

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 706 977**

51 Int. Cl.:

C03C 17/34 (2006.01)

C03C 17/42 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

C09D 183/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.05.2016** **E 16724913 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2018** **EP 3227245**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un cristal óptico con revestimiento antivaho**

30 Prioridad:

28.05.2015 DE 102015209794

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

02.04.2019

73 Titular/es:

**CARL ZEISS VISION INTERNATIONAL GMBH
(100.0%)
Turnstrasse 27
73430 Aalen, DE**

72 Inventor/es:

GLÖGE, THOMAS

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 706 977 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

Procedimiento para la fabricación de un cristal óptico con revestimiento antivaho

El objeto de la invención es un procedimiento para la fabricación de un cristal óptico con revestimiento antivaho.

- 5 Cristales ópticos como, por ejemplo, lentes, especialmente lentes para gafas, lentes de contacto u otros cristales ópticos para la corrección de la vista defectuosa, son conocidos, dado que se están empleando desde hace tiempo. Con frecuencia presentan un revestimiento antivaho, que también se define como recubrimiento antirreflejos. Se trata frecuentemente de una pluralidad de recubrimientos superpuestos de materiales con diferentes índices de refracción que, en conjunto, dan lugar al efecto antirreflejos.
- 10 También es conocido dotar cristales ópticos de un revestimiento para evitar que se empañen (revestimiento antivaho). Generalmente, un revestimiento de este tipo se prevé para reducir el ángulo de contacto de las gotitas de agua que se depositan en la superficie, de manera que disminuya la difusión de la luz y que no se produzca ninguna opacidad o, en todo caso, una muy baja. También se conoce el método de dotar los cristales ópticos de recubrimientos que combinan las características antirreflejos y antivaho.
- 15 La presente invención tiene por objeto crear un procedimiento del tipo antes indicado por medio del cual se puedan fabricar cristales ópticos con propiedades antivaho buenas y duraderas.

Esta tarea se resuelve mediante un procedimiento con los siguientes pasos:

- a. puesta a disposición de un cristal óptico,
- b. fabricación de una capa que presenta grupos de Si – H (grupos de silano),
- 20 c. reacción de los grupos de silano con un compuesto que presenta grupos hidrófilos y al menos un grupo que reacciona con el grupo de silano.

La idea principal de la invención consiste en que, por medio del procedimiento según la invención, el revestimiento antivaho aplicado en el paso c. se une a los átomos de Si por medio de compuestos de Si – C (covalentes) estables frente a la hidrólisis de la capa fabricada en el paso b. Esto átomos de Si se unen a su vez al cristal óptico, preferiblemente a un recubrimiento antirreflejos aplicado al mismo.

25

En el procedimiento según la invención se fabrica en primer lugar, en la superficie del cristal (preferiblemente en el recubrimiento antirreflejos), una capa con grupos de Si – H reactivos, grupos reactivos de Si – H que en el siguiente paso reaccionan con grupos hidrófilos.

En principio se explican algunos de los términos empleados en el marco de la invención.

- 30 En el caso de los cristales ópticos se trata de elementos con propiedades transparentes para fines ópticos. Se trata preferiblemente de cristales para fines oftalmológicos como, por ejemplo, lentes para gafas o lentes de contacto. El término de cristal ha de entenderse de forma funcional y comprende, por ejemplo, tanto cristales (inorgánicos) normales como, en especial, tanto cristales de silicato como polímeros transparentes y otras lentes de material plástico. Se puede tratar de un polímero conocido empleado para la fabricación de lentes para gafas, indicándose a modo de ejemplo CR-39® (polialilidiglicolcarbonato (PDAC)), CR-607® y Trivex® (poliuretano modificado con nitrógeno) de PPG Industries así como la serie MR (polímeros de tiuretano) de Mitsui Chemicals. El experto en la materia conoce los polímeros apropiados.
- 35

Los cristales presentan preferiblemente un recubrimiento antirreflejos. Se trata normalmente de una o varias capas finas que presentan un índice de refracción óptico que difiere del índice del material de cristal. En caso de varias capas los índices también difieren entre sí. El experto conoce los detalles, por lo que no es necesaria ninguna explicación más exhausta. En cristales duros que contienen silicato la presente invención también se puede emplear sin recubrimiento antirreflejos. Para el éxito del procedimiento según la invención es decisivo que en la superficie se disponga de átomos de Si con los que el procedimiento según la invención pueda enlazar el revestimiento antivaho.

