) comprende una resina obtenible por haciendo reaccionar
- una resina de poliuretano-urea (A') soluble que tiene un enlace de urea en una cadena molecular y que es soluble en tetrahidrofurano y
- 10 un compuesto de poliisocianato (C) que tiene al menos dos grupos isocianato en la molécula,
- en la que la resina de poliuretano-urea (A') soluble es una resina obtenida haciendo reaccionar,
- por lo menos un compuesto de polioliol (A1) seleccionado del grupo que consiste en policarbonato-polioliol y policaprolactona-polioliol,
- un compuesto de diisocianato (A2) que tiene dos grupos isocianato en la molécula,
- 15 un compuesto que contiene un grupo amino(A3) que tiene dos o más grupos amino en la molécula, y
- un compuesto de funcionalización (A4) que tiene uno o dos grupos, en la molécula, capaz de reaccionar con el grupo isocianato y que tiene la estructura de piperidina en la molécula.
2. Composición fotocromática según la reivindicación 1, en la que el compuesto de poliisocianato (C) es un compuesto que tiene un grupo isocianato unido a un carbono secundario.
- 20 3. La composición fotocromática según la reivindicación 1, en la que un contenido del compuesto de poliisocianato (C) es 4.0 a 20.0 partes en masa basado en 100 partes en masa de la resina de poliuretano-urea (A') soluble.
4. La composición fotocromática según la reivindicación 1, en la que una proporción de cantidad de los componentes (A1), (A2), (A3) y (A4) utilizados al obtener la resina de poliuretano-urea soluble (A') satisface $n1 : n2 : n3 : n4 = 0.30$ a $0.89 : 1 : 0.10$ a $0.69 : 0.01$ a 0.20 cuando un número de moles total de un grupo hidroxilo incluido en dicho componente (A1) es $n1$, un número de moles total de un grupo isocianato incluido en dicho el componente (A2) es $n2$, un número de moles total de un grupo amino incluido en dicho componente (A3) es $n3$, y un número de moles total de un grupo capaz de reaccionar con un grupo isocianato en dicho componente (A4) es $n4$.
- 25 5. La composición fotocromática según la reivindicación 1, en la que un contenido del compuesto fotocromático (B) es de 0.1 a 20 partes en masa basado en 100 partes en masa de la resina de poliuretano-urea (A).
- 30 6. Un método para producir la composición fotocromática de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende:
- mezclar
- 100 partes en masa de la resina de poliuretano-urea (A') soluble que tiene un enlace de urea en la cadena molecular y que es soluble en tetrahidrofurano,
- 0.1 a 20 partes en masa del compuesto fotocromático (B),
- 35 4.0 a 20.0 partes en masa del compuesto de poliisocianato (C), y
- 100 a 900 partes en masa de un disolvente orgánico (D) ,
- después secar para eliminar el disolvente orgánico, mientras que
- se hace reaccionar la resina de poliuretano-urea (A') soluble y el compuesto de poliisocianato (C).
- 40 7. El método para producir la composición fotocromática según la reivindicación 6, en el que el disolvente orgánico (D) incluye una cetona y un alcohol secundario o terciario, y una relación en masa del alcohol secundario o terciario a la cetona es de 0.10 a 1.50.
8. Un artículo óptico que tiene una estructura multicapa en la que dos láminas o películas ópticas enfrentadas entre sí están unidas a través de una capa adhesiva que comprende la composición fotocromática según se expone en la reivindicación 1.

9. Un artículo óptico que tiene una estructura multicapa en la que dos láminas ópticas o películas enfrentadas entre sí están unidas a través de una primera capa adhesiva que comprende la composición fotocromática según se expone en la reivindicación 1 y segundas capas adhesivas presentes a ambos lados de dicha primera capa adhesiva.

10. El artículo óptico según la reivindicación 9, en el que

5 las dos láminas ópticas o películas enfrentadas entre sí comprenden policarbonato, y

las segundas capas adhesivas comprenden una resina de poliuretano que tiene una energía libre superficial de 40.0 a 65.0 mJ/m² basada en la teoría de Kitazaki-Hata.