40

En una forma de realización preferida de la invención, los cristales ópticos comprenden cristales de material plástico, preferiblemente cristales de PDAC, poliuretano o episulfuro o cristales duros minerales, con preferencia cristales de vidrio sin plomo o de roca, y un recubrimiento antirreflejos exterior aplicado a los cristales de material plástico o cristales duros minerales, comprendiendo el recubrimiento antirreflejos al menos dos capas discretas y la capa exterior del recubrimiento antirreflejos al menos un óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio (SiO_x). Como recubrimiento exterior o capa exterior se define el recubrimiento o la capa que se encuentra más alejado/a de la superficie del cristal de material plástico o del cristal duro mineral, independientemente de si se mira la superficie de la cara anterior o la superficie de la cara posterior del cristal de material plástico o del cristal duro mineral. El grosor de la capa exterior de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio es en esta forma de realización preferiblemente del orden de 2 nm a 400 nm, especialmente del orden de 14 nm a 190 nm, con preferencia del orden de 21 nm a 140 nm y con especial preferencia del orden de 40 nm a 100 nm. El grosor de la capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio se determina preferiblemente por medio de la medición de capa fina reflectométrica, con preferencia con el instrumento de medición ZEISS MCS 600.

45

50

55

Un revestimiento antivaho evita un empañamiento en un ambiente húmedo, especialmente húmedo y (en comparación con la temperatura superficial del cristal) caliente. Por regla general, un revestimiento de este tipo da lugar a que las gotitas de agua que se condensan en la superficie de un cristal óptico revestido se depositen con un ángulo de contacto pequeño y que, en el caso ideal, formen una película de agua transparente. Un revestimiento como éste presenta propiedades hidrófilas.

Con el procedimiento según la invención se consigue que el revestimiento antivaho se una por medio de compuestos de Si – C a átomos de Si, que a su vez se unen a la superficie de cristal o al recubrimiento antirreflejos.

La invención se ha dado cuenta de que el enlace tradicional en el estado de la técnica por medio de compuestos de silanol (Si-O-C) resulta negativa, dado que en condiciones de uso normales de una lente para gafas estos compuestos pueden hidrolizarse, con lo que los grupos que provocan el efecto antivaho se desprenden de la superficie y se reduce o se pierde el efecto antivaho.

La invención permite unir las sustancias activas para el efecto antivaho con gran selectividad firmemente a la superficie del cristal o a su recubrimiento antirreflejos, de manera que su separación hidrolítica sea imposible. Se pueden aplicar preferiblemente capas finas (con preferencia de < 100 nm, especialmente de < 30 nm) hasta capas monomoleculares.

En el marco de la invención los átomos de Si forman parte componente de la superficie de cristal (preferiblemente del recubrimiento antirreflejos) o se unen directamente a la misma. Con mucha frecuencia, la capa orientada hacia fuera de un recubrimiento antirreflejos de varias capas es de silicato o contiene silicato, por lo que en esta superficie se dispone de átomos de Si para un enlace de Si-C. De una manera según la invención, que se explicará más adelante con mayor detalle, se pueden utilizar para un enlace de este tipo. Alternativa o adicionalmente, según la invención también es posible recubrir la superficie del cristal o del recubrimiento antirreflejos con silanos, como se describirá más adelante de forma detallada.

El revestimiento antivaho presenta grupos hidrófilos. Éstos evitan que el agua se deposite en la superficie con un ángulo de contacto grande en forma de pequeñas gotas diferentes, por lo que no se produce ninguna difusión de luz, o sólo una reducida, y no se produce tampoco ningún enturbiamiento, o sólo uno de poca importancia. Se prefiere que el ángulo de contacto se mantenga también a largo plazo por debajo de los 10 °.

Los cristales ópticos con el revestimiento antivaho según la invención presentan preferiblemente un ángulo de contacto entre gotas de agua y la superficie de cristal revestida de $\leq 10^\circ$, preferiblemente el ángulo de contacto es del orden de 1 ° a 9 °, especialmente del orden de 0,5 ° a 7 ° y con especial preferencia del orden de 0 ° a 5 °. Para la determinación del ángulo de contacto se fotografía desde el lado una gota de agua situada en la superficie del cristal óptico revestido y se mide el ángulo formado entre la gota de agua y la superficie revestida del cristal óptico. El ángulo de contacto se mide preferiblemente con el instrumento de medición KRÜSS MSA o KRÜSS DSA100.

El experto conoce grupos hidrófilos idóneos, que también se describen en el estado de la técnica, por lo que aquí se señala, a modo de ejemplo, el documento DE 10 2012 009 691 A1. Al hacer referencia al mismo, este documento también forma parte de la presente revelación.

En el documento DE 10 2012 009 691 A1 se describe la forma de hacer reaccionar un silano de halógeno o un alcoxisilano ya provisto de grupos hidrófilos con un grupo superficial reactivo del cristal con formación de compuestos de Si-O. A diferencia de la presente invención, se aplica en un único paso de reacción un revestimiento antivaho. Los revestimientos antivaho fabricados según procedimiento del estado de la técnica son claramente más sensibles a la hidrólisis.

Entre los grupos hidrófilos apropiados del revestimiento antivaho se prefieren los grupos de polioxialqueno, preferiblemente los grupos de polioxietileno y/o polioxipropileno. La longitud de cadena de polioxialqueno es preferiblemente de 2 a 10, especialmente de 2 a 6, con preferencia de 3 a 5 o 4 a 5 unidades de oxialqueno. Con una longitud de cadena de la unidad de alqueno individual se prefieren 2 a 4 átomos de C (unidades de oxietileno, oxipropileno o oxibutileno). Se prefiere además que los grupos de polioxialqueno presenten al menos dos grupos que reaccionen con los grupos de silano. Por la vía de una así llamada formación de bucles se pueden unir dos o varias veces a la superficie, con lo que se incrementa todavía más la estabilidad, especialmente frente a la hidrólisis.

La fabricación de una capa con grupos de Si-H se puede llevar a cabo de manera que los átomos de Si ya existentes en la superficie como parte integrante del revestimiento antivaho se modifiquen, por regla general se reduzcan de modo que soporten compuestos Si-H reactivos. Alternativamente es posible aplicar en estas condiciones átomos de Si adicionales a la superficie del recubrimiento antirreflejos de forma que se produzcan los grupos de Si-H reactivos deseados.

De acuerdo con una primera variante del procedimiento según la invención se produce en el paso b. una aplicación de un silano de halógeno, preferiblemente de un silano de halógeno con 2 o 3 átomos de halógeno, especialmente de un silano de cloro. La aplicación se puede llevar a cabo mediante técnicas que el experto conoce, por ejemplo mediante precipitación química de fases gaseosas (Chemical Vapor Deposition, CVD) o en solución. Los silanos de halógenos reaccionan con los grupos hidroxilo (grupos de silanol) del recubrimiento antirreflejos formando compuestos de siloxano.

Como silano de halógeno se puede emplear, por ejemplo, triclorosilano, diclorosilano, clorosilano, diclorometilsilano, clorodimetilsilano, cloro(metil)fenilsilano, clorofenilsilano, diclorofenilsilano, etildiclorosilano, diisobutilclorosilano, isobutildiclorosilano y/o dicloroetilsilano.