11. Un método de producción del artículo óptico según la reivindicación 8, que comprende:

10 una etapa (I) de formación de una lámina adhesiva fotocromática en la que el compuesto fotocromático (B) se dispersa en la resina de poliuretano-urea (A), moldeando una composición precursora que comprende 100 partes en masa de la resina de poliuretano-urea (A') soluble de 0.1 a 20 partes en masa del compuesto fotocromático (B), de 0.1 a 30 partes en masa del compuesto de poliisocianato (C), y de 100 a 900 partes en masa de el disolvente orgánico (D) sobre un material de base plana y lisa, luego secar para eliminar (D) el solvente orgánico, mientras se hace reaccionar (A') la resina de poliuretano-urea y (C) el compuesto de poliisocianato para formar (A) la resina de poliuretano-urea, y luego separar el material de base ; y

15 una etapa (II) de formación de dicha estructura multicapa mediante la unión de dos láminas o películas ópticas enfrentadas entre sí mediante la disposición de la lámina adhesiva fotocromática entre las dos láminas o películas ópticas.

12. Un método de producción del artículo óptico según la reivindicación 9, que comprende:

20 una etapa (I) de formación de una primera capa adhesiva que comprende una lámina adhesiva fotocromática en la que el compuesto fotocromático (B) se dispersa en la resina de poliuretano-urea (A), moldeando una composición precursora que comprende 100 partes en masa de la resina de poliuretano-urea (A') soluble, 0.1 a 20 partes en masa del compuesto fotocromático (B), 0.1 a 30 partes en masa del compuesto de poliisocianato (C) y 100 a 900 partes en masa de el disolvente orgánico (D) sobre un material de base plana y lisa, a continuación secar para eliminar el disolvente orgánico (D), mientras se hace reaccionar la resina de poliuretano-urea (A') soluble y el compuesto de poliisocianato (C) para formar la resina de poliuretano-urea (A); separando después el material de base; y

30 una etapa (II) de formación de dicha estructura multicapa proporcionando la primera capa adhesiva entre dos láminas ópticas o películas sobre las que se lamina la segunda capa adhesiva y las dos láminas o películas ópticas están dispuestas de manera que ambas se enfrentan a la segunda capa adhesiva, y unir las dos láminas o películas ópticas a través de la primera capa adhesiva.

35 13. Un método para procesar un artículo óptico, que comprende realizar un tratamiento de precalentamiento dejando el artículo óptico según la reivindicación 8 a una temperatura de 40 a 120°C durante 5 minutos o más a 24 horas o menos, y después realizar un tratamiento de curvado sobre el artículo óptico precalentado a una temperatura de más de 120°C a 200°C o menos.

14. Un método para procesar un artículo óptico, que comprende realizar un tratamiento de precalentamiento dejando el artículo óptico según la reivindicación 9 a una temperatura de 40 a 120°C durante 5 minutos o más a 24 horas o menos, y después realizar un tratamiento de curvado sobre el artículo óptico precalentado a una temperatura de más de 120°C a 200°C o menos.

40 15. Una composición precursora de una composición fotocromática que comprende:

100 partes en masa de una resina de poliuretano-urea (A') soluble que tiene un enlace de urea en la cadena molecular y que es soluble en tetrahidrofurano;

0.1 a 20 partes en masa de un compuesto fotocromático (B);

4.0 a 20.0 partes en masa de un compuesto de poliisocianato (C); y

45 100 a 900 partes en masa de un disolvente orgánico (D) ,

en la que la resina de poliuretano-urea (A') soluble es una resina obtenida haciendo reaccionar,

por lo menos un compuesto de polioliol (A1) seleccionado del grupo que consiste en policarbonato-polioliol y policaprolactona-polioliol,

un compuesto de diisocianato (A2) que tiene dos grupos isocianato en la molécula,

50 un compuesto que contiene un grupo amino (A3) que tiene dos o más grupos amino en la molécula, y

un compuesto de funcionalización (A4) que tiene uno o dos grupos, en la molécula, capaz de reaccionar con el grupo isocianato y que tiene la estructura de piperidina en la molécula.

- 5 16. La composición precursora según la reivindicación 15, en la que el disolvente orgánico (D) incluye una cetona y un alcohol secundario o terciario, y una relación en masa del alcohol secundario o terciario a la cetona es de 0.10 a 1.50.