5 Como silano de halógeno se emplea preferiblemente clorofenilsilano, dicloroetilsilano, triclorosilano, diclorosilano y/o clorosilano.

En el paso b. del procedimiento según la invención, un cristal óptico recubierto opcionalmente se introduce en una solución que comprende silano de halógeno, comprendiendo la solución de al menos un silano de halógeno en un porcentaje del orden de un 0,1 a 1,0 % en peso, preferiblemente del orden de un 0,2 a 0,8 % en peso, especialmente del orden de un 0,3 a 0,6 % en peso, respectivamente referido al peso total de la solución. Como disolvente se emplea preferiblemente un disolvente homopolar aprótico, con preferencia toluol o xilol.

Las cantidades antes indicadas también son válidas cuando se emplean dos o más silanos de halógeno diferentes.

De acuerdo con otra variante del procedimiento según la invención, el paso b. se lleva a cabo mediante la aplicación de SiO_x en condiciones reductivas y en presencia de hidrógeno.

15 De acuerdo con otra variante del procedimiento según la invención, el paso b. se lleva a cabo mediante reducción de grupos de Si-O en la superficie del recubrimiento antirreflejos con hidrógeno radical. Esto se puede producir especialmente en un plasma, por ejemplo un plasma RF en presencia de hidrógeno. Se emplea preferiblemente un plasma de baja presión con hidrógeno puro. El plasma se produce en un Tetra 100 de la empresa Diener electronic.

El enlace del revestimiento antivaho al grupo de Si-H reactivo se realiza según la invención preferiblemente mediante hidrólisis.

20 La hidrólisis define la adición de un silano a un enlace doble en presencia de un catalizador, generalmente un catalizador de platino. El experto está familiarizado con los detalles de la reacción, por lo que no es necesario explicarlos.

Como catalizador de platino se puede emplear, por ejemplo, platino (0)-1,3-divinilo-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (CAS [68478-92-2]), cis-bis(benzonitrilo)dicloroplatino(II) (CAS [15617-19-3]), platino (0), platino (0) en un soporte de óxido de aluminio-, óxido de silicio o de carbono actico, platino(II)cloruro (CAS [10025-65-7]), platino(IV)cloruro (CAS [13454-96-1]), ácido de hexacloruroplatino (CAS [16941-12-1]), un complejo de cloruro de platino y alcoholes, aldehidos o cetonas, un complejo de olefinas de platino, como p. ej. Pt(CH₂=CH₂)₂(PPh₃)₂ o Pt(CH₂=CH₂)₂Cl₂, un complejo de fosfina de platino, como p. ej. Pt(PPh₃)₄ o Pt(PBu₃)₄ y/o un complejo de fosfita de platino, como p. ej. Pt[P(OPh)₃]₄ o Pt[P(OBu)₃]₄.

30 Con preferencia se emplea como catalizador de platino platino (0)-1,3-divinilo-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (CAS [68478-92-2]) o ácido de hexacloruroplatino (CAS [16941-12-1]).

Se prefiere que el compuesto empleado en el paso c. presente al menos un enlace doble C=C reactivo, con preferencia un grupo vinilo. Con especial preferencia se trata de un compuesto de vinilo-polioialqueno.

35 En una forma de realización preferida se emplea en el paso c. un compuesto de la fórmula RR¹C=CR²-A_x-[O-C_nH_m]_y-R³ (I), siendo

R = H, alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado, preferiblemente R = H o Me, con especial preferencia R = H; R¹ = H, alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado, preferiblemente R¹ = H o Me, con especial preferencia R¹ = H;

R² = H o Me, preferiblemente R² = H;

40 A = alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH, NH₂ o SO₂, preferiblemente alquilo C₁-C₄ lineal, con especial preferencia CH₂;

x = 0-1;

C_nH_m = lineal o ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH o NH₂, preferiblemente lineal y no funcionalizado;

45 n = 1-10; m = 2n;

y = 0-20, preferiblemente 1-15, con especial preferencia 3-11;

R³ = A_xCR²=CRR¹, SO₃Na, H u OH, preferiblemente A_x-CR²=CRR¹.

En el caso del compuesto empleado en el paso c. se puede tratar, por ejemplo, de poli(etilenglicol)diviniléter (CAS [50856-26-3]), dietilenglicoldiviniléter (CAS [764-99-8]), di(etilenglicol)viniléter (CAS [929-37-3]), y trietilenglicoldiviniléter (CAS [765-12-8]), aliléter (CAS [557-40-4]), hidroxibutilviniléter (CAS [17832-28-9]), alilalcohol (CAS [107-18-6]), aliloxietanol (CAS [111-45-5]), sal de sodio de ácido 3-alilos-2-hidroxi-1-propansulfónico (CAS [52556-42-0]) y/o 3-aliloxi-1,2-propandiol (CAS [123-34-2]). En el paso c. se emplea preferiblemente poli(etilenglicol)diviniléter (CAS [50856-26-3]), dietilenglicoldiviniléter (CAS [764-99-8]), di(etilenglicol)viniléter (CAS [929-37-3]), y/o trietilenglicoldiviniléter (CAS [765-12-8]).

55 Para la hidrólisis prevista en el paso c., los cristales ópticos obtenidos en el paso b. se introducen preferiblemente en una solución que contiene el compuesto (I), siendo el porcentaje de compuesto (I) del orden de un 0,4 a 1,8 % en peso, preferiblemente del orden de un 0,5 a 1,4 % en peso, con especial preferencia de un 0,6 a 1,2 % en peso,

respectivamente referido al peso total de la solución. Como disolvente se emplea preferiblemente un disolvente homopolar aprótico, con preferencia toluol o xilol.

Según la invención, los grupos de polioialquenos se pueden anclar así de forma duradera y resistente a la hidrólisis en la superficie del recubrimiento antirreflejos por medio de compuestos de Si-C.

5 El objeto de la presente invención consiste además en un cristal óptico con un revestimiento antivaho que se obtiene por medio de un procedimiento según la invención. El cristal óptico según la invención se caracteriza por una gran resistencia y larga duración del revestimiento antivaho gracias al enlace con compuestos de Si-C resistentes a la hidrólisis.

10 En una forma de realización preferida de la invención los cristales ópticos, especialmente lentes para gafas, cristales de material plástico transparentes con un revestimiento antivaho en la zona espectral visible, comprenden preferiblemente cristales de PDAC, poliuretano o episulfuro y un revestimiento aplicado a los cristales de material plástico, presentando el revestimiento, partiendo de la respectiva cara anterior o cara posterior del cristal de material plástico, al menos

15 a) una capa de laca de resina que comprende preferiblemente un compuesto de sol-gel-laca de resina a base de un polímero acrílico, de un polímero epoxi, de un polímero de uretano, de un polímero de melamina y/o a base de un material inorgánico, preferiblemente siloxano,

20 b) una capa antirreflejos que comprende preferiblemente al menos tres capas discretas, respectivamente de o con al menos un óxido metálico, hidróxido metálico y/o hidrato de óxido metálico de Al, Si, Ti, Zr, Ce, Sn, In, Cr y/o mezclas de los mismos, comprendiendo la capa antirreflejos más alejada de la cara anterior o posterior del cristal de material plástico óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio,

c) una capa antivaho que se obtiene mediante enlace covalente de un silano de halógeno, preferiblemente silano de cloro, con la capa antirreflejos de b) y posterior transformación con un compuesto de la fórmula (I).

25 En otra forma de realización de la invención los cristales ópticos, especialmente lentes para gafas, comprenden cristales de material plástico transparentes con revestimiento antivaho en la zona espectral visible, preferiblemente cristales de PDAC y un recubrimiento aplicado a los cristales de material plástico, presentando el recubrimiento, partiendo de la respectiva cara anterior o posterior de los cristales de material plástico, al menos

a) una capa según la reivindicación 1 del documento EP 2 578 649 A1,

30 b) una capa antirreflejos que comprende al menos tres capas discretas, presentando estas capas respectivamente un índice de refracción diferente, disponiéndose las capas con un índice de refracción alto ($n \geq 1,6$, especialmente con una longitud de onda de 550 nm) y con un índice de refracción bajo ($n < 1,6$, especialmente con una longitud de onda de 550 nm) preferiblemente de forma alternativa y comprendiendo la capa más alejada de la cara anterior o posterior del cristal de material plástico dentro de la capa antirreflejos al menos un óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio,

c) una capa antivaho,

35 obteniéndose la capa antivaho por medio de un tratamiento de los cristales de material plástico recubiertos con una capa antirreflejos b) en un plasma de baja presión con hidrógeno puro y posterior transformación con un compuesto de la fórmula (I) en presencia de un catalizador Pt.

40 En otra forma de realización de la invención los cristales ópticos, especialmente lentes para gafas, comprenden cristales de material plástico transparentes con revestimiento antivaho en la zona espectral visible, preferiblemente cristales de PDAC, poliuretano o episulfuro o cristales duros minerales, con preferencia cristales de vidrio sin plomo o de roca, y al menos un recubrimiento aplicado a los cristales ópticos, comprendiendo el recubrimiento, partiendo de la respectiva cara anterior o posterior del cristal de material plástico o del cristal duro mineral

45 a) una capa antirreflejos que presenta capas discretas alternativas de hidrato de óxido metálico de los elementos Al, Si y/o Ti, encontrándose al menos una capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio más alejada de la cara anterior o posterior del cristal óptico,

50 b) una capa antivaho que se obtiene mediante enlace de un clorosilano, preferiblemente triclorosilano, diclorosilano, clorosilano, diclorometilsilano, clorodimetilsilano, cloro(metil)fenilsilano, clorofenilsilano, diclorofenilsilano, etildiclorosilano, diisobutildiclorosilano, isobutildiclorosilano y/o dicloroetilsilano con la capa antirreflejos de a) y posterior transformación con un compuesto de la fórmula (I) en presencia de un catalizador de platino o rodio, preferiblemente de un catalizador de platino.

55 En otra forma de realización de la invención los cristales ópticos, especialmente lentes para gafas, comprenden cristales de material plástico transparentes con revestimiento antivaho en la zona espectral visible, preferiblemente cristales de PDAC o poliuretano y al menos un recubrimiento aplicado a los cristales ópticos, comprendiendo el recubrimiento, partiendo de la respectiva cara anterior o posterior del cristal de material plástico o del cristal duro mineral

a) una capa antirreflejos con un grosor de capa total del orden de 97 nm a 2000 nm, preferiblemente del orden de 112 nm a 1600 nm, especialmente del orden de 121 nm a 1110 nm, con preferencia del orden de 132 nm a 760 nm y

con especial preferencia del orden de 139 nm a 496 nm, comprendiendo la capa antirreflejos al menos una capa de óxido de silicio, dióxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio,

5 b) una capa antivaho que se obtiene mediante enlace covalente de al menos un silano de halógeno con la capa de óxido de silicio, dióxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio de a) o mediante tratamiento de los cristales de material plástico recubiertos con una capa antirreflejos a) en un plasma de baja presión con hidrógeno puro y respectivamente al menos una transformación posterior con al menos un compuesto de la fórmula (I), siendo preferiblemente $R = R^1 = R^2 = H$, $A = CH_2$, $x = 0-1$, C_nH_m = alquilo lineal con $n = 1-4$, $m = 2n$, $y = 1-7$, $R^3 = A_x-CR^2=CRR^1$ u OH.

10 En otra forma de realización el cristal óptico con un revestimiento antivaho comprende un cristal óptico o un cristal duro mineral y al menos un recubrimiento aplicado al cristal óptico, comprendiendo el recubrimiento, partiendo de la cara anterior o posterior del cristal de material plástico o del cristal duro mineral,

a) opcionalmente una capa de laca de resina,

b) una capa antirreflejos, presentando la capa antirreflejos al menos dos capas discretas y comprendiendo al menos una de las capas una capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio,

15 c) una capa antivaho, obteniéndose la capa antivaho mediante enlace covalente de un silano de halógeno con la capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio de la capa antirreflejos de b) o mediante tratamiento de los cristales de material plástico o cristales duros minerales recubiertos con una capa antirreflejos b) en un plasma de baja presión con hidrógeno puro y respectivamente posterior transformación con un compuesto de la fórmula (I) $RR^1C=CR^2-A_x-[O-C_nH_m]_y-R^3$, siendo

20 $R = H$, alquilo C_1-C_{10} lineal o alquilo C_1-C_{10} ramificado;

$R^1 = H$, alquilo C_1-C_{10} lineal o alquilo C_1-C_{10} ramificado;

$R^2 = H$ o Me;

$A =$ alquilo C_1-C_{10} lineal o alquilo C_1-C_{10} ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH, NH_2 o SO_2 ;

25 $x = 0-1$;

$C_nH_m =$ lineal o ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH o NH_2 ;

$n = 1-10$; $m = 2n$;

$y = 0-20$;

$R^3 = A_xCR^2=CRR^1$, SO_3Na , H u OH.

30 Para el experto en la materia es obvio que el procedimiento según la invención para la fabricación de cristales ópticos con revestimiento antivaho se puede utilizar tanto para cristales ópticos con y sin corrección individual, por ejemplo de la agudeza visual, como para cristales ópticos con otra funcionalidad, por ejemplo cristales ópticos tintados, cristales ópticos polarizados o cristales ópticos que se adaptan automáticamente a los cambios de luz.

A continuación se explican dos ejemplos de realización del procedimiento según la invención.

35 Ejemplo 1

Un cristal con un recubrimiento antirreflejos comercial LutoTec de ZEISS sin mejoramiento de CleanCoat se recubre con dicloroetilsilano puro (CAS [1789-58-8]) en una atmósfera de gas de nitrógeno a temperatura ambiente y se seca. El recubrimiento se lava con toluol (anhídr.), antes de seguir con el siguiente paso del proceso.

40 A continuación, el cristal se sumerge durante 30 minutos a 60 °C en una solución de 1,0 g de divinilo-poli(etilenglicol) ($M_n \sim 230$ g/mol; CAS [50856-26-3]) y 0,1 ml de catalizador (platino (0)-1,3-divinilo-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (CAS [68478-92-2]) en xilol) en 100 ml de toluol seco.

El cristal recubierto se lava con agua VE y se seca.

Ejemplo 2

45 Un cristal con un recubrimiento antirreflejos comercial LutoTec de ZEISS sin mejoramiento de CleanCoat se activa con un plasma de baja presión durante 180 s a 500 W.

Después el cristal se recubre de dicloroetilsilano (CAS: 1789-58-8) en una atmósfera de nitrógeno a temperatura ambiente y se seca. El exceso de recubrimiento se lava con toluol (anhídr.), antes de seguir con el siguiente paso del proceso.

50 A continuación, el cristal se sumerge durante 30 minutos a 60 °C en una solución de 1,0 g de divinilo-poli(etilenglicol) ($M_n \sim 230$ g/mol; CAS [50856-26-3]) y 0,1 ml de catalizador (platino (0)-1,3-divinilo-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (CAS [68478-92-2]) en xilol) en 100 ml de toluol seco.

El cristal recubierto se lava con agua VE y se seca.

Caracterización del revestimiento antivaho según la invención.

55 Para una valoración individual los cristales ópticos recubiertos de un revestimiento antivaho según la invención se mantuvieron durante 10 segundos a una distancia de 10 cm por encima de un baño de agua a 90 °C y se colocaron

después sobre un papel en el que preferiblemente se había escrito un texto. Cuanto mejor se pueda leer el texto, tanto mejor será la valoración visual de los cristales ópticos.

5 En comparación con los cristales ópticos empleados como material de partida en los ejemplos 1 y 2, los cristales ópticos recubiertos de un revestimiento antivaho según la invención se empañaron mucho menos y permitieron así una lectura mucho más clara de un texto colocado por debajo de los mismos.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un cristal óptico con revestimiento antivaho con los pasos:
- 5 a. puesta a disposición de un cristal óptico,
 b. fabricación de una capa que presenta grupos de Si – H,
 c. reacción de los grupos de silano con un compuesto que presenta grupos hidrófilos y al menos un grupo que reacciona con el grupo de silano.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el paso b. se lleva a cabo mediante la aplicación de un silano de halógeno.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el paso b. se lleva a cabo mediante la aplicación de SiOx en condiciones reductivas y en presencia de hidrógeno.
- 15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el paso b. se lleva a cabo mediante la reducción de grupos de Si – O en la superficie del cristal con hidrógeno radical.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por que la reacción se produce en un plasma con gasa de hidrógeno.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que en el paso c. se realiza una hidrólisis.
- 25 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el compuesto empleado en el paso c. presenta al menos un compuesto doble C=C reactivo, preferiblemente al menos un grupo de vinilo.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que el compuesto empleado en el paso c. es un compuesto de vinilo-polioxialqueno.
- 30 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el cristal óptico presenta un recubrimiento antirreflejos.
10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que el recubrimiento antirreflejos contiene SiOx.
- 35 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el cristal óptico contiene en la superficie SiOx.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que los grupos hidrófilos presentan grupos de polioxialqueno, preferiblemente grupos de óxido de polietileno y/o de óxido de polipropileno.
- 40 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por que los grupos hidrófilos presentan grupos de polioxialqueno con una longitud de cadena de polioxialqueno de 2 a 10, preferiblemente de 2 a 6, especialmente de 3 a 5.
- 45 14. Cristal óptico con un revestimiento antivaho, que se obtiene por un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13.
15. Cristal óptico con un revestimiento antivaho, presentando el cristal óptico un cristal de material plástico o un cristal duro mineral y al menos un revestimiento aplicado al cristal óptico, comprendiendo el revestimiento, partiendo de la cara anterior o posterior del cristal de material plástico o del cristal duro mineral,
- 50 a) opcionalmente una capa de laca de resina,
 b) una capa antirreflejos que comprende preferiblemente al menos tres capas discretas, comprendiendo al menos una de las capas una capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio,
- 55 c) una capa antivaho, obteniéndose la capa antivaho mediante enlace covalente de un silano de halógeno con la capa de óxido de silicio, hidróxido de silicio y/o hidrato de óxido de silicio de la capa antirreflejos de b) o mediante tratamiento de los cristales de material plástico o cristales duros minerales recubiertos con una capa antirreflejos b) en un plasma de baja presión con hidrógeno puro y respectivamente posterior transformación con un compuesto de la fórmula (I) $RR^1C=CR^2-A_x-[O-C_nH_m]_y-R^3$, siendo
- 60 R = H, alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado;
 R¹ = H, alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado;
 R² = H o Me;
 A = alquilo C₁-C₁₀ lineal o alquilo C₁-C₁₀ ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH, NH₂ o SO₂;

ES 2 706 977 T3

$x = 0-1$;

C_nH_m = lineal o ramificado, funcionalizado opcionalmente respectivamente con OH o NH_2 ;

$n = 1-10$; $m = 2n$;

$y = 0-20$;

5 $R^3 = A_xCR^2=CRR^1$, SO_3Na , H u OH.